

2023年度
X線光電子分光装置
XPS(ESCA-3400)
初心者向け講習会

「操作上の注意」

～これまでのトラブル例から～

～講習内容～

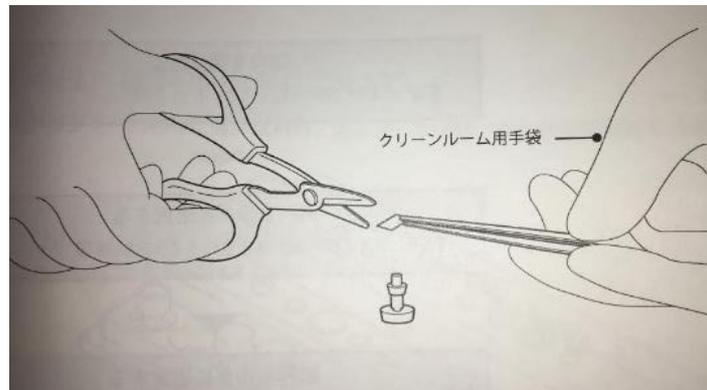
1. 試料保持
2. 試料挿入
3. 粉末試料・揮発性試料
4. ターンテーブル
5. その他

1. 試料保持

素手で試料ホルダを触らない



試料ホルダを素手で触ってしまった場合は、必ず洗浄し乾燥を確認してから使用してください



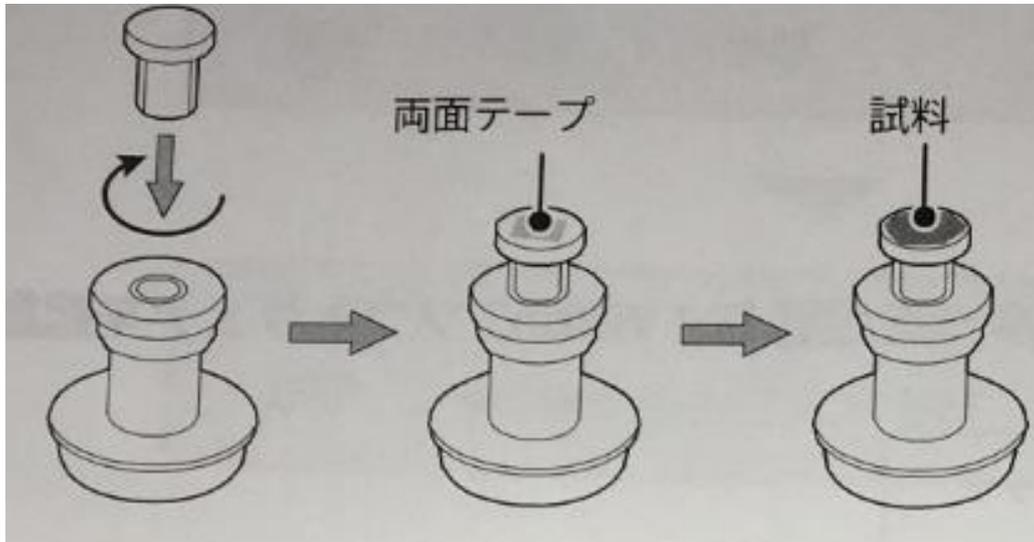
試料ホルダは素手で触らずに、手袋を使って操作をしてください。
もしも、触ってしまった場合には、必ずご自身で洗浄してください。
見た目では汚染されているかどうか区別できないため、次の利用者のためにも放置しないようにしてください。

エタノールで拭きとっていただいても良いですが、必ず乾燥させてから測定を行ってください。

揮発成分を含む試料を入れないようにしてください。

1. 試料保持

試料作製 試料の固定



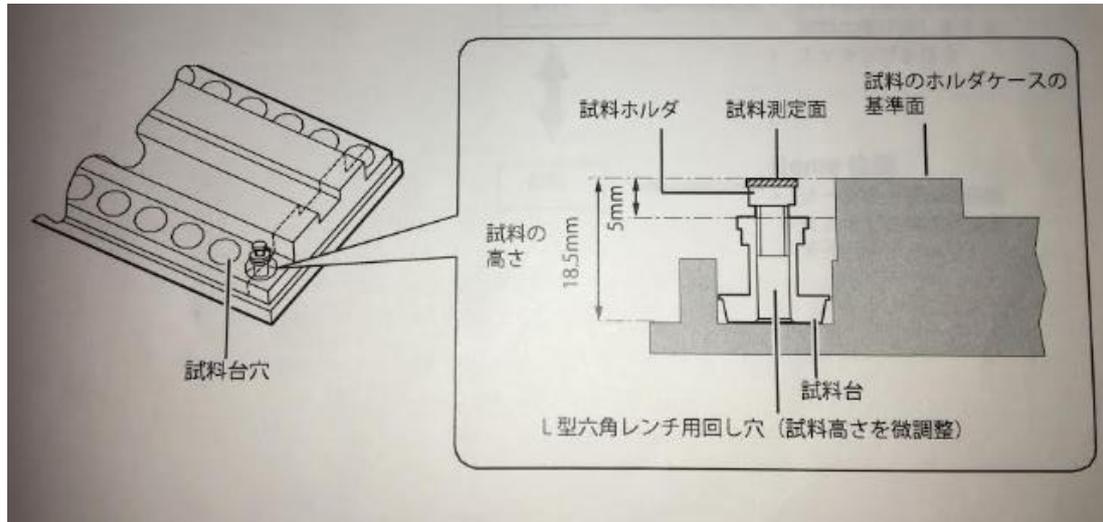
試料ホルダを試料台に装着して、試料を両面テープで固定します

試料ホルダを試料台に装着して、試料を両面テープで固定します。

1. 試料保持

試料作製 高さの調整

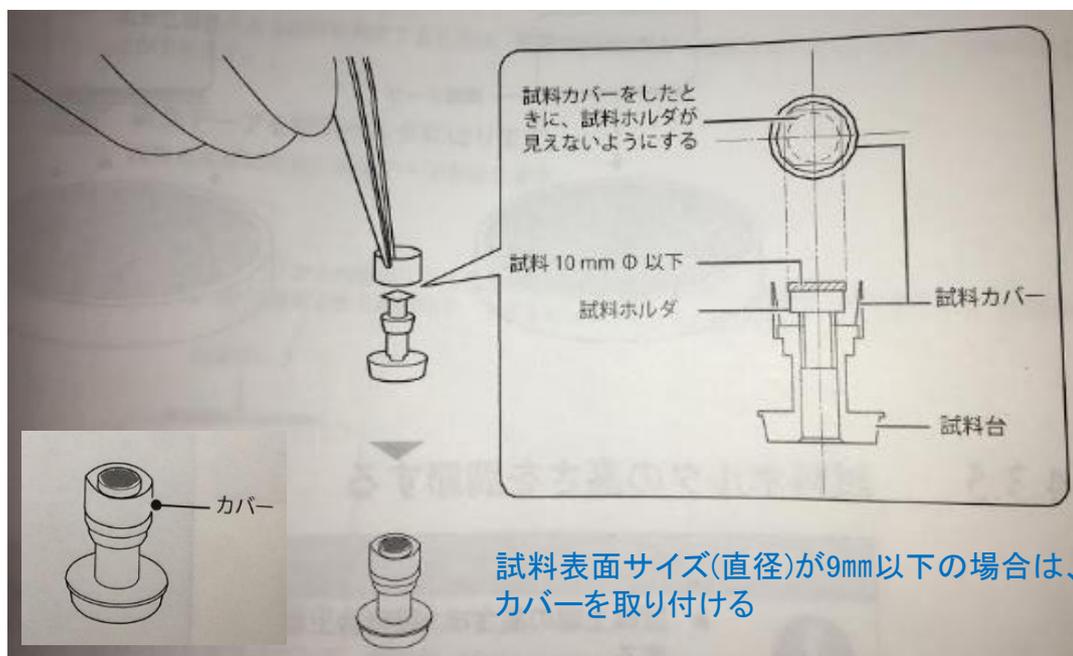
試料ホルダケースの基準面と、試料の測定面とが同じ高さになるように、L型六角レンチで高さを調整してください



試料ホルダケースに入れて、試料ホルダケースの基準面と、試料の測定面とが同じ高さになるようにL型六角レンチで高さを調整して下さい。小さな試料ホルダは裏側が六角になっているので六角レンチ(2mm)を活用するようにして下さい。

1. 試料保持

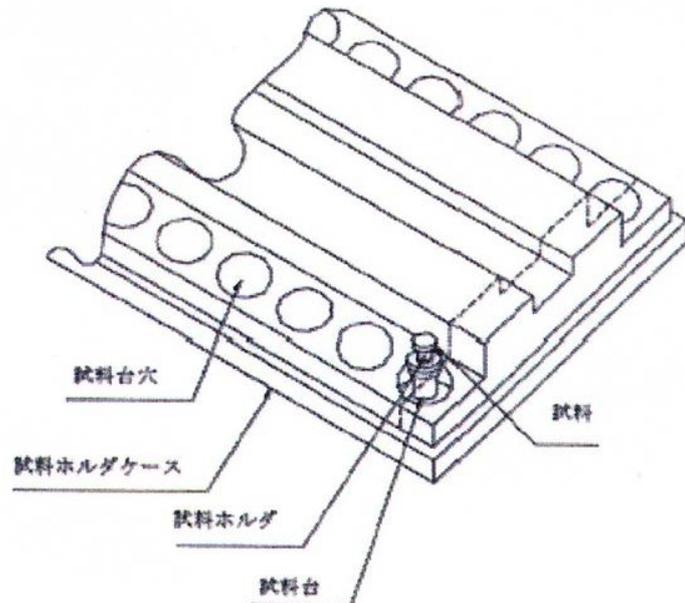
試料作製 カバー取り付け



試料表面サイズ(直径)が9mm以下の場合、カバーを取り付けてください。

1. 試料保持 試料作製 参考

試料のサイズ(直径)については必ず10mm以内とし、
高さは5mmにしてください



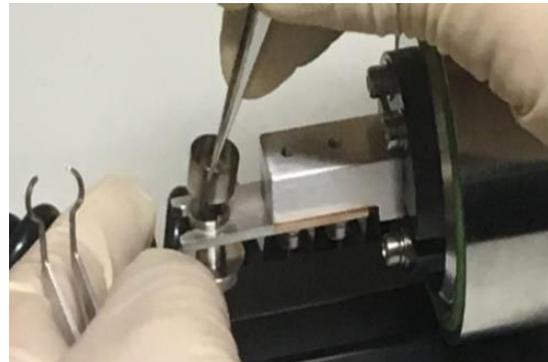
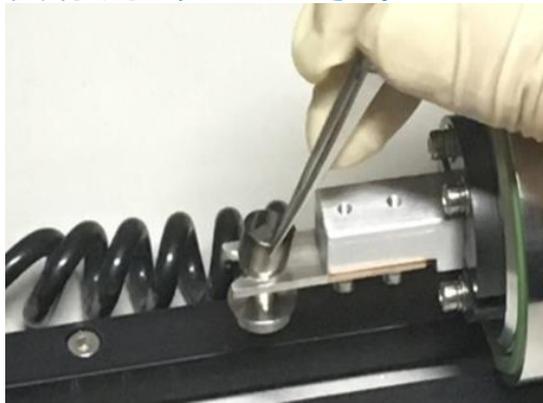
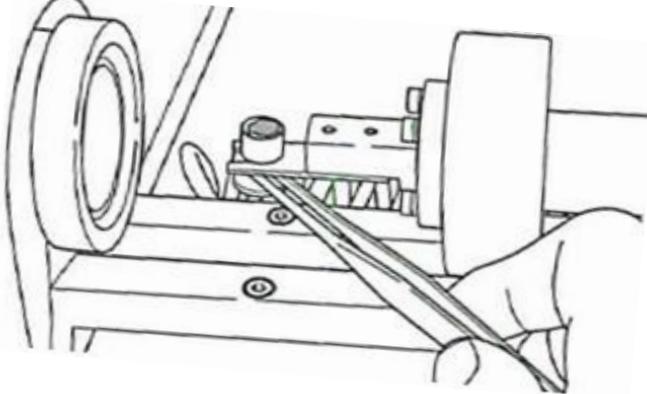
試料導入室に試料等を落とさないように気をつける

試料のサイズ(直径)については必ず10mm以内とし、高さは5mmにしてください。
試料が試料ホルダを完全に覆うことが望ましいです。
試料ホルダのキャップには上下があるので区別するようにしてください。
なお、サイズオーバーの試料は落ちるので入れないでください。

1. 試料保持 作製した試料を 試料導入棒へ設置

試料導入室に試料等を落とさないように気をつける

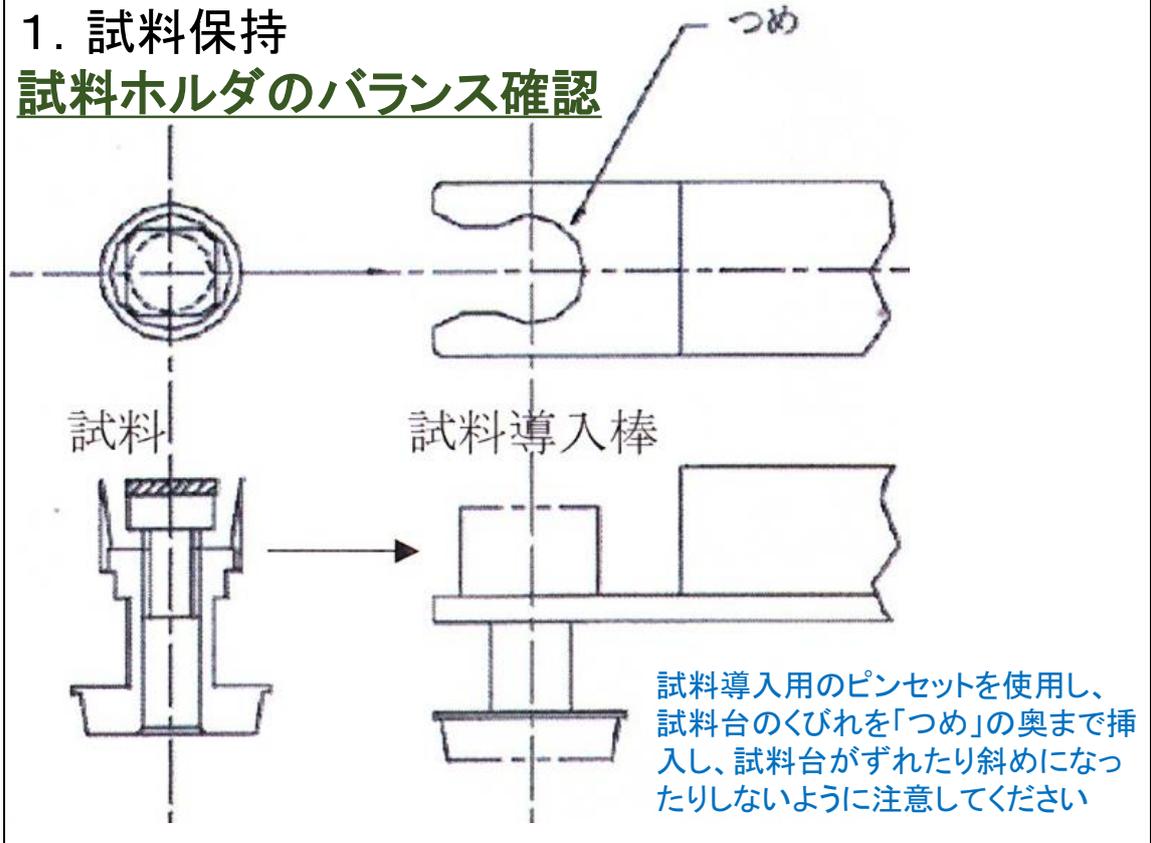
導入棒の「つめ」に挿入する際は特にゆっくり慎重に設置してください。試料ホルダの少しの傾きでも試料が落ちてしまいます。必要に応じて、リングを取り付けるようにしてください。



準備した試料を試料導入棒の「つめ」に挿入する際は、特にゆっくりと慎重に設置するようにしてください。試料ホルダの少しの傾きでも試料が落ちてしまう原因になるので、注意して行ってください。必要に応じて、リングを取り付けるようにしてください。

※ もしも、試料が落ちてしまった場合には、島津アクセスの業者担当者による作業が必要となり、修理に日数と費用がかかることとなるうえ、他の利用者の測定予定も変更いただくなど、多大な迷惑となります。

1. 試料保持 試料ホルダのバランス確認



試料は試料導入棒の「つめ」にぶら下げてセットしますので、上から落とすようなイメージで置き、しっかりと奥まで挟まっているか確認するようにしてください。試料導入用のピンセットを使用するようにしてください。試料台のくびれを「つめ」の奥まで挿入し、試料台がずれたり斜めになったりしないように注意してください。

1. 試料保持 試料の保持について



ローテーションをONにすると、試料が回るので、この時に少し振動します。その振動によりネジが下に下がってくるのを防ぐため、ネジの隙間にカーボンテープを使用する方法もあります。

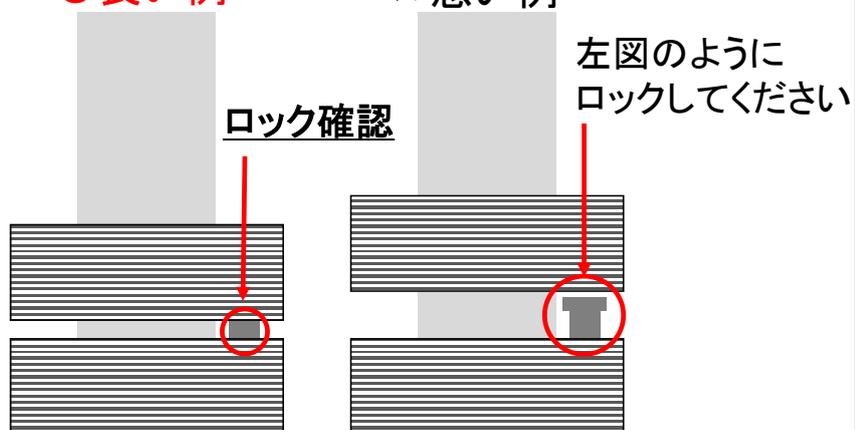
ただし、均一な試料である場合にはローテーションはOFFでかまいません。カーボンテープを使用する場合にも、試料面が既定の高さと一致するようにねじ込みの量を調整するようにしてください。

2. 試料挿入

試料準備室内への導入時注意点

○ 良い例

× 悪い例



現在、トランスファーロッドを試料準備室内に導入しているときに**ブザーが鳴りませんが**、測定は問題なく行えます。

試料準備室を真空排気するときは、トランスファーロッドがしっかりロックされていることを確認してください(上左の図)。

2. 試料挿入

試料棒導入確認

④ 試料をセットする時

試料導入室を大気圧にして
グリップを手前に引き出す。

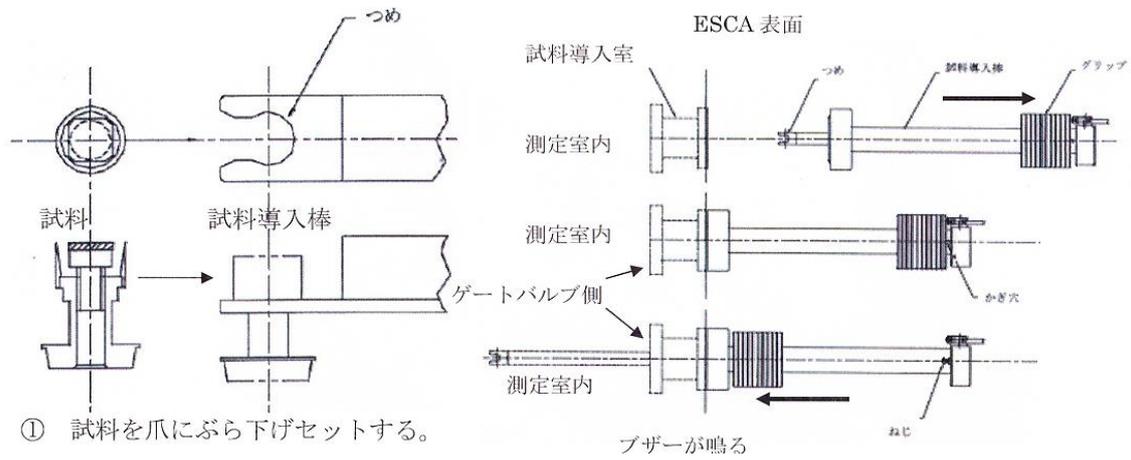
⑤ 通常の状態

爪が真空の試料導入室の中に入っている。
測定室との境のゲートバルブは閉じている。

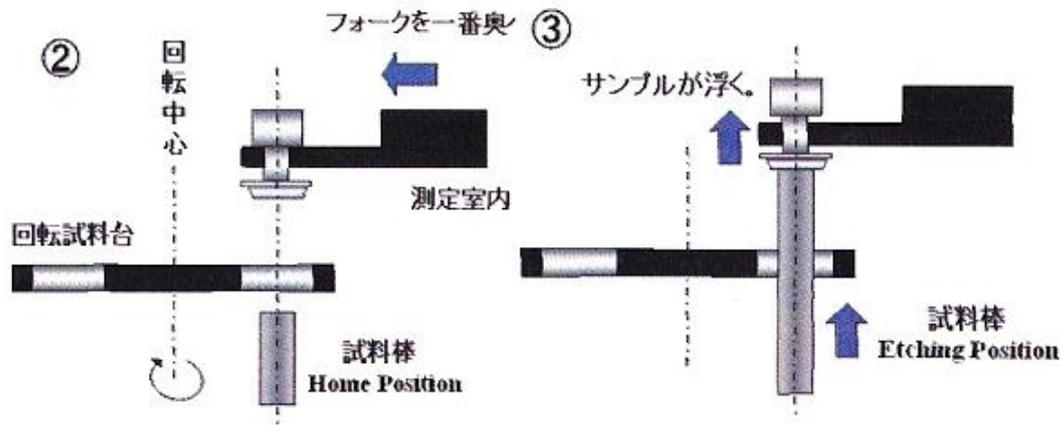
⑥ 測定室内の試料の受け渡し時

ゲートバルブを開き、グリップのロックを外し
静かに矢印の方向に奥へ押込む。爪が測定室に
入り回転試料台との間で試料を受け渡しする。

2. 試料挿入 試料棒導入確認



2. 試料挿入 試料棒導入確認



試料を一番奥に移動。
試料棒： Home Position

試料棒が試料を押し上げ。
試料棒： Etching Position

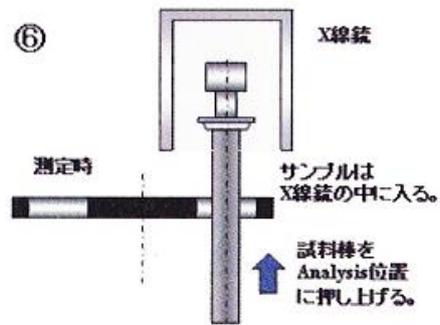
2. 試料挿入 試料棒導入確認



試料が浮いた状態で爪を抜く。
試料棒： Etching Position

試料が回転台に乗る。
試料棒： Home Position

2. 試料挿入 試料棒導入確認

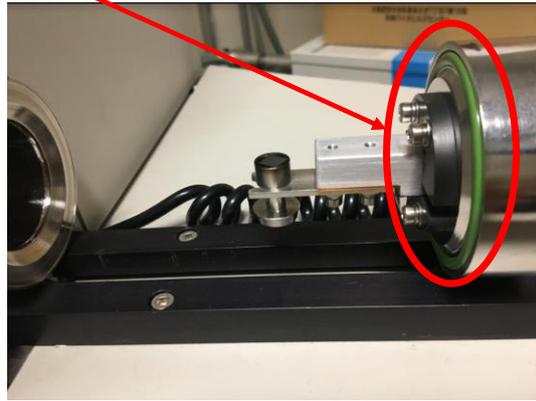


試料は X 線銃の中
試料棒： Analysis 位置

④から⑤のフォークの位置は上図⑥の状態にする。グリップを手元に引き戻しブザー警報が鳴り止むのを確認してゲートバルブを閉める。
試料を取り出す時は、⑥から①の逆順番に進む。④では試料棒が Etching Position になってから爪を挿入しないと試料が落下する事故を起こす。

2. 試料挿入

試料棒導入前にOリングの状態確認



真空を保つため、緑色のOリングがくぼみから外れていないか確認してください

導入棒を動かす際に、緑色のOリングがずれてしまうことが多いので注意してください。きちんとくぼみに入っているか特に注意してください。これが外れていると真空を保つことができません。

3. 粉末試料・揮発性試料 粉末試料を測定する場合

粉末を落とさない
揮発性のものは入れない



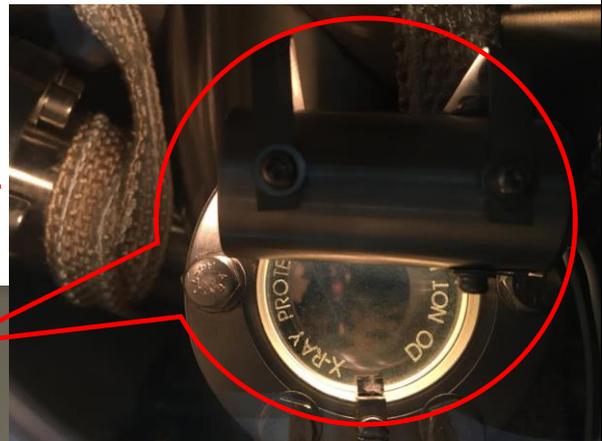
粉末試料の場合はカーボンテープに貼付して測定をしてください。ブロアー等を使用して落ちる粉はしっかりと落としてから測定してください。

測定室内に粉末が散乱したり、少しでも入ってしまうと、今後の利用者の分析結果にも影響が出てくる可能性があったり、修理が必要になることもありますので、特に注意してください。

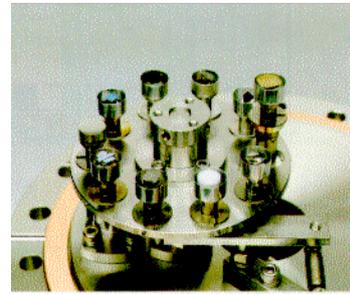
また、揮発成分を含む試料を入れないようにしてください。

4. ターンテーブル 確認

目視確認を怠らないように
してください



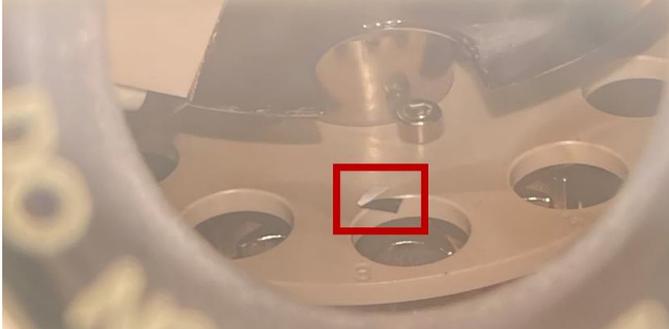
～中身の状態～



ターンテーブル(試料10個可能)に、既に試料がのっていると、庫内で落ちる原因となります。ターンテーブルに何も入っていないことを**目視で確認**してから、試料を入れるようにしてください。PCモニター横に照明のスイッチがあるので、点灯して確認をしてください。

4. ターンテーブル

注意 粘着性カーボンテープ片が試料回転ステージに付着した例



トラブル状況: 試料ホルダー(試料台)にカーボンテープで試料片を張り付ける際、試料ホルダからはみ出したテープをハサミで切り落とすが、その切り落としたテープ片が試料ホルダに付着した状態のまま、試料測定室に持ち込まれてしまった。

対策:

カーボンテープで試料を固定する際は、**切り落としたテープ片は確実にゴミ箱に捨て、机に放置しない**ようにしてください。(机上に貼りついているのを時々見かけます)
また、試料ホルダをトランスファー・ロッドに乗せる前に、**試料ホルダにテープ片やゴミが付着していないことを確認**してください。

5. その他 部屋の利用について



入室時の扉開錠番号は使用者にお伝えします。退室時の扉施錠番号は『CE』です。貴重品や試料その他備品の紛失がないようご自身で管理をしてください。室内の備品については使用していただいてかまいませんが、室外に持ち出さないようにしてください。

多数の方が利用されますので、例えばカーボン両面テープは都度袋に入れるなど、丁寧に使用するよう心掛けてください。

また、あれば便利だと思う商品、他の利用者も使用されると思われるものは研究推進課研究基盤共用センター事務担当(内線2656)まで提案してください。

XPSの部屋に設置している白い固定電話より2656まで発信してください。

その他、手袋やキムワイプなどが不足している際にも、ご連絡いただけますと幸いです。

5. その他

部屋の空調について

装置が高温にならないよう、年中冷房設定としています
空調設定を変更しないようにしてください



空調システムについては季節を問わず、本装置が高温になると壊れますため冷房設定としています。

寒く感じることもあるかもしれませんが、ご自身の衣類で調整するようにし、空調設定については変更しないようにしてください。

5. その他 不具合発生時

使用開始時に異常に気付いた、使用中に装置の不具合が発生した場合は、速やかに、担当教員もしくは辻先生(内線3080)松山先生(内線2164)へ連絡してください



使用開始時または使用途中に装置が不具合を起こした場合は、速やかに担当教員等に相談してください。

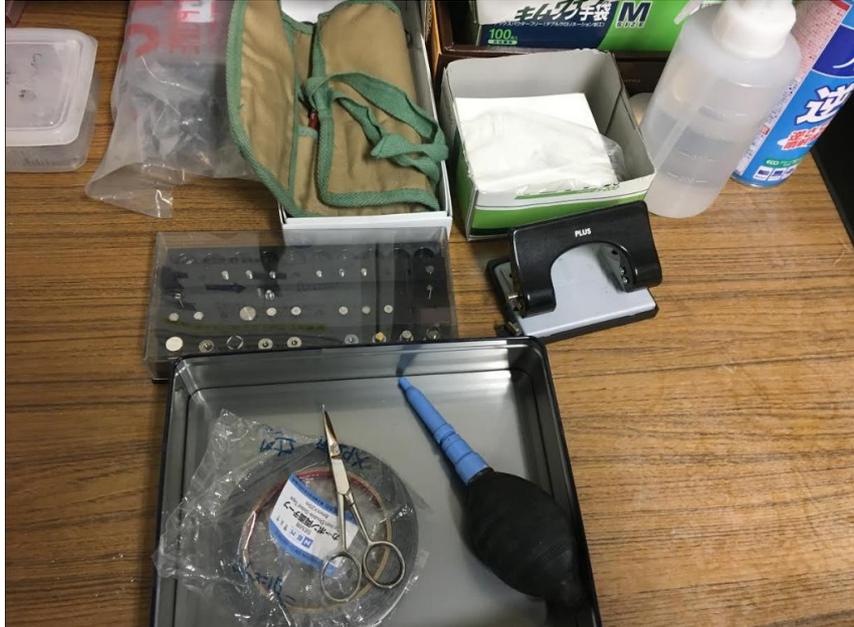
担当教員より教授辻(B110室、内線3080)に連絡するようにしてください。不在時には、特任助教松山(B116W室、内線2164)まで速やかに連絡してください。

くれぐれも、そのまま放置して終了しないようにしてください。そのまま放置しても直すことはなく、長期間使用できなくなる等、多くの利用者が困ることとなります。

ご協力よろしくお願いいたします。

5. その他 忘れ物について

装置、机の上を確認し、忘れ物がないか確認し、整理整頓して退室してください



終了時には、試料や机の上を確認してください。別日も使用する場合であっても、一旦自室へ持ち帰るようにしてください。紛失等における責任は負いかねます。忘れ物(試料等)について、一時的に同室内の机に保管いたしておりますので、お気づきの方はお持ち帰りください。一定期間後は処分させていただきますので予めご了承ください。

次の利用者のために整理整頓して終了するようにしてください。

5. その他 利用予約について

<http://160.193.154.65/XPS/schedule.php>

- ・予約システムにて、事前に必ず予約したうえで装置利用する
- ・1人3回分までの予約が可能
- ・予約は1時間単位で行う
- ・予約をキャンセルする場合は、予約開始時間より前に行うこと
- ・解析のPC使用のみの場合も予約を行うこと

次の利用者のために

- ・安全で適正な操作を行う
- ・異常発見時、発生時の速やかな対応、報告
- ・机上の整理整頓をする

利用予約システムにて、事前に予約したうえで、利用してください。

次の利用者のために、安全で適正な操作を行い、異常発見時、発生時には速やかに報告してください。