

取扱説明書

Φ100mm 大面積試料ステージ

HPC-20形 オスミウムコーター



株式会社 真空デバイス

〒311-4155 茨城県水戸市飯島町 1285-5

<TEL> 029-212-7600

<E-mail> device@shinkuu.co.jp

<URL> <http://www.shinkuu.co.jp>

始動と停止・操作について

装置は真空保持された状態で停止されています。

始動

POWER スイッチを ON にしてください。

同時にロータリーポンプも始動し、OsO₄チャンバーの温調がスタートします。

メインメニューが表示されます。

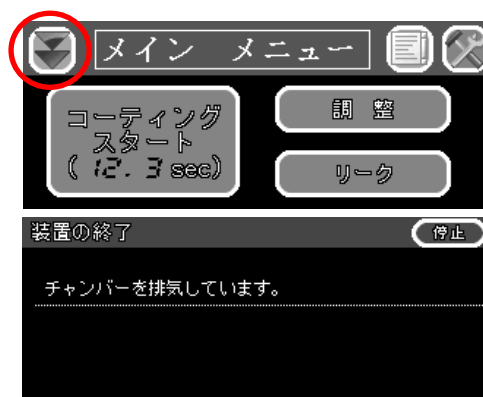
装置立ち上げ直後はオスmium室温度が設定値（20℃）に調整されるまで、成膜操作を受け付けません。設定温度になるまで少々お待ちください。



停止

停止の際はメインメニュー左上にあるボタンをタッチします。真空排気を10Paまで行い、自動でメインバルブが閉じます。

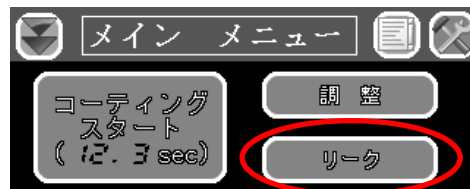
POWER スイッチをOFFにするよう促すメッセージが表示されますので、そのままPOWER スイッチをOFFにしてください。



リーク

チャンバーを開ける際はメインメニューから「リーク」をタッチします。

リークシーケンスは自動で進行し、チャンバー内を安全な状態にするプログラムが組み込まれています。



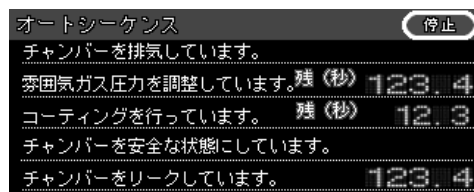
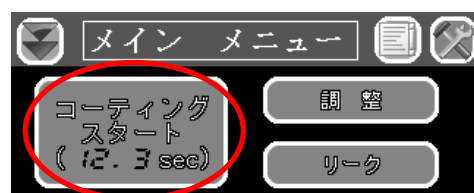
AUTOコーティング

調整画面で設定したコーティング時間、自動で成膜を行うプログラムが進行します。

「コーティングスタート」をタッチしてください。

真空排気、雰囲気圧力調整、コーティング、空気置換、チャンバーリークを自動で行います。

コーティングが完了するとメッセージが表示され、試料を取り出すことができます。



調整画面について

調整画面では、コーティング時間の調整や霧囲気圧力の調整を行うことが可能です。
放電電流の調整も可能ですので、この画面で完全マニュアルのコーティングを行うことも可能です。



コーティング時間は、中央の△▽ボタンで設定します。

設定時間は、0.1秒～99.9秒の間で0.1秒単位で設定が可能です。

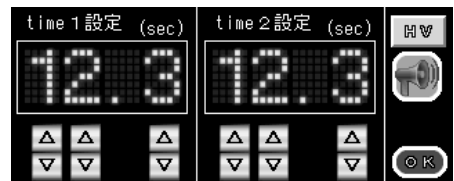
画面右側には時間のプリセットが表示されます。

5 s e c : CoatingTime を 5.0 秒にセットします。

R E S E T : CoatingTime を 0 秒にセットします。

t i m e 1、t i m e 2 はそれぞれ任意の時間をセットしておくことが可能です。

「t i m e 調整」をタッチするとそれぞれ好きな時間をセットできます。使用用途に応じて使い分けるなど、時間設定を素早く行うことができる便利な機能です。



使用目的別設定時間の目安

- S E M ・ T E M 観察用導電膜 : 5 秒
- X線分析、E B S D 分析、オージェ分析 : 1 ~ 3 秒
- F I B 保護膜を目的とした厚膜 : 1 5 秒 x 複数回
(オプションで厚膜用の制御プログラムもあります)

霧囲気ガスにアルゴンガスを利用すると、膜厚レートの向上と膜質の向上が期待できます。

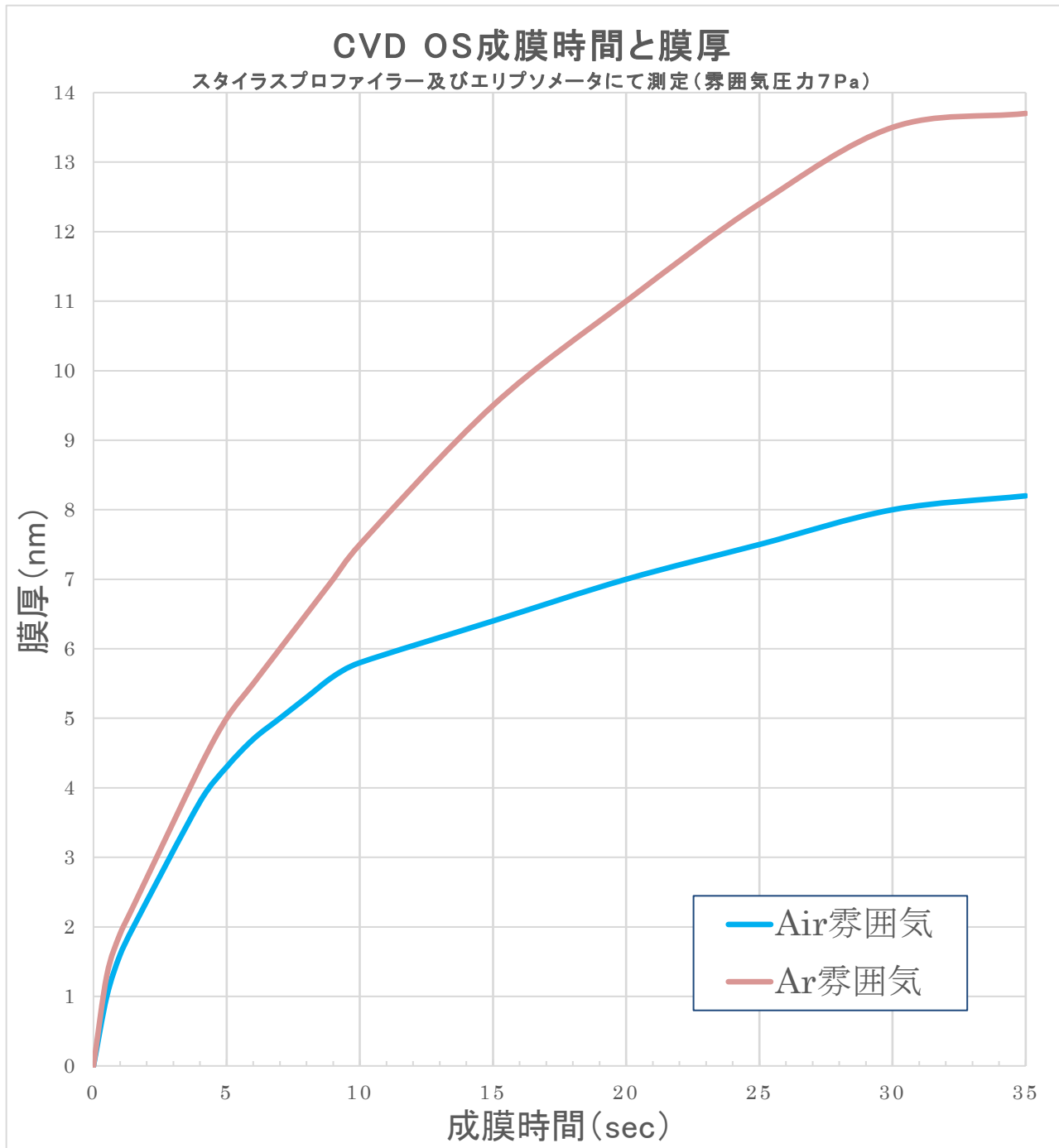
レートは約 1.8 倍となります。また、以下のようなサンプルの場合はアルゴンガスが効果的です。

- 試料表面が多層の複雑形状である場合
- 成膜深さのアスペクト比が深い場合
- 被着が困難なテフロン系素材のサンプル

試料高さや配置について

試料は一度に複数処理することが可能です。高さの違う試料でも、平面上は一律の膜がコーティングされます。試料は、ホローカソード内側より 5 mm 程度離してください。

膜厚特性について



- 1 nmの薄いコーティングは、試料の材質やコーティングチャンバー内のアウトガスに大きく影響を受けます。
- 本データは、KLA-Tencor 社製 P-17 スタイラスプロファイラーとエリプソメータの実測値に基づいて作成しております。
- 15秒以上の連続コーティングを行うと、オスミウムガスの供給量が不足し、膜厚レートが低下します。厚膜コーティングをご希望の際は、別途オプションの厚膜制御プログラムをご検討ください。
- オスミウム残量が僅かとなった場合は、コーティングレートが低下することがあります。

結晶オスミウム酸 (OsO_4) の残量確認について

- Os 室ガラス窓から見てオスミウム結晶が完全に無くなっている。
- 放電時、プラズマの色が薄紫色→赤みがかったピンク色に変わる。
- 放電電流値が、通常よりも高くなる。
- 電子顕微鏡等観察時、チャージアップがしばしば見られる。またはチャージアップする。

このような症状が確認されはじめたら、オスミウムの残量が僅かであることを示します。

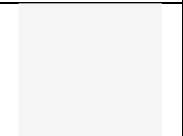
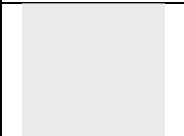
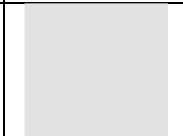
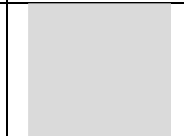


確認方法として、10 mm角に切り出したコピー用紙、又はスライドガラス片を用意し、**15秒**のテストコーティングを行います。

薄灰色の膜が形成され、テスターを用意し、5 mm間隔程度で当てた際、導通が確認できればオスミウムが残っている状態です。

オスミウムが完全に無くなった場合、成膜色が付かない、茶色っぽい膜が形成される、導通が確認できなくなる、などといった状態が確認できます。

導通が確認できなくなった時点を、オスミウムが完全に消費したと判断致します。

以下にコーティング色と膜厚の目安を示します。

膜厚 (nm)	1	2	3	4	5	Os ナシ
コーティング色 (コピー用紙)						

残量が僅かになった場合でも、薄く灰色の膜が形成される場合は導電性を得ることができます。

成膜時間を増やして目的量を被着するか、消費を促して残量をゼロにする方法があります。

消費を促す場合は、テスト片を入れ、成膜時間を99秒に設定の上オートコーティングを行います。

何度か繰り返すと導通が取れなくなり、オスミウム残量がゼロになります。

注意

テスト片はアウトガスの少ないコピー用紙、またはガラス片などを使用してください。ろ紙はアウトガスが多く、正常にテストコーティングができない可能性があります。

結晶オスミウム酸 (OsO_4) の装填

オスミウムアンプルについて以下のアンプルを推奨しております。

- キシダ化学
No : 000-57911 (1.0 g 入り)

- 富士フィルム和光純薬
No : 159-00403 (0.5 g 入り)

上記以外でも、以下の規格内であれば使用することが可能です。

太さΦ12.8 mm以内
寸胴タイプ高さ60 mm以下、アンプルタイプ高さ65 mm以下

オスミウムアンプルに関する情報は、次の WEB ページをご参照ください。

<https://www.shinkuu.co.jp/hpc-oso4-ample/>



初回装置購入時は富士フィルム和光純薬0.5 g 入り が 1 本付属します。
2 本目以降はキシダ化学1.0 g 入りを推奨しております。

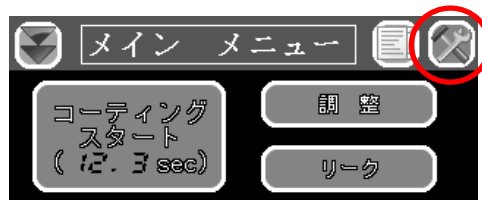
オスミウムアンプルの準備

アンプルによっては、表面にラベルが貼ってありますので、剥がしてください。
表面に付着した糊等は溶剤で綺麗に拭き取ってください。

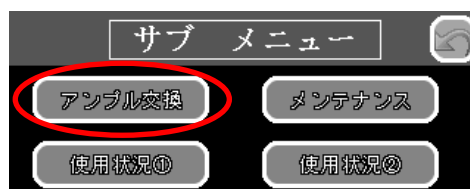
アンブル交換シーケンス

残量確認を行い、オスミウムが残っていないことを確認したうえでアンブル交換操作を行います。

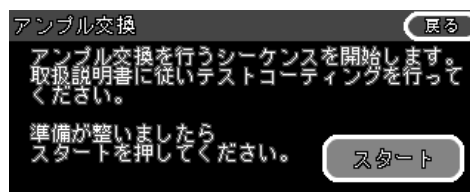
メインメニュー → 右上のツールアイコンをタッチしてください。



サブメニュー → 「アンブル交換」をタッチしてください。



テストコーティングを行うよう促すメッセージが表示されますので、残量が無くなっていることが確認できれば「スタート」をタッチします。

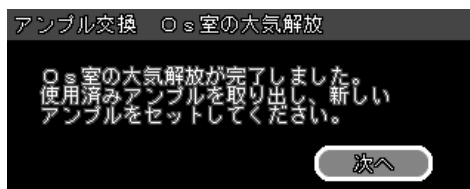
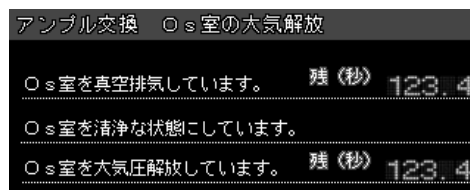


スタートを押すとアンブル交換のシーケンスが進行します。

まず最初に、Os 室内の残留ガスを十分に排気する時間を5分間とっております。このとき、万が一オスミウムが残っていれば真空が規定値以下に達せず、エラーメッセージを返します。

5分間の排気後、空気置換のプロセスを経て、オスミウムチャンバー内は大気圧になります。

大気開放が終わると、新しいアンブルをセットするよう促すメッセージが表示されます。



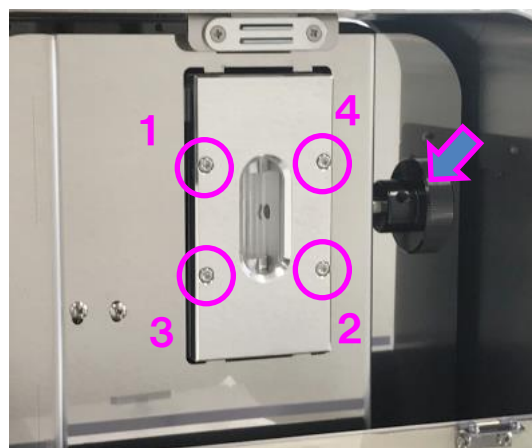
アンブルの取り出し

Os 室の窓固定ねじを外していきます。

外す際は、1 → 2 → 3 → 4・・・という要領で対角に順番に少しずつ緩めていきます。

あらかじめ、右側にあるツマミ（青矢印）を反時計回りに止まるところまで回してください。

Os 室ユニットを取り出してください。



Os 室ユニットを取り出すと、空になったアンプルが取り出せますので、こちらは通常のガラスのごみとして廃棄してください。細かい破片等もすべて拭き取ってください。
シール面や O リングにガラス片が付着していないことを確認してください。

アンプルの位置合わせ

装填するアンプルをセットし、くびれの位置が切断ニードルの穴位置と高さが合うように調整します。

右側下部の無頭ねじを緩めるとアンプルウケが上下に調整できます。



アンプルオサエを取り付け、上部がユニットよりはみ出さないか確認します。

アンプルの形状によっては、くびれ位置が中心に来ない場合もありますが、テコの原理で切断をしますので、アンプルオサエとアンプルウケがユニットよりはみ出さない位置に合わせて位置調整を行ってください。



アンプルのセット

アンプルの外周にキズを入れることで、綺麗にアンプルを割ることが可能です。作業に不安を感じる場合は、キズをつける工程を省略しても構いません。

一度アンプルを取り出し、付属のダイヤモンドヤスリを使って、くびれ部に一周キズをいれていきます。くびれの無いアンプルの場合は、おおよその切断位置にキズを入れてください。

アンプル表面を綺麗に拭き、再び Os 室ユニットへセットします。



Os 室ユニットを取り付ける際は、シール面や O リングにガラス片やごみ等が付着していないことを確認してください。

取り外しの要領と同様に、1 → 2 → 3 → 4・・・という要領で窓固定ねじを対角に少しずつ締め付けてください。

注意

作業の途中で万が一、アンプルを割ってしまった場合は、素早く Os 室ユニットへオスミウムとアンプルを入れて蓋を閉じ、Os 室内に密閉してください。

Os 室の真空診断

アンプルのセット完了後、「次へ」をタッチしてください。

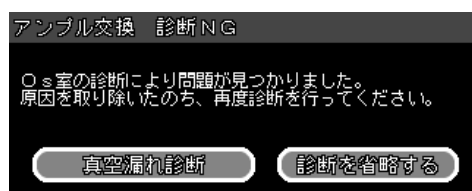
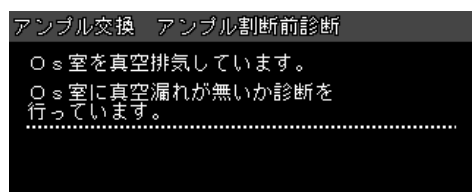
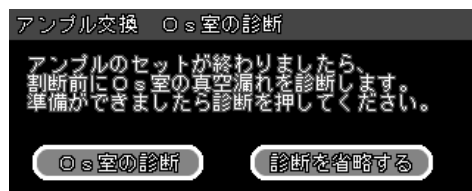
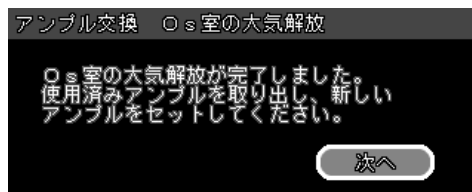
アンプルを割断する前に、Os 室の密閉状況を診断します。「Os 室の診断」をタッチします。

アンプルセットの工程でアンプルを割ってしまった場合や、あらかじめ開封されているアンプルを使用する場合は「診断を省略する」をタッチしてください。

Os 室の診断をタッチすると、Os 室を真空排気して漏れないかどうかをチェックします。

診断の結果、OK の場合は次の工程画面に移行します。診断の結果、NG の場合はエラーが表示され、再度診断を促す画面が表示されます。原因を取り除き、再度診断を行ってください。

OK の場合も NG の場合も、一度大気圧に調整されますので、約 2 分間お待ちください。

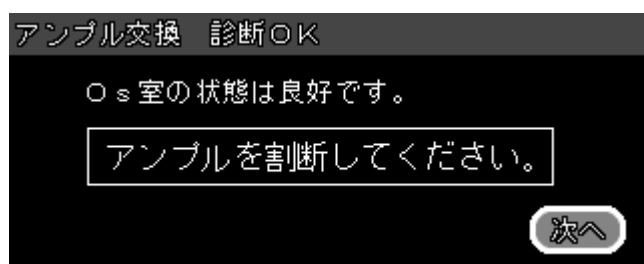


NG の場合

アンプルの割断

診断が OK だった場合、次の画面が表示されます。

(診断を省略しても同じ画面が表示されます)



割断ハンドルを時計回りに回すと割断ニードルが出てきます。ニードルがアンプルに押し当てられ、テコの原理で割断されます。ガラスが割れた感触を感じるまで回してください。

通常、キズを入れたくびれ位置に水平に割れますが、キズの入れ方が悪い場合やキズを入れなかった際などはアンプルのガラスがバラバラに割れてしまうこともあります。その場合でも特に問題はありません。

これでオスミウムは密閉された空間内で解放されました。

オスミウムは密閉空間に閉じ込められ、使い切るまで取り出したりすることはありません。

「次へ」をタッチしてください。

Os 室の減圧

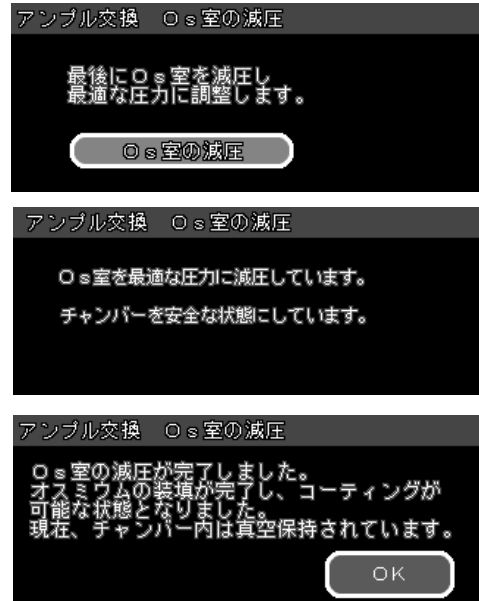
最後に Os 室内を減圧し、最適な圧力に調整します。

「Os 室の減圧」をタッチしてください。

減圧とチャンバー内の真空排気プロセスを経て、完了を知らせる画面が表示されます。

チャンバー内部は真空保持された状態となります。

最後に「OK」をタッチするとメインメニューへと戻ります。



装填後のテストコーティング

装填直後は **30 秒** のテストコーティングを行います。

装填直後の放電は不安定ですが、徐々に落ち着いてきます。

最終的に電流値が、10～20 mA (Air)、20～30 mA (Ar) 程度に表示されます。

放電の様子が淡い青紫色で安定し、電流値も大幅にずれていないことが確認できれば OK です。

電流値は雰囲気圧力や周囲からのアウトガスなどの影響を受けて変動します。

放電時の色や実際の成膜サンプルの色や抵抗値を確認して良否の判断を行ってください。

装置のメンテナンスについて

オスmium酸はその強力な酸化作用により、フッ素系樹脂以外のOリング、パッキン類を劣化させてしまいます。ニードルバルブ、電磁バルブ、真空計センサーも例外ではありません。

そのため、オスmiumコーターは使用頻度に関わらず、**およそ2年毎の定期メンテナンス**が必要です。装置を安全に運用するためにも、定期的な装置メンテナンスをご依頼ください。

定期メンテナンスの実施項目について

- ロータリーポンプのオイル交換
- 特殊Oリングの交換
- 活性炭オスmiumフィルターの交換
- オイルミストフィルターの交換
- オスmium室電磁バルブの交換
- ピラニー真空計センサーの交換

これらの部品については基本的にすべて交換を行い、別途点検において必要とされる項目のメンテナンスを行います。

作業は、弊社への装置返送の上実施致します。作業期間中の代替機の貸出にも対応しております。装置の梱包発送、据え付け作業が困難な場合はサービスマンの派遣も行っておりますのでご相談ください。

また、装置の使用頻度が高い場合は、お客様自身でのメンテナンスを行う必要があります。

以下の項目について定期メンテナンスを実施してください。

● チャンバー部品のクリーニング

実施目安：オスmiumアンプル **1 g** 消費後

アンプル交換を行うタイミングで実施してください。

- ロータリーポンプのオイル交換
- オスmiumトラップの活性炭フィルター交換

実施目安：オスmiumアンプル **5 g** 消費後

オスmium使用量が 5 g に達しましたら交換作業をご依頼ください。

● 真空計センサーの校正

オスmiumガスによって真空計のセンサー感度も徐々にズレていきます。

排気動作を行い 1 Pa を大きく左側に振り切っている場合は感度調整が必要になります。

使用頻度に応じて感度調整（頁 2 3）を行ってください。

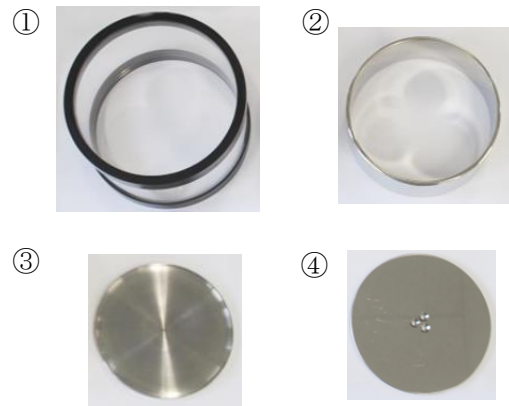
● 真空計センサーの交換

感度調整が限界になってしまった場合は、予備のセンサーと交換（頁 2 4）し、感度調整を行ってください。

部品のクリーニング

手袋、マスク、保護メガネを着用の上、換気の良い場所で作業を行ってください。主な洗浄部品は写真の通りです。

- ① ガラスチャンバー（パッキンは外してください）
- ② ホローカソード
- ③ 試料台
- ④ アノード電極



家庭用次亜塩素酸洗浄液（キッチンハイター等）を用意し、洗面器等に3～5倍希釈で洗浄液を作ります。

※濃度が高いとSUSを腐食してしまいます。

部品を入れ漬けおきます。

ガラスは欠けやすいので、部品と強く接触しないようにしてください。

徐々に部品に付着した膜が剥がれていきます。

汚れの程度によって洗浄時間も異なります。



20分程度浸し、綺麗になった部品は取り出し、すぐに流水で洗い流します。

仕上げ洗浄を行って、部品は元のように組み立てます。汚れの取れない箇所は金属磨き材を使ってクリーニングします。



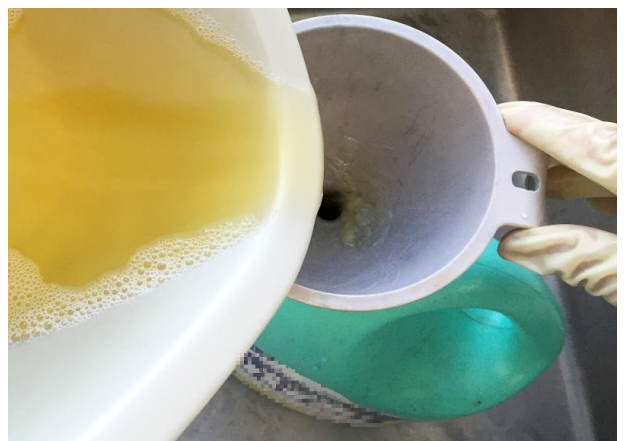
洗浄溶液は繰り返し使用できます。

使用済みの洗浄溶液は元の容器にお戻しください。

洗浄効果が無くなってきたら新しいものと交換してください。

使用済みの洗浄溶液は溶け出したオスミウムを含みます。

廃液は、ご使用になられる企業・法人様の廃液処理のルールに従いまして処理を行ってください。



処理が困難な場合は、廃液の引き取りサービスも対応しますのでご相談ください。

真空計センサーの感度調整

使用頻度	非常に高い (毎日フル稼働)	高い (毎日使用)	普通 (週に2, 3回)	少ない (週に1回程度)
感度確認目安	3ヵ月毎	半年毎	1年毎	2年毎

上表はあくまでも目安です。使用状況や真空計の表示を確かめたうえで実施してください。

真空計センサーの感度確認方法

調整メニューより真空排気を行います。

1時間後、真空計の針が1～3 Paの範囲にあれば正常です。

このとき、真空計の針が左に大きく振り切れる（1 Pa以下を示す）場合は感度調整が必要です。

また、3 Paに到達しない場合は、チャンバー内部の汚れやパッキン部の汚れを確認してください。

感度調整方法

前面のアクリルパネルを外してください。

真空計の下部に「0 ADJ」と表示のある感度補正ボリュームがありますので、マイナスイドライバーで微調整を行います。

1時間後の真空計表示が1.5 Paになるよう微調整してください。

テストコーティングを行い、放電の様子に異常がある場合は、ロータリーポンプのオイル交換も行ってください。



警告

SP1、SP2の表示があるボリュームは、装置の制御系に関与するため、絶対に回さぬようご注意ください。

真空計センサーの交換

感度調整が限界になってしまったら、新しいセンサーと交換を行います。

オスmium室裏側のパネルを取り外してください。パネルを外すと、内部に円筒型の真空計センサーが確認できます (2)。

リークシーケンスにてチャンバーを大気開放してください。

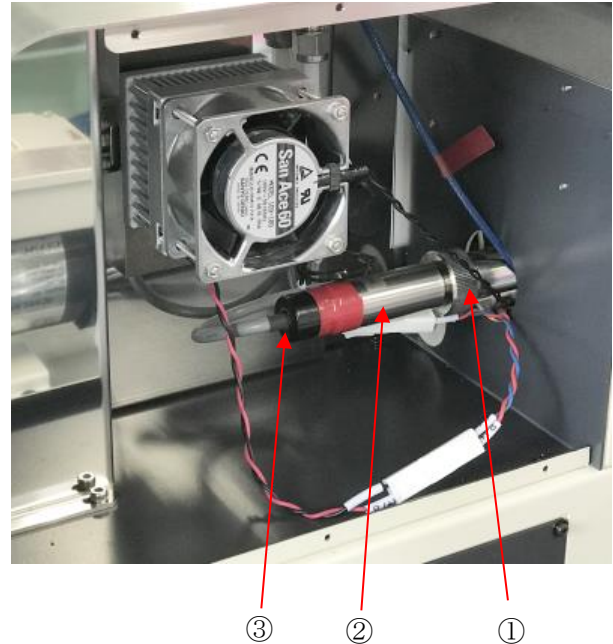
①フクロナットを緩め、真空計センサーを取り外します。

③コネクタと②センサーを留めているビニルテープを外し、コネクタを取り外してください。

②センサーを新しいものと交換します。

③コネクタを取り付け、ビニルテープを巻いて固定してください。

元のようにセンサーを取り付け、①フクロナットをしっかりと締めてください。



交換後は真空計センサーの感度調整手順 (頁 2 3) に従って感度調整を行ってください。

装置の付加機能について

タッチパネルの性能を活用し、便利な付加機能を搭載しました。

付加機能は予告なく追加、変更される場合がありますのでご了承ください。

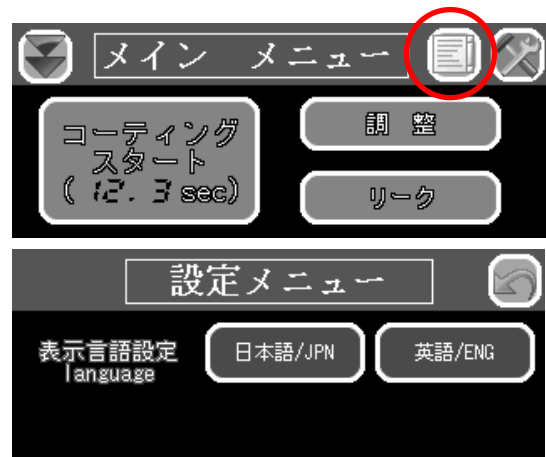
プログラムは定期メンテナンスの際に、無償アップデートされます。

バイリンガル表示

外国人ユーザー様からのご希望で付加しました。表記を日本語／英語に切り替えが可能です。

メインメニュー上部のアイコンより設定画面へお進みください。

表示したい言語をタッチするとすべての画面表示が切り替わります。



ブザー機能

コーティングの完了を音で知らせる機能です。
「調整メニュー」→「time 調整」に進みます。
画面右のアイコンをタッチしてください。

ブザーの機能を使う際は「有り」を選択してください。



使用状況の確認

サブメニューに、使用状況①、使用状況②のメニューがございます。

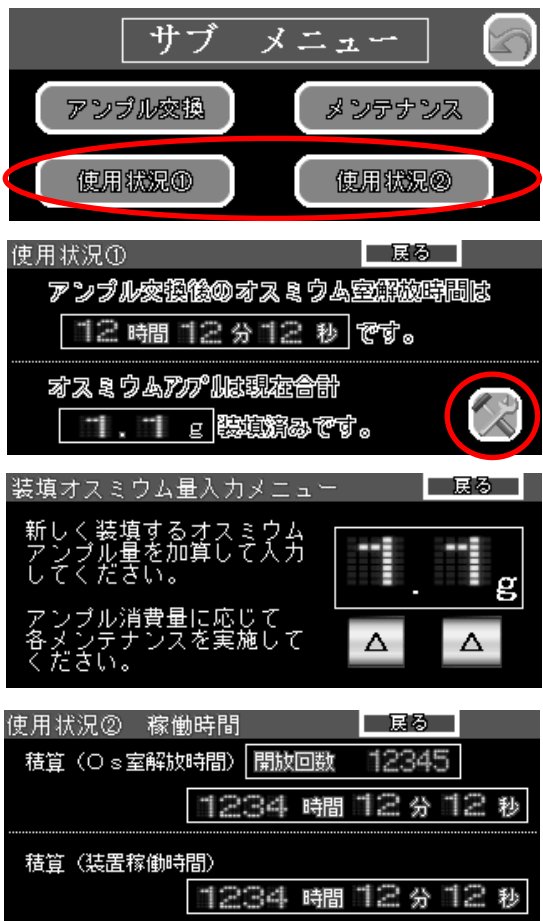
使用状況①では、アンプル交換後からのオスミウム室のバルブ開放時間を表示します。プログラム制御に含まれる開放時間も加算されます。アンプル交換シーケンスを実行した際には自動でリセットされます。

オスミウムアンプルの装填量メモ機能

アイコンを長押しすることで数値入力画面へ切り替わります。

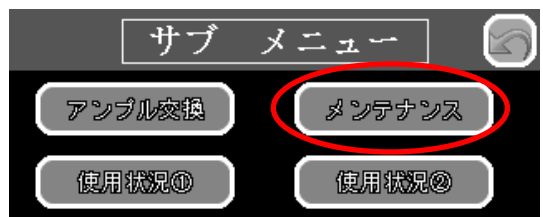
新しくオスミウムアンプルを装填した際に、装填量を加算して記録しておくことで、メンテナンス時期を確認することが出来ます。自動での計算は致しませんので、任意の数値を入力してください。

使用状況②では、装置の全体的な稼働時間を表示します。



エンジニア専用モード

サブメニューの「メンテナンス」はサービスエンジニア専用の制御用モードです。
通常はパスワードロックされていてお客様が操作することは出来ません。必要な場合は、弊社サービスマンの指示に従ってください。



トラブルシューティング

症状	主な要因	対応について
真空度が上がらない。 (圧力が下がらない) 又は真空度の上りが著しく悪い。	シール面等に異物が挟まっている。	シール面の汚れ及び異物を除去してください。
	全体のクリーニング直後である。	全体のクリーニング直後は真空度の上がり方が鈍くなります。3時間程度連続で排気動作を行い、3 Pa以下到達を確認してください。
	チャンバー内が著しく汚れている。	クリーニングを行って下さい。
	RPオイルが汚れている。	オスミウムを多く含んだオイルは推奨交換頻度を超えて使用すると到達真空度が悪化します。使用頻度に応じて定期的なオイル交換を行って下さい。
	ガラス筒パッキンが最適でない。	真空グリスは極少量塗布してください。また、パッキンに亀裂が目立つようになったら新しい物に交換してください。
	リークバルブ、真空計センサー、RPの故障。	メーカーへの返送修理が必要です。
	アウトガスの多い試料がチャンバー内に入れてある。	アウトガスの多い状態で入れない。又は脱ガスを十分行ってください。
RPが動かない。又はヒューズが切れる。	周囲温度が低い。	20℃程度の室温が安定した部屋で御使用下さい。
	RPの故障。	メーカーへの返送修理が必要です。
放電しない。又は異常放電が起こる。	雰囲気圧力の設定が合っていない。	23ページの感度調整を行い、放電に最適な真空度に調整してください。
	オスミウム室バルブの故障。	メーカーへの返送修理が必要です。
	カソードとアノードのショート	ショートの原因を除いてください。ヒューズが破断している場合はヒューズを交換してください。
	電源電圧が不安定である	電圧変動の影響を受ける機器と別の電源ラインをお試しください。

その他、装置の動作に異常を感じた場合は、販売代理店、又は弊社営業担当へご相談下さい。

資料 1. オスミウムトラップのオスミウム濃度測定結果

・有害物質の許容濃度

オスミウム酸は(平成 26 年 10 月現在)日本では劇毒物指定薬品ではありません。

しかし、揮発性があり毒性も高いので取り扱いには注意が必要です。

本装置は安全性の為、オスミウム容器の取り外しは行いません。

オスミウム酸については(財)「労働科学研究所」有害物質の許容濃度、及び生物学的曝露限界値(ACGIH 米国産業衛生監督会議)によると許容濃度 0.2ppb となっております。

わが社はこれに基づき排出ガスに含まれるオスミウム酸濃度がこの値以下にあるように設計、製作しております。(本装置の排出ガスの測定データ参照。)

自治体により独自に安全対策指導指針を設けているところもありますので関係部署にお問い合わせください。

設置環境下におけるオスミウム濃度測定結果 (オスミウム 5g 使用済み)

		2012年 4月 9日 本 社 東京都千代田区千代田 3丁目4番9号 〒101-0061 TEL 03-3265-1726 FAX 03-3265-1706 第一技術研究所 東京都豊島区東向島 1丁目1番2号 〒131-0032 TEL 03-3616-1612 FAX 03-3616-1615 株式会社 分析センター 環境計量証明事業所登録番号 第560号					
株式会社 真空デバイス 様		試験報告書					
発行番号 第11-4384-1号		<table border="1"> <tr> <td>報告責任者</td> <td>担当者</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">  </td> <td style="text-align: center;">春谷 幸吉</td> </tr> </table>		報告責任者	担当者		春谷 幸吉
報告責任者	担当者						
	春谷 幸吉						
工番	試験名称	室内ガス中のオスミウム測定					
試料名称	項目	Os	許容濃度(時間加重平均)*				
	単位	vol ppb	vol ppb				
古いトラップ (5g以上使用済)		0.01未満	0.2				
備考	採取方法 : 貴社製造のオスミウム蒸着装置を稼働させガス排出後、室内ガスを吸収液に通した。この操作を10回繰り返した(計10L吸収)。(吸収液: 1mmol/L HBr溶液25ml) 測定室サイズ : 254cmH×349cmW×430cmD (38.12m³) 採取位置 : オスミウム蒸着装置より30cm離れた高さ26cmの位置 測定方法 : ICP-MS法 装置名 : Agilent Technologies社製 7500型 結果はガス中のOs濃度(体積十億分率=vol ppb)にて表示。 なお、ガス量は温度、標準状態(0°C, 101.32Pa)を加味しておりません。 *許容濃度 : ACGIH TLV(s) … 米国産業衛生専門家会議の許容濃度を参照した。						

* 上記はオスミウムトラップの捕集能力を確認するために採取したデータです。