

オスミウムコーター (メイワフォーシス, Neoc-Pro) 操作手順書

横浜国立大学 研究推進機構 機器分析評価センター

作成日	2021年9月9日
手順書 No.	Neoc-Pro-ver.4.4.210909
作成	高梨 基治



この手順書の最新版は、上のQRコードからも参照できる機器分析評価センター - オスミウムコーターのページ

https://www.iac.ynu.ac.jp/item_search/machine_list/neoc-proよりダウンロードできます。

1. 概要

導電性のない試料を EPMA や SEM で測定/観察すると、帯電して正しい強度や明るさが得られなくなる場合があります。(チャージアップ)

この装置は、試料表面にオスミウムを蒸着することにより、非常に薄いコーティングでチャージアップを防ぐことを可能にします。

コストのため、特別な理由がない場合はイオンスパッタの使用を推奨しています。

2. 危険性

この装置に使用する 4 酸化オスミウムは、毒物劇物には該当しませんが、吸入・接触等により、**生命にかかわる**か重篤な症状となる有害物質です。

3. 外観



4. 使用前準備

ドラフトのファンを**作動**させる。

バルブ類はいずれも強く締めたり強く開けると**破損**します。急ぐ必要のある操作が多いですが、力を入れてしまわないようにリラックスします。

5. コーティング

5-1. 試料のセット

試料室の5つある穴のいずれか(なるべく偏らないように配置したほうが良い結果となります)にテフロンカップを置き、その上に試料を乗せる。

5-2. 排気等

1. MAIN スイッチを入れ(点灯)、排気バルブ(●)を全閉(○)から1回転開ける(◎)。
2. 導入バルブ(●)を全開から13回転ていど閉じる(◎)。(回転数の代わりにネジの溝のある部分の長さが13mm程度になるように閉じてよいです)
3. 0.25 nm/秒としてタイマーをセットする。(2秒: 0.5 nm, 20秒: 5 nm)
4. 2 Pa 以下になったら、4 Pa になるように排気バルブ(●)を調節する(回転数的には3/4回転強閉じ(◎)ます)。

5-3. オスミウムの導入

1. 昇華塔を上から見て反時計回りに回し(⇐)、INSERT の印刷のあった位置に OPEN の印刷が来るようにする。回転が固いが、そばに壊れやすい開閉センサーがあるので、手などが**当たらないように**する。
2. 導入バルブ(●)を操作して7~8 Pa に合わせ、変動に合わせて調整を続け、調節しなくても10秒間の変動が0.5 Pa 以内に安定するまで続ける。(徐々に真空度が上がり続けるので、数十秒というレンジでの変動は無視します。)




5-4. コーティング

1. コーティング中は電流を5mA に保つ必要があるが、素早い操作が必要となるため、導入バルブ(●)を閉める(◎)と電流(●)が下がり(⇐)、開ける(◎)と電流が上がる(⇒)ことをあらかじめ理解しておく。
コーティング中は試料室の中が紫色に光るが、試料が暗い紫の部分(負グロー層、

純粋なオスミウムコーティングになる部分)に入っていることを確認できるように準備しておく。

- ① 明るい紫色部分は酸化オスミウムの弱いコーティングになります。調整はできないため、もしはみ出ているのを確認した場合は低くなるように設置し直して再コーティングします。
- ◇ コーティング中にこれらを同時に行うことは困難ですが、失敗か成功かの判断ができるように理解を整えておきます。2cm 程度までの試料では負グロー層からはみ出ることはほとんどないです。

2. CORT スイッチを押し、電流が 5mA になるように導入バルブ()を操作し続ける。
3. タイマーでセットした時間動作すると停止するので、十分にコーティングできた、あるいは失敗したと判断した場合は次に進み、不足と判断した場合は、追加時間をタイマーにセットしてコーティングを繰り返す。(コート of 厚みは電流に比例する)

5-5. オスミウム導入の停止

昇華塔を上から見て時計回りに回し(←)、INSERT の印刷が手前に来るようにする。

5-6. 大気置換

昇華塔を INSERT 位置に戻すと自動で試料室の中の大気置換が始まるので、両手を使って速やかに排気バルブと導入バルブの両方を全開(☉)にする。バルブがいつまでも閉まっていると、試料室中にオスミウムが残存したまま置換シークエンスが終了する。

バルブを開放できないでシークエンスが終了した場合は MAIN スイッチの切り入れをし、昇華塔を INSERT → OPEN → INSERT してバルブ操作をする。

5-7. 試料の取り出し

大気置換が終わったら(MAIN ツイッチの点滅が停止) MAIN スイッチを切り、試料を取りだす。(スイッチが入っていると MAIN スイッチは非常にゆっくりと点滅しますが、短時間見ただけでは切れているものと見分けがつきづらいので注意します)

テフロンカップはそのままでも結構です。

- ◇ 印刷は参考にはなりづらいですが、色の目安を載せます。

5nm:  10nm: 

6. 終了

ドラフトのファンを停止し、利用記録簿に記入をする。

7. 仕様

試料のサイズ

直径 25mm (1 インチ) × 5 個、高さ 2 cm程度まで(変動あり)

試料の性状

真空引きを行うため、多孔質のものは不可か非常に時間がかかる
液体を含むものは不可

コーティングの厚さ

0.5nm(EBSD) ~ 5nm(EPMA, 一般 SEM) ~ 22.5nm(1回の最大)