

2020/8/27更新

クロスセクション ポリッシャー(CP) 簡易マニュアル

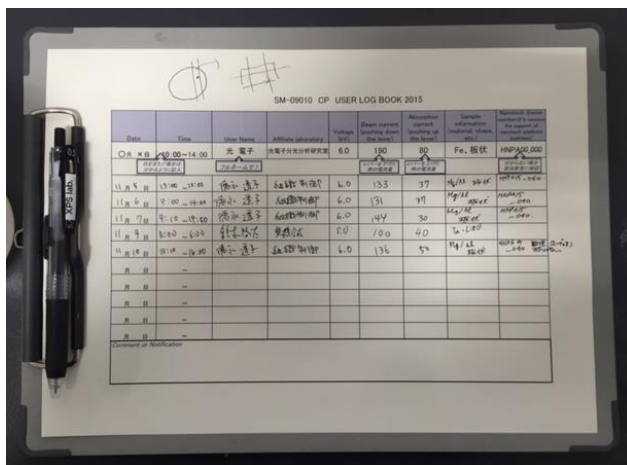
光電子分光分析研究室

連絡先	鈴木啓太	内線6882
	吉田すずか	内線6882

装置使用の前に

以下のルールを守って下さい

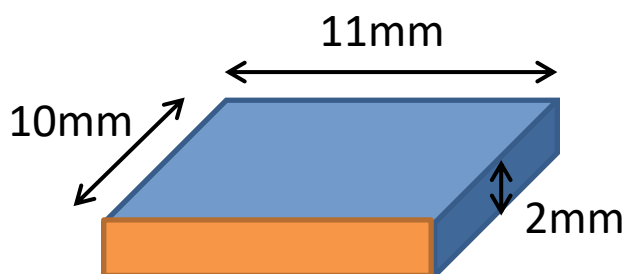
- 研究室前室は土足厳禁です。ゴミはきちんと片づける
- 装置の故障、不具合を見つけたらすぐにスタッフに連絡
- 装置を乱暴に扱わない
- 研究室の物を勝手に持ち出したり、無くしたりしない
- 真空室内に導入するものは全て素手で触らない。備品を利用して汚した場合は自分で洗浄する事
- CP試料台を勝手に持ち出さない事
- 精密平面研磨機(ハンディラップ)の使用についてはハンディラップのマニュアルを参照し、使用する研磨紙は各自で持ち寄る事
- ホットスターラー、卓上研磨切断機、真空加熱脱泡装置の使用については事前にスタッフに許可を取って下さい
- 使用者が予約を取って、予約時間通り使用して下さい。予約のキャンセルは前日までです
- 深夜早朝祝休日に使用する場合、使用中のトラブルは全て貴研究室の責任で対応して下さい。緊急連絡先は研究室入口ドアの横に記載してあります
- 装置利用について自分の指導教官に知らせておく事
- 初めて使う方は事前にスタッフに連絡を取って、講習を受講する



使用記録簿に名前や時間等
を記入

予約時間とずれ込む場合は必ず先に
予約を変更して下さい

試料の前処理(必要な場合)



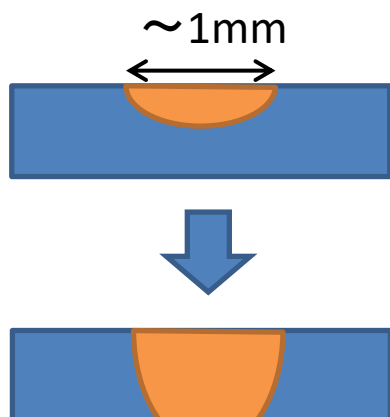
この面が加工面

CPに搭載出来る試料の最大サイズは**10 × 11 × 2mm**です。大きい場合は切り出して下さい

特殊な形状の場合はスタッフにご相談下さい



← 研究室の備品に**卓上研磨切断機(リガク、RC-120)**があります。板状の小さい試料であれば切断出来るのでご利用下さい。ただし、**スタッフから事前に講習を受けること**

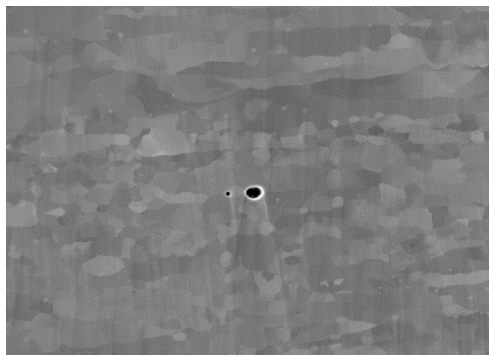


CPではおおよそ**1mm**ほどの研磨によるだれや加工変質層のない綺麗な断面が作成出来ます

SEM観察、EBSD、AES測定に向けた断面が簡単に用意出来ます

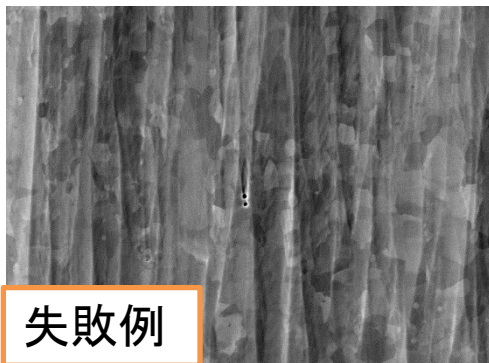
←のように上部からお椀状に徐々に削れていきます。時間をかければ下まで貫通します

試料の前処理(必要な場合)



成功例

(ただし断面にビーム痕の起点になる穴がある為そこからビーム痕が生まれている)



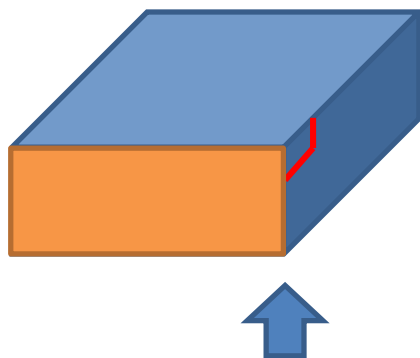
失敗例

CPで作成する断面には Ar^+ ビームによる縦筋状のビーム痕が出来ます。これを低減させるには

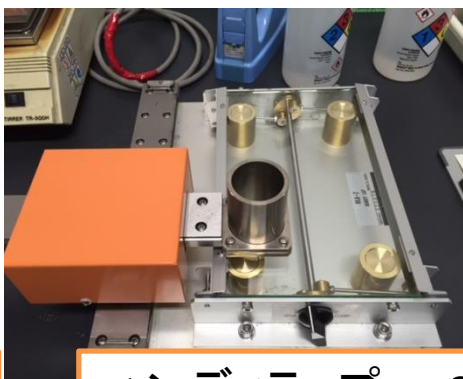
- サンプルの上面側と断面作成側の面の凹凸を出来るだけ無くす
- 試料の上面側が遮蔽板とピッタリ接着するよう、上面の平行を出す
- 加速電圧を下げてゆっくり削るという処理をします

面の凹凸の処理については最低でも研磨紙 **#800以上** で仕上げて下さい。精密平面研磨機(ハンディラップ)を使うと上面・断面を平行に研磨出来ます

使う場合はハンディラップのマニュアルを参照して下さい

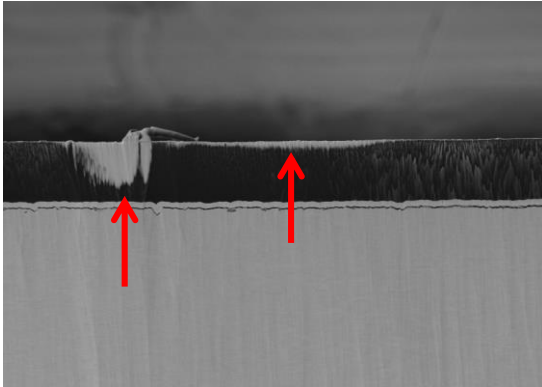


断面作成面と上面が直角になるのがベスト

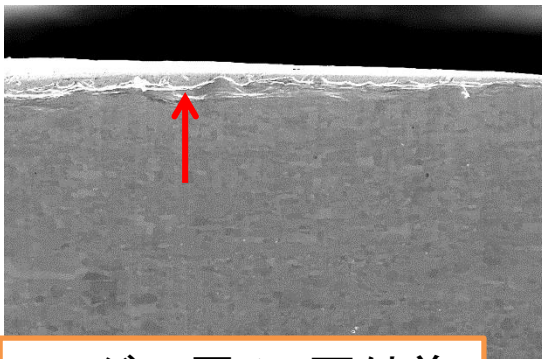


ハンディラップ CP用ホルダー

試料の前処理(必要な場合)



CPでは綺麗な断面を作成出来ますが試料のエッジ近傍(上面から100μmぐらい)は形が崩れたり、スパッタした材料の再付着が起きやすいです



上面側の凹凸を無くす為の研磨が行えない試料の場合(粉体・線状サンプル、表面側が観察対象であるなど)も含め、試料のエッジで綺麗な断面を作成する為には試料を樹脂埋めしてエッジを無くす必要があります

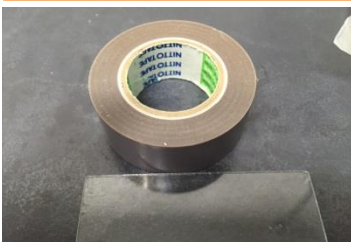
目的のエッジ近傍の表面をマニキュアなどを塗ってカバーし、裏側(表面側と反対の面)から削ることで、目的のエッジ近傍で綺麗な断面を作成出来る場合もあります

エッジの歪み・再付着



研究室ではCP用の樹脂G-2エポキシと真空加熱脱泡装置(VM-303D)の用意があります。利用されたい場合はスタッフにご相談下さい

G-2 エポキシ
主剤(白) 硬化剤(黄色)



テフロンテープ
スライドガラス

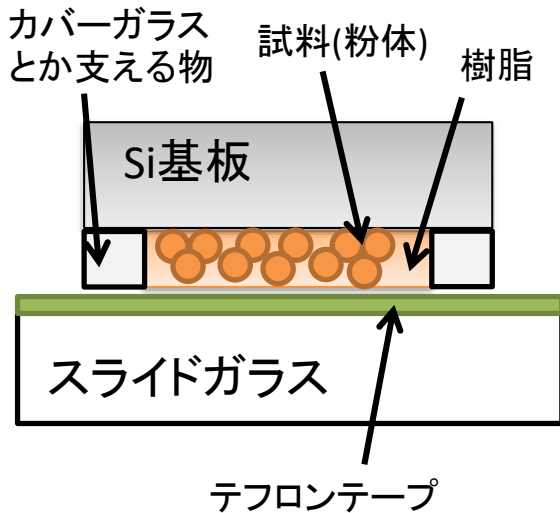


マニキュア
リムーバー



真空加熱脱泡装置

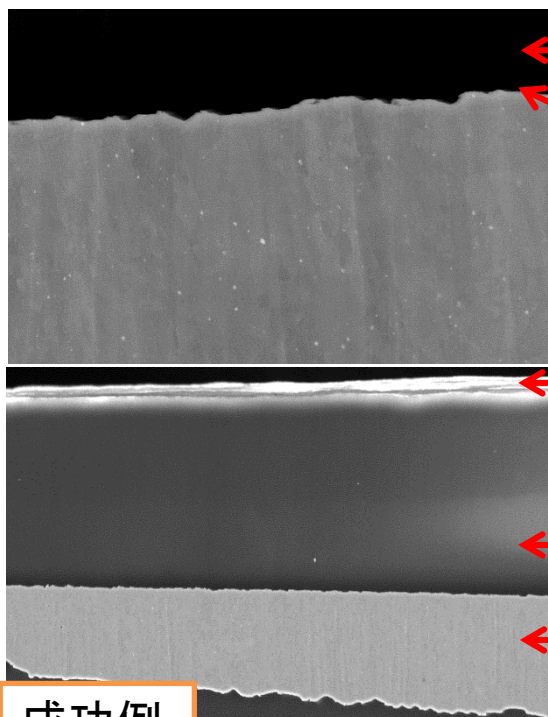
試料の前処理(必要な場合)



サンプル熱硬化前の固定の例

G2樹脂の使い方

- 主剤と硬化剤を10:1で混ぜてから真空脱泡
- 試料表面に塗布してから数分間真空加熱脱泡(80°C)
- 樹脂表面を平滑にする為、試料を反転させてテフロンテープに接着させる(左図)
小さい試料の場合はSiウェハーなど補助板に試料を固定させてから反転
- 90°Cで90分or120°Cで20分熱硬化させる
- 断面を研磨後、CPIにセッティング



樹脂層

表面のエッジ周辺も綺麗に断面が出来ます

エッジでの歪み・リデポを樹脂層が肩代わりする

樹脂層

試料

成功例

とにかく凹凸のない、リデポの肩代わりになる表面保護膜を10μmぐらい用意出来ればなんでもいいです。または基板に試料を載せて固定している場合は基板側から削る事でリデポを防ぐ事も出来ます

熱に弱い試料は試料を金コーティングしてあげる事で加工中の熱が逃げやすくなります。また弱い加速電圧で長時間削るのが良いです

試料のセッティング



CP用の消耗品類

CP起動前に試料を試料台に、加工断面を試料台から**1mm**ほど迫り出すように固定します

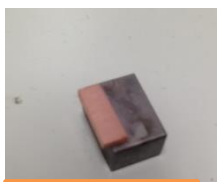
試料が斜めにならないように注意。試料サイズが小さすぎる場合は樹脂埋めや同程度の厚みがある材料と一緒に固定すると安定します

カーボンテープ、両面テープ、またはヒーターでワックスを溶かして固定します

接着が甘いとCPの加工中に試料が動いて全く削れない場合があります。熱伝導率の小さい試料だとCPの加工中にワックスが溶けてサンプルが動き出す場合があります



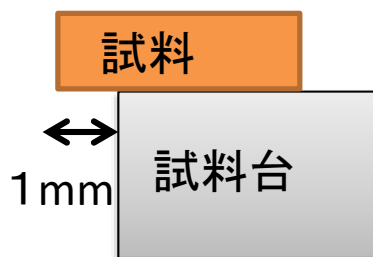
試料台



固定例



ワックス



1mmぐらい試料を迫り出す



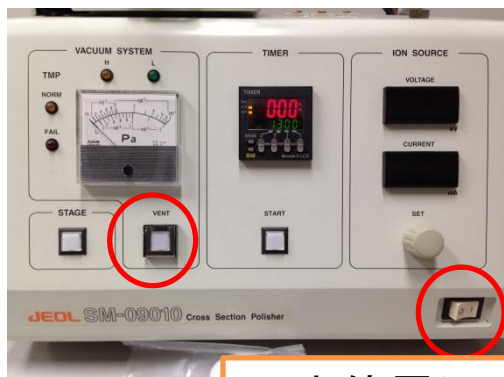
ヒーター
使用後は必ず
電源OFF



CPカメラ電源



ディスプレイ&ラインジェネレーター



CP本体電源

CPカメラ電源、ディスプレイ、ラインジェネレーター、CP本体の電源をOnにします

起動後、真空引きが始まりますが、**VENTボタン**を押してチャンバーを開放します

試料のセッティング

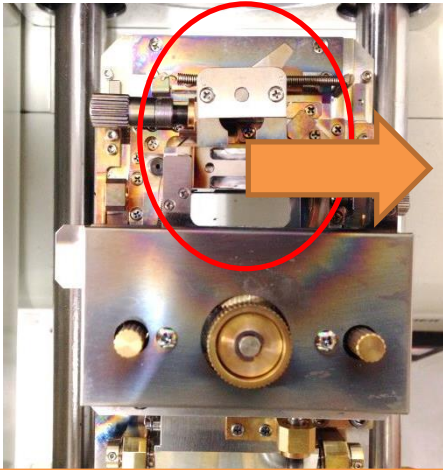
チャンバーは大気圧になると自動で開きます

CPのステージにセットされているホルダーを横にスライドさせて抜き出します

試料台をホルダーにセットします

スライドガラスや試料押さえ板を利用してホルダーの高さと試料上面がぴったり合うように調整してから六角レンチで試料台を固定します

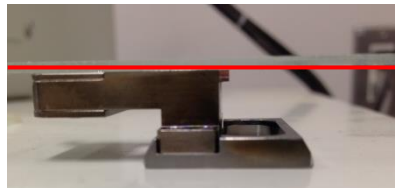
試料上面が斜めにならないように注意



ステージ&ホルダー



スライドガラスなどで押し込む



ホルダーの高さと試料表面を合わせる



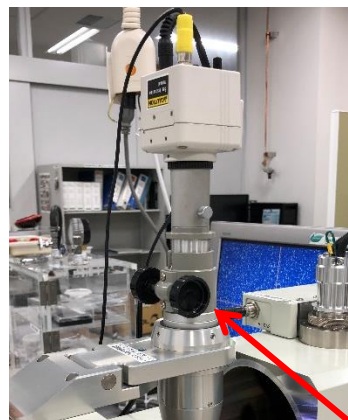
六角レンチ

ホルダーの右横にネジあり



試料押さえ板

ホルダーに試料をセットする時に使うと便利



光学顕微鏡

ホルダーをステージに戻してから光学顕微鏡を立てて、試料と遮蔽板の位置合わせを行います

顕微鏡本体を触らず土台を持って、丁寧に立ち上げてください！

顕微鏡焦点つまみ

位置合わせ

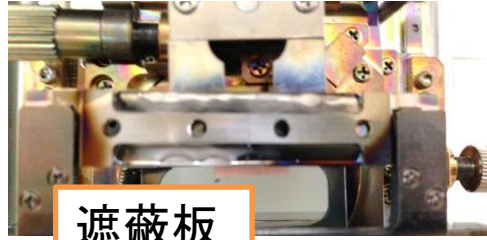
Ar⁺

遮蔽板

試料

試料台

試料の上に遮蔽板が乗っかり、削る断面部だけを露出させてビームを照射するようにセッティングします

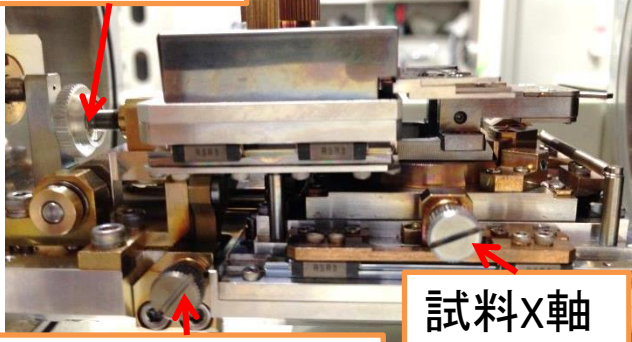


遮蔽板

位置合わせに使う各種ツマミは以下の通りです

試料ローテーション軸

遮蔽板Y軸



遮蔽板Z軸(使わない)

試料X軸

遮蔽板X軸

試料Y軸



遮蔽板エッジ

画は逆さに映る

ディスプレイを見て、遮蔽板のエッジに焦点を合わせます

遮蔽板X軸を調整し、まだ削られていない遮蔽版の位置に移動し、遮蔽板Y軸で顕微鏡に映るX軸のラインと遮蔽版のエッジを合わせます

位置合わせ

顕微鏡の焦点を試料上面に移します

試料が引っ込んでたら見えないので予め試料Y軸で遮蔽板より前に出しておく

試料のエッジを確認し、削りたい部分を画の中心に来るように試料X軸を調整、またX軸ラインと平行になるように試料ローテーション軸も調整します

続いて試料エッジが中心からY軸の目盛りで3以内になるよう試料Y軸を調整

1目盛り25 μ mになってます。遮蔽板から迫り出す幅を小さくすると早く削れます

次に焦点はそのまま、左図のように遮蔽板側(下側)に試料の表面が反射した画が映り込んでいるので、X軸のラインを対称軸として上下対称の画が出来るように遮蔽板Y軸を調整します

上下対称の画が出来ている



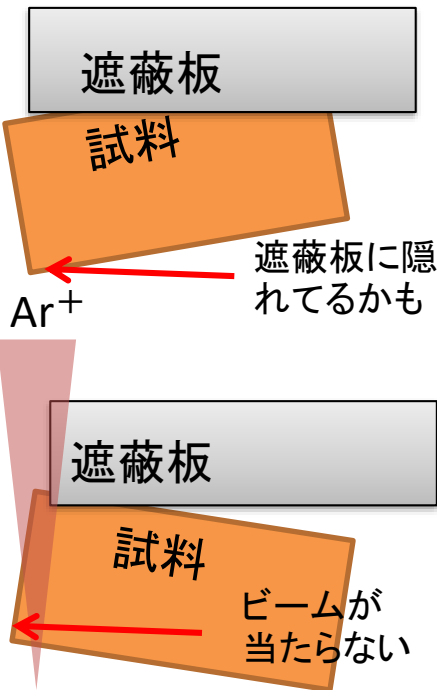
位置合わせが済んだらホルダーのロックレバーをFreeからLockに変えます

この時の振動で位置がズれる事があるのでその場合は再度調整を行って下さい

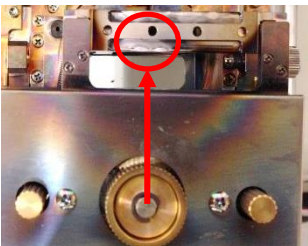
位置合わせ

実際のセッティングでは左図のようにズれている事があったり、またはもともと断面に傾斜がある場合があります。CPで断面を下まで貫通させて作成したいなら、試料上面側のエッジだけでなく試料裏面側のエッジにも焦点を合わせ、飛び出し過ぎていないか、引っ込み過ぎていないか確認しましょう

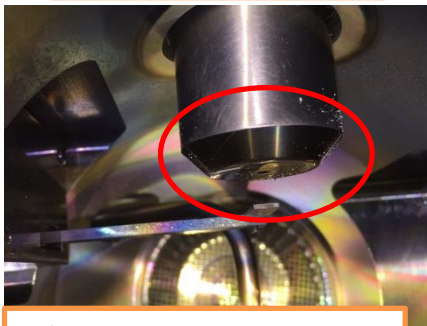
裏面側エッジは大体8目盛りぐらいまで飛び出しても削れると思います。裏面側エッジが引っ込んでる場合はどれだけ引っ込んでるか確認出来ないのが不安ならアゴを出すように試料をセットした方が間違いないかも...



横から見た図



ビーム & 観察位置



ガンの先端を両面テープでペタペタする

その他

- 顕微鏡を覗いた時にゴミがついてたらブロワーで必ず飛ばして下さい
- 顕微鏡が試料のどこ(X軸的に)を覗いているのかよく分からない ← 遮蔽板X軸ツマミの中心からまっすぐ縦に伸ばした先を見えています(左図)
- チャンバー扉を閉める前に、チャンバー内のイオンガンの先を覗いてみて下さい。もし、ガンの先端に金属のバリののようなものが確認出来たら両面テープを使ってバリを除去しましょう。ビームが安定します

中が狭いので思いっきりぶつからないよう注意して除去する

装置のセッティング



チャンバーの真空計

位置合わせが終わったら顕微鏡を倒してチャンバーの扉を閉めます。自動で真空引きが始まります

ゴムパッキンにゴミがついてたら事前にとって下さい。真空引きに大体15分ほどかかります

CPカメラ電源、ディスプレイ、ラインジェネレーターの電源をOFFにします



RST

時間設定

タイマーにビーム照射時間を設定します。RSTボタンを押してから時間設定ボタンで調整します

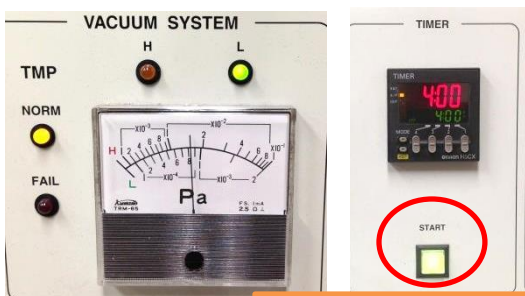
削れるスピードはサンプルの状況によりますが概ね6kVだと15時間で遮蔽板の方が削りきれてしまいます。どんなものでも大体6kV10時間で2mmぐらいの厚みの物は下のエッジまで貫通すると思います。出来るだけ長めの時間を設定しておくのが間違いないです



アルゴンガスバルブ



アルゴンガスバルブを反時計回りに4.5ぐらいのところまで回して開いておきます



STARTボタン

真空引きを続け、 10^{-4} Paのオーダーまで真空が引けたらSTARTボタンを押します。ステージがゆっくり回り始めます

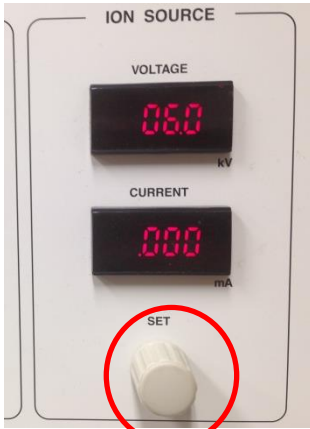
ここで真空度が急激に悪くなったたらアルゴンガスバルブを少し閉めて下さい

装置のセッティング

イオンビームの加速電圧をSETつまみで設定します

大体4kV~6kVが使えます。強ければ早く削れますが仕上がりは加速電圧が小さい方がいいです

例えば最初は6kVで削って最後の一時間だけ4kVに下げて削ると早くて綺麗にも仕上がります



SETつまみ

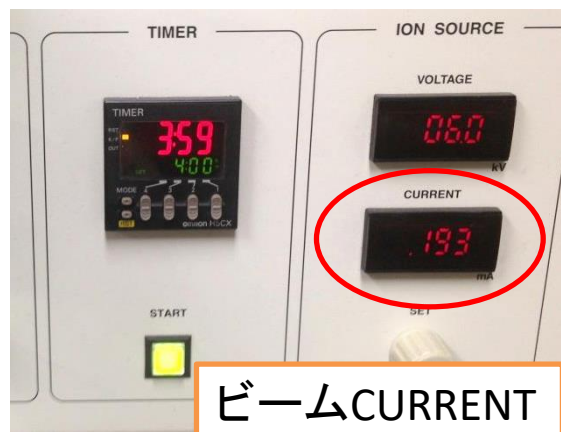
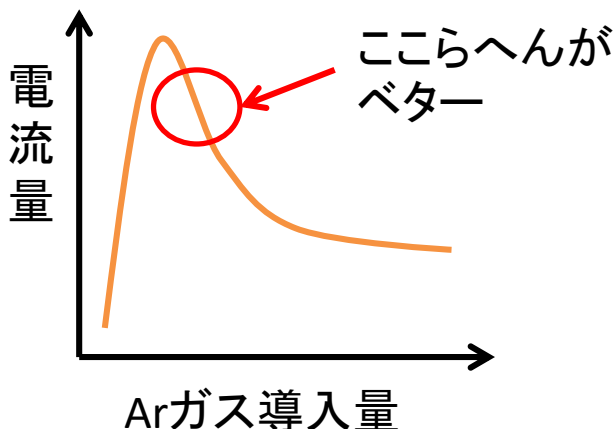
電流計レバーを下げた状態でガスバルブをゆっくりと開いていきます

アルゴンガスの導入量に伴い、ビームCURRENTが概ねグラフ(左下図)のように変わっていくので、最大出力の8割ぐらいの電流量になるようにバルブの開きを設定します

急にバルブを開きすぎるとチャンバーの真空度が下がり過ぎて装置の電源が落ちます。 10^{-2} Paオーダーにはならないよう程度にしましょう。落ちた場合はバルブを閉めてから電源入れ直し。真空引きから始める



CURRENTレバー



ビームCURRENT

装置のセッティング



レバー上げた状態



吸収電流量

ガスバルブの調整が終わった後、**CURRENTレバーを上げた状態**でCURRENTの値を確認して下さい。これは照射イオンビームの内、試料等に当たらずステージ下まで到達したビームの電流量です(吸収電流量)

通常、ビームCURRENTの値に対して**1/2~1/3ぐらいの値**になっています。これが異常な値を示す場合はガスバルブの調整が失敗しているか、試料のセッティングが失敗している場合があります

電流量をログに記入して下さい



加工終了から暫く経つと装置の電源が落ちます
試料を取り出す時は電源を入れ直して下さい

問題なければ時間が経過するまで待ちます

出来ればセッティングしてから1時間後ぐらいに、もう一度電流量のチェックをして、値がズれているようだったら再度ガスバルブを調整して下さい

加工時間が終了すると装置からピーと音が鳴ってお知らせします

終了作業

- ガスバルブ、SETつまみを締める
- 電源が落ちている場合は電源を付け直し
- VENTボタンを押してチャンバーを開放
- LOCKレバーをFREEに戻し、ホルダーを取り出す
- ホルダーから試料台を取り出す
 - 取り出す際は試料を押えながら六角ネジを緩めて下さい。バネで試料台が飛び出します
- 試料台から試料を外したら、試料台及びサンプルと接触した道具類を洗浄して元の場所に戻す
- ホルダーをステージに戻し、チャンバーの扉を閉める
- 真空を引き、 10^{-4}Pa オーダーまで真空が引けたらCP本体の電源を消す
- CPカメラ電源、ディスプレイ、ラインジェネレーターの電源が付いている場合は消す
- 消耗品類などを片付ける。ログノートの書き忘れをチェック