

UlvacPhi PHI5000 VersaProbe III with AES

Part 0 手動操作手順マニュアル

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

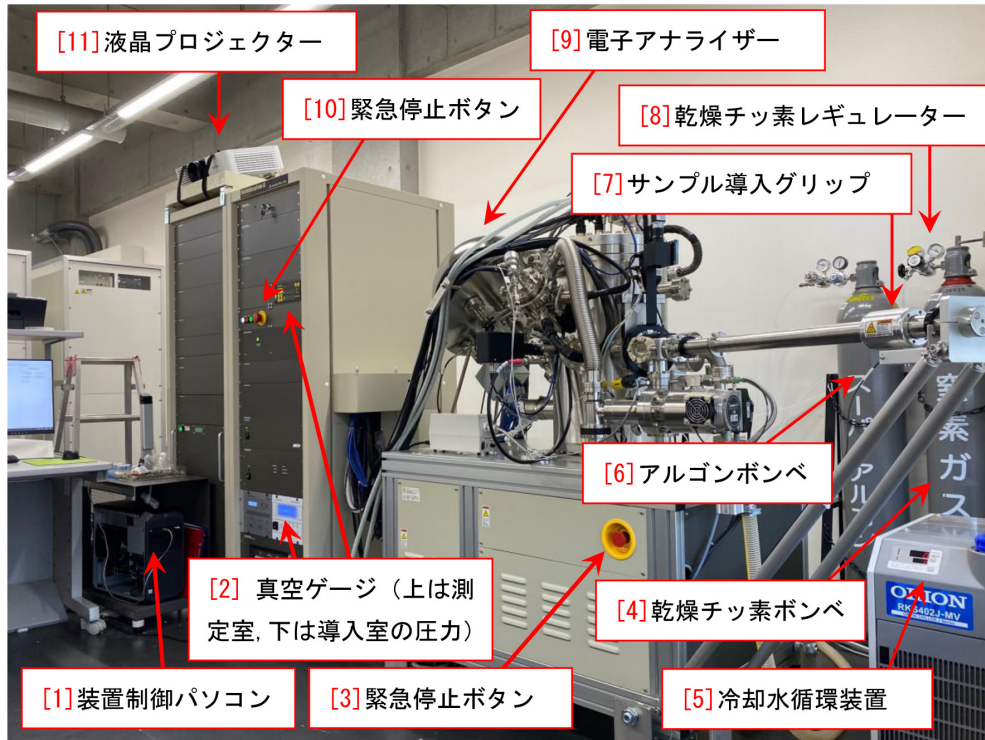


図0 装置全体図

PHI 5000 VersaProbe III with AES では、測定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] サンプルホルダーのイントロチェンバーへのセット、§1.2 [p.4] プラテン (実験 1 回分のサンプルホルダー) の作成と写真撮影、実験終了後の §2.1 [p.9] サンプルホルダーの取り出し、の 3 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。

付録 A [p.12] では、サンプルステージの初期化について記述する。

VersaProbeIII の通常の利用料金は、1 時間あたり ¥4,400 だが、ARIM のデータベースに、生データとサンプルに関するエクセルのファイルをアップロードすることにより割引が適用され、1 時間あたり ¥2,900 となる。データベースへのファイルのアップロードの仕方については、付録 B [p.13] に記述する。

アップロード先の URL は、以下の通りである。

https://lcnet.t.u-tokyo.ac.jp/data_system/

付録 C [p.15] では、トランスファーベッセルの使い方を記述する。付録 D [p.23] では、トランスファーベッセルを使わずに、サンプル表面の空気中の有機物による汚染を最小限にする方法を記述する。

目次

第 1 章	測定を始める前の操作手順	1
1.1	サンプルホルダーのイントロチェンバーへの導入	1
1.1.1	実験ノートへの記入	1
1.1.2	コントロールプログラム「SmartSoft-VP」の立ち上げ	1
1.1.3	チッ素ページの実行	1
1.1.4	サンプルホルダーの選択	3
1.1.5	サンプルホルダーのイントロチェンバー(準備室)へのセット	4
1.2	新しい Platen(プラテン)の作成と写真撮影	4
1.2.1	「platen(プラテン)」のファイル名とフォルダーの設定	5
1.2.2	サンプルホルダーの写真撮影	5
1.2.3	イントロチェンバーの真空引き	5
1.3	サンプルホルダーのメインチェンバーへの導入	5
1.3.1	手動操作によるサンプルホルダーの導入	6
1.3.2	写真をクリック&ドラッグすることによるサンプルホルダーの導入	8
第 2 章	測定終了後の操作手順	9
2.1	サンプルホルダーの取り出し	9
2.1.1	イントロチェンバーの真空引き	9
2.1.2	サンプルホルダーのイントロチェンバーへの移送	10
2.1.3	イントロチェンバーのチッ素ページ	10
2.1.4	イントロチェンバーの真空引き	11
付録 A	サンプルステージの初期化	12
付録 B	測定データのデータベースへの登録	13
付録 C	トランスファーベッセルの使い方	15
C.1	トランスファーベッセルの貸し出しについて	15
C.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	16
C.3	イントロチェンバーのチッ素ページ	17
C.3.1	Vacuum Watcher の確認	17
C.3.2	チッ素ボンベレギュレーターの操作	17
C.3.3	チッ素ページの実行	17

C.4	トランスファーベッセルの取り付け	17
C.4.1	準備室上部治具の交換	17
C.4.2	トランスファーベッセルの取り付け	18
C.5	サンプルホルダーのイントロチェンバーへの移送	18
C.5.1	イントロチェンバーの真空引き	18
C.5.2	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	18
C.5.3	サンプルホルダーのメインチェンバーへの退避	19
C.5.4	イントロチェンバーのチッ素ページ	19
C.5.5	トランスファーベッセルを取り外し透明なフタに交換	19
C.5.6	イントロチェンバーの真空引き(再)	19
C.6	新しい Platen(プラテン) の作成と写真撮影	20
C.6.1	「platen(プラテン)」のファイル名とフォルダーの設定	20
C.6.2	サンプルホルダーの写真撮影	20
C.6.3	サンプルホルダーのメインチェンバーへの移送	20
C.7	実験終了後の手続き(サンプルを廃棄する場合)	20
C.8	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)	20
C.8.1	イントロチェンバーのチッ素ページ	20
C.8.2	トランスファーベッセルの取り付け	20
C.8.3	イントロチェンバーの真空引き	20
C.8.4	サンプルホルダーのイントロチェンバーへの移送	21
C.8.5	サンプルホルダーのトランスファーベッセルへの回収	21
C.8.6	イントロチェンバーのチッ素ページ	21
付録 D	トランスファーベッセルを使わない試料準備のガイド	23
D.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	23
D.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	23
D.3	ドライプロセス、ウェットプロセスの共通事項	23
索引		24

目次

0	装置全体図	i
1.1	VersaProbe III 制御ソフトウェア SmartSoft-VP のログイン画面	1
1.2	VersaProbe III SmartSoft-VP の起動画面。(a) で「OK」をクリックしてしばらく待つと (b) が表示される。そのまましばらく待つと、(c) が表示されるので、「OK」をクリックする	1
1.3	VersaProbe III 制御ソフトウェア SmartSoft-VP の初期画面	2
1.4	ページ用チッ素ボンベのレギュレーター	2
1.5	ページ用チッ素圧力ゲージ (拡大)	2
1.6	VersaProbe III 制御ソフトウェア SmartSoft-VP の画面	2
1.7	VersaProbe III チッ素ページが終了したところ	2
1.8	VersaProbe III 各種サンプルホルダー	3
1.9	(a) 25mm サンプルホルダーをサンプル導入フォークにセットしたところ。(b) 60mm サンプルホルダーを専用ジグでつかみ、イントロチェンバー (準備室) にセット。(d) 手前の窓からのぞいて、(e) サンプルホルダーが水平であることを確認	3
1.10	(a) SmartSoft-VP 左上の「[1] System」のタブを開いたあと、さらに (b) 右上の「Sample Transfer[2]」のタブを開き、「[3] Create Sample」をクリックする。(c) のウィンドウが開くので、「[4] New Platen Name」を入力して「OK」をクリックする。	4
1.11	サンプル導入グリップが、(a) フリーな状態、(b) 小さいストッパーで止まっている状態、(c) 大きいストッパーで止まっている状態	4
1.12	左上の「System」右の「Intro Photo」のタブを開く。「[1] Connect」をクリックして 10 秒程度待ったあと「[2] Photo」をクリックしてサンプルホルダー上面の写真を撮影する	4
1.13	左上の「System」以外のタブを開いた状態でサンプルホルダーの写真を観察できる	4
1.14	イントロチェンバーに、フタがしっかりセットされていることを確認して、プルダウンメニューから「Pump Intro[1]」を選択する。「[2] Procces Task」をクリックして、イントロチェンバーの排気を開始する	5
1.15	イントロチェンバー排気開始直後の表示は、(a) ロータリーポンプのみでの排気から (b) ロータリーポンプとターボ分子ポンプでの排気に、およそ 40 秒程度で切り替わる	5
1.16	(a) 「[3] Intro」をクリックして、(b), (c) が表示されたら、(c) の「[4] OK」をクリックする	6
1.17	イントロチェンバーを 1 時間排気したあと「OK」をクリック	6
1.18	サンプルステージがサンプルホルダー受け渡し位置まで動いていることを示す画面。	6

1.19	ここで、サンプルを載せた導入フォークをメインチェンバーに差し込む。図 1.20 [p.6] のように完全に差し込んでから「OK」をクリック	6
1.20	サンプル導入フォークを差し込んでから、図 1.19 [p.6] の「OK」をクリック	6
1.21	サンプルステージが上昇してサンプルホルダーが受け渡されるのを待つ	6
1.22	ここで、サンプル導入フォークをゆっくり引き抜く。サンプルホルダーが、サンプルステージに引き渡され、フォークだけが抜けてくる	7
1.23	ここで、サンプル導入フォークをゆっくり引き抜く。サンプルホルダーが、サンプルステージに引き渡され、フォークだけが抜けてくる	7
1.24	イントロチェンバーの真空引きを開始してから 1 時間程度待つてから、(b) のメッセージに対して「OK」をクリックする。	7
1.25	(a) のように V1 バルブが開いて緑色になったら、イントロチェンバーに表示されているサンプルホルダーの写真を、メインチェンバーをクリック&ドラッグする。図 1.20 [p.6] のように、グリップを完全に差し込んでから、(b) 「OK」をクリックする。 . . .	7
1.26	ここで、サンプル導入フォークをゆっくり引き抜く。サンプルホルダーが、サンプルステージに引き渡され、フォークだけが抜けてくる	7
2.1	左上の「[1]System」右上の「[1]Sample Transfer」のタブを開き、(a) サンプルホルダーの写真をクリック&ドラッグすると (b) が表示される。(c) が表示されたら「[4]OK」をクリック、(d) が表示されたら、図 2.2 [p.9] のようにグリップを差し込む	9
2.2	V1 バルブが開いたら、サンプル導入グリップがストッパーで止まるところまで、差し込む	9
2.3	(a), (b) が表示されたら、(b) 「OK」をクリックする	9
2.4	この表示が出たら、サンプルホルダーが差し込まれていることを確認して、サンプル導入グリップをゆっくりと引き抜く	10
2.5	サンプルホルダーをイントロチェンバーに戻したところ	10
2.6	ページ用乾燥チッ素のレギュレーター	10
2.7	ページ用チッ素圧力ゲージ (拡大)	10
2.8	「System」, 「Vacuum」のタブを開いて「Backfill Intoro」を選択したあと、「Process Task」をクリックする	11
2.9	イントロチェンバーチッ素ページ後の表示	11
2.10	イントロチェンバーチッ素ページ後の表示	11
A.1	左上の「[1]」タブ、右の「Stage[2]」タブを開いて、右下の「Iinitialize[3]」をクリックするとサンプルステージが初期化される。下の確認画面の「[4]Yes」をクリックする前に、サンプル導入フォークがサンプルホルダーに差し込まれていないことを確認する。	12
A.2	サンプルステージの初期化中に表示される画面	12
A.3	サンプルステージの初期化終了時に表示される画面	12
B.1	ARIM 東大ハブ拠点の URL。「[1] サービス URL https://lcnet.t.u-tokyo.ac.jp/data_system/ 」をクリックする	13
B.2	データベースへのログイン画面。装置利用申請時に発行された ID と、登録したパスワードを入力して、図 B.3 [p.13] を表示させる	13

B.3	左上から2番目の「[1] アイコン」をクリックすると、図 B.4 [p.13] が表示される . . .	13
B.4	「Large [1]」をくりっくすると、図 B.5 [p.13] が表示される	13
B.5	「23UTXXXX [1]」をくりっくすると、図 B.6 [p.14] が表示される	13
B.6	「新規作成 [1]」「新しいフォルダー [2]」の順にクリックし、「VersaProbeIII [3]」と タイプする	14
B.7	「[1] VersaProbeIII」のアイコンをダブルクリックする	14
B.8	「新規作成 [1]」「新しいフォルダー [2]」の順にクリックし、「日付 [3]」をタイプする	14
B.9	日付のフォルダーにファイルをドラッグ&ドロップする	14
C.1	トランスファーベッセル, 25mm サンプルホルダー, 両面テープ	15
C.2	25mm 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	16
C.3	トランスファーベッセル底部を閉じたところ	16
C.4	N ₂ ボンベレギュレーター付近	16
C.5	フタをとり外してサンプルホルダーがないことを確認	16
C.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	16
C.7	トランスファーベッセルを取り付けたところ。大気圧で押さえることになるのでネジ 止めは必要ない。180° 回転しても問題ない	17
C.8	Vacuum Watcher チッ素パージしたところ	17
C.9	サンプル導入グリップを (a) の状態から更に引き抜き (b) のようにする	18
C.10	トランスファーベッセル底部から 25mm サンプルホルダーを降ろしたところ	18

第 1 章

測定を始める前の操作手順

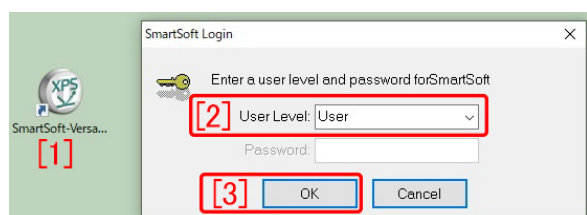


図 1.1 VersaProbe III 制御ソフトウェア SmartSoft-VP のログイン画面

1.1 サンプルホルダーのイントロチェンバーへの導入

1.1.1 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 「[2] 真空ゲージ」の上の段に表示されている値 [Pa]）を記入する。

1.1.2 コントロールプログラム「SmartSoft-VP」の立ち上げ

まず、何かソフトウェアが立ち上がっていたら、それらを閉じる。図 1.1 [p.1] 左の「[1] SmartSoft-VP アイコン」がデスクトップ上にあるので、これをダブルクリックする。

画面に装置の写真が表示され、その上に、図 1.2 (a), (b), (c) [p.1] が表示される。(a) で、「OK」をクリックすると、やがて (b) が表示されるが、このまま何もせず待機すると (c) が表示される。「OK」をクリックすると、図 1.3 [p.2] のように装置コントロールソフトウェア「SmartSoft-VP」が立ち上がる。

図 1.3 [p.2] 左上の「[2] System タブ」、さらに、右下の「[3] Vacuum タブ」をクリックして開

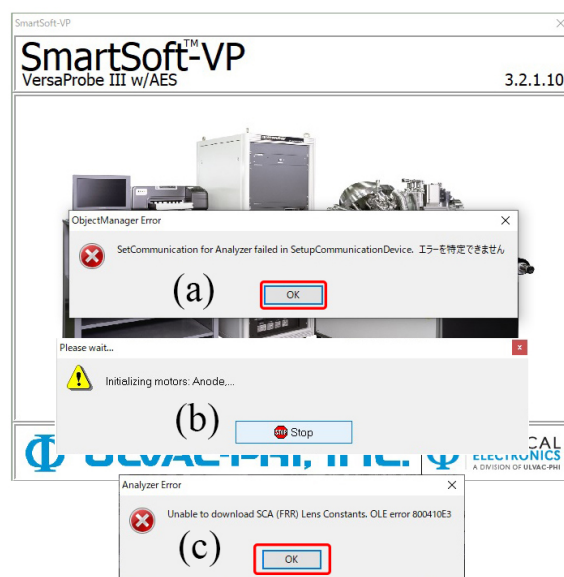


図 1.2 VersaProbe III SmartSoft-VP の起動画面。(a) で「OK」をクリックしてしばらく待つと (b) が表示される。そのまましばらく待つと、(c) が表示されるので、「OK」をクリックする

く。左下に、真空ゲージの値が表示されているが、これの右上「... [4]」をクリックすると、右側の「[5] Pressure Readings」のようにチェンバー内の圧力が拡大表示される。

1.1.3 チッ素パージの実行

図 1.4 [p.2] は、乾燥チッ素ボンベのレギュレーター付近を示している。「[1] 一次圧ゲージ」「[2] 二次圧ゲージ」が、いずれもゼロになっていることを確認する。まず「[5] チッ素ガス供給弁」が開いていることを確認してから、「[4] 二次圧調整ハンドル」を反時計回り (LO の向き) に回して、簡単に回るようにする。「[3] 一次圧調整レンチ」

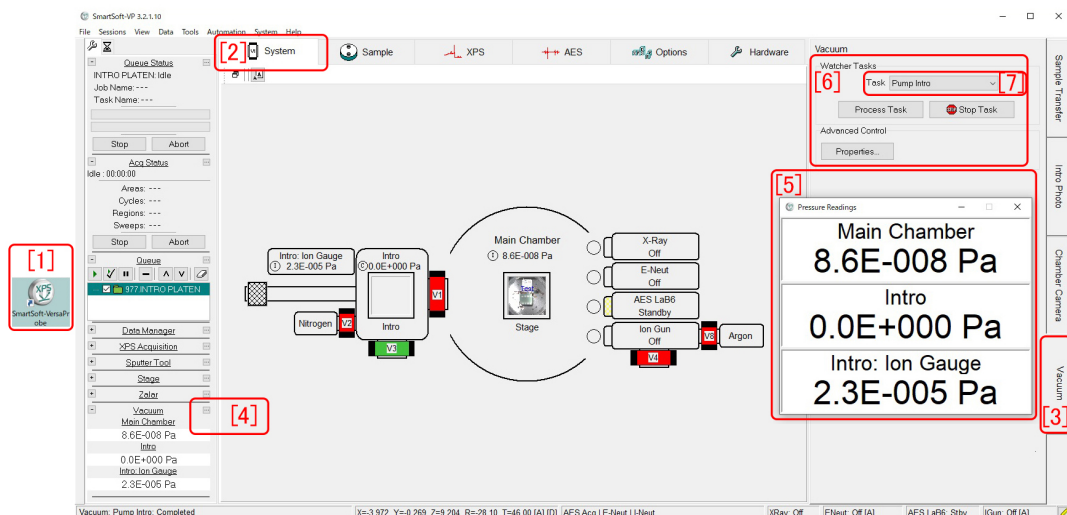


図 1.3 VersaProbe III 制御ソフトウェア SmartSoft-VP の初期画面

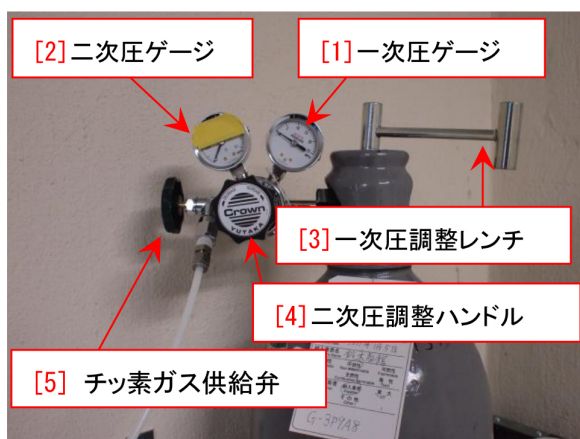


図 1.4 パージ用チッ素ポンベのレギュレーター

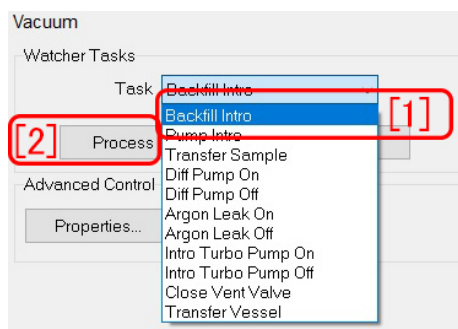


図 1.6 VersaProbe III 制御ソフトウェア SmartSoft-VP の画面

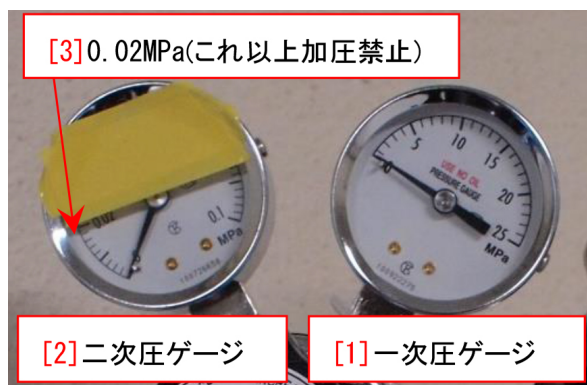


図 1.5 パージ用チッ素圧力ゲージ (拡大)

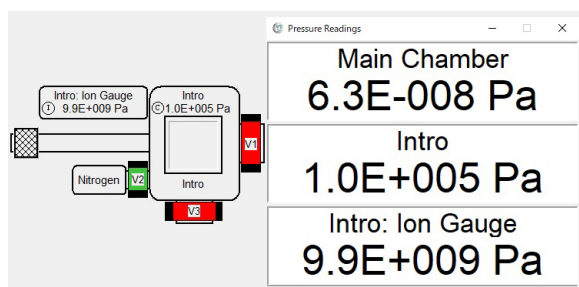


図 1.7 VersaProbe III チッ素パージが終了したところ

を反時計周りに、手のひらで叩くようにして回すと、図 1.5 [p.2] 「[1] 一次圧ゲージ」の値がチッ

素の残量に応じて急上昇する。次に、図 1.4 [p.2] 「[4] 二次圧調整ハンドル」をゆっくりと時計回り (HI の向き) に回して、0.015MPa 程度 [図 1.5 [p.2] [3] 0.02 MPa(これ以上の加圧禁止) 以下] まで、加圧する。

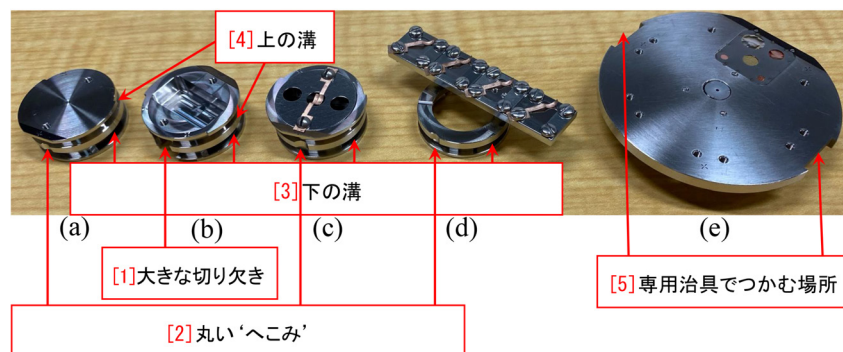


図 1.8 VersaProbe III 各種サンプルホルダー

図 1.6 [p.2] は、図 1.3 [p.2] 右上、[6] の部分を拡大したものである。プルダウンメニューで「Backfill Intro [1]」を選択した後、「[2] Process Task」をクリックすると、図 1.3 [p.2] で、真空回路図の左にある「Nitrogen V2」が開いて緑色になり、イントロチェンバー（準備室）のチッ素ページが実行される。図 1.3 [p.2] 右 [5] の表示で「Intro」「Intro: Ion Gage」の値が上昇し、いずれも「 $1.0E+005$ Pa」の表示になる。

N_2 ページが終了したら、図 1.4 [p.2] の「[3] 一次圧調整レンチ」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。その他のノブを操作する必要はない。

1.1.4 サンプルホルダーの選択

サンプルは、導電性のカーボン両面テープで、円盤状のサンプルホルダーに、貼り付けるのが一般的である。サンプルの厚さの上限は、7 mm である。図 1.8 [p.3] は、Versa Probe III 用、各種サンプルホルダーの写真である。

図 1.8 (e) [p.3] の 60mm サンプルホルダーは、多くのサンプルを載せられたため、これを使うユーザーが多い。

その他、図 1.8 (a), (b), (c) [p.3] のような 25mm サンプルホルダーも用意されている。(a) は、表面がフラットなものだが、いくつかのネジ穴が切られており、(c) のように金具でサンプルを固定することもできる。(b) には、深さおよそ 8 mm の「ごぐり」が設けられており、背の高いサンプルをマウントできるようになっている。

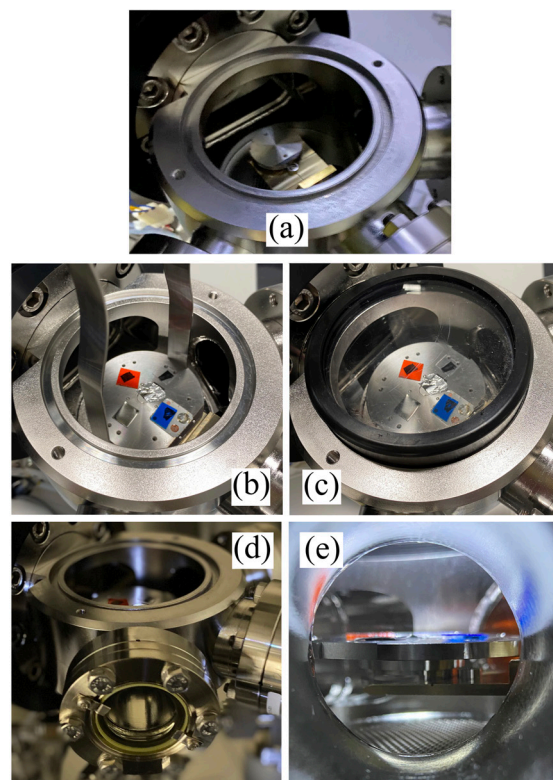


図 1.9 (a) 25mm サンプルホルダーをサンプル導入フォークにセットしたところ。(b) 60mm サンプルホルダーを専用ジグでつかみ、イントロチェンバー（準備室）にセット。(d) 手前の窓からのぞいて、(e) サンプルホルダーが水平であることを確認

AR-XPS ホルダー (d) は、重篤な故障の原因になったことがあり、推奨しない。 AR-XPS (Angle Resolved XPS) は、1 インチホルダーでもできるので、これを推奨する。

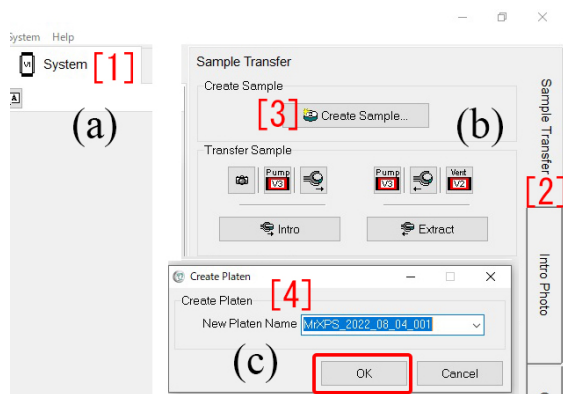


図 1.10 (a) SmartSoft-VP 左上の「[1] System」のタブを開いたあと、さらに (b) 右上の「Sample Transfer[2]」のタブを開き、「[3] Create Sample」をクリックする。(c) のウィンドウが開くので、「[4] New Platen Name」を入力して「OK」をクリックする。

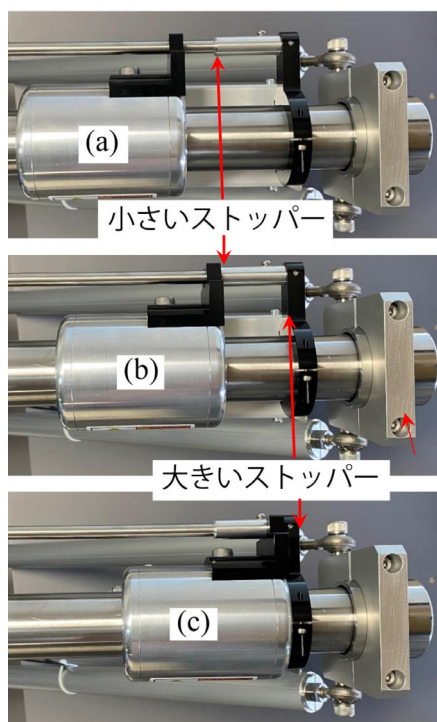


図 1.11 サンプル導入グリップが、(a) フリーな状態、(b) 小さいストッパーで止まっている状態、(c) 大きいストッパーで止まっている状態

1.1.5 サンプルホルダーのイントロチェンバー(準備室)へのセット

図 1.9 (a) [p.3] は、25mm サンプルホルダーを、サンプル導入フォークにセットしたところである。図 1.8 [p.3] 「[1] 丸い‘へこみ’」(大きな切

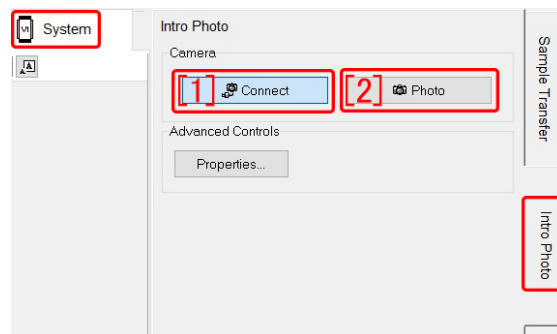


図 1.12 左上の「System」右の「Intro Photo」のタブを開く。「[1] Connect」をクリックして 10 秒程度待ったあと「[2] Photo」をクリックしてサンプルホルダー上面の写真を撮影する

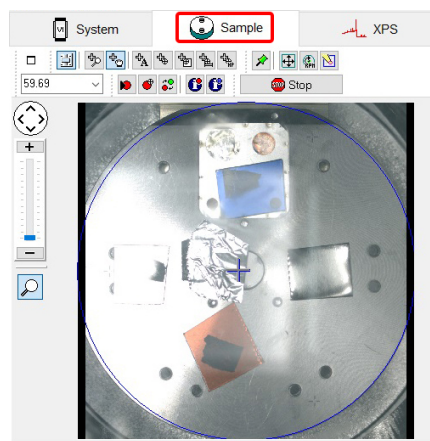


図 1.13 左上の「System」以外のタブを開いた状態でサンプルホルダーの写真を観察できる

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」をサンプル導入フォークにスライドさせて取り付け。サンプルホルダーが傾かないよう、充分注意する。図 1.9 (d) [p.3] のイントロチェンバー手前の覗き窓から見て、図 1.9 (e) [p.3] のように、サンプルホルダーが水平にセットされていることを確認する。

1.2 新しい Platen(プラテン) の作成と写真撮影

UlvacPhi(アルバックファイ) では、VersaProbe III での実験 1 回分のサンプルホルダーを「Platen(プラテン)」と呼称している。

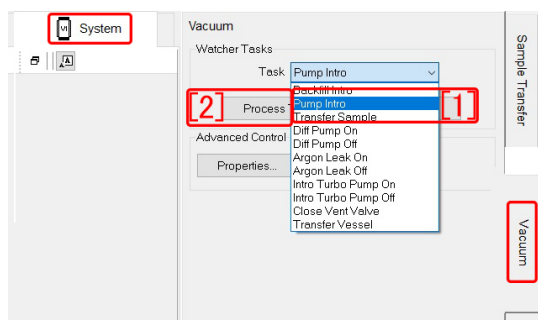


図 1.14 イントロチェンバーに、フタがしっかりセットされていることを確認して、プルダウンメニューから「Pump Intro [1]」を選択する。「[2] Process Task」をクリックして、イントロチェンバーの排気を開始する

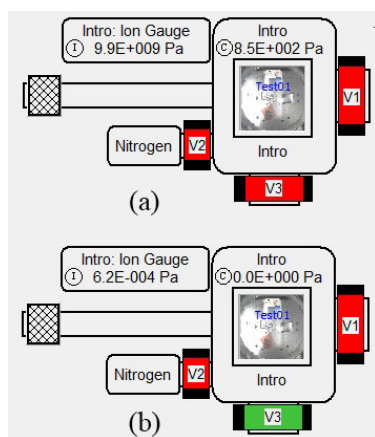


図 1.15 イントロチェンバー排気開始直後の表示は、(a) ロータリーポンプのみでの排気から (b) ロータリーポンプとターボ分子ポンプでの排気に、およそ 40 秒程度で切り替わる

1.2.1 「platen(プラテン)」のファイル名とフォルダーの設定

図 1.10 [p.4] は SmartSift-VP 画面左上「System [1]」と右上「Sample Transfer [2]」のタブを開き、「[3] Create Sample」をクリックしたところである。図 1.10 (c) [p.4] で「[4] New Platen Name」にプラテンの名前を入力して「OK」をクリックする。アルファベットと数字などが使えるが、2 倍角の漢字、仮名、特殊文字は使えない。

1.2.2 サンプルホルダーの写真撮影

サンプルホルダーの写真は、図 1.9 (c) [p.3] の状態で、イントロチェンバーの排気中に撮影することもできるが、キャップをかける前に行う方

が、よりクリアな画像を得ることができる。

まず、サンプル導入グリップが図 1.11 (b) [p.4] のように「小さいストッパー」で止まっている位置に正確に合わせる。図 1.12 [p.4] のように、左上の「System」タブと右の「Intro Photo」タブが開いている状態で、「[1] Connect」をクリックする。10 秒程度待ってから、「[2] Photo」をクリックするとサンプルホルダー上面の写真を撮影することができる。この写真は、左上「System」以外のタブが開いている状態で観察することができる。

1.2.3 イントロチェンバーの真空引き

イントロチェンバーにフタを付ける前に、フタの縁とフタがはまる溝をアルコールで拭く必要がある。ほこりがついていると真空度がよくなるからである。

イントロチェンバーにフタをしたあと (図 1.9 (c) [p.3] 参照)、図 1.11 (b) [p.4] のようにサンプル導入グリップが「小さいストッパー」で止まる位置にあることを確認する。図 1.14 [p.5] のプルダウンメニューで、「Pump Intro [1]」を選択したあと、「[2] Process Task」をクリックして、イントロチェンバーの真空引きを開始する。

図 1.15 (a) [p.5] の V3 バルブの赤い表示が、図 1.15 (b) [p.5] のように緑に変わってから、2 秒程度で、写真の上の圧力ゲージ「Intro」の表示が、0.0E+000 の値になる必要がある。1 時間程度待って、イントロチェンバーの圧力が 2.8E-004 以下の値になると、サンプルホルダーをメインチェンバーに入れることができる。

1.3 サンプルホルダーのメインチェンバーへの導入

サンプルホルダーをイントロチェンバーからメインチェンバーに移送するには、手動で行うやり方と、サンプルホルダーの写真をクリック&ドラッグしてメッセージに従って行うやり方の二通りがある。

§1.3.1 [p.6] では前者の、§1.3.2 [p.8] では、後者の手順について記述する。通常は、前者の手順を実行する。

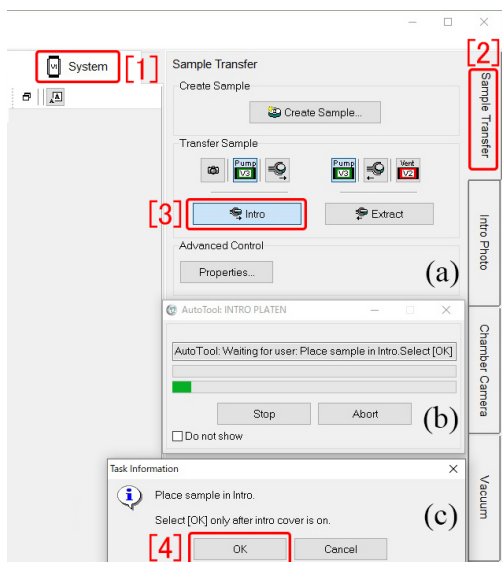


図 1.16 (a) 「[3] Intro」をクリックして、(b)、(c)が表示されたら、(c)の「[4] OK」をクリックする

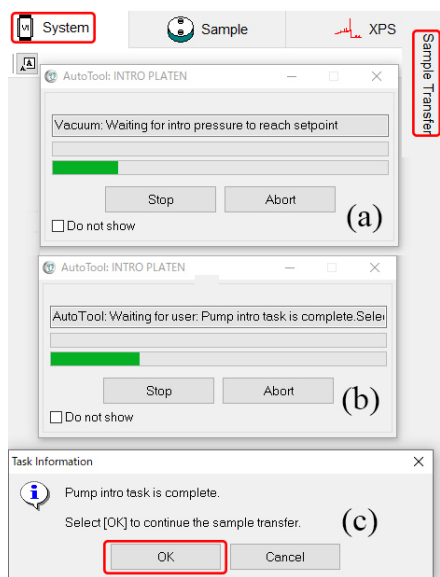


図 1.17 イントロチェンバーを1時間排気したあと「OK」をクリック

1.3.1 手動操作によるサンプルホルダーの導入

イントロチェンバーの排気開始のあと1時間以上経過し、図 1.7 [p.2] の Intro Chamber の圧力が $2.8E-004$ 以下になっていたら、図 1.16 [p.6] で、左上「[1] System」、右上「[2] Sample Transfer」のタブが開いた状態で、「[3] Intro」をクリックする。ここで1分程度待つと、圧縮空気による駆動音とともに、イントロとメインチェン

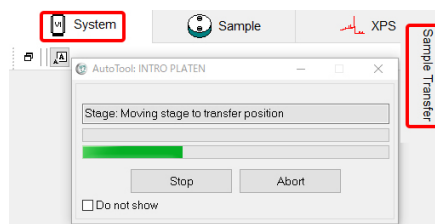


図 1.18 サンプルステージがサンプルホルダー受け渡し位置まで動いていることを示す画面。

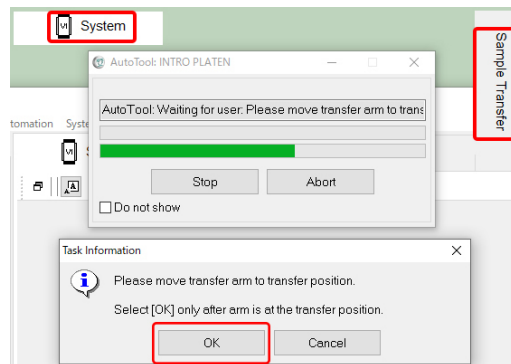


図 1.19 ここで、サンプルを載せた導入フォークをメインチェンバーに差し込む。図 1.20 [p.6] のように完全に差し込んでから「OK」をクリック



図 1.20 サンプル導入フォークを差し込んでから、図 1.19 [p.6] の「OK」をクリック

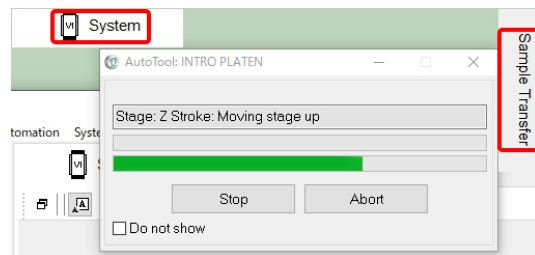


図 1.21 サンプルステージが上昇してサンプルホルダーが受け渡されるのを待つ

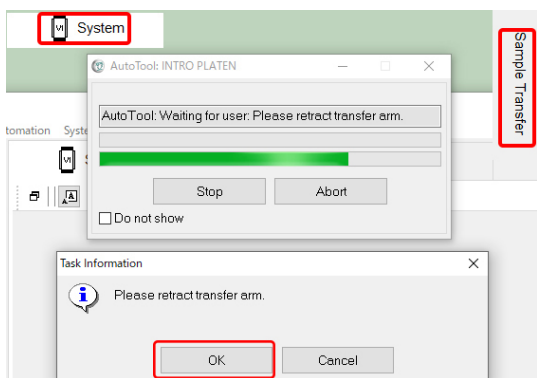


図 1.22 ここで、サンプル導入フォークをゆっくり引き抜く。サンプルホルダーが、サンプルステージに引き渡され、フォークだけが抜けてくる

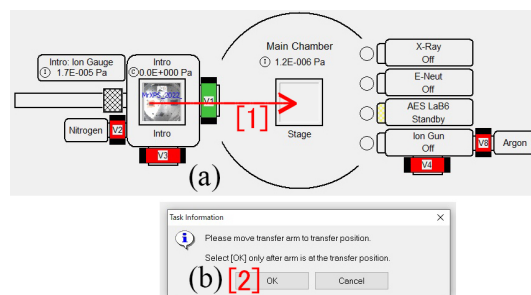


図 1.25 (a) のように V1 バルブが開いて緑色になったら、イントロチェンバーに表示されているサンプルホルダーの写真を、メインチェンバーにクリック&ドラッグする。図 1.20 [p.6] のように、グリップを完全に差し込んでから、(b) 「OK」をクリックする。

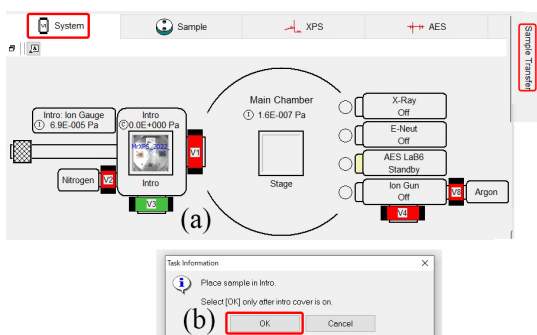


図 1.23 ここで、サンプル導入フォークをゆっくり引き抜く。サンプルホルダーが、サンプルステージに引き渡され、フォークだけが抜けてくる

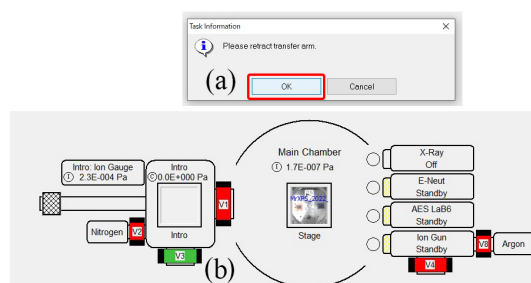


図 1.26 ここで、サンプル導入フォークをゆっくり引き抜く。サンプルホルダーが、サンプルステージに引き渡され、フォークだけが抜けてくる

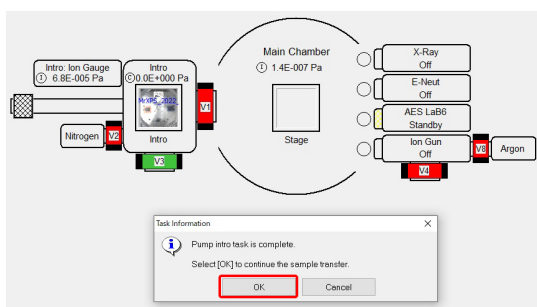


図 1.24 イントロチェンバーの真空引きを開始してから 1 時間程度待ってから、(b) のメッセージに対して「OK」をクリックする。

バーを隔てている V1 バルブが開く。図 1.16 (c) [p.6] 「[4] OK」をクリックしてから、サンプル導入グリップを、図 1.20 [p.6] のようにストッパーで止まるところまで、ゆっくり差し込む。差し込

めない場合は無理をせず、サンプル導入フォークをゆっくり引き抜き、付録 A を参照してサンプルステージを初期化してから、やり直す。

図 1.17 (a), (b) [p.6] が表示されたあと、図 1.17 (c) [p.6] で「OK」をクリックすることができる。この操作で、サンプルステージがサンプルホルダー受け渡し位置まで移動し、その間、図 1.18 [p.6] が表示される。

図 1.19 [p.6] が表示されたら、イントロチェンバーにあるサンプルホルダーをメインチェンバーに移送することができる。図 1.11 (b) [p.4] の位置にあるサンプル導入グリップを差し込んで、サンプルをサンプルステージにセットすることができる。

サンプル導入グリップは、図 1.20 [p.6] のように、ストッパーで止まるところまで差し込めな

なければならない。サンプルステージにぶつかるようであれば、サンプルホルダーをイントロチェンバーに戻してから、付録 A [p.12] の手順に従ってサンプルステージの初期化を行ったあと、やり直す必要がある。

以降の操作および測定については、Part1 マニュアルを参照。

1.3.2 写真をクリック&ドラッグすることによるサンプルホルダーの導入

イントロチェンバーの排気開始のあと 1 時間以上経過し、図 1.7 [p.2] の Intro Chamber の圧力が $2.8E-004$ 以下になっていたら、図 1.24 の [p.7]

メッセージに対して「OK」をクリックする。図 1.25 (a) [p.7] のように V1 バルブが開いて緑色に表示されたら、「[1] →」のように、サンプルホルダーの写真をクリック&ドラッグする。

図 1.20 [p.6] のように、グリップを完全に差し込んでから、図 1.25 (b) [p.7] 「OK」をクリックする。

図 1.26 (a) [p.7] のメッセージに対して「OK」をクリックして、サンプル導入ホークをゆっくりと引き抜く。これでサンプルホルダーの移送が終わったので、Part 1 マニュアルの手順に従って、実験を開始することができる。

第2章

測定終了後の操作手順

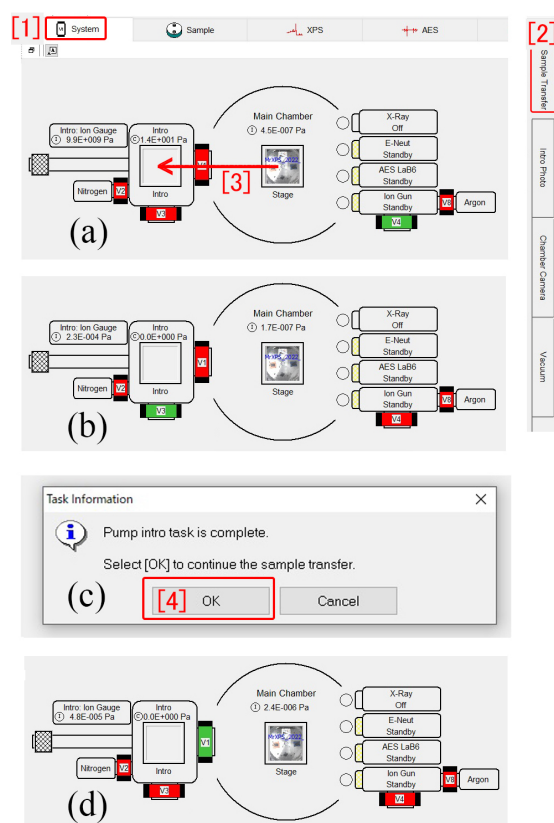


図 2.1 左上の「[1]System」右上の「[1]Sample Transfer」のタブを開き、(a) サンプルホルダーの写真をクリック&ドラッグすると (b) が表示される。(c) が表示されたら「[4]OK」をクリック、(d) が表示されたら、図 2.2 [p.9] のようにグリップを差し込む



図 2.2 V1 バルブが開いたら、サンプル導入グリップがストッパーで止まるところまで、差し込む

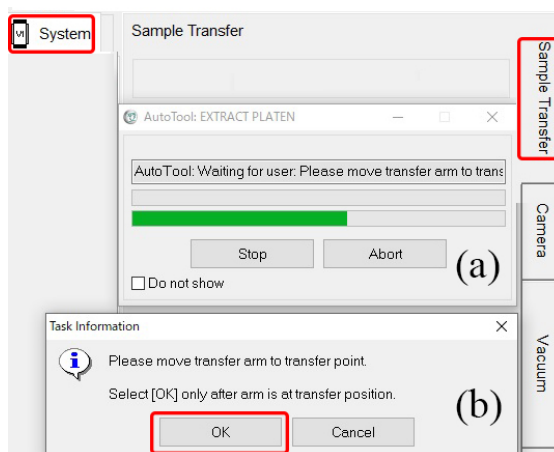


図 2.3 (a), (b) が表示されたら、(b) 「OK」をクリックする

2.1 サンプルホルダーの取り出し

2.1.1 イントロチェンバーの真空引き

図 1.14 [p.5] のプルダウンメニューで、「Pump Intro [1]」を選択したあと、「[2] Process Task」をクリックして、イントロチェンバーの真空引きを開始する。

イントロチェンバーの排気開始のあと 15 分程度経過し、図 1.7 [p.2] の Intro Chamber の圧力が 2.8E-004 以下になっていたら、サンプルホルダーをメインチェンバーからイントロチェンバーに移送できる。

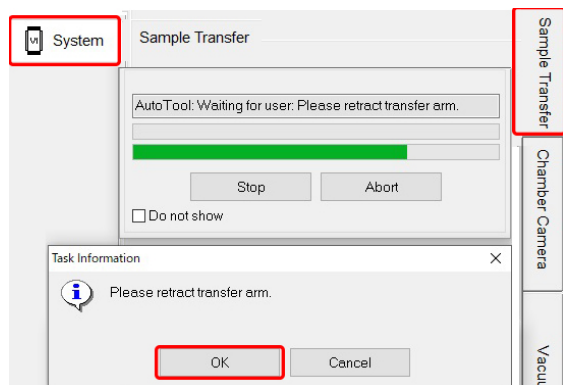


図 2.4 この表示が出たら、サンプルホルダーが差し込まれていることを確認して、サンプル導入グリップをゆっくりと引き抜く

2.1.2 サンプルホルダーのイントロチェンバーへの移送

SmartSoft-VP の画面左上の「[1] System」、右上の「[2] Sample Transfer」タブを開き、図 2.1 (a) [p.9] 「[3] ←」のように、写真をクリック&ドラッグすると、V3 バルブが開き、V4 バルブが閉じて図 2.1 (b) [p.9] が表示される。(c) が表示されたら、「[4] OK」をクリックする。V1 バルブが開いて、(d) が表示されたら、サンプル導入フォークを差し込めるようになるので、サンプル導入グリップを、図 2.2 [p.9] のように、ストッパーで止まるところまで差し込む。

サンプルホルダーがサンプルステージにぶつかるなどして、うまくいかなかったら、サンプル導入フォークをいったん引き抜き、付録 A [p.12] を参照してサンプルステージを初期化したあと再度、図 2.1 [p.9] の操作から順にやり直す。

図 2.3 [p.9] が表示されたら、図 2.2 [p.9] のようにサンプル導入グリップが差し込まれていることを確認して、(b) 「OK」をクリックする。この操作でサンプルステージが下降し、サンプルホルダーが、サンプル導入フォークに受け渡される。

図 2.4 [p.10] が表示されたら、サンプル導入グリップをゆっくりと引き抜いて、図 2.5 (a), (b) [p.10] のように、イントロチェンバーに、サンプルホルダーが戻っていることを確認する。

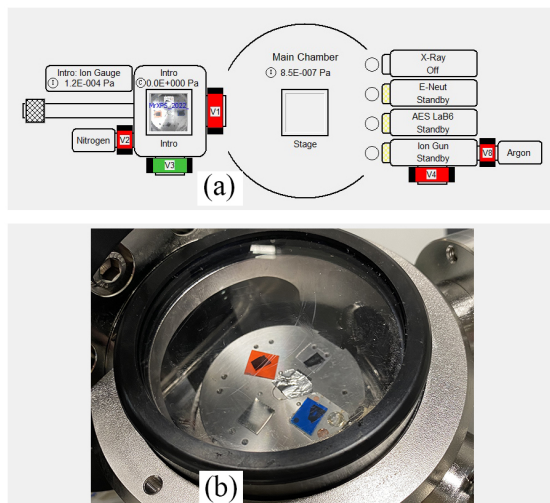


図 2.5 サンプルホルダーをイントロチェンバーに戻したところ

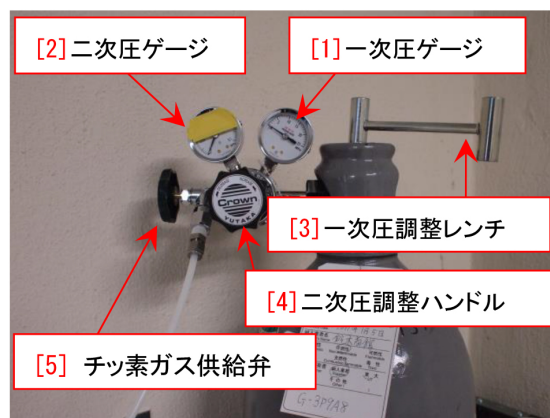


図 2.6 パージ用乾燥チッ素のレギュレーター

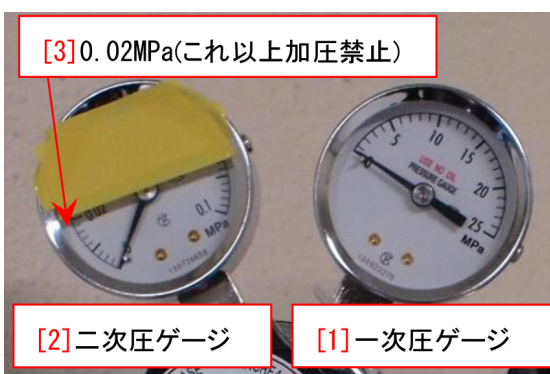


図 2.7 パージ用チッ素圧力ゲージ (拡大)

2.1.3 イントロチェンバーのチッ素パージ

図 2.6 [p.10] は、乾燥チッ素ポンベのレギュレーター付近を示している。図 2.7 [p.10] は、圧力ゲージの部分拡大したものである。「[1] 一次圧ゲージ」「[2] 二次圧ゲージ」が、いずれもゼロに

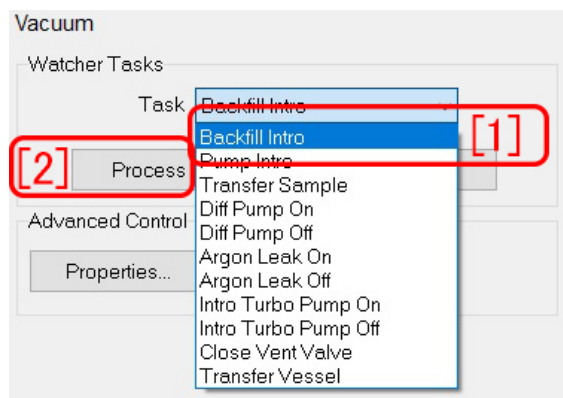


図 2.8 「System」, 「Vacuum」のタブを開いて「Backfill Intro」を選択したあと、「Process Task」をクリックする

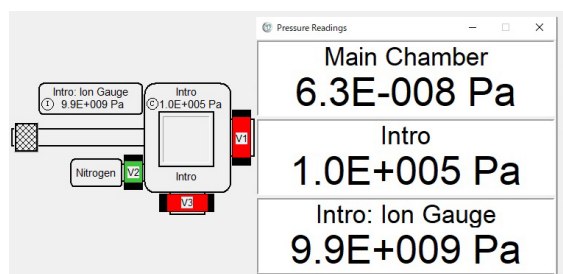


図 2.9 イントロチェンバーチッ素ページ後の表示

なっていることを確認する。まず、図 2.6 [p.10] 「[4] 二次圧調整ノブ」を反時計回り (LO の向き) に回して、簡単に回るようにする。図 2.6 [p.10] 「[3] 一次圧調整レンチ」を反時計回りにわずかに回すと、図 2.7 [p.10] 「[1] 一次圧ゲージ」の値がチッ素の残量に応じて急上昇する。次に、図 2.6 [p.10] 「[4] 二次圧調整ノブ」をゆっくりと時計回り (HI の向き) に回して、0.015MPa 程度 [図 2.7 [p.10], 0.02 MPa 程度 [(3) これ以上の加圧禁止) 以下] まで加圧する。

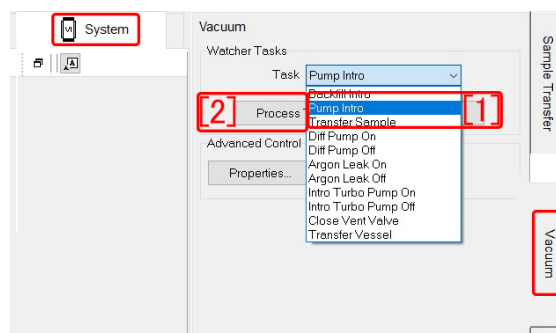


図 2.10 イントロチェンバーチッ素ページ後の表示

図 2.8 [p.11] は、図 1.3 [p.2] 右上, [6] の部分を拡大したものである。図 2.8 [p.11] Task のプルダウンメニューで「Backfill Intro [1]」を選択した後、「[2] Process Task」をクリックすると、図 2.9 で、[p.11] 真空回路図の左にある「Nitrogen V2」が開いて緑色に変わり、イントロチェンバー (準備室) のチッ素ページが実行される。図 2.9 [p.11] のように「Intro」「Intro:Ion Gage」の値が上昇し、いずれも「1.0E+005 Pa」の表示になる。

N₂ ページが終了したら、図 2.6 [p.10] の「[3] 一次圧調整レンチ」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。その他のノブを操作する必要はない。

2.1.4 イントロチェンバーの真空引き

イントロチェンバーにフタをしたあと、図 2.10 [p.11] のプルダウンメニューで、「Pump Intro [1]」を選択したあと、「[2] Process Task」をクリックして、イントロチェンバーの真空引きを開始する。

実験終了時のメインチェンバーを実験のノートに記述して、実験を終了する。

付録 A

サンプルステージの初期化

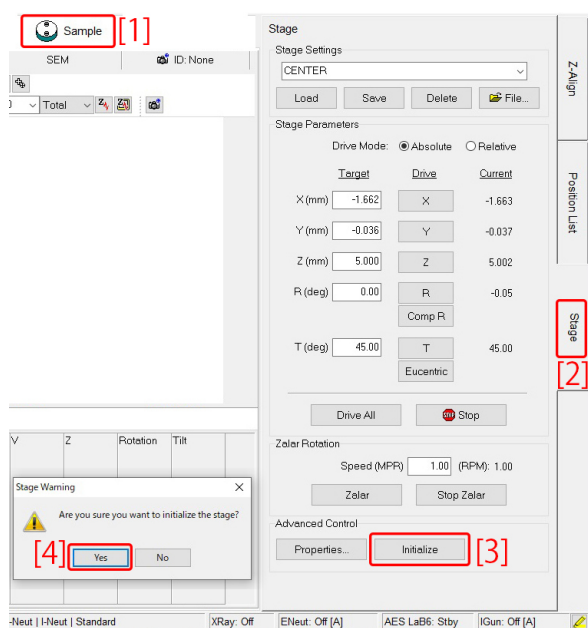


図 A.1 左上の「[1]」タブ、右の「Stage[2]」タブを開いて、右下の「Initialize[3]」をクリックするとサンプルステージが初期化される。下の確認画面の「[4]Yes」をクリックする前に、サンプル導入フォークがサンプルホルダーに差し込まれていないことを確認する。

VersaProbe III のサンプルステージは一定の頻度で不具合が発生し、初期化が必要になる。

サンプルステージの初期化の際には、サンプル導入フォークが、サンプルステージに差し込まれていてはならない。



図 A.2 サンプルステージの初期化中に表示される画面

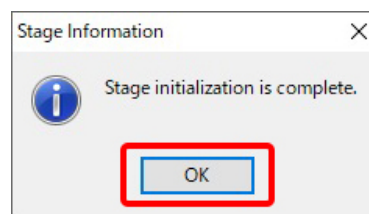


図 A.3 サンプルステージの初期化終了時に表示される画面

SmartSoft-VP の画面で、図 A.1 [p.12] の左上「Sample[1]」のタブを開き、さらに右下の「Stage[2]」を開いて「Initialize[3]」をクリックする。

図 A.1 [p.12] 左下のように確認メッセージが出たら、「[4]Yes」をクリックする前に、サンプル導入フォークがサンプルホルダーに差し込まれていないことを、改めてよく確認する必要がある。

サンプルステージ初期化中には図 A.2 [p.12] が表示される。初期化が終了すると図 A.3 [p.12] が表示されるので、「OK」をクリックする。

付録 B

測定データのデータベースへの登録

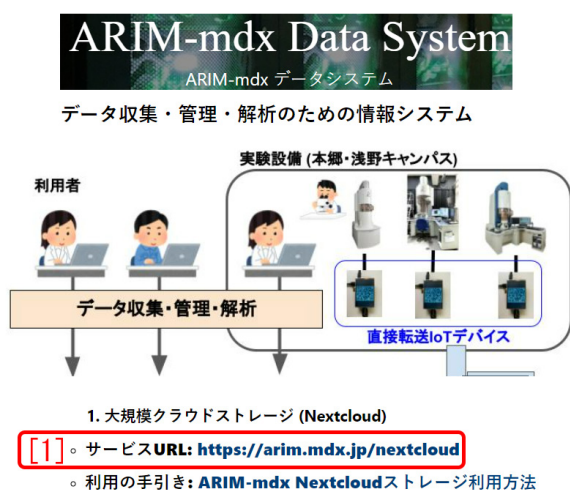


図 B.1 ARIM 東大ハブ拠点の URL。「[1]」サービス URL https://lcnet.t.u-tokyo.ac.jp/data_system/ をクリックする

アカウントにログイン 日本語

ユーザー名またはメールアドレス
23UTXXXX

パスワード
.....

パスワードをお忘れですか?

ログイン

図 B.2 データベースへのログイン画面。装置利用申請時に発行された ID と、登録したパスワードを入力して、図 B.3 [p.13] を表示させる

VersaProbeIII の通常の利用料金は、1 時間あたり ¥4,400 だが、ARIM のデータベースに、生データとサンプルに関するエクセルのファイルをアップロードすることにより割引が適用され、1 時間あたり ¥2,900 となる。本章では、データ

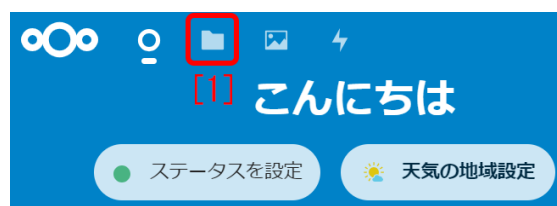


図 B.3 左上から 2 番目の「[1] アイコン」をクリックすると、図 B.4 [p.13] が表示される

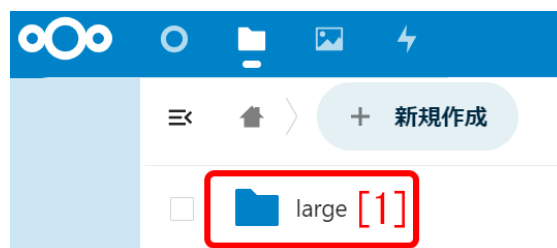


図 B.4 「Large [1]」をくりっくすると、図 B.5 [p.13] が表示される

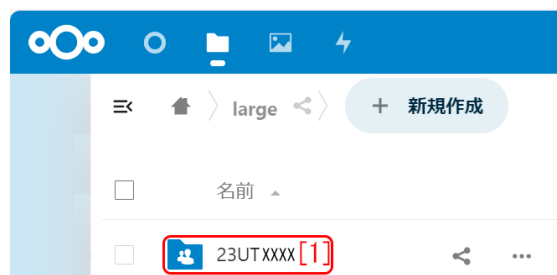


図 B.5 「23UTXXXX [1]」をくりっくすると、図 B.6 [p.14] が表示される

ベースへのファイルのアップロードの仕方について記述する。

図 B.1 [p.13] のキャプションにある URL をクリックして開き、図 B.2 [p.13] の画面で、ID とパ



図 B.6 「新規作成 [1]」「新しいフォルダー [2]」の順にクリックし、「VersaProbeIII [3]」とタイプする

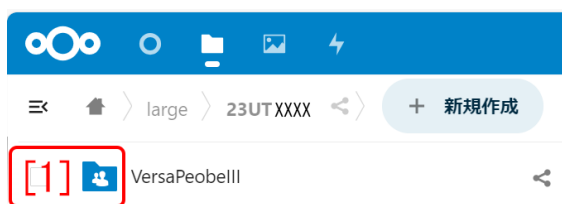


図 B.7 「[1] VersaProbeIII」のアイコンをダブルクリックする

パスワードを入力すると、データベースにログインできる。ID とパスワードは、装置の利用申請が受け付けられた際に発効されているものである。

図 B.3 [p.13] - B.8 [p.14] の順にクリックし、図 B.9 [p.14] 「ここにファイル

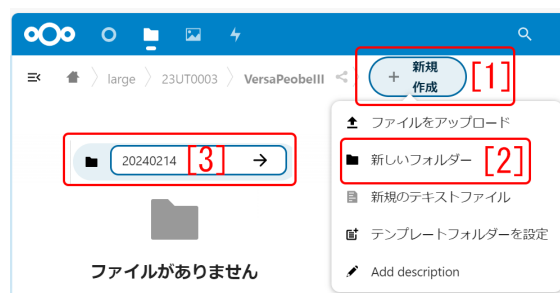


図 B.8 「新規作成 [1]」「新しいフォルダー [2]」の順にクリックし、「日付 [3]」をタイプする

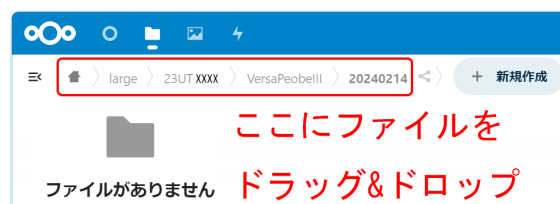


図 B.9 日付のフォルダーにファイルをドラッグ&ドロップする

をドラッグ&ドロップ」のフィールドに生データと、エクセルのファイル「DataSheetVersaProbeIII_20XX_XX_XX_001.xlsx」をアップロードする。

アップロードが完了したら、ブラウザを閉じてかまわない。

付録 C

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 III 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。25mm サンプル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 D[p.23] を参照。

C.1 トランスファーベッセルの貸し出しについて

図 C.1 [p.15] 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 VersaProbeIII 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] 25mm サンプルホルダー」(武田先端知ビル 310 号室の小さい方の机の上)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



図 C.1 トランスファーベッセル, 25mm サンプルホルダー, 両面テープ

として用いてはならない。これらは、新品のアルミフォイルで包んで、持ち出す。VersaProbe 用の旧 1 インチサンプルホルダーは、VersaProbe III には使えないので注意する。

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。

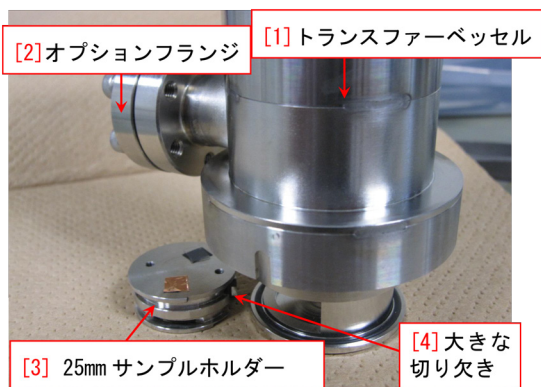


図 C.2 25mm サンプルホルダーのトランスファーベッセル底部への収納



図 C.3 トランスファーベッセル底部を閉じたところ

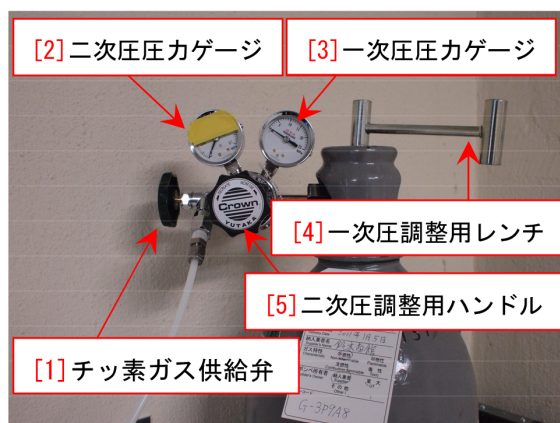


図 C.4 N₂ ポンベレギュレーター付近

C.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 C.2 [p.16] 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 25mm 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

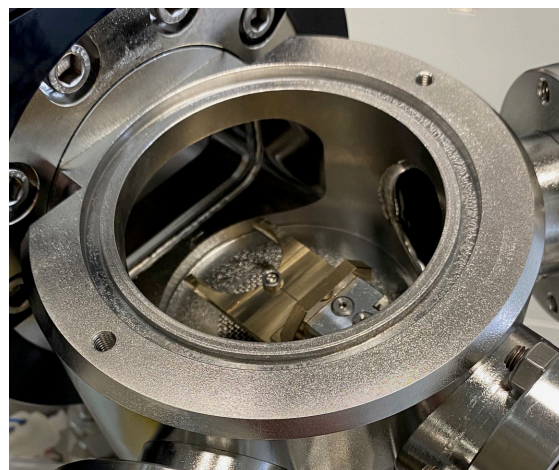


図 C.5 フタをとり外してサンプルホルダーがないことを確認

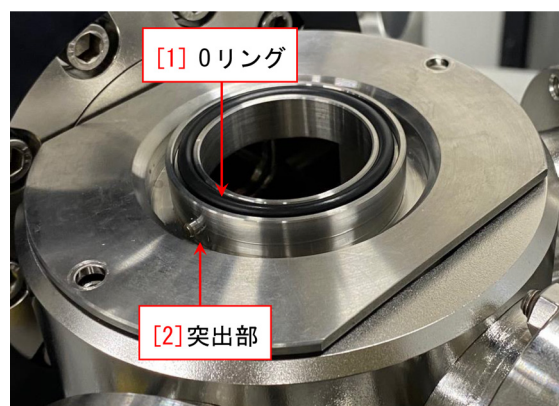


図 C.6 トランスファーベッセル用準備室上部治具にとりかえたところ

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 C.2 [p.16] 「[3] 25mm 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 C.2 [p.16] 「[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 C.3 [p.16] のように、25mm 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、PHI5000 VersaProbe III がある武田先端知ビル 310 号室まで、トランスファーベッセルを持って



図 C.7 トランスファーベッセルを取り付けたところ。大気圧で押さえることになるのでネジ止めは必要ない。180°回転しても問題ない

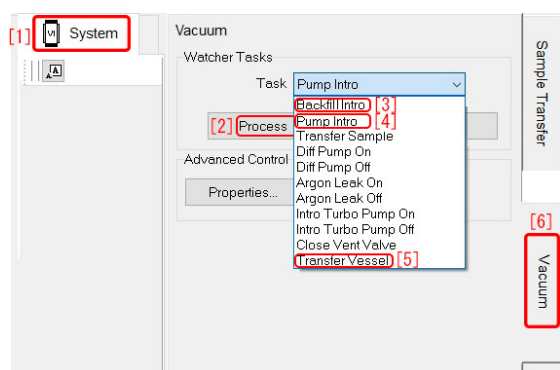


図 C.8 Vacuum Watcher チッ素パージしたところ

くる。

C.3 イントロチェンバーのチッ素パージ

C.3.1 Vacuum Watcher の確認

チッ素パージをする前に、図 1.3 [p.2] のように、緑色の V3 バルブ以外のバルブがすべて閉じて赤色になっていることを確認する。

C.3.2 チッ素ボンベレギュレーターへの操作

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 C.4 [p.16] 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 C.4 [p.16] 「[4] 一次圧調整用レンチ」を手の前でたたきようにして開ける。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）。

C.3.3 チッ素パージの実行

図 C.8 [p.17] SmartSoft-VP の画面で、左上の「[1] System」と右下の「[6] Vacuum」のタブをクリックして開き、プルダウンメニューから「Backfill Intro [3]」を選択したあと「[2] Process Task」をクリックすることにより、イントロチェンバーのチッ素パージを開始することができる。イントロチェンバーの圧力が 1.0E+005Pa（大気圧）に達する前に止まってしまったら、図 C.4 [p.16] 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）と、イントロチェンバーの圧力が 1.0E+005Pa になる。パージが終了したら、図 C.4 [p.16] 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。

C.4 トランスファーベッセルの取り付け

C.4.1 準備室上部治具の交換

図 C.5 [p.16] は、イントロチェンバーのフタを取り外したところである。サンプル導入フォークにサンプルホルダーがセットされていないことを確認する。

図 C.6 [p.16] は、イントロチェンバーの上にトランスファーベッセル取り付け用治具を取り付けたところである。取り付けジグの O リングと、トランスファーベッセルの O リングに接する部分は、ほこりが挟まらないように、キムワイブに

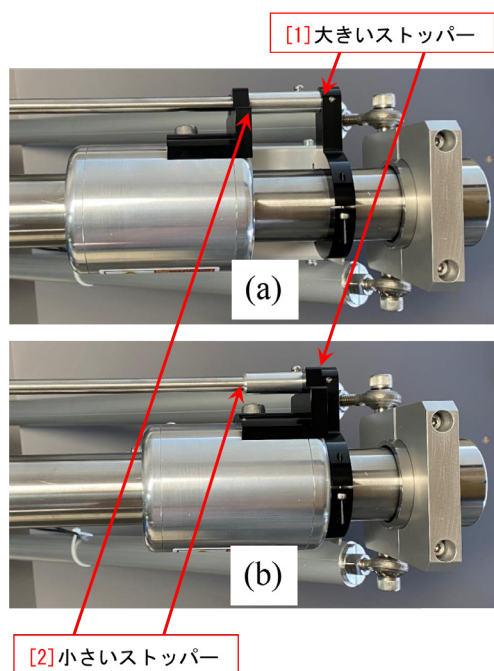


図 C.9 サンプル導入グリップを (a) の状態から更に引き抜き (b) のようにする

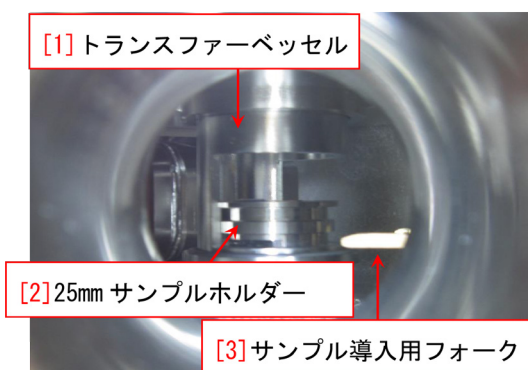


図 C.10 トランスファーベッセル底部から 25mm サンプルホルダーを降ろしたところ

エタノールをつけて、プラスチックのピンセットでよく拭いておく。(金属のピンセットは使用禁止)。

C.4.2 トランスファーベッセルの取り付け

図 C.7 [p.17] は、イントロチェンバーの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。両側のネジ穴とネジの位置を一致させる必要があるが、イントロチェンバーの内部を真空引きすることで、外側から大気圧により押さえることになるため、ネジ止めは必要ない。

図 C.9 (a) [p.18] の状態は、サンプル導入グリップを「[2] 小さいストッパー」で止まるところまで引いてある。サンプル導入グリップをわずかに回転させると、図 C.9 (b) [p.18] のように、「[1] 大きいストッパー」で止まるところまで、さらに引き抜くことができる。こうすることにより、トランスファーベッセルの底部から 25mm サンプルホルダーを、イントロチェンバー内に降下させることができるようになる。

C.5 サンプルホルダーのイントロチェンバーへの移送

C.5.1 イントロチェンバーの真空引き

図 C.8 [p.17] は、左上の「[1] System」と右下の「[6] Vacuum」のタブをクリックして開いたところである。「Task」のプルダウンメニューで「Pump Intro [4]」を選択したあと「[2] Process Task」をクリックすると、イントロチェンバーの真空引きが始まる。図 1.15 (a) [p.5] の V3 バルブの赤い表示が、図 1.15 (b) [p.5] のように緑に変わってから、2 秒程度で、図 1.3 [p.2] 右の圧力ゲージ中段の「Intro」の表示が、 $0.0E+000$ になる必要がある。

この状態で、トランスファーベッセルの上部のノブを反時計回りにゆっくり開いてゆく。圧力ゲージ「Intro」に $0.0E+000$ でない値が表示されたらノブの回転を止め、 $0.0E+000$ の値になるのを待ってから、さらに反時計回りにわずかに開く。これを数回繰り返して、ノブを 1 回転程度開いた状態で、トランスファーベッセルの中を真空引きする。図 1.3 [p.2] 右の下段「Intro: Ion Gauge」の表示が $2.8E-004$ 以下になると、サンプルホルダーをメインチェンバーに移送することができる。

C.5.2 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。小さい方のパソコンラックの右側にヘッドライトがかかっているため、これで照らしてもかまわない。ライト

を使い終わったら必ずもとの場所へ戻す。

図 C.10 [p.18] 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] 25mm サンプルホルダー」の下の溝を「[3] サンプル導入フォーク」の高さまで降ろしたところである。

サンプル導入フォークを図 C.10 [p.18] 「[2] 25mm 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] 25mm サンプルホルダー」の下の溝に「[3] サンプル導入フォーク」が差し込まれた状態で、引き抜くことができる。サンプル導入グリップをわずかに回転させると、図 C.9 (b) [p.18] のように、「[1] 大きいストッパー」で止まるところまで、さらに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。

C.5.3 サンプルホルダーのメインチェンバーへの退避

サンプルホルダーの写真が必要だが、トランスファーベッセルがあると撮影できないため、サンプルホルダーを一旦メインチェンバーに退避させる必要がある。§1.3 [p.5] の記述を参照してサンプルホルダーをメインチェンバーに移送し、サンプルステージにマウントしたあと、サンプル導入フォークをイントロチェンバーに戻す。

C.5.4 イントロチェンバーのチッ素ページ

図 C.7 [p.17] の状態で、イントロチェンバーをチッ素ページする。

図 C.8 [p.17] SmartSoft-VP の画面で、左上の「[1] System」と右下の「[6] Vacuum」のタブをクリックして開き、プルダウンメニューから「Backfill Intro [3]」を選択したあと「[2] Process Task」をクリックすることにより、イントロチェンバーのチッ素ページを開始することができる。イントロチェンバーの圧力が 1.0E+005Pa (大気圧) に達する前に止まってしまったら、図 C.4 [p.16] 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) と、イントロチェンバーの圧力が 1.0E+005Pa になる。ページが終了したら、図 C.4 [p.16] 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。

C.5.5 トランスファーベッセルを取り外し透明なフタに交換

図 C.7 [p.17] の状態からトランスファーベッセルを取り外して図 C.6 [p.16] の状態に、さらにジグを取り外して図 C.5 [p.16] の状態にする。サンプル導入フォークにサンプルホルダーが載っていないことを確認し、透明なフタに付け替えてから再度イントロチェンバーの真空引きを開始することになる。

フタの縁とフタがはまる溝は、ほこりが挟まらないようにキムワイブにエタノールをつけて、プラスチックのピンセットでよく拭いておく。(金属のピンセットは使用禁止)。

C.5.6 イントロチェンバーの真空引き (再)

イントロチェンバーにフタをしたあと (図 1.9 (c) [p.3] 参照)、図 1.11 (b) [p.4] のようにサンプル導入グリップが「小さいストッパー」で止まる位置にあることを確認する。図 1.14 [p.5] のプルダウンメニューで、「Pump Intro [1]」を選択したあと、「[2] Process Task」をクリックして、イントロチェンバーの真空引きを開始する。

図 1.15 (a) [p.5] の V3 バルブの赤い表示が、図 1.15 (b) [p.5] のように緑に変わってから、2 秒程度で、写真の上の圧力ゲージ「Intro」の表示が、0.0E+000 の値になる必要がある。1 時間程度待って、イントロチェンバーの圧力が 2.8E-004 以下の値になると、サンプルホルダーをメインチェンバーに移送することができる。

C.6 新しい Platen(プラテン) の作成と写真撮影

C.6.1 「platen(プラテン)」のファイル名とフォルダーの設定

図 1.10 [p.4] は SmartSift-VP 画面左上「System[1]」と右上「Sample Transfer[2]」のタブを開き、「[3] Create Sample」をクリックしたところである。図 1.10 (c) [p.4] で「[4] New Platen Name」にプラテンの名前を入力して「OK」をクリックする。アルファベットと数字などが使えるが、2 倍角の漢字、仮名、特殊文字は使えない。

C.6.2 サンプルホルダーの写真撮影

まず、サンプル導入グリップが図 C.9 (a) [p.18] のように「[2] 小さいストッパー」で止まっている位置に正確に合わせる。図 1.12 [p.4] のように、左上の「System」タブと右の「Intro Photo」タブが開いている状態で、「[1] Connect」をクリックする。10 秒程度待つてから、「[2] Photo」をクリックするとサンプルホルダー上面の写真を撮影することができる。エラーメッセージが表示されて撮影がうまくいかないときは、「[1] Connect」を再度クリックしてからやり直す。この写真は、左上「System」以外のタブが開いている状態で観察することができる。

C.6.3 サンプルホルダーのメインチェンバーへの移送

トランスファーベッセルを使わない場合と同様、第 1 章、§1.3 [p.5] の記述にしたがって、サンプルホルダーをメインチェンバーに移送する。

その他の手順も、トランスファーベッセルを使わない場合と同様である。

Part1 マニュアルの記述にしたがって実験を始めることができる。

C.7 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、このマニュアルの第 2 章の記述に従ってサンプルを取り出す。取り出したサンプルは、原則として研究室に持ち帰らなければならない。

イントロチェンバーのフタを付ける前に、フタの縁とフタがはまる溝は、ほこりが挟まらないようにキムワイブにエタノールをつけて、プラスチックのピンセットでよく拭いておく。(金属のピンセットは使用禁止)。

図 C.8 [p.17] , 「Task」のプルダウンメニューで「Pump Intro [4]」を選択したあと「[2] Process Task」をクリックするとイントロチェンバーの真空引きが始まる。

実験終了後は、机の上の整理整頓を心掛ける。

C.8 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)

スパッタリングを行わない測定に関しては、光電子分光分析は非破壊測定である。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。

C.8.1 イントロチェンバーのチツ素パージ

§C.3 [p.17] の記述にしたがってイントロチェンバーをチツ素パージする。

C.8.2 トランスファーベッセルの取り付け

§C.4 [p.17] の記述にしたがってイントロチェンバーのフタを取り、トランスファーベッセルを再び取り付ける。

取り付けジグの O リングと、トランスファーベッセルの O リングに接する部分は、ほこりが挟まらないようにキムワイブにエタノールをつけて、プラスチックのピンセットでよく拭いておく。(金属のピンセットは使用禁止)。

C.8.3 イントロチェンバーの真空引き

図 1.14 [p.5] のプルダウンメニューで、「Pump Intro [1]」を選択したあと、「[2] Process Task」をクリックして、イントロチェンバーの真空引きを開始する。

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、空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 1 回転程度開いて真空

引きをする。

図 1.3 [p.2] 右の「Intro: Ion Gauge」の表示が $2.8E-004$ 以下になったら、サンプル導入フォークをメインチェンバーに差し込むことができるが、イントロチェンバーは一旦チッ素パージされているので、1 時間程度要する場合がある。

C.8.4 サンプルホルダーのイントロチェンバーへの移送

SmartSoft-VP の画面左上の「[1] System」、右上の「[2] Sample Transfer」タブを開き、図 2.1 (a) [p.9] 「[3] ←」のように、写真をクリック&ドラッグすると、V3 バルブが開き V4 バルブが閉じて、図 2.1 (b) [p.9] が表示される。図 2.1 (c) [p.9] が表示されたら、「[4] OK」をクリックする。V1 バルブが開いて、図 2.1 (d) [p.9] が表示されたら、サンプル導入フォークを差し込めるようになるので、サンプル導入グリップを、図 2.2 [p.9] のように、ストッパーで止まるところまで差し込む。

サンプルホルダーがサンプルステージにぶつかるなどして、うまくいかなかったら、サンプル導入フォークをいったん引き抜き、付録 A [p.12] を参照してサンプルステージを初期化したあと再度、図 2.1 [p.9] の操作から順にやり直す。

図 2.3 [p.9] が表示されたら、図 2.2 [p.9] のようにサンプル導入グリップが差し込まれていることを確認して、(b)「OK」をクリックする。この操作でサンプルステージが下降し、サンプルホルダーが、サンプル導入フォークに受け渡される。

図 2.4 [p.10] が表示されたら「OK」をクリックし、サンプル導入グリップをゆっくりと引き抜いて、イントロチェンバーに、サンプルホルダーが戻っていることを確認する。

C.8.5 サンプルホルダーのトランスファーベッセルへの回収

トランスファーベッセルにサンプルホルダーを回収するには、トランスファーベッセル底部を

イントロチェンバーの中央に降下させる必要がある。このため、サンプル導入グリップをサンプル導入グリップをわずかに回転させ、図 C.9 (b) [p.18] のように、「[1] 大きいストッパー」で止まるところまで、引き抜く必要がある。

トランスファーベッセル上部のノブを反時計回りに回転させて、イントロチェンバー内に降ろす。手前の窓から覗いて、図 C.10 [p.18] になるようにしてからサンプル導入フォークをさらに差し込み、サンプルホルダーをトランスファーベッセルに収納する。

トランスファーベッセル底部を少し下げたから、図 C.9 (b) [p.18] のように、「[1] 大きいストッパー」で止まるところまで、サンプル導入グリップを引き抜く。

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て、トランスファーベッセル底部を引き上げるにより、トランスファーベッセル内に 25mm サンプルホルダーを収納する。

25mm サンプルホルダーに貼り付けたサンプルは、次の別の測定に用いることができる。

ユーザーの研究室のグローブボックス内でサンプルホルダーからサンプルを剥がして、25mm サンプルホルダーは、原則として元の場所に戻しておく。

C.8.6 イントロチェンバーのチッ素パージ

イントロチェンバーにフタを付ける前に、フタの縁とフタがはまる溝は、キムワイブにエタノールをつけて、プラスチックのピンセットでよく拭いておく。（金属のピンセットは使用禁止）。

イントロチェンバーに透明なフタを付けてから図 1.14 [p.5] のプルダウンメニューで、「Pump Intro [1]」を選択したあと、「[2] Process Task」をクリックして、イントロチェンバーの真空引きを開始して実験を終了し、机の上の整理整頓をする。

空白のページ

付録 D

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 C[p.15] 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。

D.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。グローブボックスが使える場合は、グローブボックス内で、アルミフォイルに包むのも

有効である。

D.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。

D.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。

索引

記号／数字

25mm サンプルホルダー	3
60mm サンプルホルダー	3

A

Angle Resolved XPS	3
Ar	
イオンスパッタ	23
ガス雰囲気	15
AR-XPS	3
ARIM	13
ARIM 東大ハブ拠点	13

C

Connect	4
---------	---

I

Intro Photo	4
Intro:Ion Gage	3

N

N ₂	
ページ	17, 19
ボンベレギュレーター	15, 17
New Platen Name	3

P

Platen	3-5, 20
Process Task	5, 9, 19, 20
Pump Intro	5, 9, 19, 20

S

SmartSoft-VP	1
--------------	---

V

Vacuum Watcher	17
----------------	----

あ

アルゴン	
イオンスパッタ	23
ガス雰囲気	15
アルバックファイ社の連絡先	15
一次圧開閉バルブ	2
一次圧ゲージ	2
イントロチェンバー	5
大きいストッパー	5, 9, 19, 20

か

懐中電灯	18
グローブボックス	15

さ

サンプルステージ	5
サンプルステージの初期化	7, 12
サンプルステージ初期化	12
サンプル導入グリップ	3, 5, 8, 20
サンプル導入フォーク	4, 5, 12
サンプルホルダー	1, 4
サンプルホルダーの写真	4, 5, 20
サンプルホルダーの導入	1, 5
実験ノートへの記入	1
準備室上部治具	17
真空ゲージ	1
装置管理者	
の電話番号	15
測定室の圧力	1

た

ターボ分子ポンプ	5
小さいストッパー	5, 9, 19, 20
チッ素	
ページ	17, 19
ボンベレギュレーター	15, 17
チッ素ページ	1, 3
チッ素ポンベのレギュレーター	1
データベース	13
トランスファーベッセル	
の貸し出し	15
の使い方	15
の値段	15
を使わない試料準備	23

な

二次圧調整ノブ	2
---------	---

は

ページ用チッ素圧力ゲージ	1
Vacuum Watcher	17
プラテン	4, 5, 20
ヘッドライト	18
補助ストッパーリング	18

ら

利用料金	13
ロータリーポンプ	5
ログイン ID	13, 14
ログインパスワード	13, 14