

電子顕微鏡試料用
導電性薄膜作製装置

オスミウム・プラズマコーター

- ◆オスミウム膜専用タイプ (OPC60A)
- ◆オスミウム膜/プラズマ重合膜両用タイプ (OPC80T)
- ◆導電性超薄膜製膜機構
- ◆親水化処理機構
- ◆深型試料機構
- ◆オプション・消耗品



オスmium・プラズマコーター 原理と特長

電子顕微鏡観察のお悩みを解決！
チャージアップ防止、粒状性・熱ダメージ軽減に
絶大な効果を発揮します。



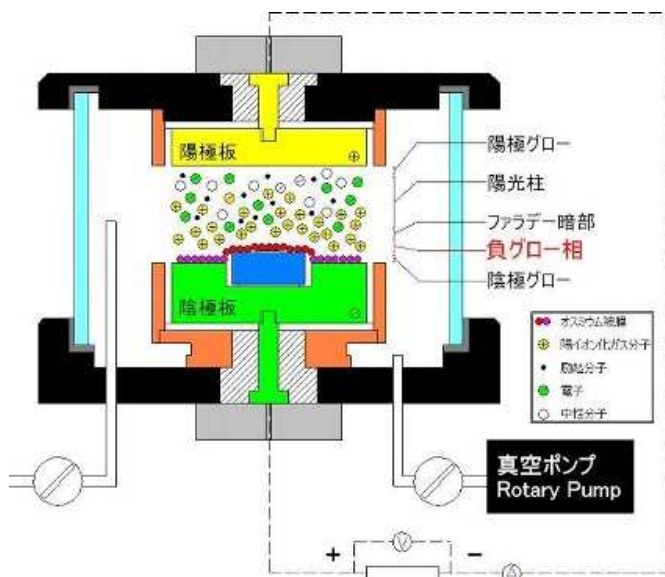
オスmium・プラズマコーターとは

オスmium・プラズマコーターは「直流グロー放電による負グロー相領域内でのプラズマ製膜法」を用いた、主にSEM試料用の導電性薄膜作製装置です。プラズマCVD法により、非晶質のオスmium導電性薄膜(オスmiumコート)を短時間に形成することができます。非常に強固かつなめらかな表面の導電性薄膜が試料に対し熱ダメージを与えることなく得られます。

また、標準仕様のオスmium薄膜機構に加え、ナフタレンを用いたプラズマ重合膜機構、導電性超薄膜製膜機構、親水化処理機構、深型試料機構などの拡張性に優れたラインアップを取り揃え、SEM・TEM試料等のさまざまな前処理に対応します。

■ 原理

陽極板と陰極板を設置した小容量のガス反応容器に、少量の四酸化オスmium (OsO_4) ガス/ナフタレンガス ($\text{C}_{10}\text{H}_{18}$) を導入します。その後、ガス反応容器内を希薄な昇華ガス圧にしてグロー放電させると、電極間は瞬時にプラズマ状態になり、陽光柱と負グロー相に分かれて青紫色に発光します。この時、陰極板上の負グロー相領域内に置いた試料表面には、イオン化分子が瞬時に付着堆積して、オスmium金属薄膜/プラズマ重合膜(ナフタレン)が形成されます。オスmium金属薄膜を走査型電子顕微鏡の試料表面に形成させて、検鏡すると、極めて鮮明な像が得られます。



アプリケーション

オスmium薄膜機構 (標準仕様)

- SEM試料への導電性薄膜
- SEM、TEM試料のコンタミ防止
- AFM試料への保護膜
- SPM試料への導電性保護膜
- SPM用カンチレバーの保護膜

導電性超薄膜製膜機構 (オプション)

- FESEMによる絶縁物の超微細構造観察
- ESCA、AESによる絶縁物の極表面情報の定量分析
- TEM試料の導電性補強
- AFM試料の静電気防止
- STM試料の帯電防止
- エッチング (混合ガス方式のみ)

深型試料機構 (オプション)

- より背の高い試料のコートに対応

プラズマ重合膜製膜機構

- FIB試料用保護膜
- 包埋樹脂と試料との剥離防止
- フッ素樹脂へのコーティング (ナフタレン-オスmiumハイブリッドコーティング)
- TEMグリッド用支持膜
- TEM用超薄切片のドリフト防止

親水化処理機構 (オプション)

- フッ素樹脂表面などにオスmiumコートする前処理
- 包埋樹脂と試料との剥離防止
- 濡れ性の向上
- TEM支持膜表面の親水化
- TEM用グリッドの親水化
- ウルトラマイクローム用ダイヤモンドナイフ刃先の親水化

豊富な経験と安全対策

20年来のオスmium・プラズマコーターの改良・製造販売を通じ、四酸化オスmiumを安全に取り扱うノウハウを獲得し、さまざまな安全対策を施しています。

特長

オスmium薄膜に関して

- 粒状性がない（オスmium薄膜は非晶質）
- 回り込みが良い（四酸化オスmiumをガス化後に製膜）
- 熱ダメージがない（熱をかけず常温で製膜）
- 電子線ダメージがない（金属オスmiumの融点は2700℃）
- コンタミネーションがない（オスmiumイオン雰囲気内で製膜）

プラズマ重合膜(ナフタレンによる hidrocarbon 膜)

- 強靭性(FIBで使用するガリウムイオンに耐える強靭な膜です。)
- 粒状性がない(hidrocarbonのプラズマ重合膜は非晶質)
- 回り込みがよい(ナフタレンをガス化してから製膜)
- 熱ダメージがない(熱をかけず、常温で製膜)
- 耐熱性 ●絶縁性 ●電子線ダメージがない

操作性について

- フルオート操作
(膜厚を設定してスタートボタンを押すだけ人為的な膜厚誤差や膜質誤差が少なく、再現性に優れています。)
- オスmium昇華室/ナフタレン昇華室の着脱が可能。
(密封構造で、冷凍保存も可能。)
- オスmium/ナフタレンの残量確認が可能
(残量確認小窓付き)
- 製膜時間が短い(数nm/数秒)

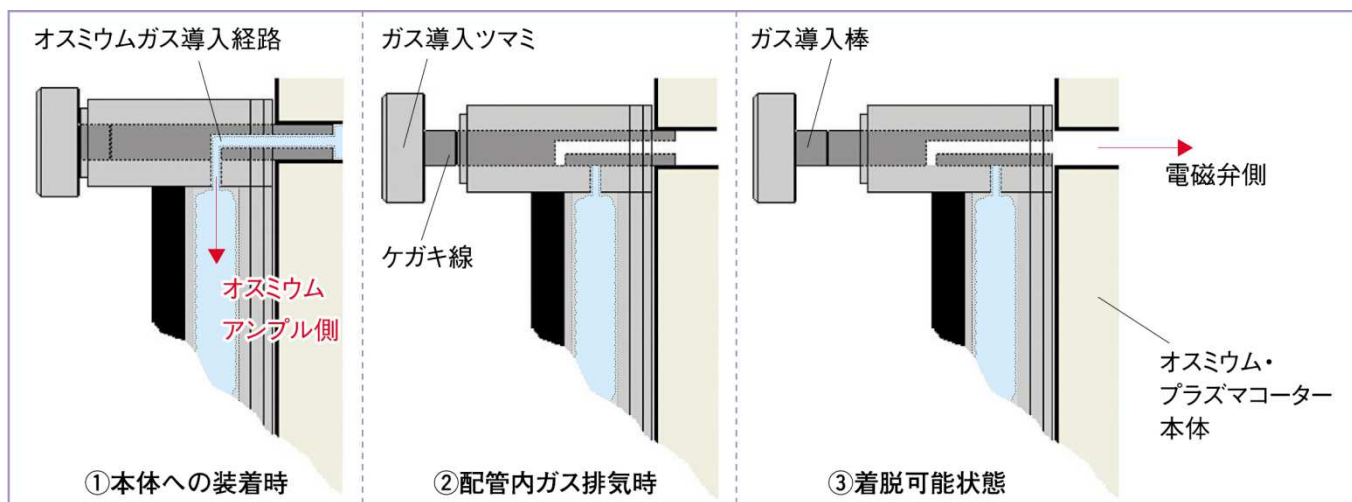
安全性に関して

- フルオート操作でヒューマンエラーを防ぎます。
- アンプルは昇華室の中で割る安全構造です。
- インターロック機構
(一旦オスmiumガスがガス反応容器内に導入された後、規定の真空度に到達しない限り、ガス反応容器内のリークができません。また、真空チャンバー開放時、ガス導入スイッチが押せません。)
- 当社独自開発のオスmiumトラップフィルターを装着。環境基準をクリアし、ハイレベルな安全性を確保。

オスmium昇華室の構造

全機種に共通の**高気密**オスmium昇華室。密閉状態のままオスmium・プラズマコーター本体から**安全に取り外す**ことが可能。

- ①本体への装着時 … オスmiumガスが電磁弁の手前まで充満しています。(取り外し不可)
- ②配管内ガス排気時 … ガス導入ツマミをケガキ線まで回し、電磁弁を開くことでオスmiumガス導入経路のオスmiumガスを排気することができます。(取り外し不可)
- ③着脱可能状態 … ガス導入ツマミを完全に回り切ることで、オスmium昇華室は、昇華室内が密閉の状態です。安全にオスmium・プラズマコーターから取り外すことができます。



ラインナップ

- ◆ OPC60A ◆ OPC80T
- ◆ 拡張機構 ◆ オプション・消耗品

弊社独自の超薄膜技術
(特許取得済み)

オスmium膜専用タイプ (OPC60A)



数nm～数100nm程度のオスmium薄膜を再現性よく製膜することが可能です。

拡張機構

導電性超薄膜製膜機構



低電流方式、混合ガス方式の2つの方式により、0.5～3nm程度のオスmium薄膜を再現性良く作製可能です。

(低電流方式)

OsO₄ ガス濃度が低くてグロー放電が始まらない程度の高真空状態から電圧を印加し、低放電電流で製膜する方式。放電の初期段階で流れてしまう大きな電流を防ぐことで、再現性を向上させます。

(混合ガス方式)

OsO₄ ガスに不活性ガスを混入することによってOsO₄ ガス濃度を低く保ち、製膜速度を低下して制御を容易にする方式。不活性ガス或いはAirのみでの放電も可能な為、エッチングなどの拡張性があります。



オスmium膜/プラズマ重合膜 両用タイプ (OPC80T)



数nm～数100nm程度のオスmium薄膜とプラズマ重合膜を再現性よく製膜することが可能です。

親水化処理機構



親水化処理を行うことにより、より密着性の高いオスmium薄膜を試料表面に作製することができます。

深型試料機構



従来よりも 30mm 高い試料の製膜が可能です。また、標準タイプのコーティングも可能。

オプション・消耗品

● オスmium昇華室



密封状態で安全な着脱および四酸化オスmiumアンブル切断が可能

● 昇華室輸送容器



オールステンレス製・高気密を実現した昇華室専用の輸送容器。保管用としても使用可能

● 四酸化オスmiumアンブル



豊富な拡張機構でさまざまな前処理に対応

標準仕様のオスmiumコートに加え、ナフタレンを用いたプラズマ重合膜機構、導電性超薄膜製膜機構、親水化処理機構、深型試料機構などの拡張性に優れ、SEM・TEM試料等のさまざまな前処理に対応します。

仕様：本体

製品タイプ	オスmium膜/プラズマ重合膜 両用タイプ	オスmium膜専用タイプ
型式	OPC80T	OPC60A
ガス反応容器	ガラス容器 160(φ)×105(H)mm	ガラス容器 120(φ)×73(H)mm
最大試料寸法	44(W)×44(D)×4(H)mm 又は、32(φ)×14(H)mm	33(W)×33(D)×4(H)mm 又は、36(φ)×14(H)mm
SEM試料台用陰極電極	マルチタイプ電極 (10mmφ×2個) 及び、15mmφ×2(個) 及び、(32mmφ×1個) を同時に製膜	大型試料用電極 (10mmφ×7個) 又は、(15mmφ×4個) 又は、(36mmφ×1個)
生成膜厚	数nm～数100nm	
最小膜厚設定	超薄膜モード：0.1nm～、通常モード：1nm～	
生成膜	オスmium薄膜、プラズマ重合膜 (ナフタレン)	オスmium薄膜
四酸化オスmium昇華室	残量確認窓付密封脱着構造 (脱着後冷凍保存可)	
ナフタレン昇華室	ヒーター付、残量確認窓付脱着構造	—
ガス導入方式	四酸化オスmium結晶、又はナフタレン結晶を専用昇華室で昇華させて導入	四酸化オスmium結晶を専用昇華室で昇華させて導入
電源	単相AC100V 50/60Hz 12A (ロータリーポンプの供給電源を含む)	単相AC100V 50/60Hz 10A (ロータリーポンプの供給電源を含む)
外形寸法	450(w)×410(D)×390(H)mm	450(w)×390(D)×340(H)mm
質量	約30kg	約20kg

ロータリーポンプ (OsO₄フィルター付)

電源	AC100V 50Hz(60Hz) 550W	AC100V 50Hz(60Hz) 200W
全負荷電流	単相 9.0A(8.4A)	単相 5.6A(4.8A)
排気速度	200L(240L) /min	50L(60L) /min
外形寸法	170(W)×520(L)×560 (H)mm	170(W)×400(L)×580 (H)mm
質量	約31kg	約18kg

仕様：拡張機構

導電性超薄膜製膜機構(低電流方式)

生成膜	オスmium導電性超薄膜	
生成膜厚	0.5～3.0nm	
ガス導入方式	ニードルバルブにて徐々にガス微量増加	

導電性超薄膜製膜機構(混合ガス方式)

生成膜	オスmium導電性超薄膜	—
ガス導入方式	マスフローコントローラーにてガス量微量調整	—
混合ガス種	N ₂ 、Ar、He、O ₂ など	—
外径寸法(本体含む)	570(w)×410(D)×390(H)mm	—

※導電性超薄膜製膜機構(混合ガス方式)と親水化処理機構の併用はできません。

親水化処理機構

ガス導入方式	ニードルバルブにてガス量微量調整	
ガス種	Air	
外径寸法(本体含む)	570(w)×410(D)×390(H)mm	570(w)×390(D)×340(H)mm

深型試料機構

ガス反応容器	ガラス容器 160(φ)×125(H)mm	ガラス容器 120(φ)×103(H)mm
最大試料寸法	44(W)×44(D)×4(H)mm 又は、46(φ)×44(H)mm	33(W)×33(D)×4(H)mm 又は、36(φ)×44(H)mm
SEM試料台用陰極電極	大型試料用電極 (10mmφ×16個) 又は、(15mmφ×7個) 又は、(46mmφ×1個)	大型試料用電極 (10mmφ×7個) 又は、(15mmφ×4個) 又は、(36mmφ×1個)
外径寸法(本体含む)	450(w)×410(D)×410(H)mm	450(w)×390(D)×370(H)mm

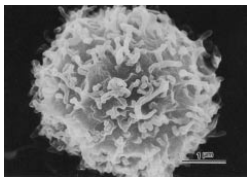
※深型試料機構は標準仕様のガラス容器およびSEM試料台陰極電極を交換したものです。

テクニカルデータ

オスmium・プラズマコート処理とスパッタコート処理との比較

試料：ヒトリンパ球

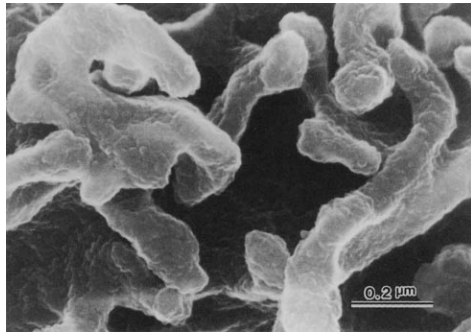
〈当社 オスmium・プラズマコート〉



Coating Device :
Osmium Plasma Coater
Coating Material : Osmium
Coating Thickness : 5 nm
Accelerating Voltage : 15.0 kV

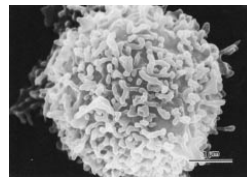
Direct Magnification: 10,000X

倍率を上げても粒状感がない



Direct Magnification: 50,000X

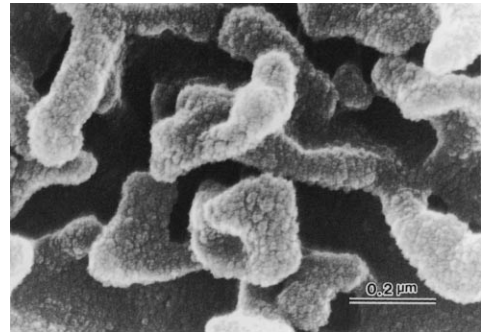
〈他社 イオンビームスパッタ〉



Coating Device : Ion Beam Sputter
Coating Material : Pt-Pd
Coating Thickness : 8 nm
Accelerating Voltage : 15.0 kV

Direct Magnification: 10,000X

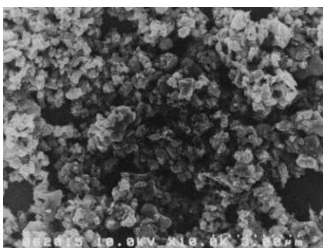
倍率を上げるとPt-Pdの粒子が目立ってしまう



Direct Magnification: 50,000X

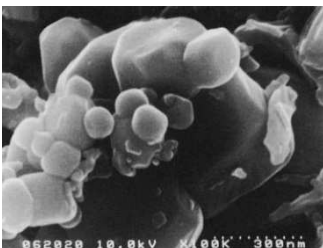
試料：チタン酸バリウム

〈当社 オスmium・プラズマコート〉



Direct Magnification: 10,000X

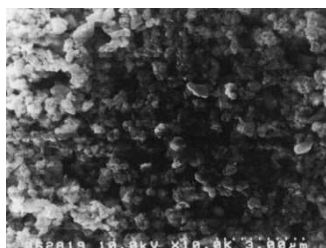
拡大



Direct Magnification: 100,000X

Coating Device : Osmium Plasma Coater
Coating Material : Osmium
Coating Thickness : 3 nm
Accelerating Voltage : 10.0 kV

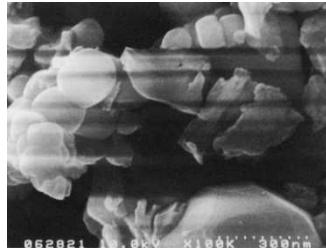
〈他社 マグネトロンスパッタ〉



Direct Magnification: 10,000X

拡大

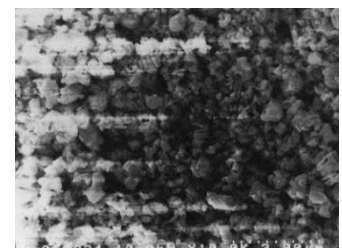
チャージアップにより横スジが生じてしまう



Direct Magnification: 100,000X

Coating Device : Magnetron Sputter
Coating Material : Pt-Pd
Coating Thickness : 3 nm
Accelerating Voltage : 10.0 kV

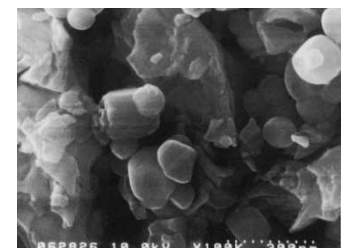
〈他社 イオンビームスパッタ〉



Direct Magnification: 10,000X

拡大

チャージアップにより横スジが生じてしまう



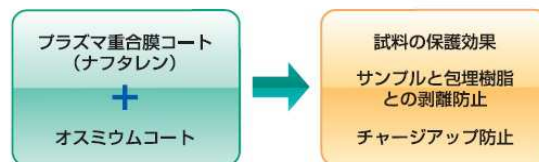
Direct Magnification: 100,000X

Coating Device : Ion Beam Sputter
Coating Material : W
Coating Thickness : 1.5 nm
Accelerating Voltage : 10.0 kV

各種テクニカルデータ、論文及び技術資料は
弊社websiteよりご覧頂くことができます。

ナフタレン-オスミウムハイブリッドコート

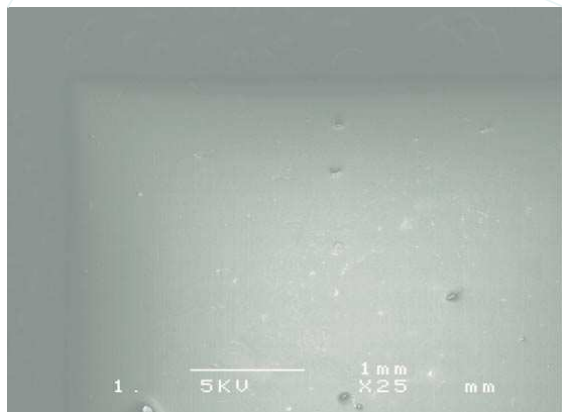
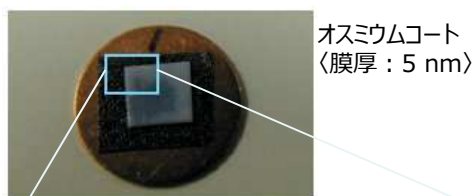
オスミウムコート前にプラズマ重合膜(ナフタレン)をコートすることにより、
試料への保護効果、チャージアップ防止を実現した全く新しい製膜法
(特許取得済)です。特にフッ素樹脂へのコートに効果があります。



ナフタレン-オスミウムハイブリッドコートとオスミウムコートとのSEM撮像比較

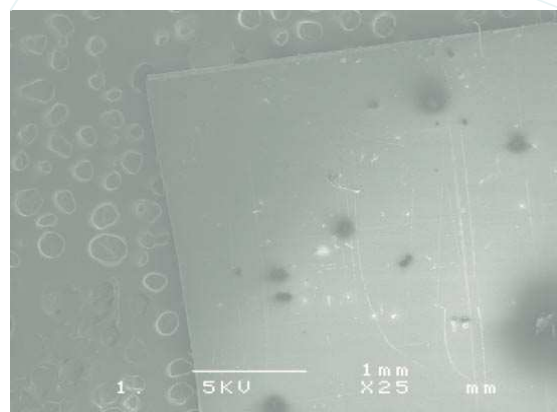
試料：フッ素樹脂(サイズ：5×4×0.3 mm)

〈オスミウムコートのみ〉



チャージアップによりエッジ部がぼやけてしまう

〈ナフタレン-オスミウムハイブリッドコート〉



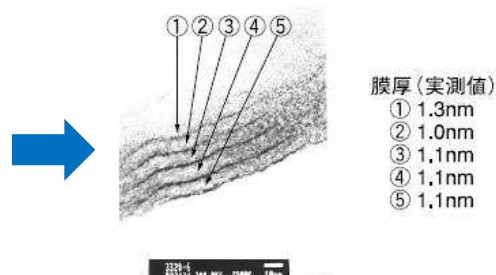
エッジ部がくっきり観察可能

エポキシブロックに対する、オスミウム超薄膜-プラズマ重合膜 (ナフタレン) 交互積層

■ 試料：エポキシブロック サイズ：10mmφ×3mm t

実験

- ①低電流方式にてエポキシブロックにナフタレンコート、オスミウムコートを交互に行う。
各設定膜厚は、以下の通り
ナフタレン 10nm 6層
オスミウム 1.0nm 5層
- ②エポキシブロックをエポキシ樹脂にて再包埋
- ③断面をウルトラマイクロームにて薄切したのちTEM観察





フィルジェン 株式会社
科学機器部

【お問い合わせ】

〒459-8011 愛知県名古屋市緑区定納山1丁目1409番地

TEL : 052-624-4388 FAX : 052-624-4389

E-mail : si-support@filgen.jp URL : <https://filgen.jp/>

代理店

(Aug.2019)