

# アルバックファイ PHI5000 VersaProbe

## Part 0 重要手順マニュアル

東京大学工学系研究科 総合研究機構 ナノ工学研究センター X線実験室

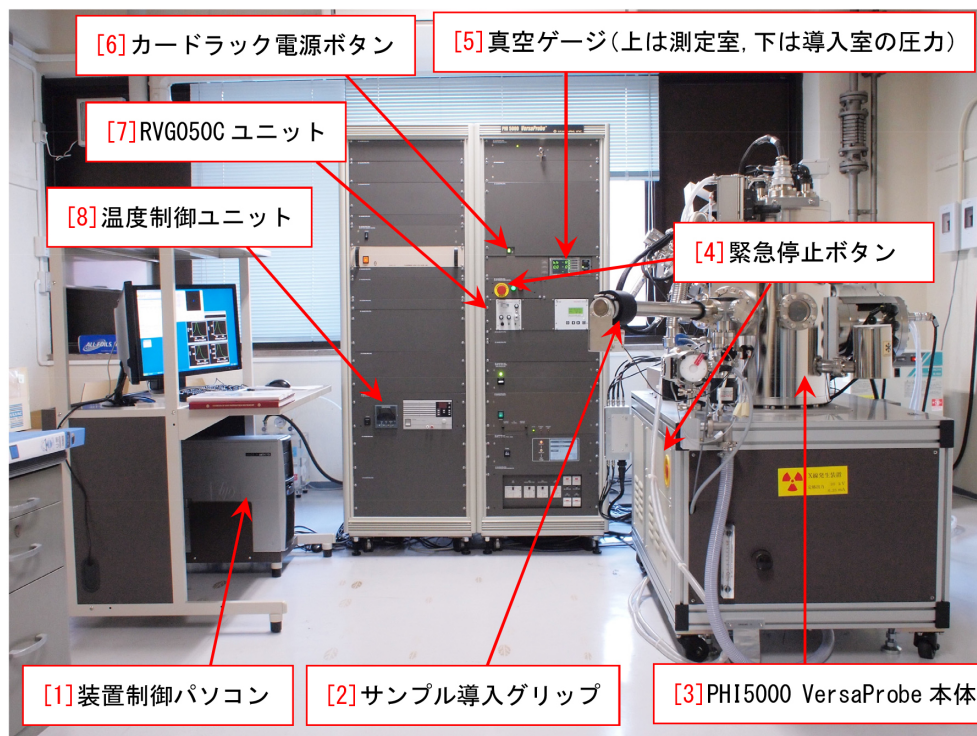


図0 装置全体図

PHI 5000 VersaProbe では、ほとんどの操作をコンピューター制御で行えるが、いくつかの手順がマニュアル操作になっている。それは、測定を始める前の §1.1 [p.1] 「サンプルのセット」、§1.2 [p.6] 「Ar イオン銃の立ち上げ」、および測定終了後の §2.1 [p.7] 「Ar イオン銃の停止」、§2.2 [p.8] 「サンプルの取り出し」、の 4 つの手順である。このマニュアルでは、間違えてはならないこれらマニュアル操作の手順を記述する。手順を記憶する必要はないが、必ずこのマニュアルの記述にしたがって操作しなければならない。

また付録 A [p.10] では、1 インチ、2 インチ、AR-XPS 用の 3 種類のサンプルホルダーの特徴と使い方についての注意事項を記述する。**AR-XPS 用ホルダーは、AR-XPS 専用である。AR-XPS(サンプルの傾き角を変えて行う測定) 以外の用途には向いていない。必ず付録 A [p.10] の記述に従って用いなければならない。**

付録 B [p.14] では、トランスファーベッセルの使い方を、付録 C [p.22] では、トランスファーベッセルを使わないで大気中の有機物による表面の汚染をできるだけ少なくした試料準備法について、付録 D [p.23] では、通信エラーが発生した際の対処法を、付録 E [p.24] では、試料を加熱または冷却する手法について、付録 F [p.28] では、Mg および Zr の X 線源の使い方を、付録 G [p.31] では、サンプルステージの初期化 (イニシャライズ) について記述する。

# 目次

<b>第 1 章</b>	<b>測定を始める前の重要手順</b>	<b>1</b>
1.1	サンプルの導入 . . . . .	1
1.1.1	実験ノートへの記入 . . . . .	1
1.1.2	サンプルホルダーの選択 . . . . .	1
1.1.3	通信システムのリセット . . . . .	1
1.1.4	コントロールプログラムの立ち上げ . . . . .	1
1.1.5	Vacuum Watcher の確認 . . . . .	2
1.1.6	チッ素ボンベレギュレーター の操作 . . . . .	2
1.1.7	チッ素ページの実行 . . . . .	2
1.1.8	サンプルホルダーのセット . . . . .	2
1.1.9	サンプル導入室の排気 . . . . .	4
1.1.10	サンプルステージの準備 . . . . .	4
1.1.11	サンプルの測定室への移動 . . . . .	4
1.2	Ar イオン銃の立ち上げ . . . . .	6
1.2.1	Ar ガス流量制御ユニット「RVG050C」の確認 . . . . .	6
1.2.2	差動排気の開始 . . . . .	6
1.2.3	Ar イオンガンスタンバイ . . . . .	6
1.2.4	Ar ガスの流量調整 . . . . .	6
1.2.5	RVG050C ユニットのスイッチ ON . . . . .	6
<b>第 2 章</b>	<b>測定終了後の重要手順</b>	<b>7</b>
2.1	Ar イオン銃の停止 . . . . .	7
2.1.1	リークバルブの閉鎖 . . . . .	7
2.1.2	イオン銃の停止 . . . . .	7
2.1.3	電子 Neutralizer の停止 . . . . .	7
2.1.4	差動排気の停止 . . . . .	8
2.2	サンプルの取り出し . . . . .	8
2.2.1	準備室の真空引きの開始 . . . . .	8
2.2.2	サンプルホルダーの準備室への移動 . . . . .	8
2.2.3	チッ素ボンベレギュレーター の操作 . . . . .	8
2.2.4	導入室チッ素ページの実行 . . . . .	9
2.2.5	サンプルホルダーの取り出し . . . . .	9

---

2.2.6	実験ノートへの記入	9
<b>付録 A</b>	<b>サンプルホルダーの使い分けについて</b>	<b>10</b>
A.1	1 インチサンプルホルダー	10
A.2	2 インチサンプルホルダー	11
A.3	AR-XPS 用サンプルホルダー	12
<b>付録 B</b>	<b>トランスファーベッセルの使い方</b>	<b>14</b>
B.1	トランスファーベッセルの貸し出しについて	14
B.2	サンプルホルダーのトランスファーベッセル内へのセット	14
B.3	準備室のチッ素パージ	15
B.3.1	Vacuum Watcher の確認	15
B.3.2	チッ素ボンベレギュレーター の操作	16
B.3.3	チッ素パージの実行	16
B.4	トランスファーベッセルの取り付け	16
B.4.1	準備室上部治具の交換	16
B.4.2	トランスファーベッセルの取り付け	16
B.5	サンプルホルダーの準備室への移動	17
B.5.1	準備室の真空引き	17
B.5.2	Transfer Vessel ボタンのクリック	17
B.5.3	補助ストッパーリングの取り外し	17
B.5.4	サンプルホルダーのサンプル導入フォークへの受け渡し	17
B.5.5	準備室の真空引き開始	18
B.6	実験終了後の手続き (サンプルを廃棄する場合)	18
B.6.1	トランスファーベッセルの取り外し	18
B.6.2	準備室上部治具の交換	18
B.6.3	サンプルホルダーの取り出し	18
B.6.4	実験ノートへの記入	18
B.7	実験終了後の手続き (サンプルをトランスファーベッセルに回収する場合)	18
B.7.1	トランスファーベッセル内の排気	18
B.7.2	サンプルホルダーの準備室への移動	18
B.7.3	トランスファーベッセルの底部開放	19
B.7.4	サンプルホルダーのトランスファーベッセル底部への移送	19
B.7.5	チッ素パージの実行	19
B.7.6	トランスファーベッセルの取り外し	19
B.7.7	準備室上部治具の交換	19
B.7.8	実験ノートへの記入	20
B.7.9	サンプルの取り出し	20
B.7.10	トランスファーベッセルとサンプルホルダーの返却	20
<b>付録 C</b>	<b>トランスファーベッセルを使わない試料準備のガイド</b>	<b>22</b>
C.1	真空蒸着などドライプロセスで作製したサンプルの場合	22

C.2	液中合成など、ウェットプロセスで作製したサンプルの場合 . . . . .	22
C.3	ドライプロセス、ウェットプロセスの共通事項 . . . . .	22
<b>付録 D</b>	<b>通信システムのリセット</b>	<b>23</b>
D.1	プログラムの終了 . . . . .	23
D.2	パソコンの電源オフ . . . . .	23
D.3	通信用カードラックのリセット . . . . .	23
D.4	パソコンの電源オン . . . . .	23
D.5	コントロールプログラムの立ち上げ . . . . .	23
<b>付録 E</b>	<b>温度を制御した測定</b>	<b>24</b>
E.1	加熱および冷却システムの概要 . . . . .	24
E.2	サンプルホルダーのセットと導入 . . . . .	25
E.3	温度設定の仕方 . . . . .	25
E.4	液体チッ素の準備 . . . . .	25
E.5	液体チッ素を補給する手順 . . . . .	26
E.6	常温に戻す手順 . . . . .	26
E.7	サンプルホルダーを準備室に戻す手順 . . . . .	27
<b>付録 F</b>	<b>Mg および Zr X線源の使い方</b>	<b>28</b>
F.1	Mg&Zr X線源の準備 . . . . .	28
F.1.1	Mg&Zr X線源の場所とスライド機構 . . . . .	28
F.1.2	サンプルステージの位置調整 . . . . .	28
F.1.3	ステージのチルト角を 90° に設定 . . . . .	29
F.1.4	Mg&Zr X線源のスライドイン . . . . .	29
F.2	Mg&Zr X線源による測定後の終了手順 . . . . .	30
F.2.1	Mg&Zr X線源のスライドアウト . . . . .	30
F.2.2	ステージのチルト角を 45° に再設定 . . . . .	30
F.2.3	イオン銃の停止 . . . . .	30
F.2.4	サンプルの回収 . . . . .	30
<b>付録 G</b>	<b>サンプルステージの初期化 (イニシャライズ)</b>	<b>31</b>
G.1	1 インチサンプルホルダーへの設定の切り替え . . . . .	31
G.1.1	サンプルステージ初期化中に表示される画面 . . . . .	32
G.1.2	回転角の手動での初期化 . . . . .	32
<b>索引</b>		<b>34</b>

# 目次

0	装置全体図 . . . . .	i
1.1	デスクトップ上の主なアイコン . . . . .	1
1.2	Main Menu と Vacuum Watcher . . . . .	1
1.3	チッ素ボンベのレギュレーター . . . . .	2
1.4	サンプル導入室 . . . . .	2
1.5	各種サンプルホルダー (詳細は付録 A[p.10] を参照) . . . . .	3
1.6	「[1] Main menu」の中の「[2]Acquire ボタン」をクリックして表示されるウィンドウ	3
1.7	Image ウィンドウの画面。「[2] Stage(H/C) タブ」をクリックしたところ . . . . .	4
1.8	Up[Z] ボタンのクリックは一旦保留する . . . . .	4
1.9	サンプル観察窓から見ながら、サンプル導入グリップを慎重にスライドさせる . . . . .	4
1.10	RVG050C ユニット . . . . .	4
1.11	Image Viewer の画面。中央下の「Ion Gun タブ」をクリックしたところ . . . . .	5
1.12	Ar ボンベ付近拡大写真 . . . . .	5
1.13	Image window で「Ion Gun タブ」を開いたところ . . . . .	5
2.1	Image Window (a) 「Ion Gun タブ」, (b) 「Neutralizer タブ」を開いたところ . . . . .	7
2.2	Down[Z] ボタン」のクリックは一旦保留する . . . . .	8
A.1	各種サンプルホルダー (図 1.5 [p.3] の再掲) . . . . .	10
A.2	サンプルホルダーのセット直後に表示されるメッセージ . . . . .	11
A.3	2 インチホルダーでは、青い十字線を緑の楕円内の領域において使うことが推奨される	11
A.4	準備室の中の AR-XPS 用ホルダー . . . . .	12
A.5	AR-XPS 用ホルダーをサンプルステージに差し込んだところ . . . . .	12
A.6	サンプル導入用フォークを抜いたところ . . . . .	12
A.7	AR-XPS 用ホルダーの設定 . . . . .	12
A.8	AR-XPS ホルダーを回転させたところ . . . . .	13
A.9	#3 から#7 の場所へ移動するには青い十字線をクリック&ドラッグする . . . . .	13
A.10	サンプルホルダーが 180° 回転したところ . . . . .	13
B.1	トランスファーベッセル, サンプルホルダー, 両面テープ . . . . .	14
B.2	サンプルホルダーのトランスファーベッセル底部への収納 . . . . .	15
B.3	トランスファーベッセル底部を閉じたところ . . . . .	15
B.4	N <sub>2</sub> ボンベレギュレーター付近 . . . . .	15

B.5	通常のフタ用準備室上部治具をとり外す . . . . .	15
B.6	トランスファーベッセル用準備室上部治具にとりかえたところ . . . . .	15
B.7	トランスファーベッセルを取り付けたところ . . . . .	16
B.8	Vacuum Watcher チッ素パージしたところ . . . . .	16
B.9	Vacuum Watcher Transfer Vessel ボタンをクリックしたところ . . . . .	17
B.10	補助ストッパーリングを外してグリップをさらに引き抜く . . . . .	17
B.11	トランスファーベッセル底部からサンプルホルダーを降ろしたところ . . . . .	17
D.1	USB ケーブルを抜き差しします . . . . .	23
E.1	加熱冷却用サンプルホルダー . . . . .	24
E.2	サンプル導入グリップはストッパーリングの間に隙間がなくなるまで押し込む . . . . .	24
E.3	HOT/COLD モジュール . . . . .	24
E.4	設定温度を 500°C にしたところ . . . . .	24
E.5	換気扇が回っていることを必ず確認する . . . . .	25
E.6	液体チッ素容器 . . . . .	25
E.7	液体チッ素容器タンク . . . . .	26
E.8	液体チッ素くみ出し用ひしゃく . . . . .	26
E.9	液体チッ素くみ出し用おたま . . . . .	26
E.10	ドライヤーで液体チッ素タンク内をブローします . . . . .	26
F.1	PHI5000VersaProbe を背面から撮影 . . . . .	28
F.2	図 F.1 「 <a href="#">[2]</a> Mg&Zr X線源スライドノブ」を拡大したところ。Al の線源だけを使う場合の設定 . . . . .	28
F.3	イメージウィンドウとステージコントローラー . . . . .	29
F.4	サンプルホルダーが水平になっている (チルト角 45°) . . . . .	29
F.5	サンプルホルダーが傾いたところ (チルト角 60°) . . . . .	29
F.6	Mg&Zr X線源を用いるときの傾斜角 (チルト角 90°) . . . . .	29
F.7	Mg&Zr X線源をスライドインさせたところ . . . . .	30
F.8	Mg&Zr X線源をスライドインさせたところ . . . . .	30
G.1	イメージウィンドウで Stage(H/C) タブを開いたところ . . . . .	31
G.2	Holder Information Window . . . . .	31
G.3	サンプルステージ初期化の実行 . . . . .	32
G.4	サンプルステージ初期化中のメッセージ . . . . .	32
G.5	チルト角初期化中のサンプルステージ . . . . .	32
G.6	サンプルステージの回転角調整 . . . . .	32

## 第 1 章

# 測定を始める前の重要手順

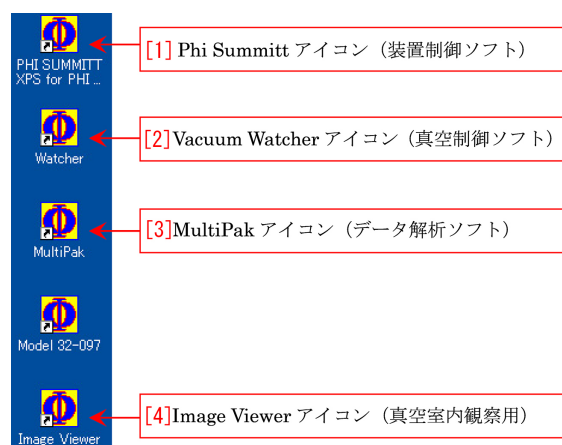


図 1.1 デスクトップ上の主なアイコン

### 1.1 サンプルの導入

#### 1.1.1 実験ノートへの記入

実験ノートへの記入

まず、実験ノートに、日にち、所属、職名または学年、電話番号と実験開始前の測定室の圧力（表紙図 0 「[5] 真空ゲージ」の上に表示されている値 [Pa]）を記入する。

#### 1.1.2 サンプルホルダーの選択

試料はサンプルホルダーに載せて測定するが、1 インチホルダーがもっとも安全で使いやすい。2 インチホルダーは、多くのサンプルを載せられるが、必ず付録 A [p.10] の記述に従って用いなければならない。

**AR-XPS 用ホルダーは、AR-XPS 専用である。AR-XPS(サンプルの傾き角を変えて行う測定) 以外の用途には向いていない。必ず付録 A §A.3 [p.12] の記述に従って用いなければならない。**

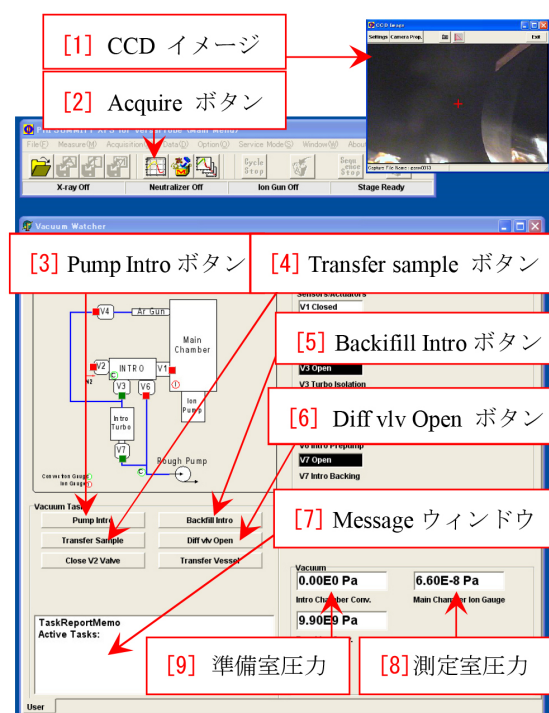


図 1.2 Main Menu と Vacuum Watcher

#### 1.1.3 通信システムのリセット

この装置では、稀に通信エラーが発生する。その場合の対処法は付録 D [p.23] に記述したとおりであるが、これを事前に行っておくと通信エラーの確率が格段に小さくなる。付録 D に記述した手続きを、実験を始める前に行うことが望ましい。

#### 1.1.4 コントロールプログラムの立ち上げ

まず、制御用パソコンのデュアルモニターの電源を入れる。何かソフトウェアが立ち上がっていたら、それを閉じる。図 1.1 の「[4] Image Viewer アイコン」をダブルクリックして、真空室内を観察する図 1.2 「[1] CCD イメージ」ウィンドウを

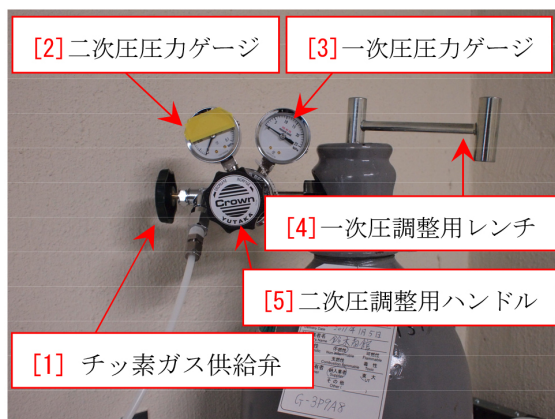


図 1.3 チッ素ポンベのレギュレーター



図 1.4 サンプル導入室

立ち上げる。何も写らなかったら、照明装置の電源が入っているかどうかを確認する。もしこの画面が正常に立ち上がらなかったら、Windowsを再起動する。ユーザー名は「Phiuser」、パスワードは「phiphi」である。

CCD イメージを立ち上げたら、照明装置の明るさを調整する。図 1.1 [p.1] の「[1] Phi Summitt アイコン」をダブルクリックすると、図 1.2 [p.1] のように横に細長い「Main Menu」(上)と、ほぼ正方形の「Vacuum Watcher」(下)が立ち上がる。

### 1.1.5 Vacuum Watcher の確認

チッ素パージをする前に、Vacuum Watcher の画面が、図 1.2 [p.1] のようになっていることを確認する。V3 と V7 のみが開いている（緑色になっている）ことを確認し、それ以外のバルブはすべて閉じている（赤色になっている）状態で、チッ素パージを行う。

### 1.1.6 チッ素ポンベレギュレーターの操作

チッ素パージを行うには、チッ素ガスポンベから乾燥チッ素を供給しなければならない。

図 1.3 で、「[3] 一次圧圧力ゲージ」、「[2] 二次圧圧力ゲージ」の値がゼロで、「[1] チッ素ガス供給弁」が、閉まっていないことを確認する。「[5] 二次圧調整用ハンドル」を Decrease の方向（反時計回り）に回して、ゆるく回る状態にする。（既にそうならそのまま）。次に、「[4] 一次圧調整用レンチ」を手のひらでたたくようにして開ける。上から見て、5° ほど反時計回りに開

けば充分である。「[5] 二次圧調整用ハンドル」を Increase の方（時計回り）にゆっくり回し、「[2] 二次圧圧力ゲージ」の値が 0.015MPa になるように調整する。（黄色のテープが貼ってある部分に針が行かないようにする）。

### 1.1.7 チッ素パージの実行

図 1.2 [p.1] で、「[5] Backfill Intro ボタン」をクリックすると、V3 バルブが閉じてから V2 バルブが開くことにより、チッ素パージが始まる。導入室の気圧が 1.0E+5Pa（大気圧）に達する前に止まってしまったら、図 1.3 の「[5] 二次圧調整用ハンドル」を時計回り（Increase の方向）に回転させて加圧すると、導入室の気圧が 1.0E+5Pa になる。パージが終了したら、図 1.3 の「[4] 一次圧調整用レンチ」を上から見て時計回りに閉めて、一次圧がゼロになり、続いて二次圧もゼロになることを確認する。他のノブに触れる必要はない。

### 1.1.8 サンプルホルダーのセット

トランスファーベッセルを使う場合は、付録 B §B.4[p.16] 以降の記述に従う。

以下は、トランスファーベッセルを使わない場合の手順である。

図 1.4 の「[4] サンプル導入室フタ」は、導入室がチッ素パージされると、簡単に開けられる。このフタと、フタがはまる溝が清浄であることは、導入室の真空度を高く保つ上で重要なので、サンプルホルダーを入れる前に、キムワイブにエタノールをつけてよく拭ななければならない。



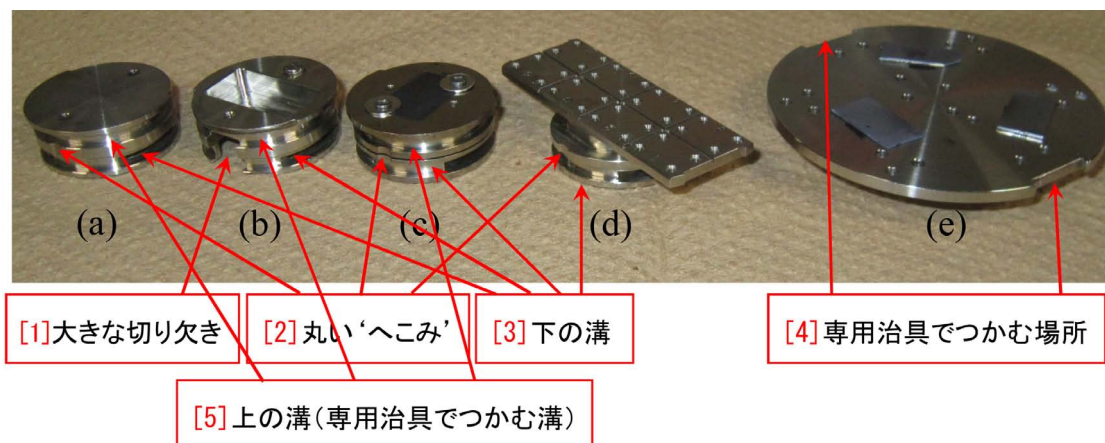


図 1.5 各種サンプルホルダー (詳細は付録 A[p.10] を参照)

また、このフタがはまる導入室上部の溝は、エタノールをしみこませたキムワイブをプラスチックのピンセットではさみ、よく拭く。この際、金属のピンセットを使うと溝にキズをつける恐れがあるので、必ずプラスチックのピンセットを用いなければならない。

図 1.4 「[3] フォーク目印ネジ」に、図 1.5 「[1] 丸い‘へこみ’」(大きな切り欠きの反対側)が、ぴったりはまるように、サンプルホルダーの「[3] 下の溝」を図 1.4 「[1] サンプルホルダー導入用フォーク」にスライドさせて取り付ける。サンプルホルダーが傾かないよう、充分注意して正確に取り付ける。導入室手前の覗き窓から見て、サンプルホルダーが水平にセットされていることを確かめなければならない。

図 1.5(a), (b), (c) は、いずれも 1 インチホルダーですが、(b) は背の高いサンプルを載せられるように、深さ 7mm のザグリが入れている。これに専用のフタをネジ止めして (a) のホルダーと同様に使っても構わない。(a) と (b) は、180° 反転させて撮影したので、(a) では手前に「[1] 丸い‘へこみ’」が見えているのに対して (b) では手前に「[2] 大きな切り欠き」が見えている。この大きな切り欠きは、サンプルホルダーがサンプルステージ中央の突起をまたぐためのもので、すべてのサンプルホルダーにある。

(c) は加熱冷却用のサンプルホルダーである。サンプルの加熱または冷却をしない場合は用いて

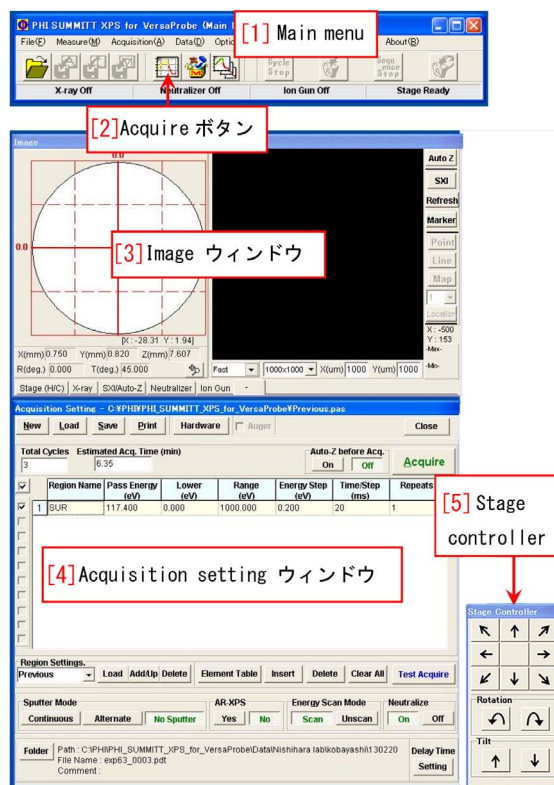


図 1.6 「[1] Main menu」の中の「[2] Acquire ボタン」をクリックして表示されるウィンドウ

はならない。

(d)AR-XPS 用ホルダー、(e) 2 インチホルダーの場合は、「[5] 上の溝」はないが、「[2] 大きな切り欠き」、「[3] 下の溝」、「[4] 丸い‘へこみ’」(大きな切り欠きの反対側)は、1 インチホルダーと同様である。

「[2] 大きな切り欠き」は、サンプルステージ中

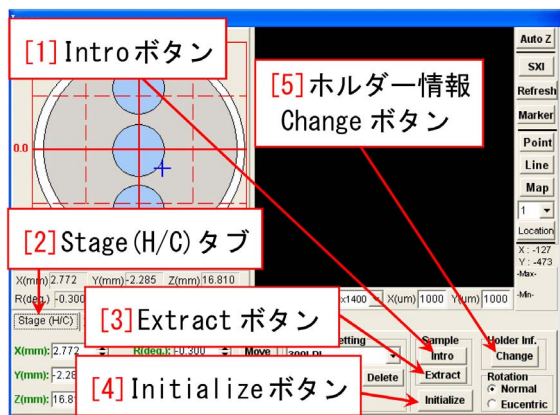


図 1.7 Image ウィンドウの画面。「[2] Stage(H/C) タブ」をクリックしたところ

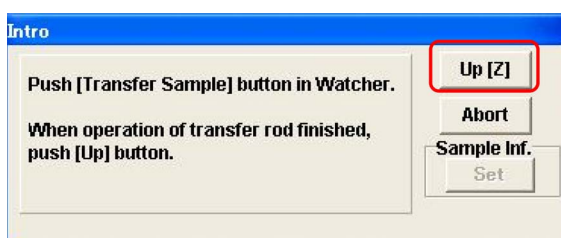


図 1.8 Up[Z] ボタンのクリックは一旦保留する

中央の突起をまたいでスライドインさせるように施してあるので、これは必ず測定室（メインチェンバー）の側を向いている必要がある。

各種サンプルホルダーの使い分けについては、付録 A [p.10] を参照。

### 1.1.9 サンプル導入室の排気

サンプルホルダーをセットしたら、図 1.2 [p.1] の、「[3] Pump Intro ボタン」をクリックして、サンプル導入室を排気する。排気を始めてから 10 分ほどで、図 1.2 [p.1] 「Vacuum Watcher」の「[7] メッセージウィンドウ」に「Complete」のメッセージが出る。このあと、排気を 15 分程度行くと、サンプルの導入が可能になる。しかし、測定室の中をできるだけ清浄に保つため、1 時間程度真空引きをすることが望ましいので、この間にお昼休みをとることができる。

### 1.1.10 サンプルステージの準備

図 1.6 [p.3] の「[2] Acquire ボタン」をクリックすると図 1.6 に示す 3 つのウィンドウ「[3] Image ウィンドウ」, 「[4] Acquisition Setting ウィンドウ」, 「[5] Stage Controller」が立ち上がる。

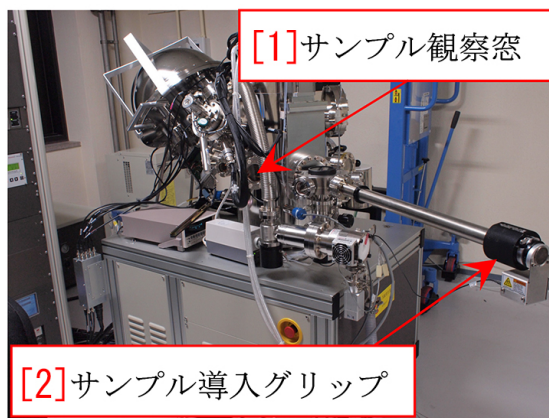


図 1.9 サンプル観察窓から見ながら、サンプル導入グリップを慎重にスライドさせる

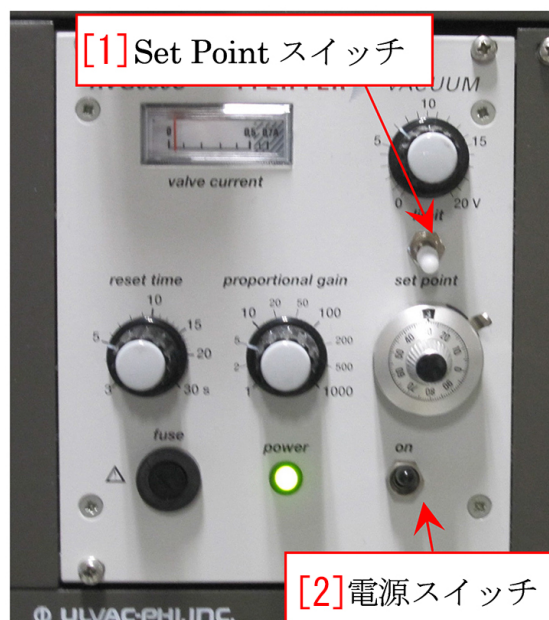


図 1.10 RVG050C ユニット

次に、図 1.7 Image ウィンドウの画面で、左下の「[2] Stage(H/C) タブ」をクリックして開く。図 1.7 「[1] Intro ボタン」をクリックして、Image Viewer でサンプルステージがサンプル導入位置に移動する様子を確認する。

図 1.8 のように「Up [Z]」するかどうかを訊いてくるが、これを保留にする。

### 1.1.11 サンプルの測定室への移動

Intro Chamber（導入室）を充分排気したら、図 1.2 [p.1] の「[4] Transfer Sample ボタン」をクリックして、V1 バルブを開ける。V3 バルブは、自動的に閉まる。V1 バルブが開く瞬間の測

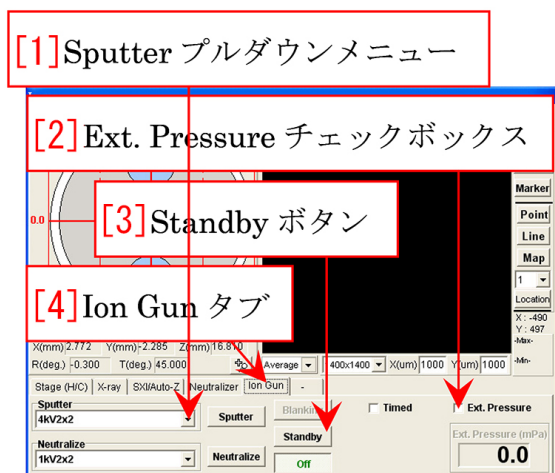


図 1.11 Image Viewer の画面。中央下の「Ion Gun タブ」をクリックしたところ

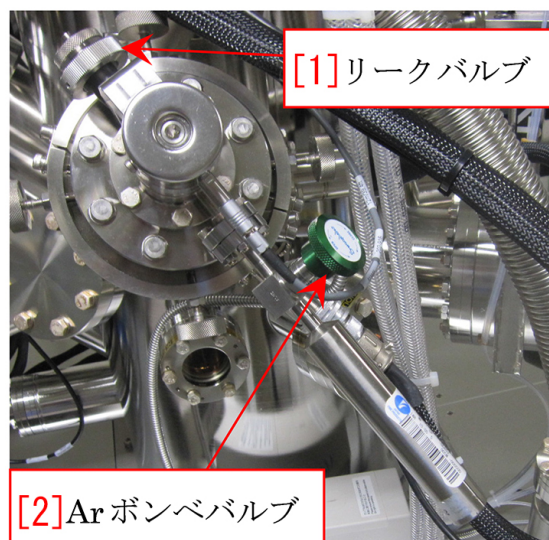


図 1.12 Ar ボンベ付近拡大写真

定室の真空度に注意する。1.0E-4Pa 以下であれば、問題ない (1.0E-5Pa 以下が望ましい)。

図 1.9 の「[1] サンプル観察窓」からサンプルステージを観察しながら、サンプル導入グリップをスライドさせる。サンプルステージにサンプルが近づいたら、ゆっくりと慎重に動かして、サンプルホルダーが、サンプルステージにセットされることを確認する。このとき、図 1.9 「[2] サンプル導入グリップ」は、黒いストッパーリングで止まるところまで、差し込まれていなければならない。サンプルホルダーが、サンプルステージにぶつかる場合は、まず、サンプルホルダーが傾いてセットされていないか、180° 反転してセットされていないかをチェックする。問題なければ、付録 D [p.23] 「通信システムのリセット」を試す。それでもだめな場合は、付録 G [p.31] 「サンプルステージの初期化」を試す。(サンプルホルダーが、少し引っかかりながら、サンプルステージにセットできる場合もある)。

このあと、先ほど保留した図 1.8 「Up [Z] ボタン」をクリックして、図 1.2 [p.1] 「[1] CCD イメージ」でサンプルステージが上がることを確認する。

次に、図 1.9 の「[2] サンプル観察窓」をのぞきながら、ゆっくりと「[2] サンプル導入グリップ」を引き抜く。このとき、サンプルホルダーが中に残り、図 1.4 [p.2] 「[1] サンプルホルダー導

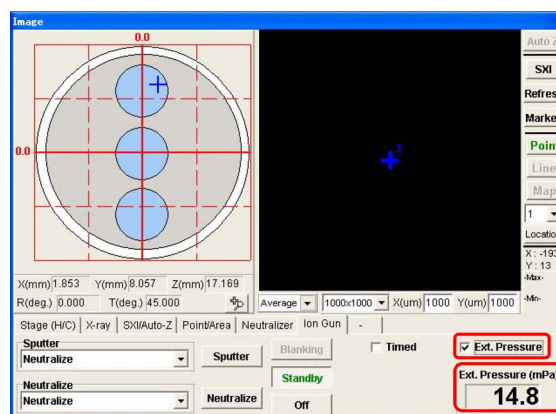


図 1.13 Image window で「Ion Gun タブ」を開いたところ

入用フォーク」だけが引き抜けることを確認する。ストッパーで止まるところまで引き抜くと、ガチャッと音がして、V1 バルブが、自動的に閉まる。

最後に、図 1.7 「[5] ホルダー情報 Change ボタン」をクリックする。1 インチホルダー、2 インチホルダー、AR-XPS 用ホルダーのうちから選んだホルダーの種類を正しく選択する。加熱冷却用サンプルホルダーでは、1 インチを選択します。「Thickness」の値として、サンプルホルダー上面からサンプル上面までの高さを、0.5mm 単位で切り上げてプルダウンメニューから選択する。これで、サンプルの測定室への移動は完了。

## 1.2 Ar イオン銃の立ち上げ

### 1.2.1 Ar ガス流量制御ユニット「RVG050C」の確認

表紙の図0で「[7] RVG050C ユニット」の場所を確認する。図1.10で、「[1] Set Point スイッチ」が、Set Point (下) に、「[2] 電源スイッチ」が、OFF (下) になっていることを確認する。

### 1.2.2 差動排気の開始

図1.2 [p.1] の「[6] Diff vlv Open ボタン」をクリックし、V4バルブを開いて差動排気を開始します。クリックしてからV4バルブが開くまでには10秒程度かかる。

図1.11 [p.5] 「[2] Ext. Pressure チェックボックス」にチェックを入れて、画面右下に、Ext. Pressure を表示させる。また、左の方にある、「[1] Sputter プルダウンメニュー」とその下の「Neutralize プルダウンメニュー」では、いずれも Neutralize を選択する。

### 1.2.3 Ar イオンガンスタンバイ

図1.11 [p.5] 「[4] Ion Gun タブ」をクリックしたあと、「[3] Standby ボタン」をクリックして、緑色にする。

### 1.2.4 Ar ガスの流量調整

図1.12 [p.5] 「[1] リークバルブ」(大きいノブのみ) が閉まっている(時計回りいっぱい)ことを確認してから、緑色の「[2] Ar ボンベバルブ」を、半回転程度ゆるめて(反時計回り半回転)、2～3秒で再び閉める(時計回りいっぱい)。

次に、図1.11 [p.5] 右下の Ext. Pressure の値と、図1.2 [p.1] 「[8] 測定室圧力」の値を注意

深く見ながら、ゆっくりと図1.12 [p.5] 「[1] リークバルブ」(大きなノブのみ)を開く(反時計回り)。2回転ほど開くと図1.2 [p.1] 「[8] 測定室圧力」または図1.11 [p.5] 右下の Ext. Pressure の値が上昇する。Ext. Pressure が、32.5mPa (許容値、32～33 mPa) になるように微調整する。測定室の圧力が上がるのに Ext. Pressure が上がらないときは、装置管理者に連絡を下さい。

### 1.2.5 RVG050C ユニットのスイッチ ON

図1.10 [p.4] RVG050C ユニットの「[2] 電源スイッチ」を ON (上) にする。

図1.11 [p.5] 右下の、Ext. Pressure の値が、下がりはじめ、15 mPa 程度になることを確認する。(一旦この値より下がるが、3分ほどで安定する)。

これで、Ar イオンガンの設定は完了し、測定に取りかかることができる。

図1.13 は、Image Window で「Ion Gun タブ」を開いたところ。実験中は原則として、Ext. Pressure チェックボックスからはチェックを外す。スパッタリング中にチェックを入れると、Ext. Pressure の値が下がっていることがあるが、異常ではない。

実験終了後にはチェックを入れて、2～3分程度で15 mPa 程度の値を示すことを再確認する。実験終了後、この値が15 mPa より著しく下がっている場合は、Ar ガスボンベが空になった可能性がありますので、装置管理者(沖津; 27470, 090-2203-8789)まで連絡を下さい。

測定手順については、Part 1 マニュアルを参照。

## 第2章

# 測定終了後の重要手順

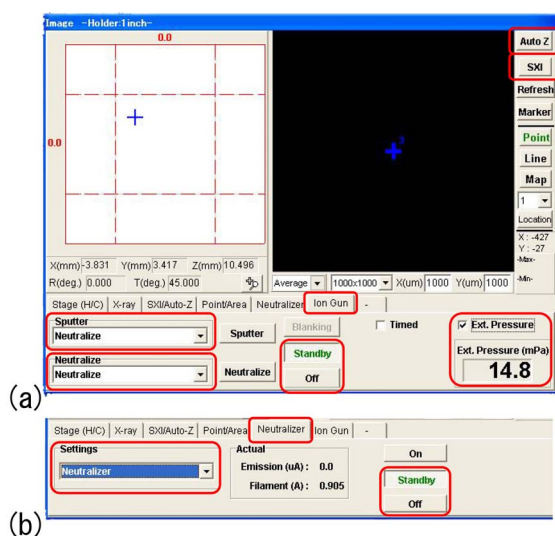


図 2.1 Image Window (a) 「Ion Gun タブ」, (b) 「Neutralizer タブ」を開いたところ

### 2.1 Ar イオン銃の停止

#### 2.1.1 リークバルブの閉鎖

図 2.1(a) で「Standby ボタン」が緑ならば「Ext. Pressure チェックボックス」にチェックを入れて、値が 15mPa 程度であれば正常である。

図 2.1(a) 「Standby ボタン」は、測定終了後 1 時間が経過すると自動的に黒くなり「Off ボタン」が緑になる。「Standby ボタン」を再度クリックして「[2] Ext. Pressure チェックボックス」にチェックを入れる。2～3 分程度で Ext. Pressure の値が 15mPa 程度に回復するようであれば問題ない。測定中、十分な Ar ガス流量が保たれスパッタと帯電中和が正しく行われたことが確認できる。

測定室圧力と Ext. Pressure の値が上昇しない

よう、注意深く監視しながら、以下の作業を行う。また、このとき、図 2.1(a) 「Sputter プルダウンメニュー」とその下の「Neutralizer プルダウンメニュー」はいずれも Neutralize にする。

まず、図 1.12 [p.5] の「[1] リークバルブ」を、時計回りにゆっくりと閉めていく。測定室圧力ないしは Ext. Pressure の値が上昇した場合、逆回りに回転させている可能性があるため、訂正する。完全に閉め切ったら、そこから 1/4 回転程度開ける。

次に、図 1.10 [p.4] 「RVG050C ユニット」の「[2] 電源スイッチ」を OFF (下) にする。この状態で、10 分間、放置する。

10 分経過したら、図 1.12 [p.5] の「[1] リークバルブ」を完全に閉めきる。Ext. Pressure の値が、0.3～0.4 mPa 程度の値であっても、問題はない。この措置は、Ar ガスの流量を制御するサファイヤ結晶の温度が下がるのを待つためである。RVG050C ユニットは、サファイヤ結晶の温度を制御し Ar ガスの流量を一定に保つためのユニットである。

#### 2.1.2 イオン銃の停止

実験を終了するときは図 2.1(a) 右下の「Ext. Pressure チェックボックス」のチェックを外し、「Standby ボタン」の下の「Off ボタン」をクリックして、「Standby ボタン」を黒色に戻す。

#### 2.1.3 電子 Neutralizer の停止

図 2.1(b) は Image Window の「Neutralizer タブ」を開いたところである。「Standby ボタン」の下の「Off ボタン」をクリックして、「Standby ボタン」を黒色に戻す。測定終了後 1 時間経過する

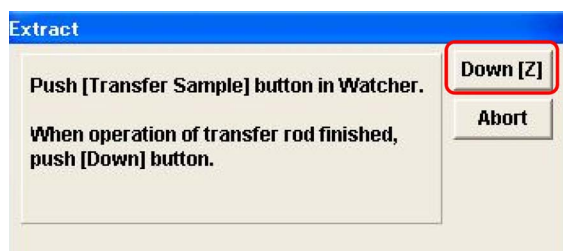


図 2.2 「Down[Z] ボタン」のクリックは一旦保留する

と自動的に「Off ボタン」が緑色になる。その場合は、そのまま構わない。

#### 2.1.4 差動排気の停止

図 1.2 [p.1] の、「[3] Pump Intro ボタン」をクリックして、準備室の真空引きを開始する。図 1.12 [p.5] の、「[1] リークバルブ」が、完全に閉まっていることを、あらためて確認する。V4 バルブは、自動的に閉鎖する。これで、イオン銃停止の手続きは完了。

## 2.2 サンプルの取り出し

### 2.2.1 準備室の真空引きの開始

準備室の真空引きは、10 分程度、行う必要がある。準備室の真空が悪いまま V1 バルブを開けると、測定室の真空が悪くなり最悪の場合、装置の電源が落ちることがある。

次のユーザーに安定したパワーの X 線を提供するため、冷却水循環装置の電源は切ってはならない。

トランスファーベッセル内にサンプルを回収する場合は、付録 B §B.7[p.18] を実行する。

以下は、トランスファーベッセルを用いていない場合、およびトランスファーベッセルを用いてもサンプルを廃棄してよい場合の手順である。

### 2.2.2 サンプルホルダーの準備室への移動

準備室の真空引きを開始してから 10 分程度経過したら、サンプルを取り出すことができる。まず、図 1.2 [p.1] 「[1] CCD イメージ」で、測定室内を観察しながら、図 1.7 [p.4] 「[2] Stage(H/C) タブ」が開かれている状態で、「[3] Extract ボタン」をクリックする。サンプルステージが、取り

出し位置に移動することを CCD イメージで確認する。図 2.2 のように「Down [Z]」を行うかどうか訊いてくるが、これを保留にする。

図 1.2 [p.1] 「[4] Transfer Sample ボタン」をクリックすると、V3 バルブが閉まり V1 バルブが開く。V1 バルブが開く瞬間の測定室内の真空が、 $1.0E-4$  台まで悪くならないことを確認する。

図 1.9 [p.4] の、「[1] サンプル観察窓」を注意深く覗きながら「[2] サンプル導入グリップ」をゆっくりスライドさせ、サンプルホルダーに、図 1.4 [p.2] の「[2] サンプルホルダー導入用フォーク」が差し込まれることを確認する。ストッパーで止まるまで差し込む。「[2] サンプルホルダー導入用フォーク」が、サンプルホルダーにぶつかってしまう場合は、一旦サンプル導入フォークを導入室まで戻し、図 2.2 「Down[Z] ボタン」の下の「Abort ボタン」をクリックして図 2.2 のウィンドウを閉じる。その後、図 1.7 [p.4] 「[2] Stage(H/C) タブ」が開かれている状態で、「[3] Extract ボタン」をクリックし、この節に記述した手順をやり直してみる。それでも問題が解決しない場合は、装置管理者（沖津; 27470, 090-2203-8789）に連絡を下さい。

サンプルホルダーに、サンプル導入用フォークが差し込まれた時点で、先ほど保留にした図 2.2 「Down [Z]」ボタンをクリックし、CCD イメージで、サンプルステージが下がることを確認する。

次に、図 1.9 [p.4] の、「[1] サンプル観察窓」を注意深く覗きながら「[2] サンプル導入グリップ」をゆっくりスライドさせて引き抜く。サンプルホルダーが、サンプルホルダー導入用フォークに載った状態で、引き抜ける。サンプルステージから抜ける瞬間、サンプルホルダーがわずかに持ち上がることもあるが、ゆっくり慎重に引き抜く。「[2] サンプル導入グリップ」は、ストッパーで止まるところまで、完全に引ききる。引ききると、ガチャッと音がして、V1 バルブが自動的に閉まる。

### 2.2.3 チッ素ボンベレギュレーターへの操作

チッ素ページを行うには、チッ素ガスボンベからチッ素を供給する必要がある。図 1.3 [p.2]

で、「[1] チッ素ガス供給弁」が閉まっていないことを確認する。「[5] 二次圧調整用ハンドル」を Decrease の方向（反時計回り）に回して、ゆるく回る状態にする。「[4] 一次圧調整用レンチ」を手のひらでたたくようにして、上から見て 5° ほど、反時計回りに開ける。「[5] 二次圧調整用ハンドル」を Increase の方（時計回り）にゆっくり回し、「[2] 二次圧圧力ゲージ」の値が 0.015MPa になるように調整する。

#### 2.2.4 導入室チッ素パージの実行

図 1.2 [p.1] で、「[5] Backfill Intro ボタン」をクリックすると、V3 バルブが閉じてから V2 バルブが開き、チッ素パージが始まる。導入室の気圧が、 $1.0E+5\text{Pa}$ （大気圧）に達する前に止まったら、図 1.3 [p.2] 「[5] 二次圧調整用ハンドル」を、Increase の方（時計回り）に回転させてわずかに開く（通常のネジとは逆なので注意）と、導入室の気圧が  $1.0E+5\text{Pa}$  になる。パージが終了したら、図 1.3 [p.2] 「[4] 一次圧調整用レンチ」を時計回りに閉めて、一次圧がゼロになり続いて二次圧もゼロになることを確認する。その他のノブに触れる必要はない。

トランスファーベッセルを用いて導入したサンプルを廃棄してよい場合は、付録 B §B.6[p.18] の記述を実行する。

以下は、トランスファーベッセルを用いていない場合の手順である。

#### 2.2.5 サンプルホルダーの取り出し

導入室チッ素パージが終了すると、図 1.4 [p.2] 「[4] サンプル導入室フタ」を取り外して、サンプルホルダーを取り出すことができる。

サンプルを回収し、サンプルホルダーは、元あった引き出しの中に入れておく。サンプルは、必ず持ち帰らなければならない。

図 1.4 [p.2] 「[4] サンプル導入室フタ」をかぶせ、図 1.2 [p.1] の「[3] Pump Intro ボタン」をクリックし、導入室の真空引きをした状態で、実験を終了する。

#### 2.2.6 実験ノートへの記入

実験を終了した後の図 1.2 [p.1] 「[8] 測定室圧力」（表紙図 0 「[5] 真空ゲージ」の上の値 [Pa]）を記入する。また、何か異常やトラブルがあった場合は、そのことを記入する。

また、机の上の整理整頓を心掛ける。

## 付録 A

# サンプルホルダーの使い分けについて

この章では、図 A.1 (図 1.5 [p.3] の再掲) , 1 インチ [(a),(b),(c)], AR-XPS 用 (d), 2 インチ (e) のサンプルホルダーについて、その特徴と使い方について説明する。

いずれのホルダーに対しても、その上面に幅 5mm の導電性カーボン両面テープを正方形に切り、サンプルを貼り付けるのが一般的である。両面テープをあまり長く切りすぎると、実験終了後にサンプルを剥がすのに苦労することになる。

ただし、図 A.1(c) の加熱冷却ホルダーを用いて温度を変化させた実験を行う場合は、ボルトやナットなどの金属製の治具でサンプルを固定する。加熱の上限は 500°C、冷却の下限は -120°C までである。

1 インチのホルダーが最も推奨される。**AR-XPS 用ホルダーは、AR-XPS 専用である。AR-XPS(サンプルの傾き角を変えて行う測定)以外の用途には向いていない。必ず §A.3 の記述に従って用いる。**

図 A.2 は、サンプルステージにサンプルホルダーをセットした直後に表示されるメッセージである。右下の「Set ボタン」をクリックするか、先に説明したように、図 1.7 [p.4] で「[4] ホルダー情報 Change ボタン」をクリックしてホルダーの種類を設定する必要がある。

### A.1 1 インチサンプルホルダー

図 A.1(a),(b),(c) が、1 インチサンプルホルダーである。サンプルの上面は、サンプルホルダーの上面から 7mm 以下である必要がある。(b) のホルダーに関しては、深さ 7mm のザグリを掘ってあるため、高さ 14mm までのサンプルを使うことができる。(c) は、サンプル加熱冷却用のサンプルホルダーである。加熱または冷却をしない場合には、原則として用いてはならない。

側面には上下 2 段の溝がありますが、上の溝は専用治具でつかむためのもので、下の溝は、図

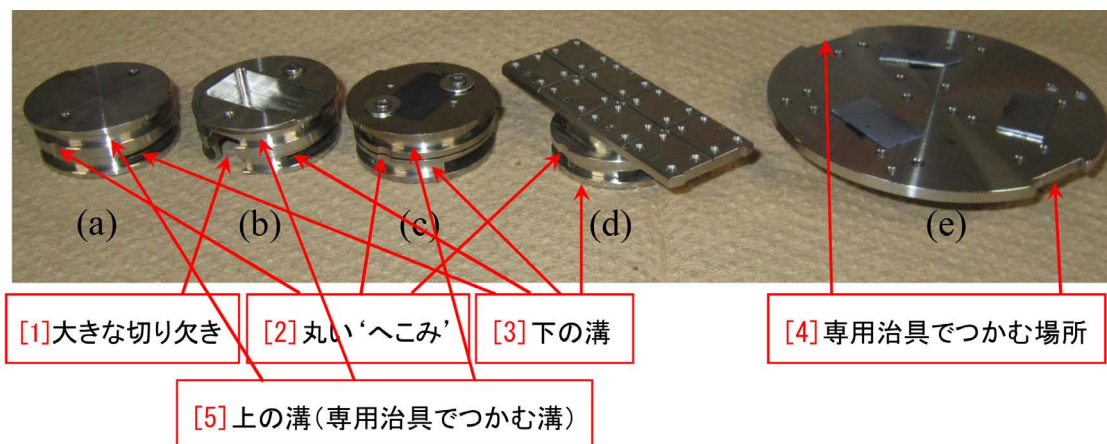


図 A.1 各種サンプルホルダー (図 1.5 [p.3] の再掲)



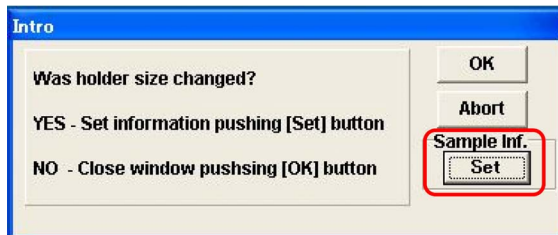


図 A.2 サンプルホルダーのセット直後に表示されるメッセージ

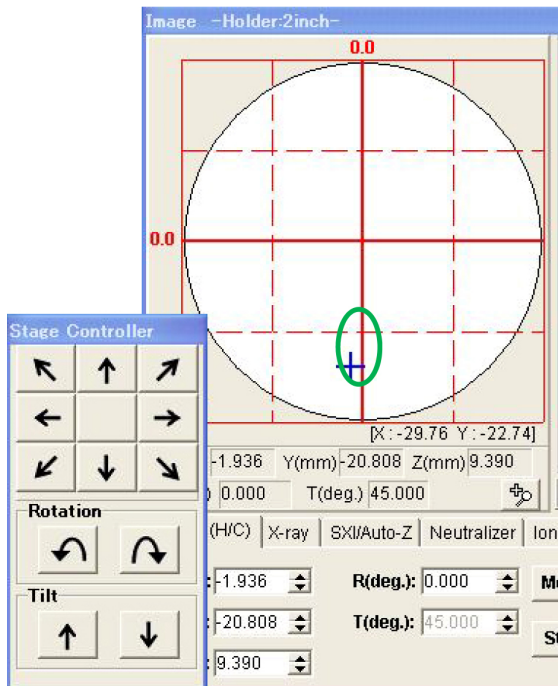


図 A.3 2インチホルダーでは、青い十字線を緑色の楕円内の領域において使うことが推奨される

1.4 [p.2] 「**[2]** サンプル導入用フォーク」に差し込むためのものである。

制御用パソコンと装置の間で通信エラーが稀に発生する。多くの場合、図 1.7 [p.4] 「**[4]** Inialize ボタン」をクリックしてサンプルステージを初期化することにより問題が解決するが、これをもっとも安全に行えるのは行えるのは、1インチホルダーを用いたときである。サンプルステージの初期化については、付録 G [p.31] を参照。図 A.3 左下の「Stage Controller」の XY 並進ボタンと Rotation ボタンをすべて使うことができ、リミッターの可動範囲内で最も安全に使えるサンプルホルダーである。図 A.3 「CCD イメージ」の左の丸いフィールドに表示される青い十字線をクリック

ク&ドラッグして XY 並進移動させることもできる。

また、 $-4.0\text{mm} \leq Y \leq -2.0\text{mm}$  の範囲では AR-XPS の測定を行うことができる。したがって、サンプルホルダーの中央から 2mm 以上離れた任意の位置に対して、ステージのローテーションにより  $-4.0\text{mm} \leq Y \leq -2.0\text{mm}$  の範囲に収めることができるので、AR-XPS を行うことが可能である。

測定するサンプル数がこのホルダーに載る範囲であれば、最も使いやすく安全なサンプルホルダーである。

## A.2 2インチサンプルホルダー

図 A.1(e) が、2インチサンプルホルダーである。自動測定に慣れてくると、一度に多くのサンプルを測定することができるため、このホルダーは大変人気がある。

ただし、測定する場所によってはサンプルホルダーが電子アナライザーの取り込み口の真下に来るため、原則として、以下の使用方法を守る必要がある。

図 A.3 は、Stage Controller と Image ウィンドウの左半分を示しているが、原則として、青い十字線を緑色の楕円内の領域に置いて使う。すなわち、原則として、X 方向 (横方向) の並進は使用せず、Y 方向 (縦方向) の矢印ボタンと Rotation のボタンだけでサンプルホルダー上の位置を指定する。また、端から 5mm 以上離してマウントする。あまり端に近いと、サンプルステージの可動距離内に収まらない。

この装置では、稀に通信エラーが発生する。その際、図 A.5 [p.12] 「**[1]** 電子アナライザーの取り込み口」の真下にサンプルホルダーがあると、最悪の場合、サンプルホルダーが電子アナライザーの取り込み口に衝突して重篤な故障を招く恐れがある。図 A.3 の緑色の楕円内の範囲に青い十字線がある場合、サンプルホルダーの中心付近が、電子アナライザーの取り込み口から離れるため、万一 Z ステージが暴走した場合でも、最悪の事態を避けることができる。

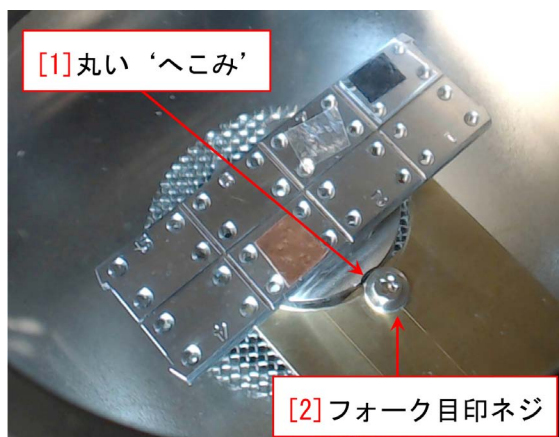


図 A.4 準備室の中の AR-XPS 用ホルダー

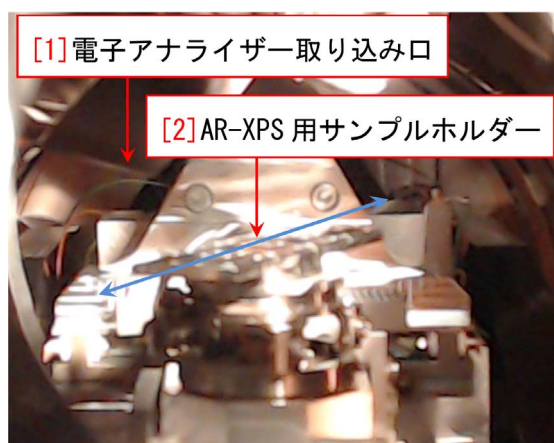


図 A.6 サンプル導入用フォークを抜いたところ

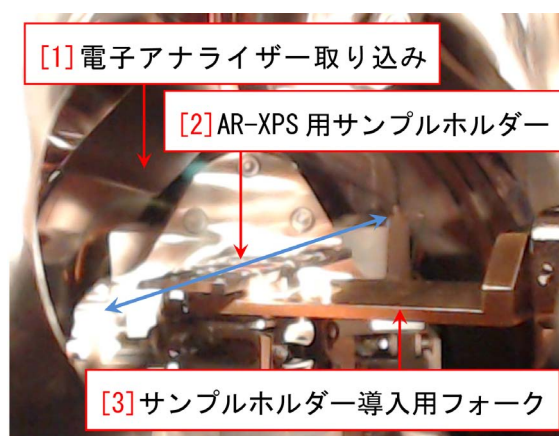


図 A.5 AR-XPS 用ホルダーをサンプルステージに差し込んだところ

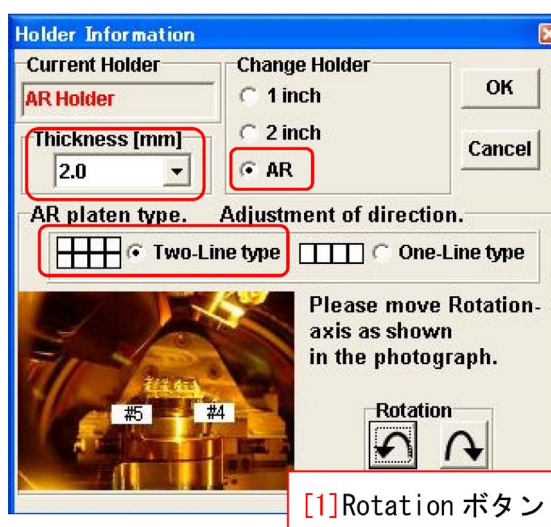


図 A.7 AR-XPS 用ホルダーの設定

### A.3 AR-XPS 用サンプルホルダー

図 A.1(d) [p.10] が、AR-XPS 用サンプルホルダーである。**AR-XPS 用ホルダーは、AR-XPS 専用である。AR-XPS(サンプルの傾き角を変えて行う測定) 以外の用途には向いていない。必ず以下の記述に従って用いなければならない。**

図 A.4 [p.12] は、導入室の中に、AR-XPS 用サンプルホルダーがセットされている様子である。「[1] 丸い 'へこみ」が「[2] フォーク目印ネジ」の場所と一致しており正しくセットされている。フォークとサンプルホルダーの間にわずかに隙間があるが、問題ない。

図 A.5 [p.12] は、サンプルステージを Intro Position に移動させたあと V1 バルブを開き、

AR-XPS 用サンプルホルダーをサンプルステージに差し込んだところである。装置側面にある覗き窓から覗くと、サンプルホルダーの長手方向(青い矢印の方向)は、視線方向からかなり傾いている。

図 A.6 は、「Up[Z] ボタン」をクリックしたあとサンプル導入用フォークを引き抜いたところである。図 A.2 [p.11] のメッセージが表示されるが、右下の「Set ボタン」をクリックすると、サンプルの種類を設定できる。

図 A.7 は、AR-XPS 用ホルダーを設定したところである。「AR ラジオボタン」にチェックを入れると、下半分の画面が表示される。サンプルの厚さ (2.0mm) の設定は、1 インチおよび 2 インチホルダーと同様である。AR platen type

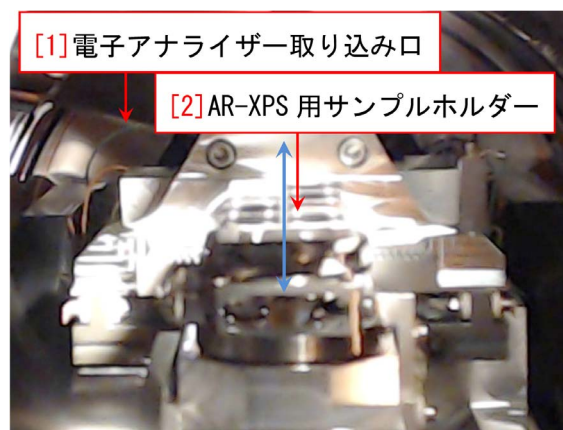


図 A.8 AR-XPS ホルダーを回転させたところ

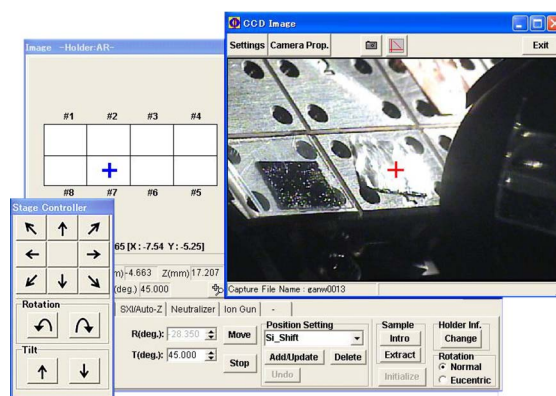


図 A.10 サンプルホルダーが 180° 回転したところ

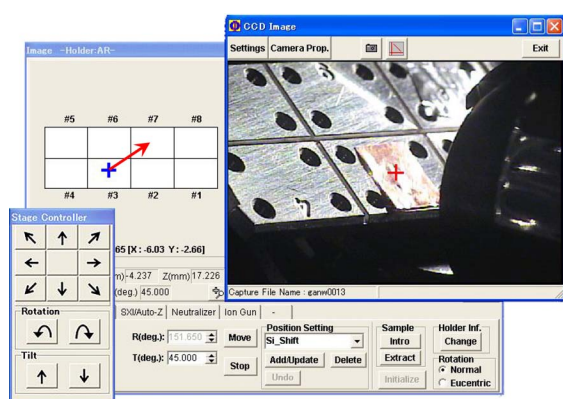


図 A.9 #3 から#7 の場所へ移動するには青い十字線をクリック&amp;ドラッグする

は、必ず Two-Line type を選択する。右下に「[1] Rotation ボタン」があるが、これをクリックして Rotation 角を手動で調整し、図 A.8 のように側面の窓から覗いて、サンプルホルダーの長手方向（青い矢印の方向）が、視線軸と平行になるように調整する。Image ウィンドウの Stage タブを開くとサンプルステージの位置と角度が表示されるが、 $R(\text{deg})$  が  $-28^\circ$  程度の値になる。

図 A.7 右上の「OK ボタン」をクリックすると設定を終了するが、このあと「Rotation ボタン」はグレー表示になり使えなくなる。

図 A.9 は CCD イメージ、Image ウィンドウ、Stage Controller をカスケード表示にして示している。銅のサンプルに X 線が入射ように XY の並進を調整し、Auto-Z で Z ステージの高さも最適化してある。この場所は、#3 の場所で、左に見える場所には逆さになった「4」の文字が見え、上の場所には、「6」の文字が見える。図 A.9 では、Image ウィンドウ左上の青い十字線は#3 の場所にある。

#7 の場所には、アルミ箔が貼り付けてあるのですが、この場所に青い十字線を移動させるには、図 A.9 の赤い矢印のように、青い十字線をクリック&ドラッグする。

そうするとサンプルステージが一旦下降し、180° 回転したあと、再び上昇する。図 A.10 は、このようにして、#7 のアルミ箔のサンプルに、X 線照射位置を合わせたところである。XY ステージの微調整は、図 A.3 [p.11] Stage Controller の矢印キーをクリックして行うことができる。

**図 A.7 の画面を表示させ「[1] Rotation ボタン」をクリックするとサンプルホルダーを回転させることができるが、初期設定以外では、これは決して行ってはならない。**

## 付録 B

# トランスファーベッセルの使い方

ユーザーの研究室にグローブボックスがある場合は、トランスファーベッセルを使うことができる。Ar ガス雰囲気など清浄なグローブボックス内でサンプルを取り付け、大気に曝すことなく、サンプルを PHI5000 VersaProbe の準備室（導入室）まで、運ぶことができる。

この章では、トランスファーベッセルの使い方を記述する。1 インチホルダーのみが使用可能である。

貸し出せるトランスファーベッセルは、1 台しかない。アルバックファイ社 (0467-85-6522) より、研究室ごとに購入されることもご検討されたい。値段は、1 台 1,330,000 円 (2013 年 12 月現在) である。

トランスファーベッセルを使わずに、サンプルを大気にできるだけ触れさせることなく取り扱う簡便な方法については、付録 C[p.22] を参照。

### B.1 トランスファーベッセルの貸し出しについて

図 B.1 は、グローブボックスとトランスファーベッセルを使って、サンプルを大気に暴露することなく VersaProbe 準備室に移送するにあたり、工学部 9 号館 330 号室から持ち出すべき物品である。「[1] トランスファーベッセル」(330 号室机右下の引き出し)、「[2] 1 インチサンプルホルダー」(机左上の引き出し)に加え「[3] カーボン両面テープ」(机右上の引き出し)若干を、ユーザーの研究室にあるグローブボックスに入れる必要がある。両面テープは、330 号室にあるもの以外は、原則として用いてはならない。これらは、



図 B.1 トランスファーベッセル，サンプルホルダー，両面テープ

新品のアルミフォイルで包んで、持ち出す。

これらを持ち出す場合は、装置管理者（沖津）にメール（okitsu「atmark」soyak.t.u-tokyo.ac.jp）か電話（内線 27470，携帯 090-2203-8789）で連絡を下さい。また、返却したときにも、同様に連絡を下さい。

### B.2 サンプルホルダーのトランスファーベッセル内へのセット

以下の作業は、グローブボックスの中で行う。図 B.2 は、トランスファーベッセル底部に、サンプルを貼り付けた 1 インチサンプルホルダーをセットする様子を示している。「[1] トランス

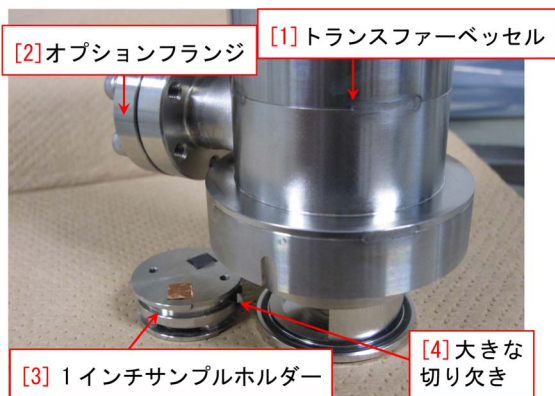


図 B.2 サンプルホルダーのトランスファーベッセル底部への収納



図 B.3 トランスファーベッセル底部を閉じたところ

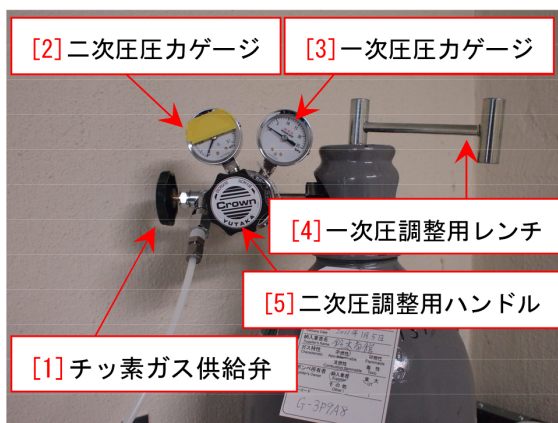


図 B.4 N<sub>2</sub> ボンベレギュレーター付近

「トランスファーベッセル」上部にあるノブを反時計回りに回すと、底部が開きシリンダーがせり出してくる。図 B.2 「[3] 1 インチサンプルホルダー」に載せるサンプルは、両面テープと合わせて高さが 5mm 以内でなければならない。図 B.2 「[2] オプションフランジ」の真下にサンプルホルダーを置き、「[4] 大きな切り欠き」をベッセルの方に向け

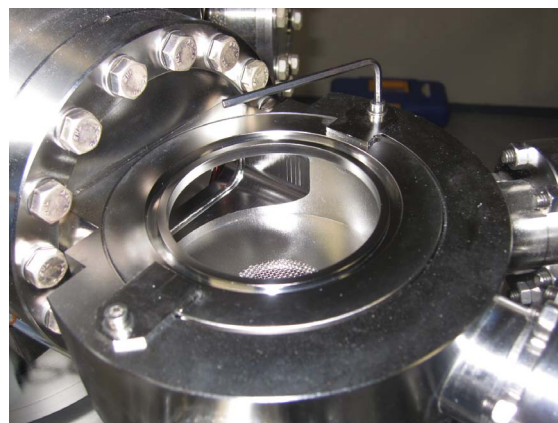


図 B.5 通常のフタ用準備室上部治具をとり外す

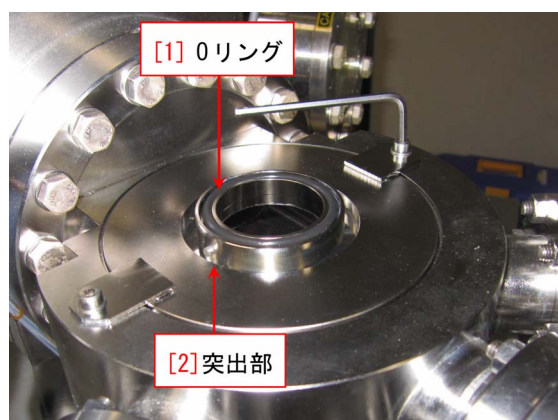


図 B.6 トランスファーベッセル用準備室上部治具にとりかえたところ

て、シリンダーの中にセットする。サンプルを中に入れたら、トランスファーベッセル上部にあるノブを時計回りに回して、図 B.3 のように、サンプルホルダーをトランスファーベッセル内に収納する。この状態で、工学部 9 号館 330 号室まで、トランスファーベッセルを持ってくる。

### B.3 準備室のチッ素パージ

#### B.3.1 Vacuum Watcher の確認

チッ素パージをする前に、図 B.8 [p.16] Vacuum Watcher の画面で、V3 と V7 のみが開いている（緑色になっている）ことを確認し、それ以外のバルブはすべて閉じている（赤色になっている）状態で、チッ素パージを行う。



図 B.7 トランスファーベッセルを取り付けたところ

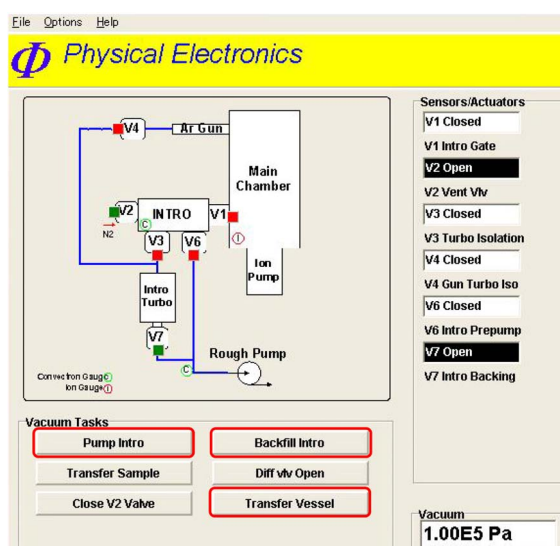


図 B.8 Vacuum Watcher チッ素パージしたところ

### B.3.2 チッ素ボンベレギュレーターの操作

チッ素パージを行うには、チッ素ガスボンベから乾燥チッ素を供給する必要がある。

図 B.4 [p.15] で、「[3] 一次圧圧力ゲージ」、「[2] 二次圧圧力ゲージ」の値がゼロで、「[1] チッ素ガス供給弁」が、閉まっていないことを確認する。「[5] 二次圧調整用ハンドル」を Decrease の方向（反時計回り）に回して、ゆるく回る状態にする。（既にそうならそのまま構わない）。次に、図 B.4 [p.15] 「[4] 一次圧調整用レンチ」を手のひらでたたくようにして開ける。上から見て、5° ほど反時計回りに開けば充分である。「[5]

二次圧調整用ハンドル」を Increase の方（時計回り）にゆっくり回し、「[2] 二次圧圧力ゲージ」の値が 0.015MPa になるように調整する。（黄色のテープが貼ってある部分に針が行かないようにする）。

### B.3.3 チッ素パージの実行

図 B.8 Vacuum Watcher の画面で、「Backfill Intro ボタン」をクリックすると、V3 バルブが閉じてから V2 バルブが開くことにより、チッ素パージが始まる。導入室の気圧が 1.0E+5Pa（大気圧）に達する前に止まってしまったら、図 B.4 [p.15] の「[5] 二次圧調整用ハンドル」を手前から見て時計回り（Increase の方向）に回転させてわずかに開く（水道のカランとは逆なので注意してください）と、導入室の気圧が 1.0E+5Pa になる。パージが終了したら、図 B.4 [p.15] の「[4] 一次圧調整用レンチ」を上から見て時計回りに閉めて、一次圧がゼロになり、続いて二次圧もゼロになることを確認する。他のノブに触れる必要はない。

## B.4 トランスファーベッセルの取り付け

### B.4.1 準備室上部治具の交換

図 B.5 [p.15] は、通常のフタをかぶせるための準備室上部の治具である。2.5mm の六角レンチで、2箇所（ネジ）をゆるめ、これを取り外す。

図 B.6 [p.15] は、トランスファーベッセル取り付け用治具に取り替えたところである。2.5mm の六角レンチで、2箇所（ネジ）を締める。「[1] Oリング」は、素手で触れてはならない。

### B.4.2 トランスファーベッセルの取り付け

図 B.7 は、準備室（導入室）上部にトランスファーベッセルを取り付けたところである。「[1] オプションフランジ」を手前に向け、「[2] 切り欠き」が図 B.6 [p.15] 「[2] 突出部」にはまるように取り付ける。

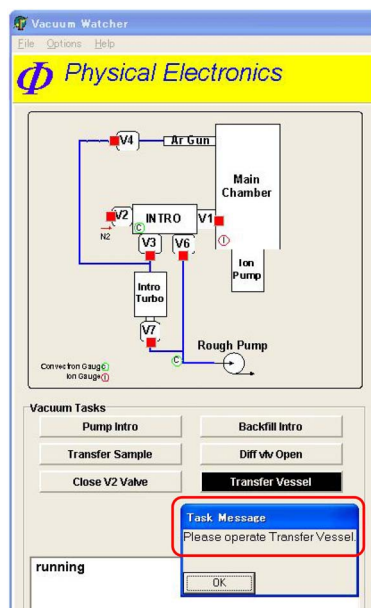


図 B.9 Vacuum Watcher Transfer Vessel ボタンをクリックしたところ

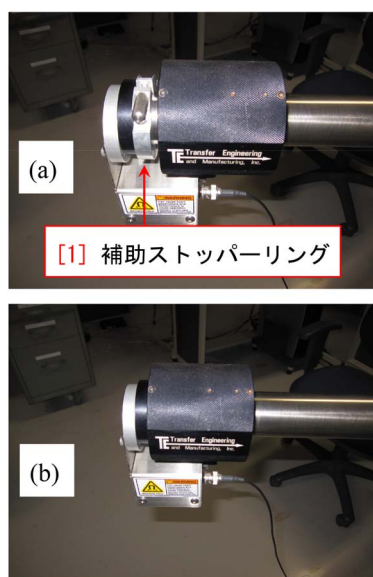


図 B.10 補助ストッパーリングを外してグリッ  
プをさらに引き抜く

## B.5 サンプルホルダーの準備室への 移動

### B.5.1 準備室の真空引き

この時点で、Vacuum Watcher は、図 B.8 のようになっている筈である。ここで「Pump Intro ボタン」をクリックして、準備室の排気を開始する。10 分ほど経過すると、図 B.9 左下のメッ

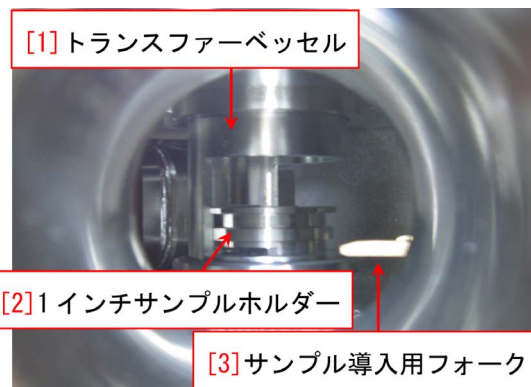


図 B.11 トランスファーベッセル底部からサン  
プルホルダーを降ろしたところ

セージウィンドウに、「Complete」のメッセージが表示される。これで次の操作を行うことができる。

### B.5.2 Transfer Vessel ボタンのクリック

図 B.9 は、真空引きを充分に行ったあと、「Transfer Vessel ボタン」をクリックしたところである。すべてのバルブが閉鎖し、「Please operate Transfer Vessel」のメッセージが表示される。ここではまだ「OK ボタン」をクリックしてはならない。

### B.5.3 補助ストッパーリングの取り外し

黒色のサンプル導入グリッは、ほぼ引き抜かれた状態にあるが、さらに引き抜かなければ、トランスファーベッセルからサンプル導入用フォークにサンプルホルダーを移送できない。図 B.10(a) の、アルミ製補助ストッパーリングを外して、図 B.10(b) のように、サンプル導入用フォークをさらに引く。

アルミ製補助ストッパーリングは、なくさないよう気をつけなければならない。

### B.5.4 サンプルホルダーのサンプル導入フォークへの受け渡し

この節の作業は、準備室の窓から懐中電灯（部屋のドア内側にかかっている非常灯を使って構わない）で照らして確認しながら行う。

図 B.11 は、トランスファーベッセル上部のノブを反時計回りに回転させて開き、「[2] 1 インチサンプルホルダー」の下の溝を「[3] サンプル導入

用フォーク」の高さまで降ろしたところである。このとき、準備室の圧力は、 $2.0 \sim 6.0E+2$  Pa 程度まで上昇する。

サンプル導入用フォークを図 B.11[p.17] 「[2] 1 インチサンプルホルダー」の下の溝に差し込み、トランスファーベッセル上部のノブをさらに反時計回りに回転させて降ろすと「[2] 1 インチサンプルホルダー」の下の溝に「[3] サンプル導入用フォーク」が差し込まれた状態で、引き抜くことができる。

サンプルホルダーをサンプル導入用フォークに引き渡したら、トランスファーベッセル上部のノブを時計回りに回転させ底部を持ち上げて、閉める。

### B.5.5 準備室の真空引き開始

先ほど保留にした図 B.9 [p.17] の「OK ボタン」をクリックすると準備室の真空引きが自動的に始まる。10 分程度排気すると図 B.9 [p.17] 左下のメッセージウィンドウに、「Complete」のメッセージが表示される。このメッセージが出てから、さらに 10～15 分程度真空引きをするとサンプルホルダーを測定室に移送することができる。しかし、1 時間程度真空引きを行うのが望ましいので、この間にお昼休みをとることができる。

以降、実験を始めるまでの操作は、このマニュアルの §1.1.10 [p.4] からの記述にしたがう。

## B.6 実験終了後の手続き（サンプルを廃棄する場合）

測定終了後、そのサンプルが要らなくなった場合は、このマニュアルの §2.2.4 [p.9] の手続きを実行したあと、以下を行う。

### B.6.1 トランスファーベッセルの取り外し

チッ素パージを実行したあと、トランスファーベッセルは、簡単に上に持ち上げて取り外すことができる。

### B.6.2 準備室上部治具の交換

図 B.6 [p.15] の状態から 2.5mm 六角レンチで 2 箇所のネジをゆるめて、準備室上部治具を取り外し、図 B.5 [p.15] のように、通常のフタ用の治具を取り付ける。

トランスファーベッセル用の準備室上部治具は、新品のアルミフォイルで覆って、机右下の引き出しに戻しておく。

また、図 B.10(a) [p.17] の「[1] 補助ストッパーリング」を元のように取り付けておく。

### B.6.3 サンプルホルダーの取り出し

サンプルホルダーを準備室から取り出したら、サンプルを回収する。

図 B.1 [p.14] の「[1] トランスファーベッセル」は、新品のアルミフォイルで包んで、机の一番右下の引き出しに戻す。「[2] 1 インチサンプルホルダー」は、机左上の大きな引き出しに戻す。

返却した旨、装置管理者(沖津; okitsu[atmark]soyak.t.u-tokyo.ac.jp) まで連絡を下さい。

サンプルは、原則として研究室に持ち帰らなければならない。

### B.6.4 実験ノートへの記入

実験を終了した後、図 1.2 [p.1] 「[8] 測定室圧力」(表紙図 0 「[5] 真空ゲージ」の上の値 [Pa]) を実験ノートに記入する。また、何か異常やトラブルがあった場合は、そのことを記入する。

また、机の上の整理整頓を心掛ける。

## B.7 実験終了後の手続き（サンプルをトランスファーベッセルに回収する場合）

実験を終了し、サンプルをトランスファーベッセルに回収すると、そのサンプルに対して別の測定をさらに行うことができる。このマニュアルの §2.2.1 [p.8] の手続きまで終了したら、以下の手順を実行する。

### B.7.1 トランスファーベッセル内の排気

トランスファーベッセルは、大気と O リングで仕切られているだけなので、実験時間が長時間に及んだ場合は、大気がわずかに中に入っている場合がある。このため、トランスファーベッセル上部のノブを反時計回りにわずかに開いて 10 分程度真空引きをする。

### B.7.2 サンプルホルダーの準備室への移動

真空引きを開始してから 10 分程度経過したら、サンプルを取り出すことができる。まず、図 1.2



[p.1] 「[1] CCD イメージ」で、測定室内を観察しながら、図 1.7 [p.4] 「[2] Stage(H/C) タブ」が開かれている状態で、「[3] Extract ボタン」をクリックする。サンプルステージが、取り出し位置に移動することを CCD イメージで確認する。図 2.2 [p.8] のように「Down [Z]」を行うかどうか訊いてくるが、これを保留にする。

図 1.2 [p.1] 「[4] Transfer Sample ボタン」をクリックすると、V3 バルブが閉まり V1 バルブが開く。V1 バルブが開く瞬間の測定室内の真空が、 $1.0E-4$  台まで悪くならないことを確認する。

図 1.9 [p.4] の、「[1] サンプル観察窓」を注意深く覗きながら「[2] サンプル導入グリップ」をゆっくりスライドさせ、サンプルホルダーに、図 1.4 [p.2] の「[2] サンプルホルダー導入用フォーク」が差し込まれることを確認する。ストッパーで止まるまで差し込む。「[2] サンプルホルダー導入用フォーク」が、サンプルホルダーにぶつかってしまう場合は、装置管理者（沖津; 27470, 090-2203-8789）に連絡を下さい。

サンプルホルダーに、サンプル導入用フォークが差し込まれた時点で、先ほど保留にした図 2.2 [p.8] 「Down [Z]」ボタンをクリックし、CCD イメージで、サンプルステージが下がることを確認する。

次に、図 1.9 [p.4] の、「[1] サンプル観察窓」を注意深く覗きながら「[2] サンプル導入グリップ」をゆっくりスライドさせて引き抜く。サンプルホルダーが、サンプルホルダー導入用フォークに載った状態で、引き抜ける。サンプルステージから抜ける瞬間、サンプルホルダーがわずかに持ち上がる可能性があるが、ゆっくり慎重に引き抜く。「[2] サンプル導入グリップ」は、ストッパーで止まるところまで、完全に引ききらなければならない。引ききると、ガチャッと音がして、V1 バルブが自動的に閉まる。

### B.7.3 トランスファーベッセルの底部開放

図 B.10(b) [p.17] のように補助ストッパーリングが外れているとき、サンプルホルダーは、トランスファーベッセルの真下よりもさらに引き抜くことができる。

トランスファーベッセル上部のノブを反時計回りに回すと、トランスファーベッセルの底部を開き準備室内に降下させることができる。

### B.7.4 サンプルホルダーのトランスファーベッセル底部への移送

トランスファーベッセル底部を一番下まで降下させるとサンプルホルダーを載せたサンプル導入用フォークをトランスファーベッセル底部に差し込むことができる。

トランスファーベッセル上部のノブを時計回りに回すと底部が持ち上がり、図 B.11 [p.17] のように、サンプル導入用フォークを抜くことができる。

このあと、トランスファーベッセル上部のノブをさらに時計回りに回転させてトランスファーベッセル底部を完全に閉じる。これにより、サンプルを高真空のベッセル内に収容することができる。

### B.7.5 チッ素パージの実行

Vacuum Watcher の画面で、「Backfill Intro ボタン」

をクリックすると、V3 バルブが閉じてから V2 バルブが開くことにより、チッ素パージが始まる。導入室の気圧が  $1.0E+5$  Pa（大気圧）に達する前に止まってしまったら、図 B.4 [p.15] の「[5] 二次圧調整用ハンドル」を手前から見て時計回り（Increase の方向）に回転させてわずかに開く（水道のカランとは逆なので注意してください）と、導入室の気圧が  $1.0E+5$  Pa になる。パージが終了したら、図 B.4 [p.15] の「[4] 一次圧調整用レンチ」を上から見て時計回りに閉めて、一次圧がゼロになり、続いて二次圧もゼロになることを確認する。他のノブに触れる必要はない。

### B.7.6 トランスファーベッセルの取り外し

チッ素パージを実行したあと、トランスファーベッセルは、簡単に上に持ち上げて取り外すことができる。

### B.7.7 準備室上部治具の交換

図 B.6 [p.15] の状態から 2.5mm 六角レンチで 2 箇所ネジをゆるめて、準備室上部治具を取り外し、図 B.5 [p.15] のように、通常のフタ用の治

具を取り付ける。

トランスファーベッセル用の準備室上部治具は、新品のアルミフォイルで覆って、机右下の引き出しに戻しておく。

また、図 B.10(a) [p.17] の「[1] 補助ストッパーリング」を元のように取り付けておく。

#### B.7.8 実験ノートへの記入

実験を終了した後の図 1.2 [p.1] 「[8] 測定室圧力」（表紙図 0 「[5] 真空ゲージ」の上の値 [Pa]）を記入する。また、何か異常やトラブルがあった場合は、そのことを記入する。

また、机の上の整理整頓を心掛ける。

#### B.7.9 サンプルの取り出し

トランスファーベッセルに収容したサンプルは、ユーザーの研究室に持ち帰りグローブボッ

クスの中で回収する。トランスファーベッセルの中は真空なので、上部のノブを開けるときは、ゆっくりと慎重に開ける。

回収したサンプルに対しては、引き続き別の測定を行うことができる。

#### B.7.10 トランスファーベッセルとサンプルホルダーの返却

図 B.1 [p.14] の「[1] トランスファーベッセル」は、新品のアルミフォイルで包んで、机の一番右下の引き出しに戻しておく。「[2] 1 インチサンプルホルダー」は、机左上の大きな引き出しに戻しておく。

返却した旨、装置管理者（沖津; okitsu[atmark]soyak.t.u-tokyo.ac.jp）まで連絡を下さい。

To be continued.

## 付録 C

# トランスファーベッセルを使わない試料準備のガイド

サンプルを空気中にさらすと、空気中の有機物が付着し、XPS のスペクトルには、必ずといっていいほど、炭素のピークが出てくる。アルゴンスパッタリングを短時間行うことにより、このピークが消えてしまうことが多いが、サンプルそのものの炭素のシグナルを測定したいときには、空気中の有機物による汚染を最小限に抑える努力が求められる。

ユーザーの研究室にグローブボックスがある場合は、付録 B[p.14] に記述したようにトランスファーベッセルを使うことができるが、無い場合は、このチャプターで記述する方法で、サンプルを準備、保管することが推奨される。

以下の記述については、東京大学工学系研究科、マテリアル工学専攻、吉田 (亮) 研究室の村瀬陽子さんにアドバイスをいただきました。

### C.1 真空蒸着などドライプロセスで作製したサンプルの場合

サンプルを大気中に取り出したら、すぐにアルミフォイルで包む。アルミフォイルは、必ず新品を使う。

### C.2 液中合成など、ウェットプロセスで作製したサンプルの場合

サンプルはアセトン (場合によってはエタノール) で洗浄したあと、純水 (イオン交換水が望ましい) でさらに洗浄し、水はエアードスターのスプレー、もしくはチッ素ガンで吹き飛ばす。エアードスターは、多くの場合可燃性ガスが含まれているため、火の近くで使用してはならない。水を吹き飛ばしたら、すぐにアルミフォイルで包む。アルミフォイルは、必ず新品を使う。

アセトンは強力な有機溶媒なのでサンプルによっては溶ける場合がある。その場合はエタノールを使う。エタノールにも溶ける場合は純水 (イオン交換水が望ましい) による洗浄だけをする。

### C.3 ドライプロセス、ウェットプロセスの共通事項

大気との接触をできるだけ減らすために、測定の直前までアルミフォイルで包んでおく。XPS 装置のサンプルホルダーに取り付ける際は、できるだけ迅速に行う。

## 付録 D

# 通信システムのリセット

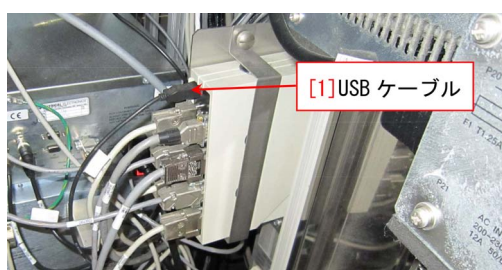


図 D.1 USB ケーブルを抜き差しします

このチャプターでは、稀に発生する通信エラーが生じたときの対処法を記述する。登録したサンプルステージの場所などは、多くの場合パソコンの再起動後も保存されている。

§1.1.3 [p.1] に記述したように、以下の手続きを実験開始前に行うことで、通信エラー発生リスクを格段に小さくできる。

### D.1 プログラムの終了

パソコン上で立ち上がっているすべてのプログラムを終了する。図 1.2 [p.1] の「[1] CCD イメージ」, 「Main Manu」, 「Vacuum Wathcer」は、右上の「× ボタン」をクリックして終了できる。「Vacuum Wathcer」は、真空系が定常状態になっているときは、終了して構わない。バルブの開閉中などの場合は、その動作の終了を待ってから、終了する。

プログラムがハングアップしている場合は、右側のディスプレイの右下にある時刻表示を右クリックして、タスクマネージャーを開いて終了する。

それでも終了できない場合は、装置管理者 (沖津; 27470, 090-2203-8789) に連絡を下さい。

### D.2 パソコンの電源オフ

パソコンの不具合により、スタートボタンからの電源オフはできない。Windows 上で立ち上がっているプログラムをすべて終了し、この冊子の表紙の図 0 「[1] 制御用パソコン」の電源ボタンを長押しして強制終了する。

### D.3 通信用カードラックのリセット

表紙、図 0 の「[6] カードラック電源ボタン」を一度切り、裏側の扉を開けて図 D.1 「[1] USB ケーブル」を抜き差ししたあと「[6] カードラック電源ボタン」を再びオンにする。

### D.4 パソコンの電源オン

表紙、図 0 の「[1] 装置制御パソコン」の電源を入れ、ウィンドウズが立ち上がったら、ログインユーザー名「Phiuser」を選択し、ログインパスワード「phiphi」でログインする。

しばらく待つと右側ディスプレイに右下に、「Norton Ghost」が立ち上がってくる。「いいえ」を 2, 3 度クリックして終了する。

### D.5 コントロールプログラムの立ち上げ

§1.1.4 [p.1] の記述に従ってコントロールプログラムを立ち上げ、実験を再開する。

## 付録 E

# 温度を制御した測定



図 E.1 加熱冷却用サンプルホルダー

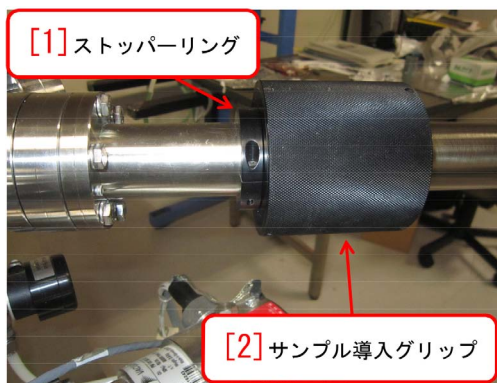


図 E.2 サンプル導入グリップはストッパーリングの間に隙間がなくなるまで押し込む

**X線実験室の液体チッ素を使いたい場合は、事前に装置管理者（沖津： 27470, 090-2203-8789, okitsu[atmark]soyak.t.u-tokyo.ac.jp）まで連絡を下さい。満タンの液体チッ素デュアーを使うためには原則として土日、祝日を除いて3日前**



図 E.3 HOT/COLD モジュール



図 E.4 設定温度を 500°C にしたところ

**までに連絡を下さい。**

### E.1 加熱および冷却システムの概要

PHI5000 VersaProbe にはサンプルを加熱または冷却する機能がある。温度の設定範囲は、 $-120^{\circ}\text{C}$ ~ $500^{\circ}\text{C}$  である。

図 E.1 に示す加熱冷却専用の 1 インチホルダーにサンプルをネジとワッシャーで固定する。常温で用いる導電性両面テープは耐熱性が保証されないため用いない。

表紙、図 0 「[8] 温度制御ユニット」を用いて手動で温度設定を行う。



図 E.5 換気扇が回っていることを必ず確認する



図 E.6 液体チッ素容器

## E.2 サンプルホルダーのセットと導入

§1.1.8 [p.2] の記述を参照してください。§1.1.9 [p.4], §1.1.10 [p.4], §1.1.11 [p.4] の記述にしたがって、サンプルホルダーを測定室へと導入する。加熱冷却用のサンプルホルダーは、通常の 1 インチサンプルホルダーよりもサンプルステージに差し込む際の感触が、やや固くなっている。図 E.2 のように、ストッパーリングとグリップの間に隙間ができないようしっかりと差し込む。

サンプルを測定室に入れたら、§1.2 [p.6] の記述にしたがって、Ar イオン銃の立ち上げも行う。

## E.3 温度設定の仕方

図 E.3 は、表紙、図 0 「[8] 温度制御ユニット」(HOT/COLD モジュール) を拡大したものである。

まず最初に、図 E.3 「[1] EUROTHERM スイッチ」を ON にする。「[3] サンプル加熱電源スイッチ」はまだ入れない。「[2] EUROTHERM」のディスプレイにいくつかのメッセージが表示されたあと、図中央の赤枠で囲ったように実測温度(上に大きく表示された値)と設定温度(下に小さく表示された値)が表示される。

次に、図 E.3 「[3] サンプル加熱電源スイッチ」を ON にする。図 E.4 は、「[3] 温度設定ボタン」を押して設定温度を 500°C にしたところである。「[4] OUTPUT スイッチ」を押すと 1°C/sec のスピードで温度が上がり始める。このとき、サンプルホルダーからガスが出ることによりメインチェンバーの真空度が悪くなる。真空度が  $10^{-5}$  Pa 台に達したら、 $10^{-4}$  Pa 台になる前に「[4] OUTPUT スイッチ」を押して電流の印加を止めなければならない。真空度が  $10^{-6}$  Pa 台まで回復したら再び「[4] OUTPUT スイッチ」を押して電流を流す。これを繰り返すとおよそ 3 分程度で 500°C に到達する。

## E.4 液体チッ素の準備

液体チッ素を使うときは、部屋の左奥にある換気扇が回っていることを必ず確認しなければならない。図 E.5 「[1] 換気扇」のコンセントが正しく差し込まれており、「[2] エアコンパネル」の下にある「[3] 換気扇スイッチ」が ON になっていることを必ず確認する。

高温での実験の場合でも、サンプルステージを室温に戻すために液体チッ素は必要になる。

図 E.4 「[3] 温度設定ボタン」で「[2] 設定温度」を任意に設定して実験を行うことができる。高温での実験の場合、液体チッ素を用いなくても一定の温度に保つことができる場合もあるが、原則として、液体チッ素による冷却と、ヒーターによる加熱のバランスをとりながら実験を行う。冷却を



図 E.7 液体チツ素容器タンク

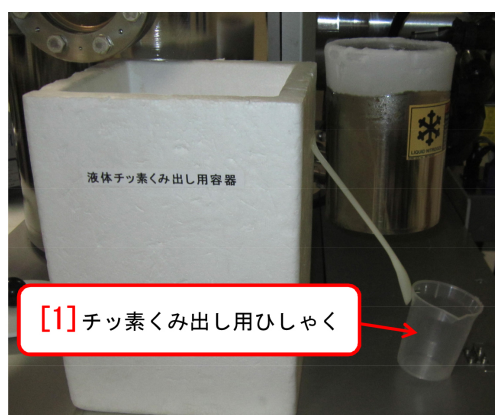


図 E.8 液体チツ素くみ出し用ひしゃく



図 E.9 液体チツ素くみ出し用おたま



図 E.10 ドライヤーで液体チツ素タンク内をブローします

行う場合には液体チツ素が当然必要である。

### E.5 液体チツ素を補給する手順

図 E.6 [p.25] は、「[1] 液体チツ素デュアー」と発泡スチロール製の「[2] くみ出し容器」である。

図 E.7 は装置の右側にある「[1] 液体チツ素タンク」に図 E.6 [p.25] 「[2] くみ出し容器」から液体チツ素を注ぎ込んだところである。「[2] タンクふた」をかぶせると液体チツ素を長持ちさせることができるが、それでも、満タンにした液体チツ素は 4 時間程度で蒸発してしまう。低温での実験を長時間行う場合には、4 時間以内に、液体チツ素を追加補給する必要がある。高温での実験の場合には、さらに頻繁に補給する必要がある。低温での実験の場合でも、図 E.4 [p.24] 「[2] 設定温度」を目的の温度に設定するとヒーターによる加熱と液体チツ素による冷却のバランスをとることにより設定温度に保持することができる。

### E.6 常温に戻す手順

実験終了時には、次のユーザーのためにサンプルステージを常温に戻す必要がある。また、加熱または冷却したままのサンプルを取り出すことは危険なので、必ず室温に戻さなければならない。

図 E.3 [p.24] のように「[2] EUROTHERMO」の設定温度を 25°C に設定し、「[4] OUTPUT スイッチ」が ON になっていることを確認する。

高温で実験を行った場合には、わずかな液体チツ素を液体チツ素タンクに補給する。低温で実験を行った場合には、図 E.8 「[1] チツ素くみ出し用ひしゃく」または図 E.9 のような「おたま」が置いてあるので、タンク内の液体チツ素をくみ出して発泡スチロールの容器に戻す。

最終的には、図 E.3 [p.24] 「[4] OUTPUT スイッチ」を OFF、「[3] サンプル加熱電源スイッチ」を OFF にしても、図 E.4 [p.24] 「[1] 実測



温度」の表示が室温値度になるようにする必要がある。これには、図 E.10 「[1] ドライヤー」でブローするのが有効である。

## E.7 サンプルホルダーを準備室に戻す手順

実験終了は加熱冷却を行わない実験と同様、第 2 章 [p.7] の手順に従って行う。

§2.2.2 [p.8] に記述した手順に従ってサンプルホルダーを準備室に戻す。サンプルホルダー導入フォークの上にサンプルホルダーが載った状態で導入フォークを引き抜くのだが、その際、通常のサンプルホルダーよりも、慎重に行わなければならない。加熱冷却ホルダーは、通常のサンプルホルダーより、やや引っかかる感じで引き抜ける。

## 付録 F

# Mg および Zr X線源の使い方

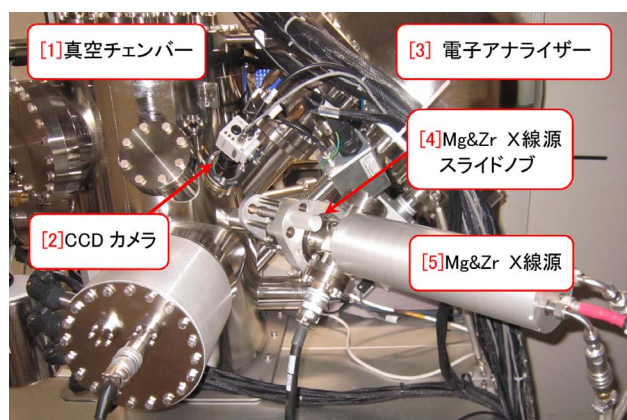


図 F.1 PHI5000VersaProbe を背面から撮影

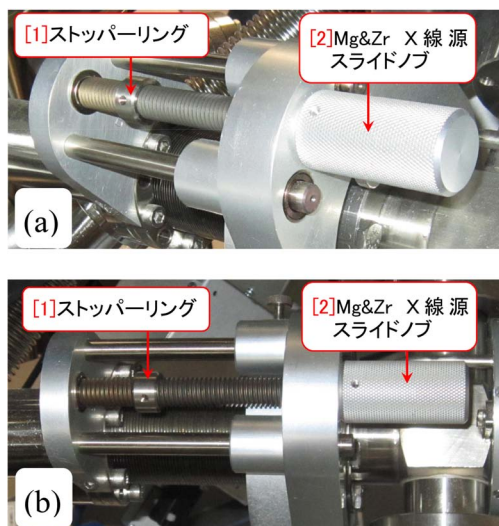


図 F.2 図 F.1 「[2] Mg&Zr X線源スライドノブ」を拡大したところ。Al の線源だけを使う場合の設定

PHI5000 VersaProbe には、モノクロメーター兼集光器で単色化した Al  $K\alpha$  線 (1486.6 eV) のほかに、モノクロメーター無しの Mg  $K\alpha$  線

(1253.4 eV) と Zr  $L\alpha$  線 (2042.4 eV) の X線源が備えられている。ただし、使えるサンプルホルダーは 1 インチホルダーのみで、スペクトロスコピーだけが可能である。

光電子分光によって測定される結合エネルギー  $E_B$  は、 $E_B = h\nu - E_V$  の式によって評価される。 $h\nu$  は、励起 X線の光子エネルギー、 $E_V$  は、測定された電子の運動エネルギーである。光電子の励起により生成された空孔に別の電子が落ちるとき、そのエネルギー準位の差を直接受け取って弾きだされるのがオージェ電子である。したがってオージェ電子の運動エネルギーは励起 X線の光子エネルギーに依存しないため、 $E_B = h\nu - E_V$  の式によって評価される「見かけ上の結合エネルギー」は、光子エネルギーが異なる X線源を使うことによって変化する。Al  $K\alpha$  線で、光電子とオージェ電子のピークが重なったときでも、Mg  $K\alpha$  線ないしは Zr  $L\alpha$  線を使うことによりこの重なりを回避できる。

### F.1 Mg&Zr X線源の準備

#### F.1.1 Mg&Zr X線源の場所とスライド機構

図 F.1 は、PHI5000 VersaProbe を背後から撮影したものである。「[4] Mg&Zr X線源スライドノブ」を接写した写真が、図 F.2 (a), (b) である。Al の X線源だけを使う場合は、必ずこの図のようになっていなければならない。

#### F.1.2 サンプルステージの位置調整

1 インチサンプルホルダーを §1.1.1 [p.1] ~ §1.1.11 [p.4] の手順にしたがって測定室 (メインチェンバー) に入れたら、PHI5000 VersaProbe



図 F.3 イメージウィンドウとステージコントローラー

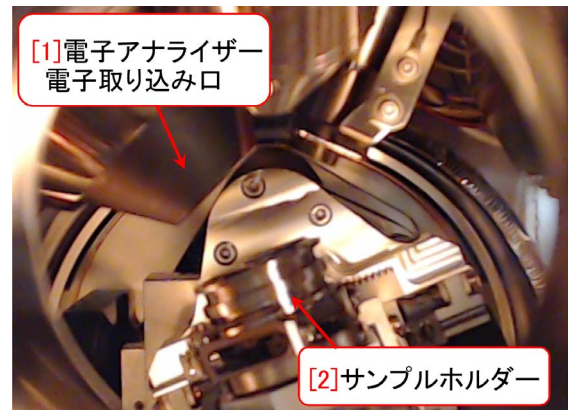


図 F.5 サンプルホルダーが傾いたところ (チルト角 60°)

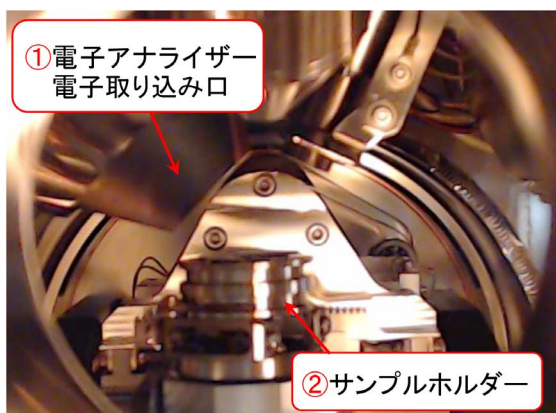


図 F.4 サンプルホルダーが水平になっている (チルト角 45°)

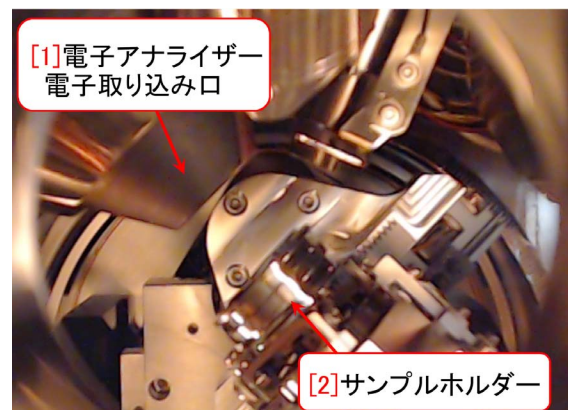


図 F.6 Mg&Zr X線源を用いるときの傾斜角 (チルト角 90°)

の「[1] イメージウィンドウ」(図 F.3 参照)の「[4] Holder Inf. Change」ボタンをクリックして1インチホルダーが正しくセットされていることを確認する。図 F.3 「[2] X線照射位置」を示す青い十字線の初期位置はサークルの中央だが、これを図のようにサークルの上の領域に来るようにサンプルステージを移動させる。サンプルステージの移動は、青い十字線のクリック&ドラッグ、または図 F.3 「[5] ステージコントローラー」の矢印ボタンをクリックすることによって行う。「Tilt」の矢印ボタンは原則としてクリックしてはならない。

Mg&Zr X線源によるスペクトル測定は、図 F.3 「[5] ステージコントローラー」の並進ボタンと Rotation ボタンの動きを組み合わせると、図 F.3 「[2] X線照射位置」を示す青い十字線が、原

則としてサークルの上半分の領域にある状態で行わなければならない。

### F.1.3 ステージのチルト角を 90° に設定

図 F.4 は、上記の操作を行ったあと、メインチェンバー側面の窓からサンプルホルダーを撮影したものである。図 F.3 「[3] T(deg)」ボックスに 90.0° の値を入力して [Enter] キーを押すと、図 F.5 のようにサンプルホルダーが傾き、図 F.6 の状態でストップする。Mg&Zr X線源によるスペクトル測定は、原則としてこの状態、チルト角 90.0° にして行う。

### F.1.4 Mg&Zr X線源のスライドイン

図 F.2 「[2] Mg&Zr X線源スライドノブ」を反時計回りに回転させて図 F.7 [p.30] の「[1] ストッパーリング」で止まるところまでX線源をス

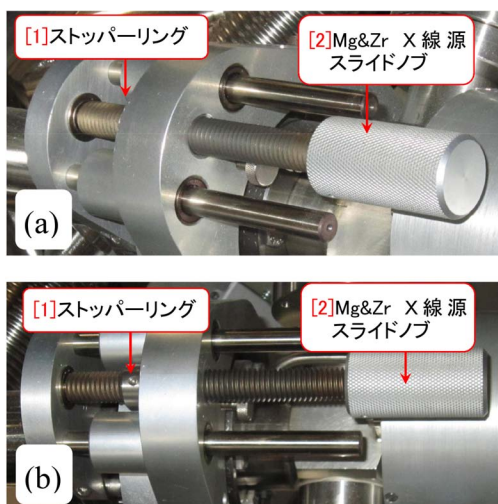


図 F.7 Mg&Zr X線源をスライドインさせたところ

ライドさせる。この状態でサンプルホルダー付近を撮影したのが図 F.7 である。図 F.6 [p.29] では見えない、「[3] Mg&Zr X線源」がスライドインしている。

この状態でスペクトル測定を行うことができる。

## F.2 Mg&Zr X線源による測定後の終了手順

### F.2.1 Mg&Zr X線源のスライドアウト

図 F.7 「[2] Mg&Zr X線源スライドノブ」を時計回りに回転させて図 F.2 [p.28] の状態になるまで、X線源をスライドアウトさせる。装置側面の窓から覗いて、



図 F.8 Mg&Zr X線源をスライドインさせたところ

図 F.8 「[3] Mg&Zr X線源」がスライドアウトして図 F.6 [p.29] の様になっていることを必ず確認する。

### F.2.2 ステージのチルト角を 45° に再設定

図 F.3 [p.29] 「[3] T(deg)」ボックスに 45.0° の値をセットして [Enter] キーを押す。図 F.4 [p.29] のようにサンプルホルダーが水平になっていることを確認する。

この状態で引き続き Al の X線源による測定を行うことができる。終了するには、以下の節を参照。

### F.2.3 イオン銃の停止

§2.1.1 [p.7] ~ §2.1.4 [p.8] の手順にしたがって Ar イオン銃を停止する。

### F.2.4 サンプルの回収

§2.2.1 [p.8] ~ §2.2.5 [p.9] の手順にしたがってサンプルを回収し、実験を終了する。

## 付録 G

# サンプルステージの初期化 (イニシャライズ)

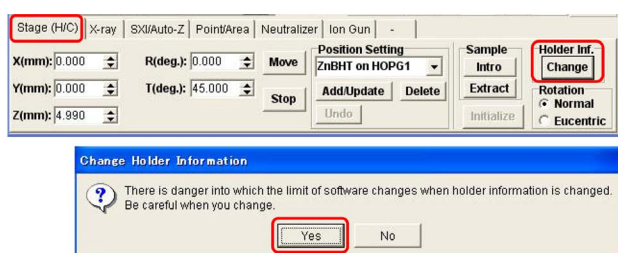


図 G.1 イメージウィンドウで Stage(H/C) タブを開いたところ

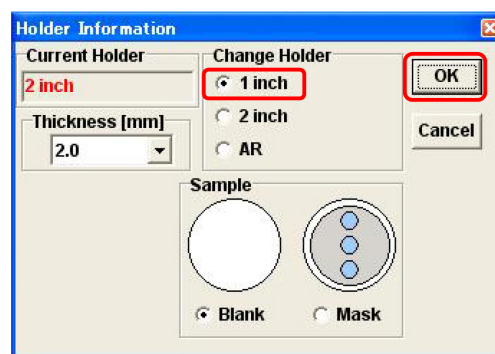


図 G.2 Holder Information Window

測定室 (メインチェンバー) 内のサンプルステージに異常が生じたとき、これを初期化することにより問題が解決する場合があります。

サンプルホルダーをサンプルステージにセットしようとして、これができなかった場合、サンプルホルダーが準備室内で傾いていないか、180°反転した状態でセットされていないか、をまず確認しなければならない。

さらに付録 D [p.23] に記述した手順にしたがって通信システムのリセットを実行しても問題が解決しないときには、この章の記述に従って、サンプルステージの初期化を実行してみる。

### G.1 1 インチサンプルホルダーへの設定の切り替え

1 インチサンプルホルダーを使用の際は、この節に記述する手続きは必要ない。読み飛ばして構わない。

2 インチないしは、AR-XPS 用ホルダーを使用の際は、サンプルホルダーの種類の設定を、一

時的に 1 インチホルダーに変える必要がある。初期化が終わったら、もとの設定に戻さなければならない。また、サンプルの高さは、5mm 以内でなければならない。これを超える高さのサンプルを載せている場合は、装置管理者 (沖津; 090-2203-8789) まで連絡をください。

図 G.1 は、イメージウィンドウの左下の「Stage(H/C) タブ」を開いたところである。マクロモードではなく、「Acquire ボタン」で立ち上げた通常測定のイメージウィンドウである必要がある。まず図 G.1 右の「Holder Inf. Change ボタン」をクリックすると図 G.1 下のウィンドウが現れる。「OK ボタン」をクリックすると図 G.2 が表示される。ここで「1 inch」のラジオボタンにチェックが入っていることを確認して、右上の「OK ボタン」をクリックする。

図 G.1 右の「Initialize ボタン」は、グレー表示になっていてクリックできないが、上記の操作

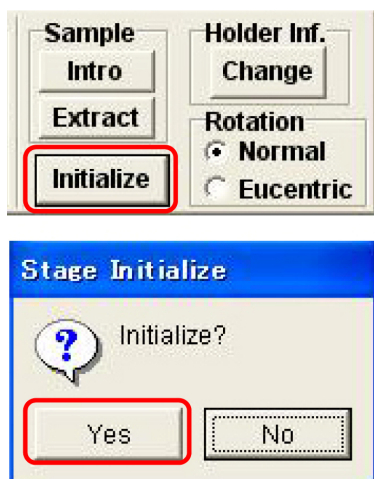


図 G.3 サンプルステージ初期化の実行

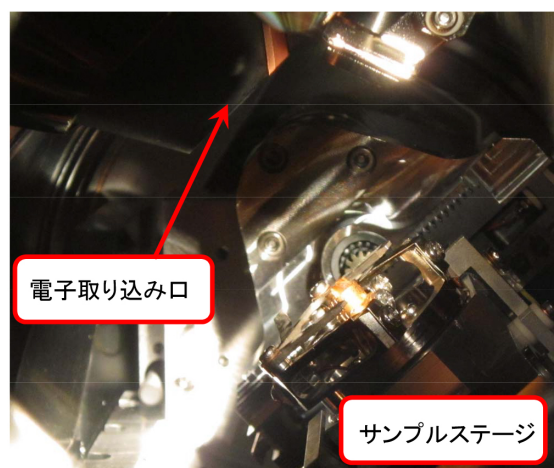


図 G.5 チルト角初期化中のサンプルステージ

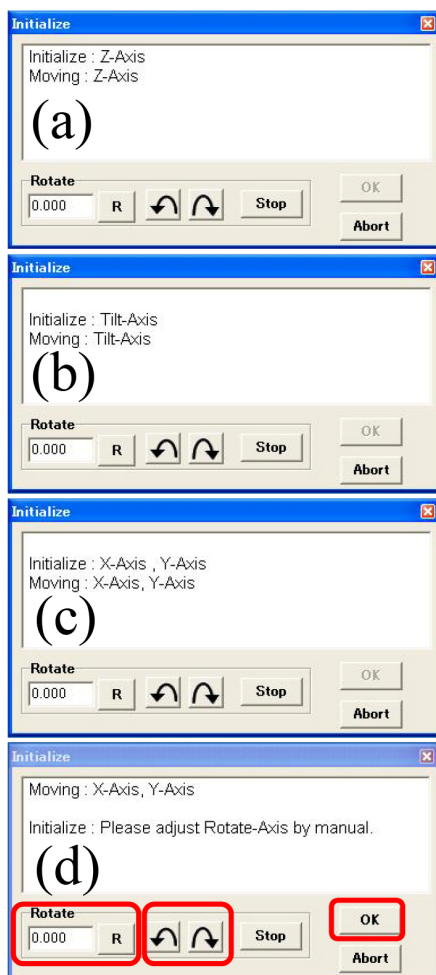


図 G.4 サンプルステージ初期化中のメッセージ

により、図 G.3 上のように、黒い表示にかわり、クリックできるようになる。図 G.3 下のようなメッセージウィンドウが表示されるので、「OK

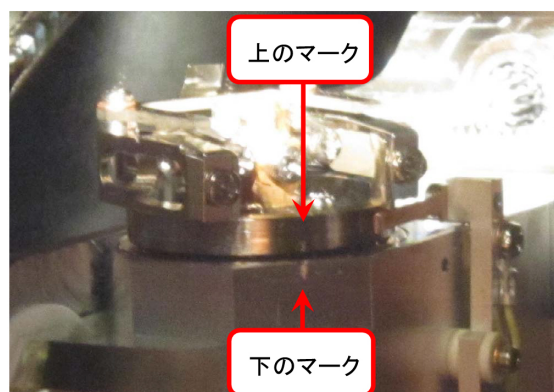


図 G.6 サンプルステージの回転角調整

ボタン」をクリックするとサンプルステージの初期化が始まる。

#### G.1.1 サンプルステージ初期化中に表示される画面

図 G.4 は、ステージ初期化中に表示されるメッセージである。(a) 高さ (Z 軸)、(b) チルト角、(c) 横 (X 軸) および縦 (Y 軸) の順に初期化が進行し、最後に次節に記述するように、(d) 回転角を手動で初期化する必要がある。図 G.5 は、チルト角初期化中のステージを、チェンバー側面の窓から覗いたところである。

#### G.1.2 回転角の手動での初期化

図 G.4(d) が表示されたら、鉛直軸周りの回転角を手動で初期化する必要がある。

図 G.6 は、側面斜め方向の窓からチェンバー内のサンプルステージを覗いたところである。「上

のマーク」と「下のマーク」の位置がびたりと合っている必要がある。

調整は、図 G.4(d) の「Rotate」の下のテキストボックスに回転角 (deg) をタイプしたあと、その右の「R ボタン」をクリックするか、丸矢印ボタンをクリックして行う。上から見て時計回りが正の値で、左の丸矢印キーで反時計回り、右の丸矢印キーで時計回りに回転させることができる。

図 G.6 のように、上下のマークを合わせたら、図 G.4(d) 右下の「OK ボタン」をクリックすることにより、サンプルステージの初期化が完了する。

初期化が完了したら、図 G.1 [p.31] 右の「Holder Inf. Change ボタン」をクリックして、サンプルステージの設定を元に戻す。

## 索引

**A**

Acquire ボタン	1, 3
Acquisition Setting Window	3
Al $K\alpha$ 線	28
Ar	
Ion Gun スタンバイ	6
Ion Gun タブ	5
イオンガンスタンバイ	6
イオン銃の立ち上げ	6
イオン銃の停止	7
イオンスパッタ	7, 22
イオンによる帯電中和	7
ガスの流量	7
ガスの流量調整	6
ガス雰囲気	14
ガスポンペ	5
ガス流量制御ユニット	6
ポンペバルブ	6
リークバルブ	6
リークバルブの閉鎖	7, 8
Auto-Z	13

**B**

Backfill Intro ボタン	1, 19
--------------------	-------

**C**

CCD イメージ	1, 8, 19
----------	----------

**D**

Diff vlv Open ボタン	1, 6
Down [Z]	8, 19

**E**

Ext. Pressure チェックボックス	6, 7
------------------------	------

**H**

Holder Inf. Change ボタン	29
HOT/COLD モジュール	24

**I**

Image Viewer	4
Image Window	3, 5
Initalize ボタン	11

**M**

Main Menu	1, 3
Message ウィンドウ	1
Mg $K\alpha$ 線	28
Mg および Zr X線源の使い方	28
Mg X線源の使い方	28

**N**

N <sub>2</sub>	
ページ	2, 8, 15, 16, 19
ボンベレギュレーター	2, 8, 14, 16
Neutralize プルダウンメニュー	6

**P**

Phi Summitt アイコン	2
Pump Intro ボタン	1, 8

**R**

Rotation ボタン	11, 29
RVG050C ユニット	i, 4, 6

**S**

Set ボタン	10
Sputter プルダウンメニュー	7
Stage Controller	3
Stage(H/C) タブ	4
Standby ボタン	7

**T**

Transfer Sample ボタン	1
---------------------	---

**U**

Up[Z] ボタン	3, 12
-----------	-------

**V**

V4 バルブ	6
Vacuum Watcher	1, 2, 15

**X**

XY 並進ボタン	11
----------	----

**Z**

Zr $L\alpha$ 線	28
Zr X線源の使い方	28

**あ**

RVG050C ユニット	i, 4, 6
青い十字線	11, 29
Up[Z] ボタン	3, 12
アルゴン	
Ion Gun スタンバイ	6
イオンガンスタンバイ	6
イオン銃の立ち上げ	6
イオン銃の停止	7
イオンスパッタ	7, 22
イオンによる帯電中和	7
ガスの流量	7
ガスの流量調整	6
ガス雰囲気	14
ガスポンペ	5
ガス流量制御ユニット	6
ポンペバルブ	6
リークバルブ	6
リークバルブの閉鎖	7, 8
アルバックファイ社の連絡先	14
Image Viewer	4
液体チッ素	25
液体チッ素くみ出し用おたま	26
液体チッ素くみ出し用ひしゃく	25
液体チッ素タンク	25



液体チッ素容器	25	準備室の真空引き	8
X線源スライドノブ	28	照明装置	2
オージェ電子	28	真空ゲージ	i, 1
おたま	26	Standby ボタン	7
オプションフランジ	16	Stage(H/C) タブ	4
温度設定の範囲 (-120 ~ 500°C)	10	スパッタプルダウンメニュー	7
温度の設定範囲	24	設定温度	24
温度を制御した測定	24	装置管理者	
		の電話番号	6, 8, 14, 19, 23, 31
		のメールアドレス	18, 20
		装置制御パソコン	i
		測定室の圧力	1
<b>か</b>		<b>た</b>	
カードラック電源ボタン	i, 23	チッ素	
懐中電灯	17	ガス一次圧圧力ゲージ	1
加熱の上限	10	ガス一次圧調整用レンチ	1
換気扇	24	ガス供給弁	1
緊急停止ボタン	i	ガス二次圧調整用ハンドル	1
グローブボックス	14	ガス二次圧圧力ゲージ	1
コントロールプログラムの立ち上げ	2	ページ	2, 8, 15, 16, 19
		ボンベレギュレーター	1, 2, 8, 14, 16
<b>さ</b>		通信エラー	11
差動排気		通信システムのリセット	23
の開始	6	電子 Neutralizer の停止	7
の停止	8	電子アナライザー	11
サンプル		導電性カーボン両面テープ	10
ステージ	11	ドライヤー	26
導入グリップ	i	トランスファーベッセル	9, 18
導入用フォーク	3	内にサンプルを回収	8
導入用フォーク目印ネジ	3	の貸し出し	14
の準備	4	の使い方	14
の初期化	11, 31, 32	の値段	14
背の高いサンプル	3	の返却	20
高さ 14mm までのサンプル	10	を使わない試料準備	22
導入グリップ	8, 19	を使わない手順	2
導入室	2	を用いていない場合の手順	9
導入室の排気	4	<b>は</b>	
導入室フタ	2, 3	Vacuum Watcher	2, 15
の厚さ	5	パスワード	2
の導入	1	ひしゃく	25
の取り出し	8	Phi Summitt アイコン	2
ホルダー		プラスチックのピンセット	3
導入用フォーク	2	並進ボタン	29
導入用フォーク目印ネジ	2	補助ストッパーリング	16, 17
を専用治具でつかむ場所	2	<b>ま</b>	
1 インチホルダー	2, 3, 5, 10	見かけ上の結合エネルギー	28
2 インチホルダー	2, 3, 5, 10, 11	<b>や</b>	
AR-XPS 用ホルダー	2, 3, 5, 10-12	ユーザー名	2
加熱冷却用ホルダー	2, 3, 10	<b>ら</b>	
導入用フォーク	11	リークバルブの閉鎖	7, 8
導入用フォーク目印ネジ	12	励起X線	28
の上の溝	2, 10	冷却水循環装置	8
の大きな切り欠き	2, 3	冷却の下限	10
の下の溝	2, 3, 10	ログインパスワード	2, 23
の種類	10	ログインユーザー名	2, 23
の準備室への移動	8, 18		
のセット	2		
の測定室への移動	4		
の使い分け	10		
の丸い‘へこみ’	2, 3, 12		
サンプル導入グリップ	24		
実験ノートへの記入	1, 9, 18		
準備室上部治具	16, 18		
準備室の圧力	1		