

2022/4/11更新

ウルトラマイクロトーム (ULTRACUT-S) 簡易マニュアル

光電子分光分析研究室

連絡先

吉田すずか 内線6882

鈴木啓太 内線6882

装置使用の前に

以下のルールを守って下さい。

- 研究室内は土足厳禁、飲食厳禁
- 装置の故障、不具合を見つけたらすぐに施設職員に連絡。
緊急連絡先は研究室入口ドアの横に記載してあります
- 装置を乱暴に扱わない
- 研究室の物品を勝手に持ち出さない
- 貴重品の管理は各自です。休日や夜間利用の際、研究室の施錠は各自で行う
- 初めて装置を使う際は事前に職員に連絡を取って講習を受ける
- 本装置の利用に予約は不要です。利用に不安がある際は施設職員に相談する
- 回転研磨機を使う際は、講習を受けること
- ガラスナイフの刃は鋭いので、怪我をしないように取り扱いには気を付けること
- ダイヤモンドナイフは落とさないように気を付けること

Date Month/Day	Time Start/Finish	Laboratory Name/ Affiliated institution User Name	Thin section thickness (μm)	Resin filling	Diamond cut	Computer information (machine, shape, etc.)
〇月 〇日	10:30~10:50	光電子	50	有・無	持参・借用	S002, 機状
月 日	~			有・無	持参・借用	
月 日	~			有・無	持参・借用	
月 日	~			有・無	持参・借用	
月 日	~			有・無	持参・借用	
月 日	~			有・無	持参・借用	
月 日	~			有・無	持参・借用	
月 日	~			有・無	持参・借用	
月 日	~			有・無	持参・借用	

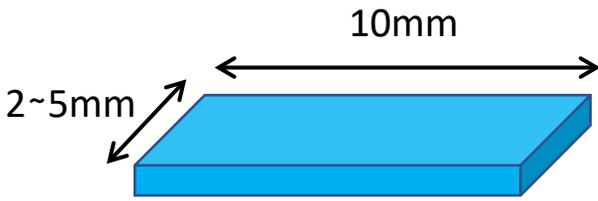
コメント・連絡事項はこちらに！

使用者は記録簿に各項目を記入して下さい。

利用予約は必要ありません。

初めての利用の方は施設職員から装置講習を受けて下さい。

サンプルの前処理(樹脂埋め)



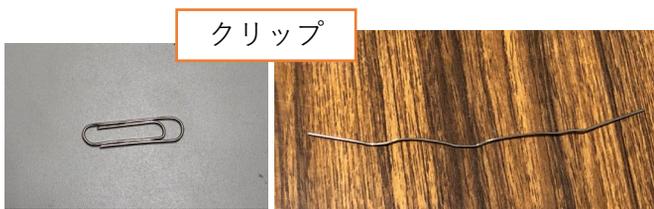
板状の場合、試料は
10×2~5mmくらいの大きさに
切り出してください

出来る限りサンプルは歪ませず、
真っすぐの状態にしてください



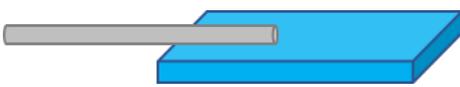
カプセルの蓋をちぎり、
蓋の真ん中付近をカッターで
貫通させます

蓋の穴の開け過ぎ、カッターによる
怪我に注意してください



クリップをペンチで棒状に
なるように広げて、真っすぐ
になっている部分を長めに
ニッパーで切断します

サンプルの
3分の1付近で接着



切断したクリップの棒の先
(真っすぐな部分)にアロンアル
ファを付けて、試料と接着さ
せます



接着させたクリップの棒の
先を蓋の穴に差し込みます



次にエポキシ樹脂セットの
4種類を使って樹脂を作ります

(DDSA、812、NMA、DMP30)

樹脂を使いたいときはスタッフに教
えてください

DMP30を入れた時に
飴色になれば
成功

色が変わらない
or
別の色になった
場合は固まらない

シリンジでDMP30以外の
各溶液を適量入れ、最後に
DMP30を入れます

出来る限り気泡が入らないように
液体を出し入れする時は気を付けて
ください

左の写真のような色にならなかつ
た場合は作り直してください



DMP30を入れる前

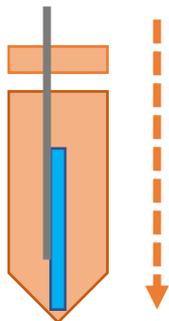


DMP30を入れた後



全ての溶液を入れた樹脂液
をカプセルの9割程度まで注
入します

カプセルにある線まで入れます
ゆっくり注入すると気泡が入りに
くいです



試料のついているクリップ
が刺さった蓋を閉めます

試料は真っすぐ、真ん中に入るよ
うに入れてください

サンプルが上から下まで
真っすぐに入っている
のが理想です



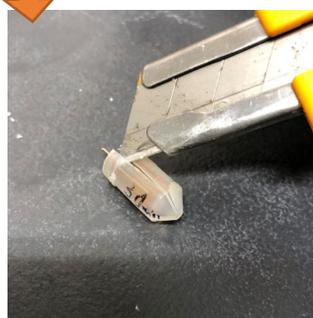
乾燥機



蓋がしっかり閉まったのを
確認したら乾燥機の電源を入
れて、乾燥機に入れます

50°Cで8時間以上乾燥させ
ます

やけどに注意



固まったのを確認したら
カプセルにカッターで切れ目
を入れて試料を取り出します

トリミング(回転研磨機)



マイクロームで薄片を作る時は、出来るだけナイフの刃に触れるサンプルの面積を小さくすると刃こぼれしにくく、きれいに薄片を作成できるので前処理として**トリミングは必須**です

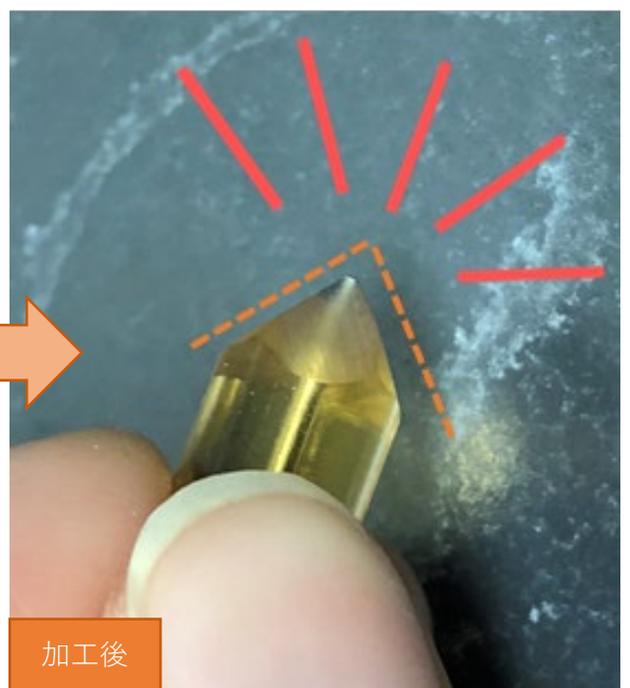
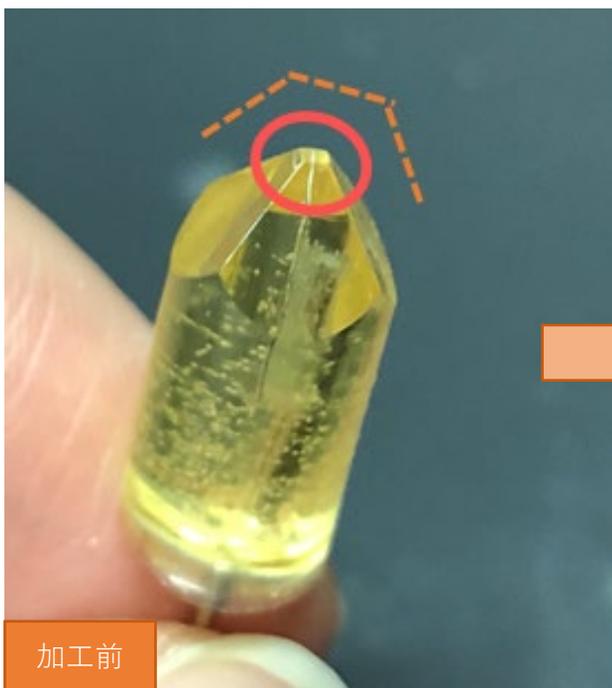


取り出したサンプルの先端を鉛筆の芯のように尖らせるために回転研磨機で四面を削ります

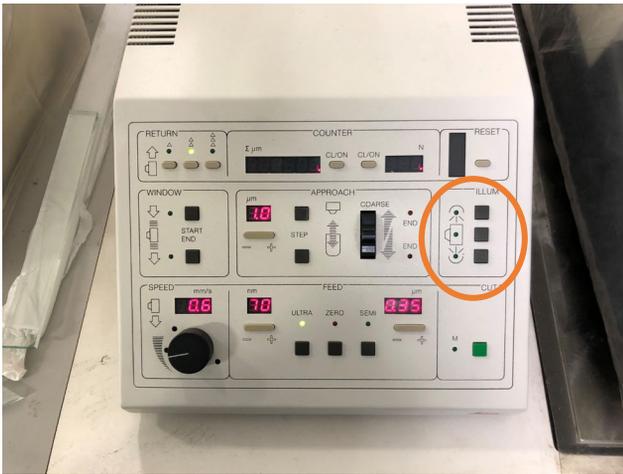
研磨紙は**#1000**または**#1500**がおすすめです

この時、サンプルの面が出ないように研磨に気を付けてください

回転研磨機の研磨紙は消耗品です
使用する際は回転研磨機の記録簿に記入してください



サンプルのセッティング



電源は後ろについています

ミクロトームのコントローラーの電源を付け、対物レンズと接眼レンズについているカバーを外します

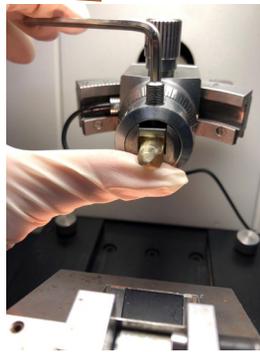
コントローラーのILLUMのボタンを押してライトを付けます



トリミングしたサンプルを試料を固定するセグメントに入れます

試料固定ネジを回してサンプルを固定し、最後に指でサンプルを押さえながらレンチで締めてセットします

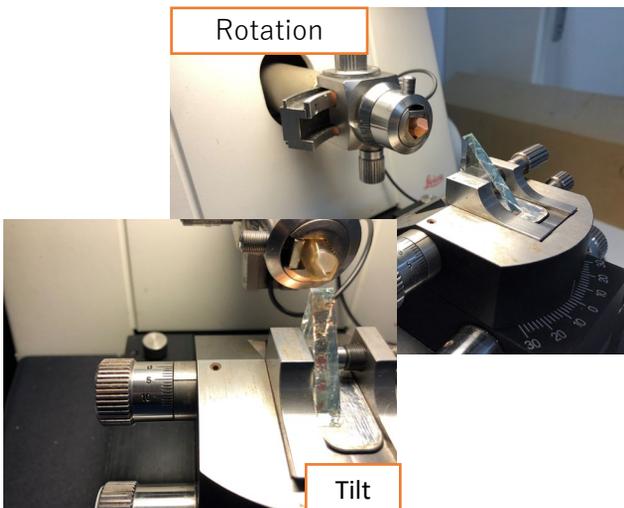
サンプルを真っすぐ固定しないと次のトリミングと薄片を作成するときに影響します



ステージの固定レバーを手前に倒して解除します

ステージをサンプルから十分引き離れた状態でガラスナイフをセットします

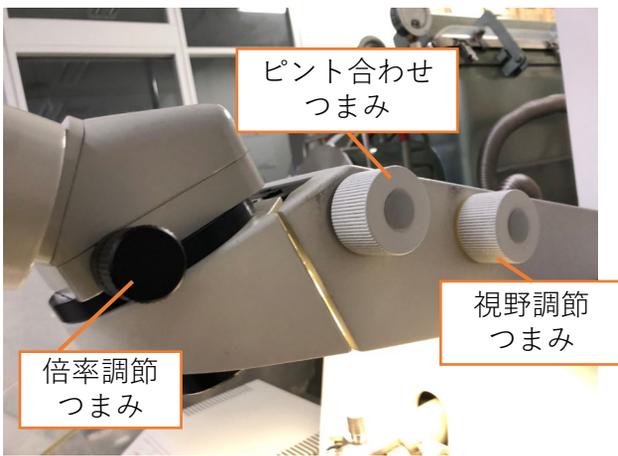
ナイフをセットしたら、次に**ステージのRotationを0度、Tilt(刃角度)を6度**にしてください



次に先端にあるサンプルの面出しをするので0度にして削ります

ダイヤモンドナイフで薄片を作る時の刃角度が6度なのでそれに合わせてガラスナイフも6度にします

トリミング(ガラスナイフ)



接眼レンズで見ながらピント合わせつまみと視野調節つまみでナイフの刃にピントを合わせます

何回もステージを動かすので適宜、調節してください

フォーカスは常に刃側に合わせる

樹脂埋めした場合、樹脂は下側にしてサンプルを上側にするると削る時に樹脂がサンプルからはがれるリスクが減ります

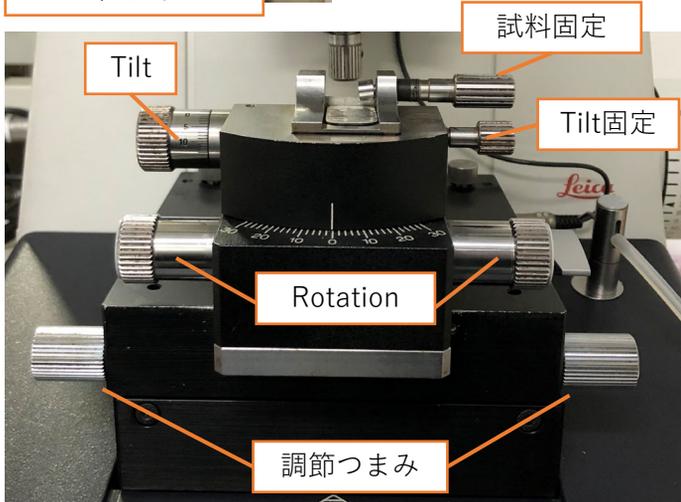
トリミング以外にも薄片を作る時も同様です



ハンドホイールを『7』まで回して、サンプルの位置をナイフの刃と同じくらいの高さに合わせます

ステージの左右にある調節つまみでステージを動かして、ナイフの刃を使用していない左端をサンプルの先端に合わせます

刃は左から使っていくのが基本

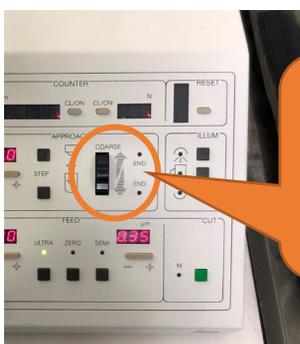


横から見ながらステージをサンプルに近づけて固定します

このとき、サンプルをナイフにぶつけないように注意してください



サンプルとナイフの刃が両方見える倍率まで上げ、接眼レンズで見ながらコントローラのAPPROACHのCOARSEレバーでサンプルと刃が当たるぎりぎりまで近づけます



APPROACHでステージの動く距離を設定します

樹脂を削るときは $3\sim 5\mu\text{m}$ 、試料が出てきた場合(削り屑が試料の色味を含んだとき)は $1\sim 2\mu\text{m}$ にすると削りやすいです

次にFEEDでサンプルの送り量を設定します

速く削りたい場合はSEMIのボタンを押して右側の送り量調節画面で値を調節、丁寧に削りたい場合はULTRAのボタンを押して左側送り量調節画面で値を調節してください

トリミングの段階のみ数値は特に動かさずに初期値でも大丈夫です

時間をかけて丁寧にトリミングをした方が薄片の出来は良くなります

ハンドホイールを1回転させたら、STEPのボタンを押して、またホイールを1回転させて、STEPのボタンを押す...を繰り返して先端を削っていきます

1回転するごとにサンプル側はFEEDで設定した値の分、前に動きます

速く回しすぎると刃が欠けるので注意

ホイールが0~3付近にいるタイミングでSTEPボタンを押しましょう

サンプルの面が出たのを確認したらステージを動かしてサンプルからナイフを離します

ステージを左側に30度動かしてからサンプルに近づけて先端を削ったのと同様に出来る限り細くなるように削っていきます

削り終わったらステージを動かしてサンプルと刃を離します



このボタンで送り量を調節

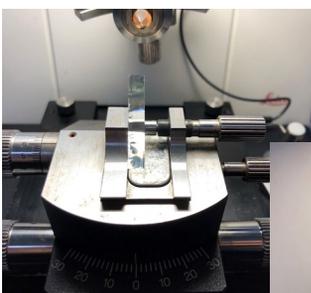


繰り返す

押す

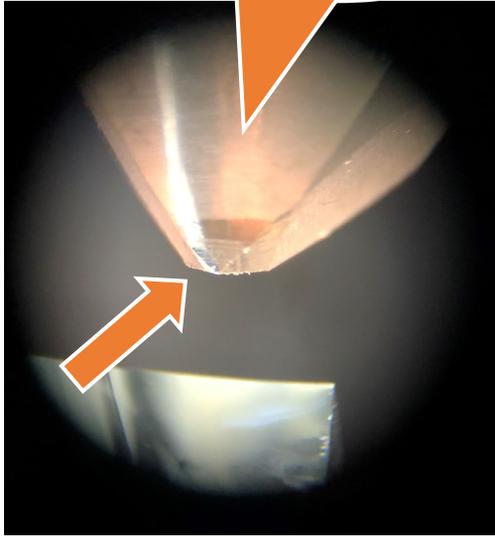


回す



30度ステージを動かすときは刃がサンプルにぶつからないように気を付ける

このくらい
Or
これよりも
細くトリミング
する



ステージを右側の30度まで動かして左側で削ったときのように削ります

右側で削られたサンプルの面と左右対称になるまで削ります

削り終わったらまたサンプルからステージを離して、セグメントの回転ネジを緩めて90度回転させてから固定します

そして先ほどと同様に左右を削ったらトリミング終了です

計4回トリミングします
大体40分から1時間半ほどかかります

トリミングが終わったら
ステージをサンプルから離して
ガラスナイフを外します

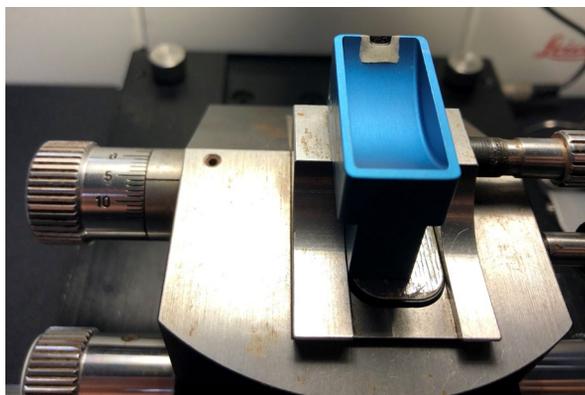
ガラスナイフは専用のごみ箱に捨ててください

薄片作成



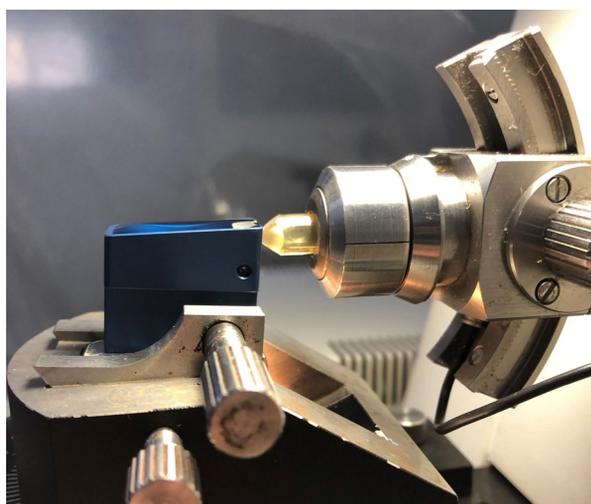
トリミングが終わったら次はダイヤモンドナイフで薄片を作ります

SEMのみ観察の場合はガラスナイフで作成しても良いです



サンプルが刃より下になるようにホイールで調節します
ステージのRotationを0度、Tiltを6度にして、十分にサンプルとステージを離れた状態でダイヤモンドナイフをセットします

樹脂を下側に、目的のサンプルを上側にして固定すること

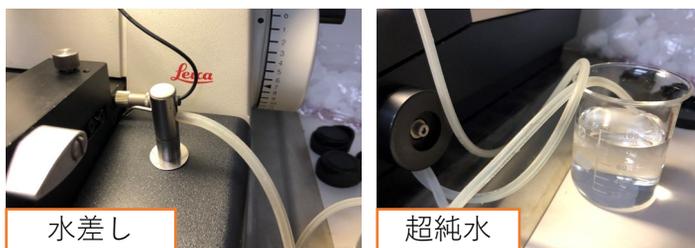


ビーカーに超純水を入れて用意し、ミクロトームの右側に置きます

ステージをサンプルに近づけます

サンプルを刃にぶつけないように注意

刃は使っていない左側から使用



最低倍率にし、ライトを上または下のみ点灯させます
右横についているホースの先を水が入ったビーカーの中に入れ、逆側についている水差しの先をダイヤモンドナイフのポート内につけます



リフレクソマートを反時計回りに回してポート内に水を入れていきます

表面張力で膨れるくらい
水を入れる



表面張力で刃先が反射するまで水を満たし、30秒ほど水が刃に馴染むまで待ちます

次にリフレクソマートを時計回りに回して、刃先部分が白く濁るまで水を少しずつ抜いていきます

この時、刃先の一部が黒ずんでいる場合はナイフの刃にごみが付着しているか欠けている可能性があります

汚れている時は中性洗剤と超純水で洗い流す、またはプラズマクリーナーで汚れを取ります

コントローラーのFEEDをULTRAに切り替え、左側の送り量調節画面で切片の厚さを設定します

サンプルによって変わるが、AIの場合は25~50nm設定がおすすめ

WINDOWのSTART ENDでサンプルが刃の下側に来ている状態で下側のボタンを、ホイールを回してサンプルが刃から1mm上にある状態で上側のボタンを押して切削範囲を設定します

この設定をしないと次の自動で削る際にサンプルが削れないので注意

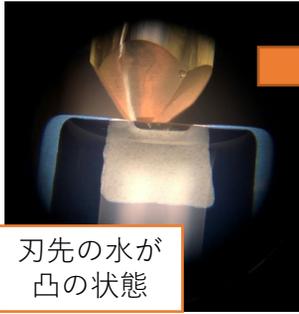
SPEEDの値を設定します
早すぎるとサンプルが欠けるので注意
サンプルに応じて0.2~0.3mm/sまたは0.6~0.8mm/sがおすすめ

高倍率にして、全ての設定が終わったらサンプルを刃が当たらないぎりぎりまで近づけます

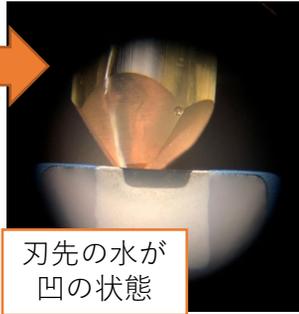
0距離になったらCUTボタンを押して切片を作っていきます

リボン状のように繋がって薄片が出来ていたら成功です

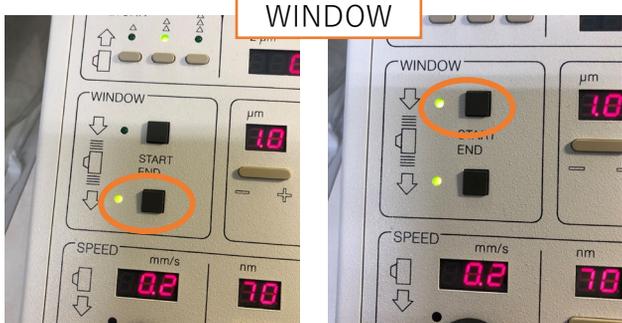
ある程度作製出来たらCUTをもう一度押して停止させます



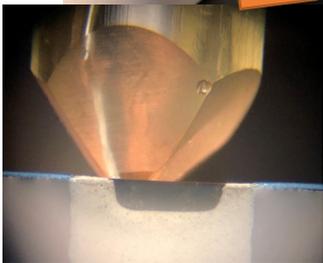
刃先の水が凸の状態



刃先の水が凹の状態

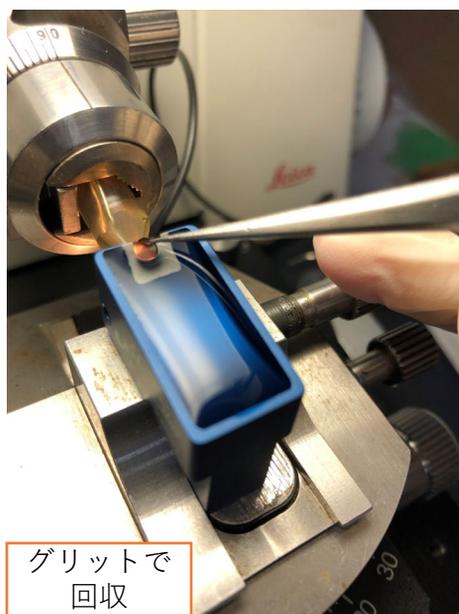


試料を近づけ終えたら
水差しは
ゆっくり取る



CUT

薄片回収



グリットで回収

サンプルが刃の下側に来るように下げます

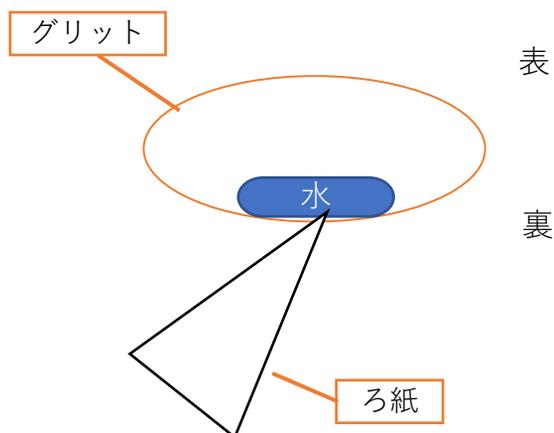
グリットの端をピンセットでつかみ、連続した切片に合わせて真上から静かに降ろします

グリットを少しゆがませると回収しやすいです

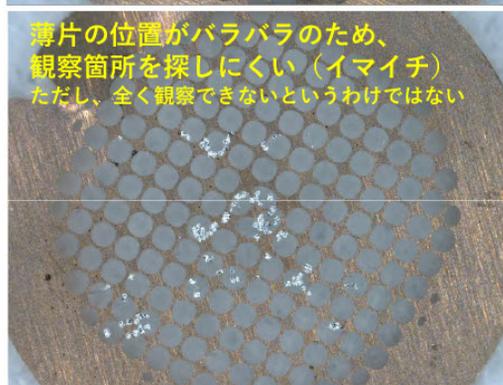
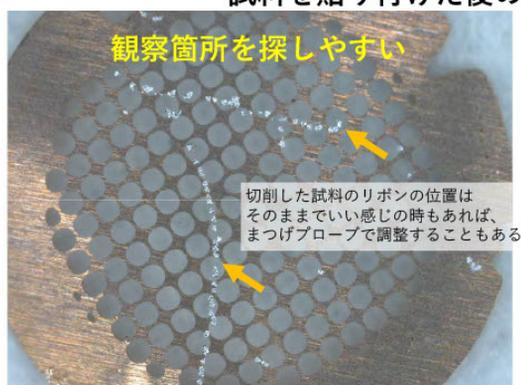
すくい上げるように静かにグリットを水面から取り出して裏面からろ紙で水を吸い取ります

最低でもグリット2枚分、回収するのがおすすめです

グリットの**表面に触れない**ように保管用の箱に入れて自然乾燥させます



試料を貼り付けた後のグリッド 光学顕微鏡観察



終了手順

- ステージを動かしてサンプルからダイヤモンドナイフを離します
- ポート内に入っていた水を捨てて超純水で刃先を中心に薄片などの付着物を洗い流します
- 未使用のビーカーに発泡スチロールを入れ、エタノールを注いで浸み込ませます
- ピンセットまたは爪楊枝で発泡スチロールを取り出し、かなり小さい力で発泡スチロールを刃先に当ててスライドさせます
 - 一度使った面はもう二度と使わないでください
 - 面部分を回転させながら使うとやりやすいです
 - 発泡スチロールは使い捨てなので使い終わったら自動式のごみ箱に捨ててください(※ガラスナイフ専用のごみ箱に入れないでください)
- もう一度ダイヤモンドナイフに超純水をかけてすすいだ後にエアガンで十分に乾かしてからケースにしまって下さい
- RESETボタンを数秒間長押ししてセグメントを初期位置に戻します
- APPROACHのCOARSEのレバーを数秒間下げてステージを下げます(下側のランプがついたらレバーを少し上げて前に動かしてください)
- ライトを消して、サンプルをセグメントから回収します
- 最後にミクローム内をブローワーなどで飛び散った薄片や屑を吹き飛ばします
- コントローラーの電源を消してカバーを全て付けます
- 最後に使用記録簿に必要事項を記入して終了です