

# ゼラチンを用いた目的視野二段レプリカ法

宮 坂 忠 昭\*・森 本 彌 三 八\*\*

(昭和45年 5 月22日受理)

## 1. 緒 言

表面検査をする場合に、光学顕微鏡や触針法、光干渉法等が用いられているが、電子顕微鏡を用いればさらに微細なかつ立体的な表面の観察が可能になる。そのためには表面の目的視野を確実にしかもできるだけ簡単に電子顕微鏡の視野におく必要がある。しかしこれまでの方法にはいろいろな難点がある。例えば光学顕微鏡で観察した目的視野の一段または二段レプリカを作成してメッシュに固定する方法<sup>1),2),3)</sup>では、試料にあらかじめ刻印引っかけきずなどの目印をつけておかねばならず、さらにレプリカの目的位置をメッシュに固定するにはなかなかの困難がともなう。また目的視野にメッシュを直接固定して、適当なレプリカ剤によってメッシュと共にレプリカを採取する方法<sup>4),5),6),7)</sup>ではレプリカ剤の選択、および二段レプリカ作成過程において薄膜が破損しやすいなどの困難がある。

筆者らは後者の方式によるものではあるが、ゼラチンを用いることによってこれらの難点をさけ目的視野二段レプリカを簡単に作成する方法を得たので、ここに報告する。

なおこのゼラチンを用いた簡単な目的視野二段レプリカ法の応用例として、触針法による場合と光干渉法による場合との検査の結果の相違について電子顕微鏡で検討してみた。その結果についてもあわせて報告する。

## 2. 方 法

### 操作1. 目的視野一段レプリカをメッシュに固定する。

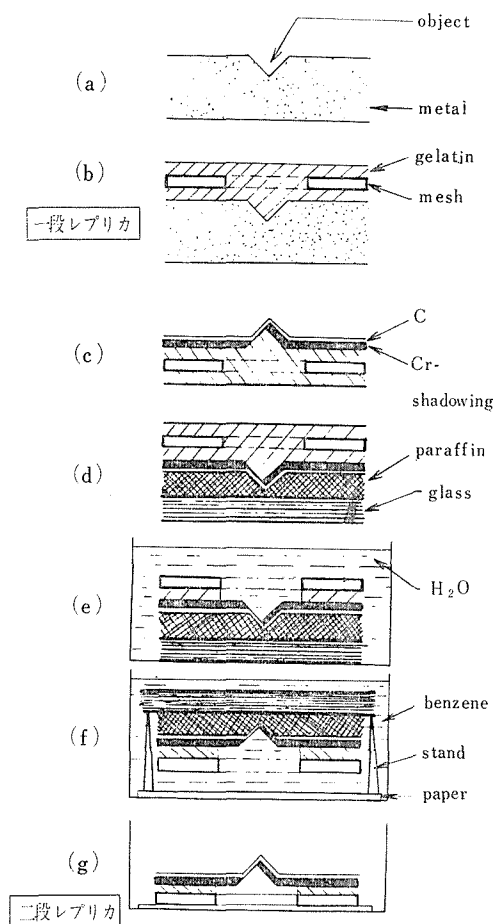
100 倍程度の光学顕微鏡で試料面を観察し、目的視野を定め、試料が鏡筒に対して動かぬよう固定する。(第 1 図 (a) 参照) (双眼実体顕微鏡を用いるのが以下の操作においていろいろの点で便利である。)

鏡筒を上げて検査面をアセチルセルローズフィルムで 2～3 回 ブランクレプリカ<sup>8)</sup>をなし、清浄にする。顕微鏡で観察しながら目的視野がメッシュの中央孔に入るように検査面上にメッシュを置く。使用したメッシュは銅製で、直径 3 mm 厚さ 0.05mm のもので、100メッシュ、150メッシュ、単孔 0.3 メッシュ、スクエアセンターメッシュの 4 種類を目的視野の形状によって使いわけた。これらの中でスクエアセンターメッシュの場合に

---

\* 精密工学教室、助手

\*\* 精密工学教室、教授



第1図 ゼラチンを用いた目的視野二段レプリカの作成順序図。

操作1で得られたレプリカ面に Cr-shadowing をなし、さらにC蒸着を なして薄膜の補強を行う。(第1図(c)参照)

次にガラス板上に融点  $45^{\circ}\text{C}$  のパラフィンをとかし、厚さ  $0.1\text{ mm} \sim 0.3\text{ mm}$  の層をつくる。上記の蒸着レプリカ面を下向きにしてこのパラフィン層上に置き、パラフィンを凝固させる。(第1図(d)参照)

これをそのまま蒸留水に浸漬して、水温を30分間ぐらいかけて  $35^{\circ}\text{C}$  まで徐々にあげると目に見える部分のゼラチンは完全に溶解する。しかしメッシュと蒸着膜の間にはさまれたゼラチンは溶けないため、蒸着薄膜はメッシュに固定されたまま残っている。これを別の同じ温度の蒸留水中に移して、水中で上方からスポイトで水を吹きつけクリーニングする。(第1図(e)参照)

以上のように処理した試料をそのまま常温で乾燥させた後、底に濾紙をしいたシャー

特により結果が得られた。

次にメッシュ上に  $30^{\circ}\text{C}$  の15%良質ゼラチン水溶液を  $1.5\text{ mm} \sim 2\text{ mm}$  の厚さに塗布する。この際気泡が入らぬように、またメッシュが動いて目的視野が中央孔から外れないように特に注意する。ゼラチンは透明に近いから、顕微鏡の焦点を僅かに変えるだけで目的視野を見ることが出来る。ゼラチンは温度が  $20^{\circ}\text{C}$  以下になると凝固するから試料、テーブルなどをつねに  $35^{\circ}\text{C}$  ぐらいに保っておく。次に  $40^{\circ}\text{C}$  程度の空気浴で20分間ぐらい乾燥すると試料によっては自然に剝離するが、しないものは周囲をカミソリの刃で軽くめくると容易に剝離する。この場合乾燥しすぎると剝離が困難になることがある。

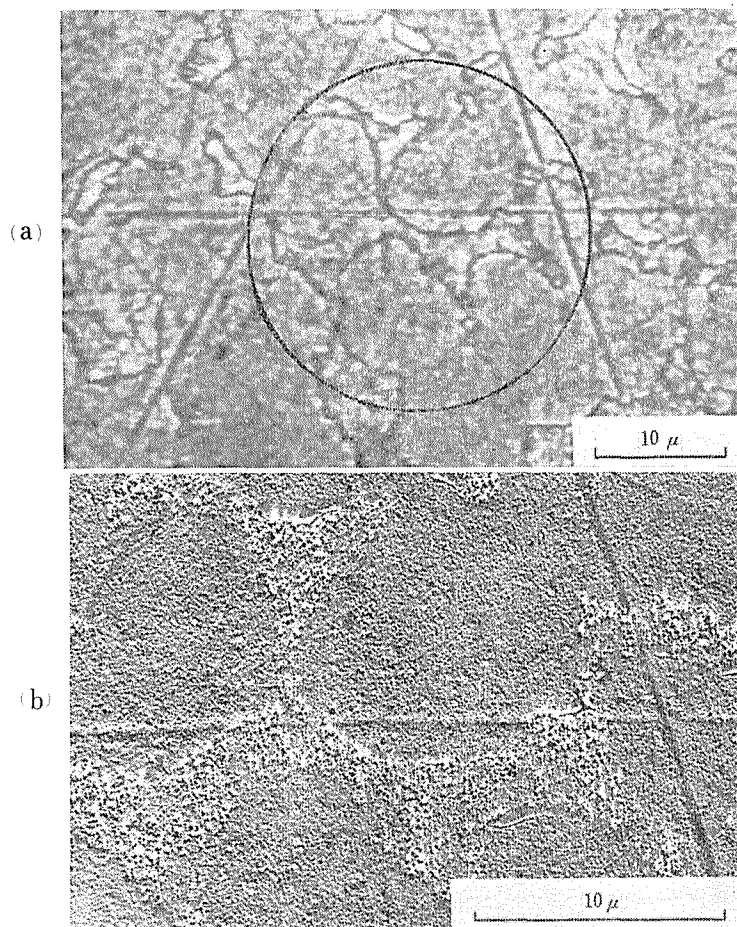
以上の操作で厚さ  $0.15\text{ mm} \sim 0.2\text{ mm}$  のゼラチン層中にメッシュが包埋され、目的視野の一段レプリカが中央孔に固定される。(第1図(b)参照)

## 操作2. 目的視野二段レプリカをメッシュに固定する。

レ中にメッシュを下側にして底の濾紙に触れないようにスタンドでガラス板を支えて入れる。シャーレ中にベンゼン(特級)を静かに注ぐとパラフィンが溶解しはじめ、メッシュは濾紙上に自然落下する。このメッシュには蒸着膜が付着している。これが光学顕微鏡で観察した目的視野の二段レプリカである。(第1図(f)(g)参照)

ベンゼンをスポイトで新しく入れかえ、液温を  $40^{\circ}\text{C}$  まであげればクリーニングは完全となる。ベンゼンを除き自然乾燥すると目的視野二段レプリカが完成する。

以上の操作によって、従来の方法と比較してはるかに簡単に目的視野と対応するレプリカが得られた。この方法は温度制御によるゼラチンの用い方にその基本がある。ゼラチンを溶解する際温度が高すぎるとか、時間が長すぎるとメッシュと蒸着膜の間のゼラチンも溶けさって接着の役割を果たさないが、前述したように適当な温度制御をするとゼラチンは一段レプリカ剤の役割と共に接着剤の役割をする。なおパラフィンの溶剤としてはアセト



第2図 (a); 光学顕微鏡で撮影した真鍮のラップ表面。  
(b); 電子顕微鏡で撮影した上図の目的視野(○印内)。

ン、エチルアルコール、メチルアルコール、ベンゼン等を試みたがベンゼンを用いた時が最もよく液中の蒸着膜の運動が抑制され薄膜の破損が防がれた。

第2図(a)(b)は真鍮のラップ仕上面を数日放置した後撮影した光学顕微鏡写真とその一部に対応する箇所を上記の方法を用いてとった電子顕微鏡写真である。

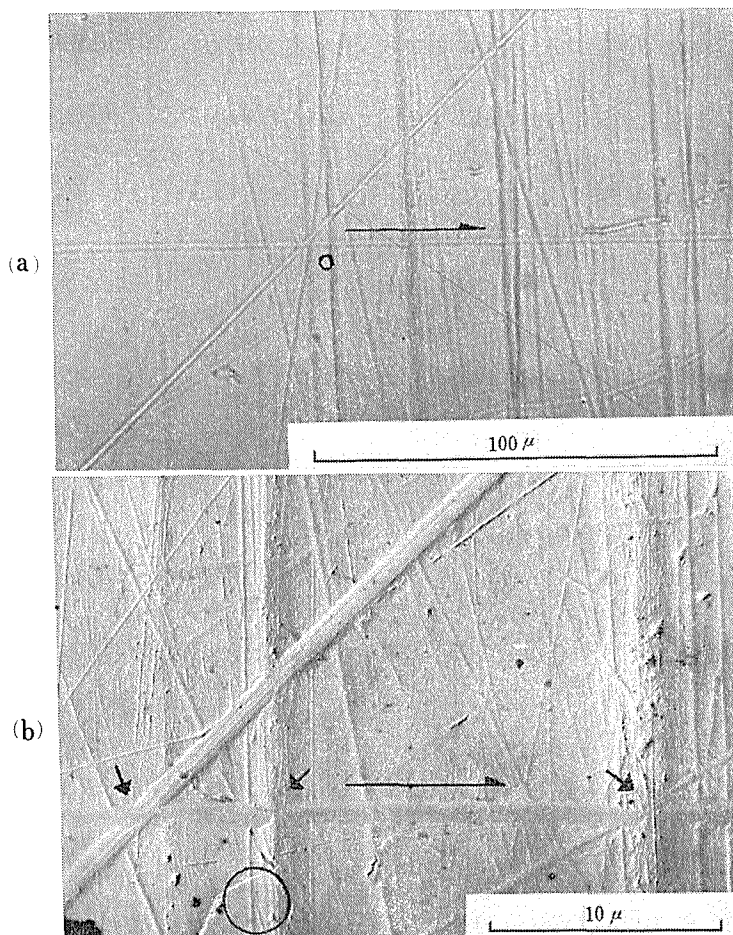
### 3. 応 用 例

表面あらさが小さい場合には、同一面の同一場所を検査しても触針法と光干渉法とでその測定結果に相違がある。例えば第1表は三豊製理研大越式表面あらさ標準片0.2-Sの19本の溝(測定長1.0mm中の)について、上記のそれぞれの方法で測定した結果を示したものであるが、触針法による測定値は光干渉法による測定値より小さい。

第1表からわかるように触針法の測定値は光干渉法のそれよりも平均値において $0.029\mu$ 小さい。これらの測定は触針法の場合は小坂製万能表面形状測定器を用い、測定針速度 $0.2\text{ mm/sec}$ 、記録紙速度 $20\text{ mm/sec}$ 、測定倍率 $10,000$ 倍、測定長 $1.0\text{ mm}$ であった。また光干渉法の場合はオリンパス製顕微干涉計を用い、光源にはナトリウムランプを使い、その波長を $5893\text{ \AA}$ とした。

第1表 測定法のちがいによる測定値の差。

溝 番 号	A 光干渉法による値, $\mu$	B 触針法による値, $\mu$	差 A-B, $\mu$	備 考
1	0.304	0.25	0.054	第4図(b)の矢印で示した3本の溝
2	0.129	0.11	0.019	
3	0.120	0.08	0.040	
4	0.129	0.07	0.059	
5	0.185	0.15	0.035	
6	0.092	0.05	0.042	
7	0.083	0.05	0.033	
8	0.212	0.17	0.042	
9	0.102	0.07	0.032	
10	0.092	0.08	0.012	
11	0.111	0.09	0.021	
12	0.074	0.06	0.014	
13	0.111	0.09	0.021	
14	0.083	0.07	0.013	
15	0.103	0.07	0.033	
16	0.111	0.09	0.021	
17	0.185	0.16	0.025	
18	0.138	0.11	0.028	
19	0.074	0.07	0.004	
計	2.438	1.890	0.548	
平 均	0.1283	0.0995	0.0288	



第3図 (a);光学顕微鏡で撮影した触針のひっかききず。  
(b);この目的視野二段レプリカ法を使って電子顕微鏡で撮影した  
(a)に対応する触針のひっかききず。

この両者の測定結果の相違の原因を調べる目的で、上記測定部分のうち顕著な部分について前述のゼラチン目的視野二段レプリカ法を用い電子顕微鏡で追跡観測してみた。この部分の光学顕微鏡写真を第3図(a)に、電子顕微鏡写真を第3図(b)に示す。写真中に示した○印は同一の溝を示す。

この電子顕微鏡による検査によって次のような結果が得られた。

(1) 触針は進行するにつれてひっかききずをつくる。このひっかききずは電子顕微鏡写真により計算すると平均  $1.0\mu$  の巾をもつ、よって触針が金属面にめり込む進行方向に垂直な断面を円弧と仮定して、触針の先端曲率半径を公称の  $5\mu$  ととると、このひっかききずの深さは約  $0.03\mu$  となる。この結果は前述の触針法による測定値と光干渉法による測定値との差  $0.029\mu$  とよく一致する。

(2) 表面あらさの小さい場合には上記の如く触針法によるあらさ測定において  $0.03\mu$  程

度の深さのひっかききずがつくられるとするとこれから生ずる誤差は無視することができない。

(3) 電子顕微鏡写真(第3図(b))で調べてみると微少ないくつかの溝は、触針によって塑性変形してしまい、触針法では測定できなくなることがわかる。

(4) 簡単に触針の荷重  $W = 0.4 \text{ g}$  (公称値), 明石製マイクロビッカース硬度計による測定値  $P_m = 355 \text{ kg/mm}^2$  を用い, 次の式<sup>10)</sup>

$$A = \frac{W}{P_m}$$

を適用すると, 触針が金属表面に接触した断面積  $A$  として  $1.13 \times 10^{-6} \text{ mm}^2$  が得られる。

(1) における仮定の如く触針が金属表面に球形でくい込むとし,  $A$  をその球の金属表面による切口の円の面積とすれば, その円の直径(ひっかききずの巾)は  $1.2 \mu$  となる。これは電子顕微鏡による測定値  $1.0 \mu$  とだいたい一致する。

(5) 第3図(b)に示す電子顕微鏡写真より見られるように大きい溝(小矢印で示す3本)においては触針は底まで届いていない。この点についても触針法による測定の場合には考慮を要する。

なおこの触針法を用いる場合のひっかききずの影響については現在詳細に検討中である。

## 文 献

- 1) Bryner, J. S. : Trans. A. I. M. E., 180, 356. (1946).
- 2) Nankivell, J. F. : Brit. J. Appl. Phys., 4, 141. (1953).
- 3) Booker, G. R. : Brit. J. Appl. Phys., 5, 349. (1954).
- 4) Hyam, E. D. and Nuting, J. : Brit. J. Appl. Phys., 3, 173. 9. (1952).
- 5) Bradley, D. E. : Brit. J. Appl. Phys., 6, 430. (1953).
- 6) 日比忠俊・矢田慶次 : J. of Electron Microscopy Vol. 10. No. 1. (1961).
- 7) 矢田慶次 : J. of Electron Microscopy Vol. 9. No. 1. (1960).
- 8) 電子顕微鏡学会 : 「電子顕微鏡の理論と応用 I」 P.230, 丸善.
- 9) 大越 諄 : 「表面あらさ検査法」 P.50, コロナ社.
- 10) 佐藤健児 : 「表面工学概論」 P.56, 養賢堂.

## Summary

### Simplified Two-stage Replica Technique of Objective Field for Electron Microscope by Means of Gelatin

Tadaaki MIYASAKA and Yasohachi MORIMOTO

(Department of Precision Engineering, Faculty of Engineering)

The report describes the simple method of locating the same field in both the light microscope and the electron microscope.

The new method is as follows.

By means of an optical microscope, the mesh is mounted on the metal specimen to be examined, so that the objective field may be fitted in the center hole of the mesh. 15 % solution of pure gelatin is warmed to about 30°C, and is coated on the mesh to form 1.5—2 mm layer.

When the gelatin layer is dried for about 20 minutes in about 40°C air, the gelatin replica containing the mesh is stripped of itself from the metal specimen. Thus the mesh is fixed in the dried gelatin layer, and one-stage replica of the objective field is finished in the center hole of the mesh.

Next the replica surface is shadowed with Cr, and is coated with C. The replica surface is placed on the melted thin paraffin layer (0.1—0.3mm) on a glass plate.

The replica on the glass plate is steeped into the distilled water and is warmed up gradually to about 35°C for about 30 minutes. Then the gelatin layer in sight is dissolved completely in the water, but a portion of the gelatin between the mesh metal and the thin Cr-C layer is not dissolved yet.

The replica on the glass plate is cleaned by distilled water, dried at the room temperature, then the glass plate is conversely supported by stands made of paper or something in a culture dish with filter paper on its bottom. When benzene is poured into the culture dish in order to take off the paraffin, the mesh is freed from the glass plate, and settled down of itself.

The thin Cr-C layer fixed on the mesh is the two-stage replica for the objective field located by the optical microscope.

In the examination of the surface roughness by the technique described above, the cause of the difference in the measured values that are obtained from the two methods, the optical interference and the stylus, has been studied, and found to be mainly in the scratch of the stylus.