

操作説明：島津計測サービス(株) 福本氏 実施日：2005年4月27日、28日
メーカー：(株)クレイトスアナリティカル 代理店：丸文通商(株)
設置場所：八束穂 63号館(ゲノム生物工学研究所 2F 西端 215)
島津サポート Tel: 075-812-7001 島津サポート E-Mail: esca-tis@ksk.shimadzu.co.jp

測定編

1. 完全停止状態から立ち上げる

装置は連続運転が基本なので、この部分を日常的に行うことはない。止めると立ち上げるのに2日かかる。1ヶ月くらい使わないときは止めた方がよい。停電があるときには止める。

配電盤 ON

上部配電盤は 100V の 2 系統 本体と水冷

装置背部のブレーカーを 2 つ上げる MAINS RP

RP は Rotary Pump、ターボポンプの排気が始まる

冷却水を流す (HYCOOL Water Cooling Unit) スイッチ ON RUN で緑の表示

Ar ボンベ開栓 ガス圧 2kgf まで

ベビコン (中央の装置) の側面スイッチ ON

基本的にこの状態でずっと運転し続ける。

その後、20 ~ 30 分で真空度を確認する。ION GAUGE を ON。

左に真空度が表示される。例えば 1.9×10^{-6} Pa など。

LOAD の PUMP を押すとサンプル予備排気開始。GATE VALVE は CLOSE のまま。

と は逆でもよい

10^{-4} Pa よりも真空度が悪いと X 線は出ない

本体の説明

上部より、真空系統、ANALYZER 電圧 (直接さわることはない) 試料テーブルの番号、X-RAY POWER、出力コントロール (直接さわることはない)

冷却水が循環していないと、ターボポンプがまわらない。水道水ではなく蒸留水を使用する。

2. 日常的に装置を立ち上げる

左側の PC (名称 ESCA) の電源を ON にする (PC 本体とディスプレイ)。

本体正面、左上緑の MAINS (メインスイッチ) を押す。

PC 上から Vision Manager のアイコンをダブルクリック

通信状況の確認の窓が出てくる。通信がすべて OK となれば窓は消える。タイミングが悪いとエラーが出る。通常は上から順に「赤 黄点滅 緑」と変化していく。

これで立ち上げ完了。

3. サンプルを作る

素手で試料ホルダーを触らない。必ずゴム手袋を着用する。

試料の厚みに応じて、適切なスパブ (オスねじ) を選ぶ。台 (メスねじのある台) にねじこみ、高さを調整する。

試料をカーボン両面テープでスパブ上部に貼り付ける。試料は、最後にかぶせるキャップか

らはみ出ないように調節する。試料上面の高さを、ケースの黒い部分の上面の高さと同じになるよう、スパブを回転させて調節する。

リング状のキャップをかぶせる。片側に切れ込みがあるので、それが下になるようにかぶせてぴったり合うようにする（上下逆にするとぴったり合わない）。ゆがんだり、ぴったり入ってなかったりすると非常にまずい（重要）。

X 線があたるのは試料中心から 6mm（X 線は絞れない）。スパブ上部がむき出しになった場合、ステンレスの情報が入る可能性がある。スパブ一杯でキャップより小さいのが BEST。粉末試料の場合は、両面テープに付着させるか、オプションの容器で測定する。試料台は全部で 10 個準備してある。

4．サンプルを入れる

LOAD で LEAK を押す（プシューと音がする）。

さらに LEAK ボタンを長押しして、試料導入室を完全に大気圧とする。

試料導入用フォークの黒い部分を持ち、下部レールに沿って手で引き出す。力の加減が難しい。

先端が 2 つに分かれた形状となっているので、へこんだ円形のところに試料台を載せる。このときゆがまず浮かず平行にぴったりと載っていることを確認する（重要）。キャップも浮いていないことを確認する（重要）。試料台下部をピンセットで持つとやりやすい。

黒い部分をゆっくりとすべらせて挿入し元に戻す。

LOAD の PUMP を押し予備排気（試料導入室の排気）する。試料の状態で異なるが予備排気は 10 分程度行う。水和水を含むか、ガスを放出する試料の場合は予備排気時間を長くとする。

（この間にエージングを行うのが効率的）

これ以降は PC で操作

（Automatic から Manual モードへ切替）右上[Manual Now]のボタンをクリック。Automatic、Queue Active に色が着いた状態から Manual に色が着いた状態に変わる。

Window Menu の Manual Window を選択。下から 3 つ目の Manipulator でサンプルの出し入れを行う。

Home, Etch, Analyzer の 3 つの Sample Position のうち、PC 画面で Home になっていることを確認（重要）。念のため、本体側でも Sample Position が Home になっていることを確認。万が一、Etch の位置になっている場合は、PC 上で Home ボタンをクリックし、Home までサンプルを下げる。

の予備排気から 10 分経過したことを確認し、本体側で GATE VALVE を OPEN する。音がして、真空度が悪くなる。このとき 10^{-4} Pa を上回るようだと、もう一回 CLOSE してしばらく待つ（重要）。

試料導入用フォークのロックを外して、奥にスライドさせる。最も奥まで挿入すること。ロックの解除は黒い部分を少し回転させて、ねじを大きい穴の方にずらすことで行う。このとき警報音がなるが問題ない。

フォークが奥まで挿入されたことを確認した後、PC 画面より Home Etch の位置に変更する。このとき本体側ではゆっくりと動作するので注意。動作中は黄色がつき、完了すると緑となる。

Etch が緑になったことを確認した後（重要）、黒い部分を手前に引いて、フォークを元の状態に戻してロックする。警報音がやむ。

GATE VALVE を CLOSE する。警報音がなっている間は GATE VALVE が閉まらないように

なっている。

-1 試料1個を測定するときは、このまま試料を Etch の位置で置いておけばよく、これで試料導入完了。

-2 試料を2個以上測定するときは試料テーブルに戻す必要があるので、PC画面上で試料テーブルの番号を指定する。Sample 2は、試料テーブルの2番の場所を意味する。現在、指定されている番号に試料が入っていないければ、その番号のまま構わない。試料テーブルはゆっくり回転するので、指定した番号に到達するまで時間がかかるので注意。表示が黄緑になったことを確認し、指定した番号が来ていることを本体の試料 No.でも確認する。

既にサンプルが入っている場所には絶対にサンプルを入れないようにする（重要）

PC上から Etch Home の位置に変更する。

PC上から次の試料を入れるテーブルの番号を指定し、試料テーブルを回転させておく。既にサンプルが入っている場所にサンプルを入れてしまわないように、この段階で次の番号を指定しておく方がよい。へ戻る。

5 . エージングする

試料を入れる操作と銃のエージングはどちらを先に行っても構わない。

銃には X 線銃とイオン銃があるが、イオン銃は使うときのみエージングすればよい。銃をいきなり使用すると、フィラメント等に付着しているガスが悪さをするため、測定に先立ってエージングを行う必要がある。1日1回程度でよい。

5 . 1 X 線銃のエージング

Manual Window の X-ray Gun で X-ray を ON にする。この時点で 2kV の電圧になる。本体の電圧計で確認。本体右側の X-ray のランプが黄色に点灯することを確認。線源の種類は Mg だけなので、他を選ばないようにする。

Accel HT を 2kV ごとに PC から上げていく。上げた後には X-ray ON をクリックする。電圧を 10kV に上げ終わってから、電流を 5mA ごと 20mA まで上げていく。電圧を上げるタイミングは 3 分毎、あるいは真空度が安定した時点で行う。最終的に 10kV、20mA にする。新しいうちはガスが出るが使い込んでくるとガスの量も減る。目的の電圧、電流に達したら、5 分間エージングして X-ray を OFF にする。

電圧、電流を上げる順

2 kV 0 mA
4 kV 0 mA
6 kV 0 mA
8 kV 0 mA
10 kV 0 mA
10 kV 5 mA
10 kV 10 mA
10 kV 15 mA
10 kV 20 mA

5 . 2 イオン銃のエージング

Manual Window で Ion Gun を ON。0.5 kV、10 mA からスタートとなる。

5×10^{-4} Pa となるように Ar の量を調節する。本体真ん中上緑のバルブ。遅れがあるので注意。

電圧を 0.5 kV ずつ上げる。2 kV まで上げた後、電流を 20 mA にする。

Ion Gun を OFF にする。

SiO₂ の場合は 40 / 分のスパッタ速度。これを参考にする。

6 . 測定する

Dataset をクリック

Browser をクリック。データの保存場所を聞いてくるので自分のフォルダを指定する。(初めて測定するときは前もって Windows 上で自分用のフォルダを作成しておく)

| .dset

dset の左側にファイル名を入力して enter する。左側に黒の縦棒が見えているときは未確定。必ず enter する。

上行の Name にも適当に名前をつける (一連の測定を表す名前がふさわしい)

~ の後、左上の部分にマウスカーソルを動かし、中ボタンをクリックする。フローチャートの一部が作成される。

Acquisition をクリック

Name を入力して enter する (データ取得を意味する名前がふさわしい)

X-ray のパワー 10 kV、20 mA を選ぶ。

実際に測定する元素名を例えば Ag 3d のように入力する。測定すべき範囲が自動的に出てくる。Center eV で右クリックすると Start eV と Stop eV の指定に変わる。下部でバックグラウンド処理も指定できる。

で元素名を指定するのではなく、具体的な範囲を指定したいときは、元素記号以外の言葉を入力すればよい。例えば wide や all や carbon など。これらの名を入力した後、自分で測定範囲 (eV) を入力し、必ず Ramp の場所にあるボタンをクリック (トグル) しておく。1150 eV ~ -10 eV の測定も指定できる。Dwell time、Sweep 回数を増やしたり、Step を細かく (0.1 0.05) したりするとききれいなスペクトルになる。

マウスカーソルを左上にもっていき、中クリックする。データ取得がフローチャートに組み込まれる。

フローチャートで が 2 つあるので、2 つを黒くした後、Resume Automatic とし、submit をクリックすると測定開始。画面上の X-ray が緑になり、本体で X-ray ランプが点灯していることを確認する。

Window Real Time Display で測定中のスペクトルが表示される。

follow をクリックすれば、フローチャートのどこを実行しているかがわかる。

測定が終われば、左上の X-ray が緑から黄色に変わる。

7 . 2 個以上連続測定する

フローチャート上でサンプルを動かす指示を 1 個目の測定の後に入れればよい

State Change を選ぶ。Sample Table で 10 個のボタンが表示されるので、目的のサンプルのみ 1 個チェックする。

Name を入力する (試料名、試料交換を意味する名前がふさわしい)

左上にカーソルを動かし、中クリックするとフローチャートの中に試料交換 が組み込まれる。

新しく Dataset Name、Name を入力し、カーソルを左上で中クリックする。

Acquisition で測定条件を入力し、カーソルを左上で中クリックする。

3 個目を測定するときは ~ を繰り返す。

1 個目の試料が etching 位置にある状態で開始する場合は、1 個目の測定後の収納場所を空けておくため、試料台をあらかじめ空いている場所に回転させておく必要がある。

1 個目の試料が試料台に載っている状態で開始するなら、1 個目についても Acquisition の前に State Change で試料を選んでおく必要がある。

同一条件で連続測定する場合で、データの収納場所が同じファイルで構わないときは、State Change で測定する試料をすべてチェックし、左上の画面で Acquisition の と State Change の を二つ選んで黒くした後、右クリックで Loop back すればよい。

File Save Run で測定条件を Save できる。

8 . 試料をエッチングしたいとき

State Change で Ion Gun の設定を行って、フローチャートに入れればよい。

State Change の Ion Gun を選ぶ。

Pre-edge . . . 15 sec (安定させるための待ち時間。15 秒で 5×10^{-4} Pa の Ar 入る)

Post-edge . . . 60 sec (エッチング後、60 秒くらいで回復)

Etching time 例えば 60 秒を 2 回した後、90 秒を 5 回のように指定できる。

マウスカーソルを左上にもっていき、中クリック。 がフローの中に組み込まれる。

Acquisition の と Etching の をマウスで 2 つ選び、Loop Back する。エッチングの前後に測定するようになるので、エッチング回数 + 1 回の測定を行うことになる。

9 . 測定中に止めたいとき

右上の Stop Run をクリックすれば止まる。

(Manual after region なら、その元素が終わったら止まる)

(Manual after sweep なら、ピークが終わったら止まる)

10 . 試料を外に出す

Instrumental Manual Control でサンプルを Etch の場所に持ってくる(重要)。本体でも Etch の場所にあることを確認する。

Gate Valve を OPEN。

黒い部分を少し回転させてロックを外し、フォークを奥まで差し込む。ブザーが吹鳴するが正常。

PC より Etch から Home へ移動させる。

フォークを引き出し、元に戻しロックする。ブザーが鳴り止む。

Gate Valve を CLOSE

LEAK ボタンを長押し

フォークをレールに沿って引き抜く (かなりの力が要る)

試料をピンセットで取る。

フォークを戻し、PUMP ボタンを押す。

11 . 測定が終わって帰るとき

入れたサンプルは必ず装置から出す (重要)

Instrumental Manager などを終える。Configuration File を Save しますかと聞かれるが No と答える。PC をすべて消す。

本体は正面電源の緑の MAINS だけ OFF にする。冷却水は ON のまま。

1 2 . 完全に停止したいとき (1 ヶ月以上使わないとき)

PC はすべて OFF

ION GAGE を OFF にして、5 分待つ。

Gate Valve を OPEN

本体背部にある Gate Valve Keep のスイッチを下にする。

ロータリーポンプのブレーカを落とす。

LEAK ボタンを押す。

MAIN のブレーカを OFF

冷却水循環装置 OFF

配電盤 OFF

2 時間 ~ 3 時間の停電のときには のみを行う。



本体前面パネル (MAIN スイッチ、ION GAUGE を OFF にしたところ)

メンテナンス編

1．水を補充する

冷却水循環装置の正面パネルを外す。下部の給水口と書かれたキャップを外して、石油用簡易ポンプで入れる。レベルゲージのはりのところまで。約 10 リットル入れる。背部にフィルターがあるのでたまに清掃する。

2．フィラメントが切れたとき

イオンゲージのフィラメント、イオンガンのフィラメントはそれぞれ 2 本あるので、1 本切れたときはフィラメントの切り替えを行う（マニュアル 4-4 参照）。カバーを外したとき、4 本のホースの下部にフィラメントがある。導通を調べれば切れたかどうかがわかる。右端にイオンゲージがある。イオンゲージが切れていれば圧力の表示はなくなるはず。ION GAGE が OFF になっていることを確認してから交換する。主電源は ON の状態で構わない。2 本切れたら島津のサービスに依頼する。

3．ロータリーポンプ

下にドレーン、上から入れる。

4．瞬間的な停電があったとき

冷却水循環装置だけは自動復帰しない。おそらく警報音がでるので、冷却水循環装置だけはスイッチを入れる必要がある。ロータリーポンプ 1 つ、ターボポンプ 2 つのうち 1 つは自動復帰することになっている。



本体カバーを外したところ（巻いてあるのはベーキング用リボンヒーター）

5 . X線銃、イオン銃のクリーニング

自分でもできるが、PL 法の関係でマニュアルには書いていない。標準サンプルの Ag で 160 kcps が普通の信号強度。

6 . ベーキングの仕方

本体カバーを外す。冷却水ホースのうち上の 2 本はアノード用、下の 2 本はフィラメント用、逆に付け替えたりしないこと。

冷却水循環装置の STOP ボタンで水を止める

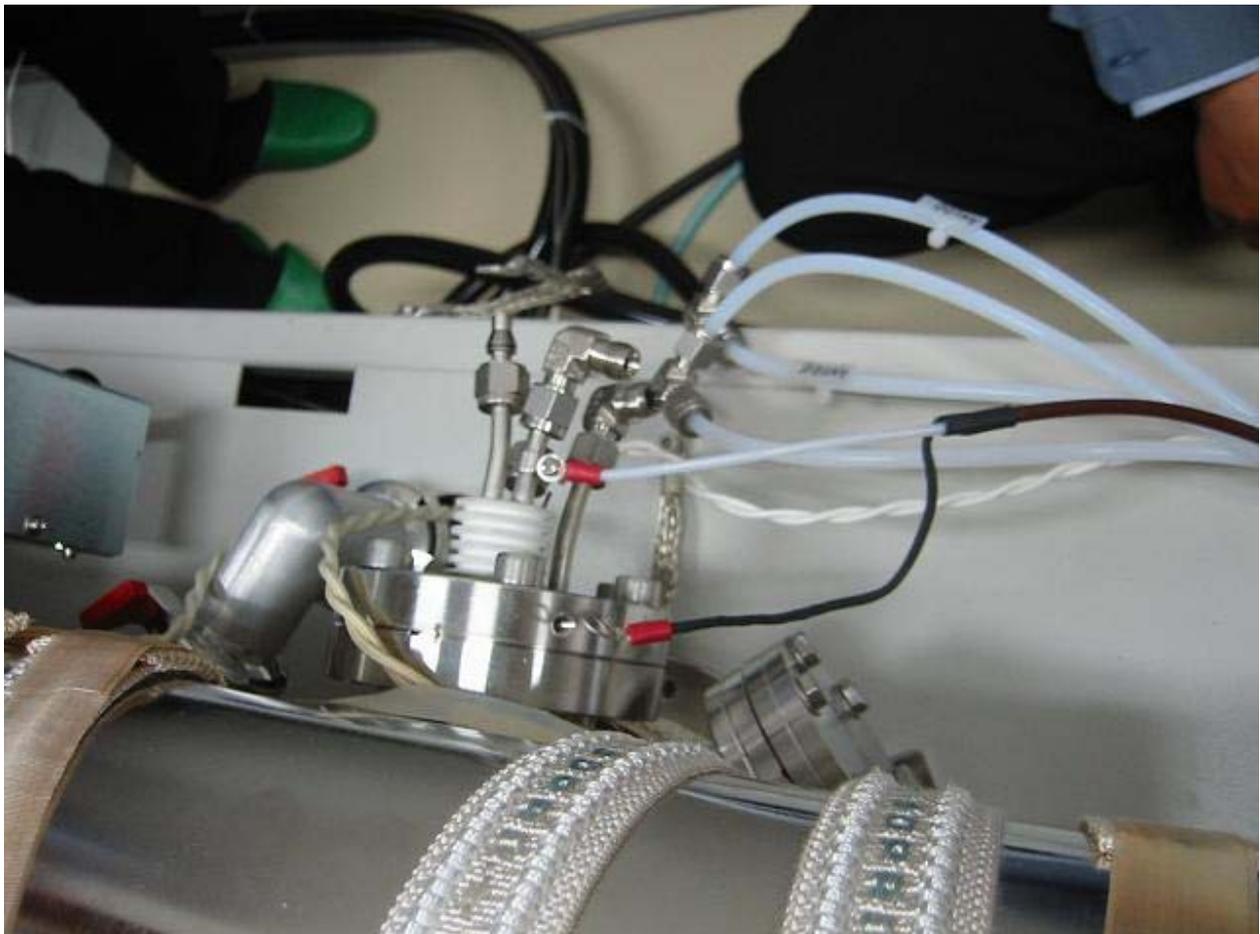
ION GAUGE も OFF にする

アノード用の上の 2 本のホースを外して短絡させる。同様にフィラメント用の下の 2 本も外して短絡させる。この状態でもターボ用の水は流れている。

本体背部に Baking というブレーカがある。Baking の時間を(秒、分、時)を指定して、Baking Start で始まる。本体カバーを外したままでは Baking できない。

一晩使って 6~8 時間ベーキングを行うのが一般的。

ベーキングを行ったときは冷めてから使用する。



ベーキングのため、上 2 本、下 2 本のホースをそれぞれ短絡させたところ

トラブルシューティング

- ・ ION GAGE が表示しない・・・フィラメントの断線、ターボポンプがまわっていない。本体左下のターボポンプの電源を確認。左側面が ON になっているか。NORMAL になっているか。
- ・ 水のアラームが鳴り止まない・・・水の量が十分でない。フィルターが目詰まり。
- ・ X 線がうまく通らない・・・真空計、フィラメント
- ・ 十分な強度がとれない・・・アノードが汚れている。アノードがきれいな状態だと X 線出力を半分にすると、信号強度も半分になる。ベーキングでは解決しないので、サポートセンターに依頼。ただし Emission がとれないのは断線。
- ・ Sample Current がとれない・・・サンプル軸ずれ
- ・ Overload・・・サンプル棒の縦方向の動きが異常
- ・ サンプル入れたときに 10^{-6} オーダーであれば問題ない。いつもより 0 が多い。削っているのに 0 が減らないなどの現象は真空度が悪いと起こる。

解 析 編

1 . データを左の PC (ESCA) から右の PC (VISIONFIT) に移す

左の PC のネットワークコンピュータを表示し、VISIONFIT の DATA フォルダを表示させる。マイコンピュータ、またはエクスプローラ上に表示した測定データをドラッグして移動させる。