#### 完全に停止していた場合のみ

- 1. 本体の起動(真空排気)
  - ・Ar, N2, Airガスのバルブが開いて、圧力がかかっていることを確認します。 (N2: 0.5~0.7 MPa, Ar: 0.1~0.2 MPa)
  - ・配電盤 (100 V 左側 J1) のブレーカーをONにします。
  - ・冷却水循環装置の Power を ON します。
  - ・本体背面のMEINS, R. Pの順でブレーカーをONにします。 (本体の真空排気が自動的に始まります。10分程度でターボが作動開始)
  - ・10分後LOADのPUMPを押し、予備排気室の排気をします。
  - ・20~30分後にION GAUGEをONします。しばらくすると<10<sup>-4</sup> Paのラ ンプが点灯します。

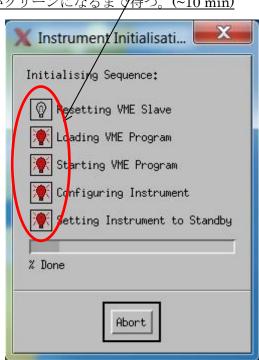
真空指示が $5 \times 10^{-6}$  Pa 以下になるまで待ちます。

- 2. コンピューターの立ち上げ
  - ①本体正面のMAINSのSWをON。←通常は電源が入っている
  - ②パソコンの電源も ON ←通常は電源が入っている

# 通常操作はここから

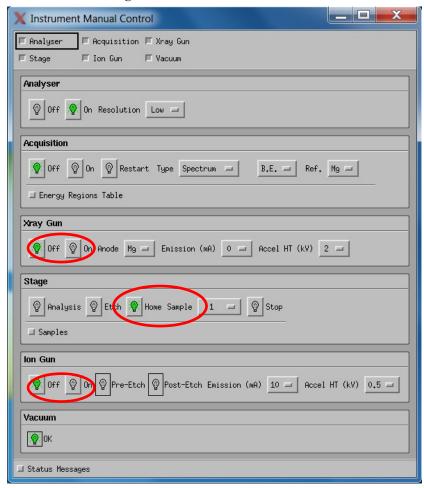
③デスクトップ上の Vision Manager をダブルクリックする。 (PC と装置間で通信をしている)

④ 全てのランプがグリーンになるまで待つ。(~10 min)





- 3. X線銃・イオン銃のエージング
- ・Vision Instrument Manager の [Window]→[Manual Window] を選択します。



- ① Stage において、Home を押す。(サンプルチェンジャーの初期化) 装置の正面パネルで、装置番号は1と表示される。 操作するとランプが黄色になる。緑になるまで次の動作をしない。以下同様。
- X-ray Gun の Anode で Al または Mg を選択する。
  X-ray Gun の ON を押す。
  装置の正面パネル右側で X-ray のランプが点灯(この時点で 0 mA, 2 kV)
  加速電圧を 4 に上げる。真空が悪くなるので、回復を待つ (5×10<sup>-6</sup> Pa 以下)
  続いて、加速電圧を 6, 8, 10 と段階的に上げる。(最大で 10 kV)
  Emission を 5, 10, 15, 20 mA まで段階的にあげる。この間も真空が悪くならない
  - ように、時間をかけながら、上げていく(最大で 20~mA)  $(5 \times 10^{-6}~\text{Pa}~\text{以下})$
- ③ 使用する加速電圧(通常 10 kV) と Emission(通常 20mA) で 10 分間エージング。
- ④ Anode: Al、Mg を両方使用する場合はそれぞれエージング。
- ⑤ 終了時 X ray-gun off

試料をスパッタする場合のみ下記イオン銃の準備をする

⑥ Ion Gun をオンにすると、バルブが開き、所定のAr ガスが導入されるため、 真空が悪くなる。真空度が $5 \times 10^{-4} \ Pa$  になるように、装置正面右側の調整つまみを を使って、圧力を調整する。

Accel HT は 2.0 kV 以下, Emission は 20 mA 以下で使用する。

#### 4. サンプル準備

(本マニュアルの 10 ページ参照)

- ① 手袋を使って操作すること
- ② 試料ホルダーは2つの部品からなる。少量のインジウムを2部品のねじ部分に入れ込むことにより、がたつきを防ぐ。
- ③ 試料を試料ホルダー上面にカーボンテープなどを使って取り付ける。 (試料は直径 10 mm 以内の大きさとする)
- ④ 試料面が規程の高さと一致するように、ねじ込み量の調整する
- ⑤ 試料ホルダーにキャップをかぶせる。キャップは上下があるので、区別すること。

#### 5. サンプルの予備排気

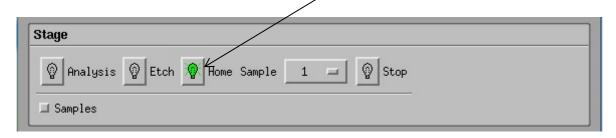
- ・LOADのLEAKを軽く押す。(予備排気室の排気が止まり、"pump"ランプ消)
- ・LEAKを数秒押す。(予備排気室に窒素ガスが入る) 予備排気室のふたが開いたら、スティックを引いてふたをスライドさせて試料ホル ダーをフォークの上にのせる。

(試料ホルダーの傾きがないように注意する)

- ・予備排気室の緑の O リングが浮いていないか確かめる
- ・予備排気室のふたを閉め、LOADのPUMPを押し、10分~15分予備排気する。 ("pump"を押して 10 秒程度で前面パネルの"<1 Pa"ランプが点灯。点灯しない場合は "pump"がしっかり押せていないか、0 リングが浮いているので注意)
- \*サンプルによっては、予備排気を長くする必要がある。試料室の汚染を防ぐため、予備排気は十分に行う(多孔質試料、粉体試料、溶液から乾燥させた試料など)

# 6. サンプル導入

① Instrument Manual Control で試料棒の位置が **Home Position** にあることを確認する。



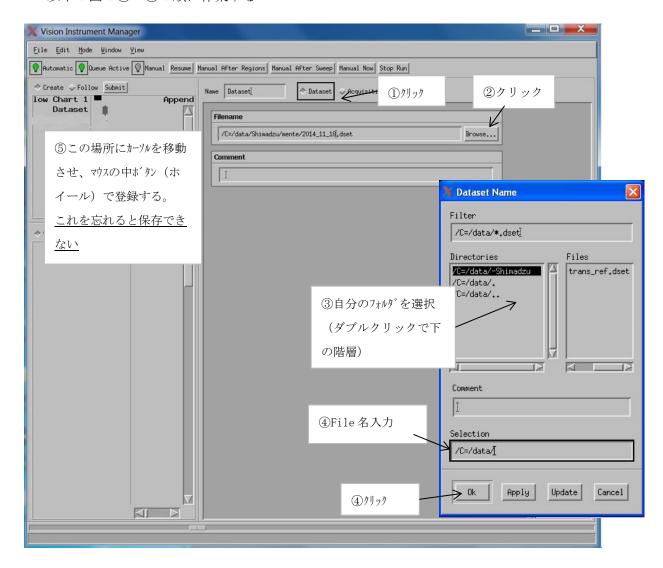
- ② 試料を入れる場所に試料がないことを必ず目視で確認する。 (PCモニター横に照明のSWがあるので、点灯して確認する(START/STOPボタン))
- ③ 試料を入れる場所を変更する場合、Stage 画面で、Sample の番号を指定してステージを回転させる。
- ④ 装置正面のパネルでのランプ表示もチェックする。
- ⑤ 試料を入れる場所に試料がないことを確認したのちに、
- ⑥ 本体正面のGATEのOPENのボタンを押し、ゲートバルブを開けます。 (しっかり押さないと開かないことがある)
- ⑦ 予備排気室の所の黒いグリップのロックを外し、フォークを奥まで押し込む。(この時グリップを回転させても試料は回らない機構になっている)(この間、ブザーがなる)
- ⑧ Instrument Manual Control で試料棒を <u>Etching Position</u> にし、EtchingPosition になった事を確認する。装置正面のパネルでのランプ表示もチェックする。



### 7. 測定

まず、データの保存先のファイルを作成する。 コンピューター C>Data>自分のフォルダー名を作成

① Dataset(測定データの保存先)以下の図の①~⑥の順に作業する



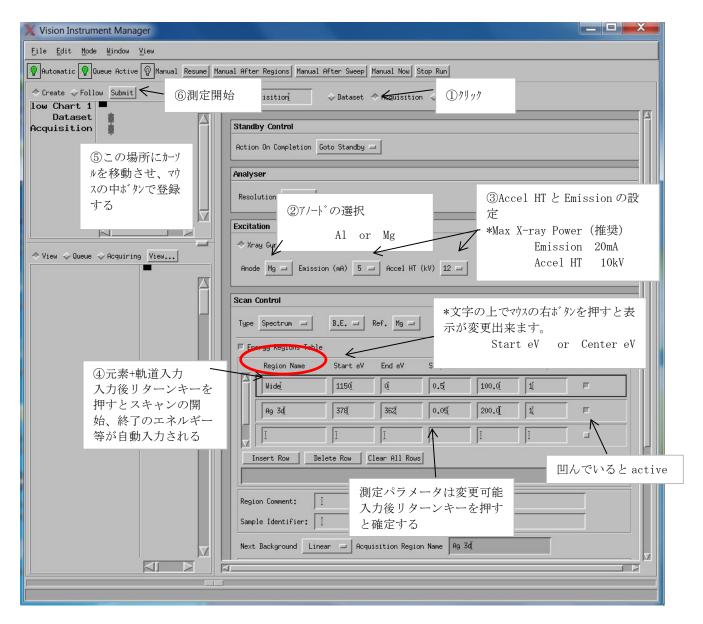
一回 dset を指定しておけばデータはそこに溜まっていく仕組み。上書きはされない。 後で整理しやすいように測定ごとに dset を適宜作成する

# ② Acquisition(測定条件)

以下の①~⑥に沿って、作業する。

測定開始前にサンプルを Analysis まで移動させる。

(測定開始後自動でサンプルが Etching→Analysis まで移動する)

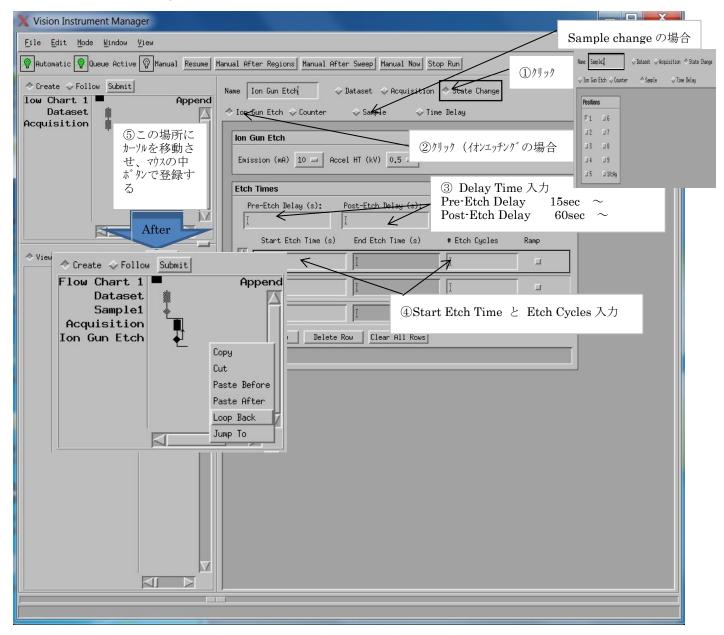


Vision Instrument Manager の[Window]→[Real-Time Display]でスペクトルが確認出来ます。

※測定条件を保存する場合 File タブ>Save run 測定条件の保存先 C:run spec 内 ※測定条件の読み出し File タブ>Load run)

もし、途中で scan をやめたくなったら→右上"Stop run"→"resume"

# ③ State Change

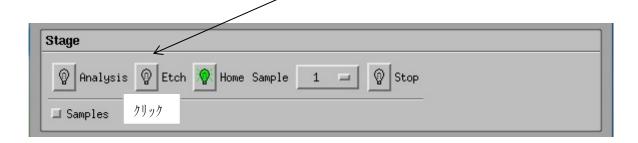


左側のウィンドウでマウスを使って囲むと黒く表示される。この部分をマウス右ボタンでクリックして、Loop back を選択すると、エッチングと測定が繰り返し行うことができる。

8. サンプルの取り出し

必ず測定終了後にサンプルを取り出す

Instrument Manual Control で試料棒を <u>Etching Position</u> にし、本体正面の GATEのOPENのボタンを押しゲーレイルブを開ける。

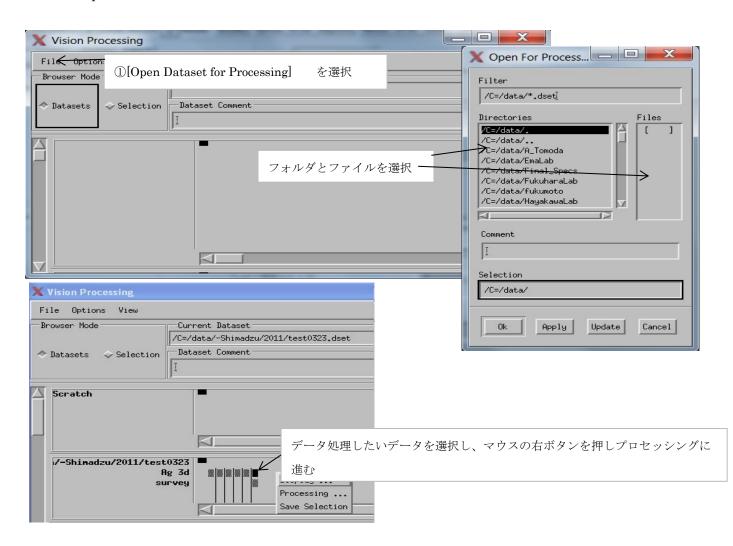


- ② 予備排気室の所の黒いグリップのロックを外し、フォークを奥まで押し込む。
- ③ Instrument Manual Control で試料棒 Home Position に移動させる。
- ③ フォークにサンプルがのったことを確認しフォークをもとの位置にもどす。
- ④ GATEのCLOSEを押し、ゲートバルブを閉める。
- ⑤ LOADのLEAKを軽く押す。(予備排気室の排気が止まる。)
- ⑥ LEAKを数秒押す。(予備排気室に窒素ガスが入る)予備排気室のふたが開いたら、 ふたをスライドさせてサンプルをフォークから取り出す。

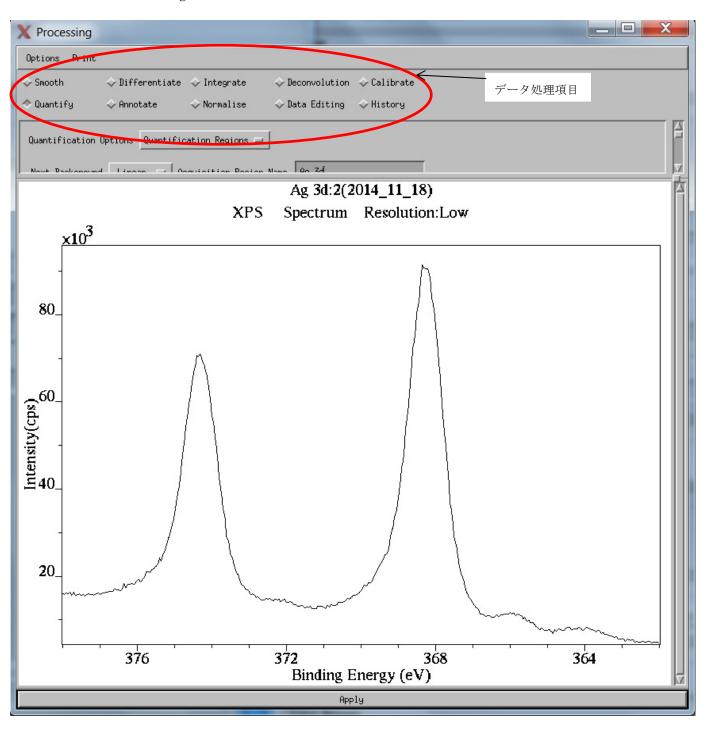
### 9. Data Processing 1



- ① デスクトップ上の Vision Processing をダブルクリック
- ② Open Dataset for Processing より解析するファイルを開く
- ③ Option Elements List からピーク近くの候補が表示される(定性分析)



# 9. Data Processing 2



### メンテナンス

- ・ 標準試料としての Ag を定期的に測定しておく
- ・ チラーの冷却水の水位は適宜、チェックする
- イオンゲージが不良となった場合:カバーを外しFを差し換える

•

- ① 1時間程度の停電であれば、以下の操作を行う
- ・ PCをOFF
- 装置正面のMAINSをOFF
- ・ ゲージも OFF
- ・ 背面に回り、R.P.を OFF、Main も OFF
- ・ 配電盤で供給元のブレーカーを下げる
- ② 長時間、停止する場合、大気へのリークが必要となる
- ・PC を OFF
- ・ゲージも OFF
- ・背面に回り、R.P.を OFF、Main も OFF
- ゲートバルブを開ける
- ・背面左上部にあるスイッチをゲートバルブ Keep 側に下げる
- ・Load のリークバルブを押す
- ・試料導入のスティックが開くことを確認
- ・装置正面の Mains を OFF
- ・配電盤で供給元のブレーカーを下げる