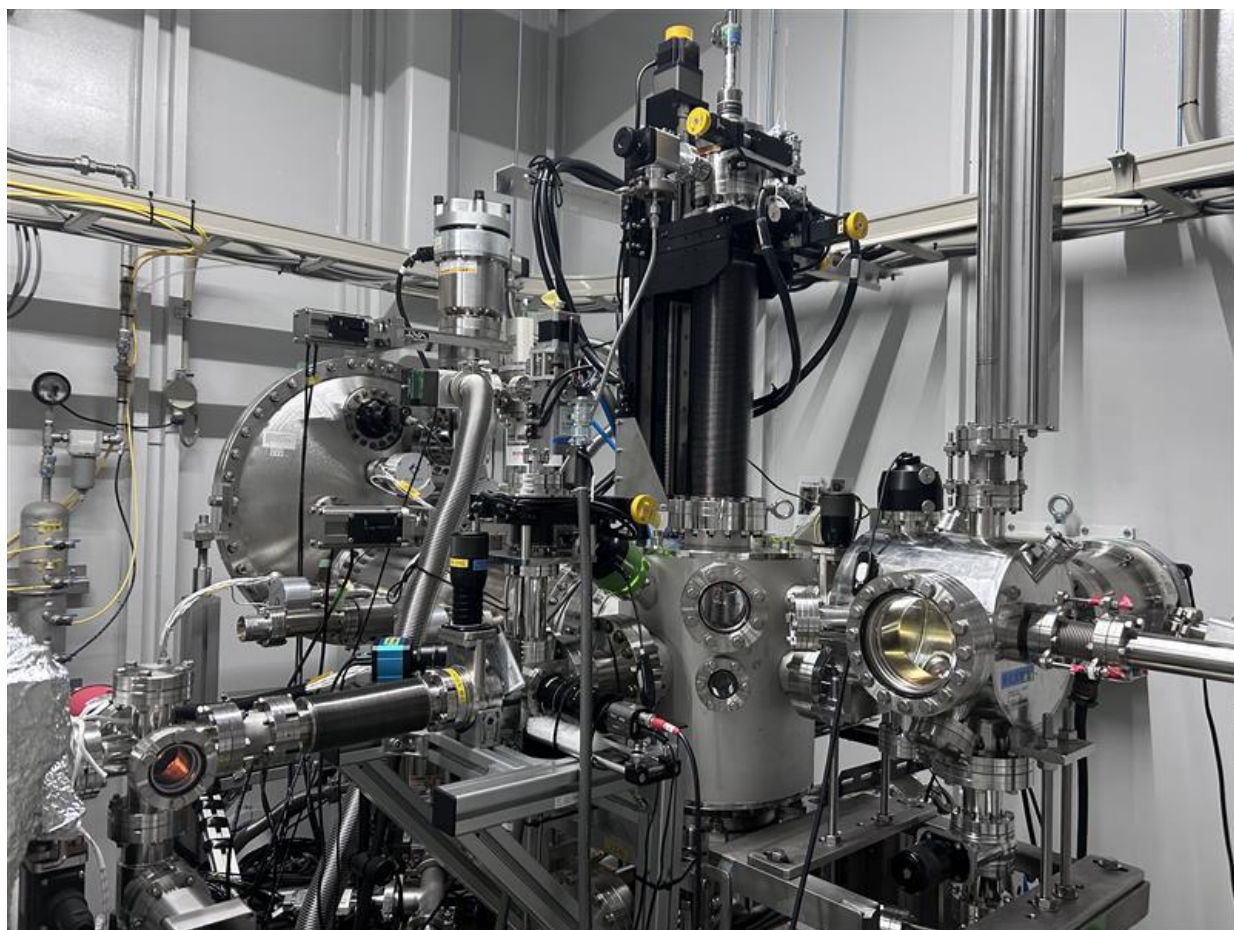


NanoTerasu BL09U Scientia Omicron (R4000 Hipp-2) UHV-HAXPES 試料導入マニュアル



目次

< 題目 >

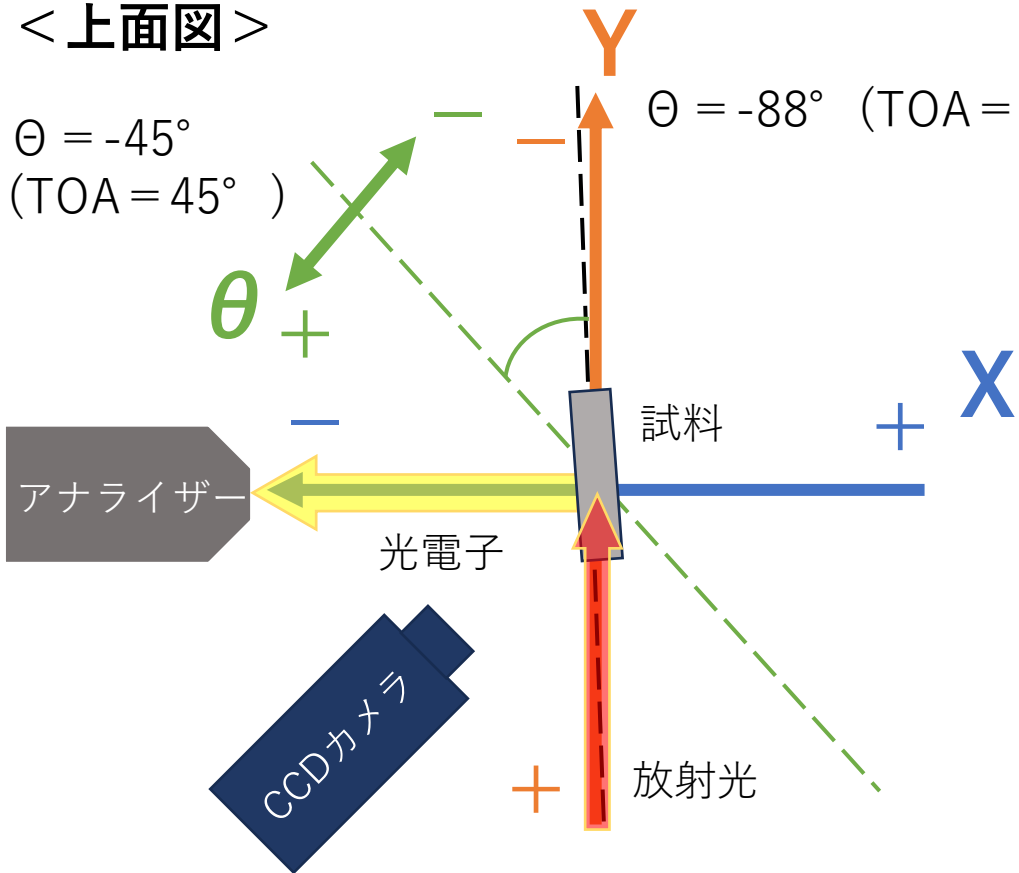
1) 入射X線,試料,アナライザーの位置関係 -----	2
2) サンプル取付 -----	3
3) 実験ハッチへの入室 -----	5
4) 分光器の電圧設定 -----	6
5) サンプルトランスファー	
サンプル取外し -----	7
サンプル交換 -----	8
サンプル導入 -----	10
各操作詳細 -----	11
6) 実験ハッチから退出と放射光の導入 -----	12

《入射X線， 試料， アナライザーの位置関係》

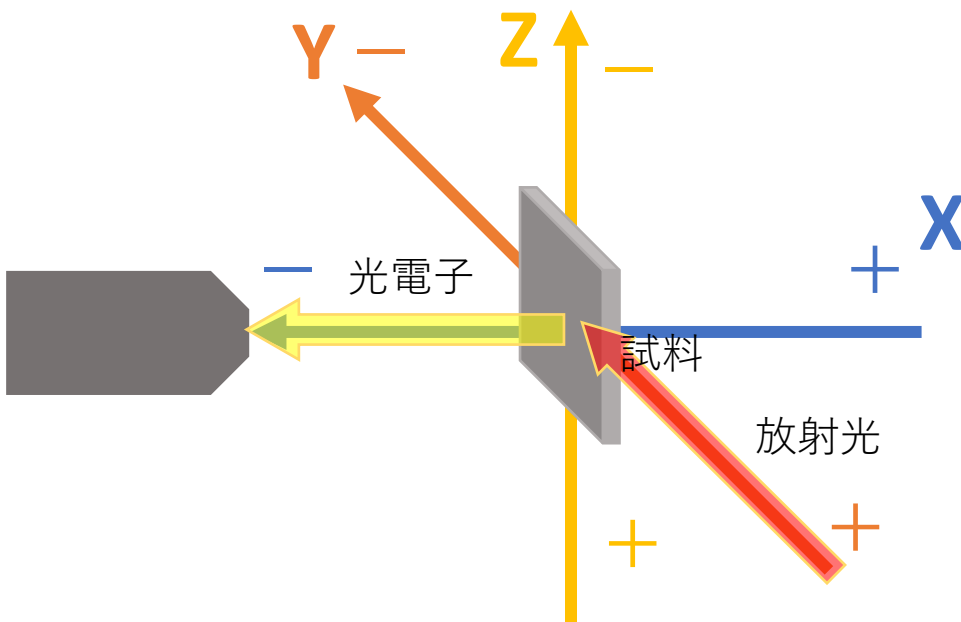
< 上面図 >

$\theta = -45^\circ$
(TOA = 45°)

$\theta = -88^\circ$ (TOA = 88°)



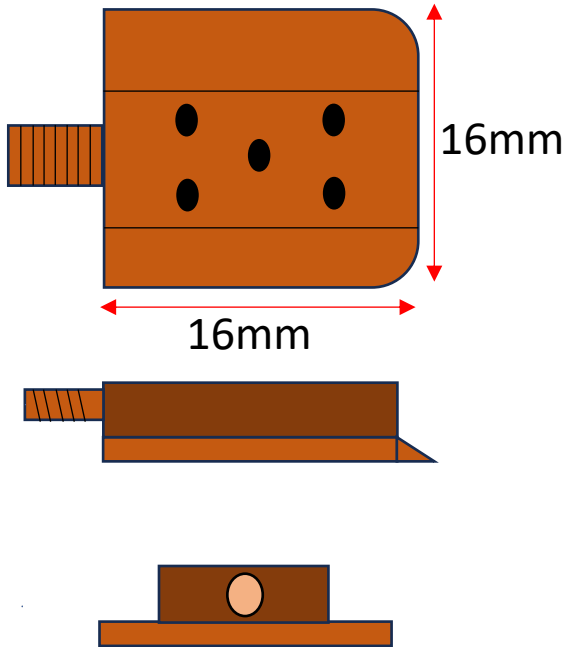
< 試料調整用カメラから見た図 >



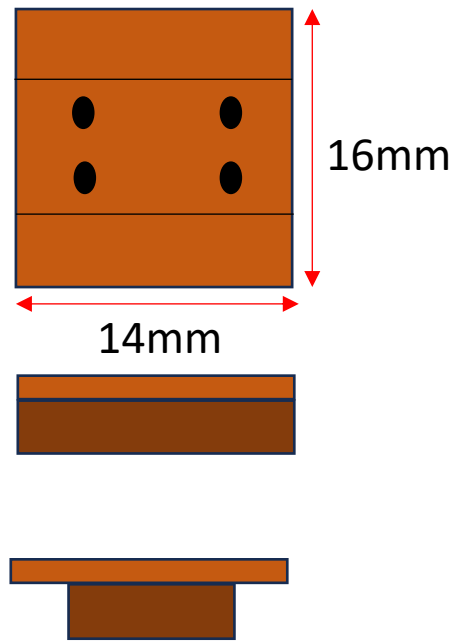
θ 軸回転により光電子のtake-off-angle(TOA)を調整する。
(試料面と θ 回転中心は一致しないため、X、Y軸の調整も必要。)

《サンプル取付》

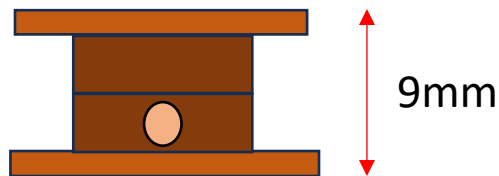
<サンプルキャリア土台>



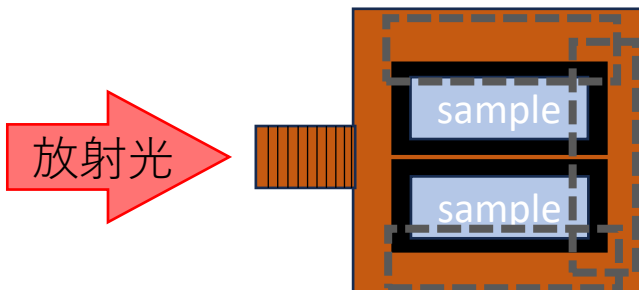
<サンプルキャリア>



①土台とキャリアをM2-8ねじで固定



②カーボンテープ等の導電性テープでサンプルを固定
(放射光と並行になるようにマウントすること)

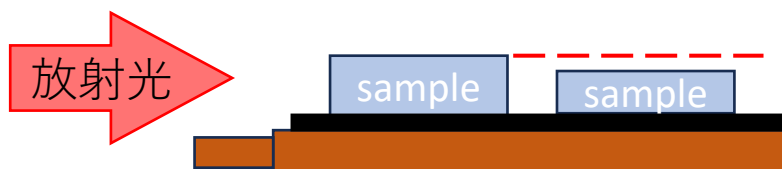
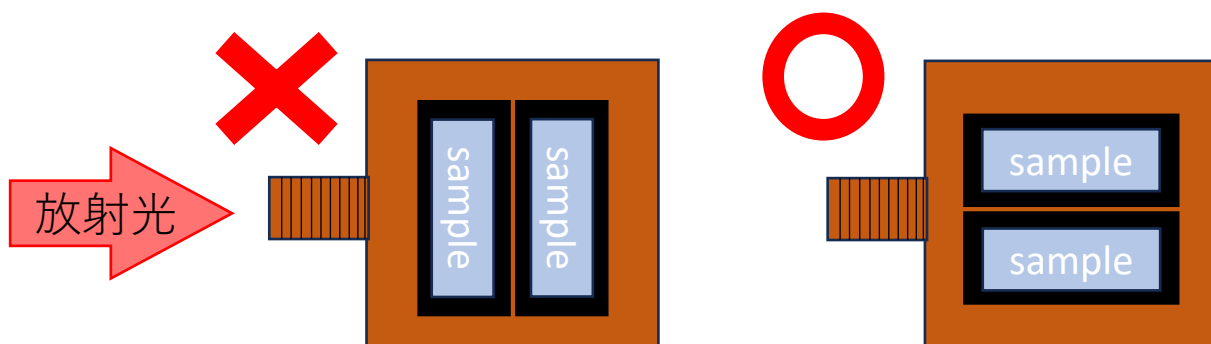


※導電性が不安な場合は、
サンプルの端にキャリアとつなげるように
カーボンテープを被せる

《サンプル取付チェックリスト》

□ 導電性は確保されていますか
(導電性が確保されていないとチャージアップの原因になり、測定できない可能性があります)

□ サンプルをビームに対して平行に並べていますか
(ビーム直行方向に並べると、厚みの違うサンプルなどの場合、放射光が当たらず、測定できない可能性があります。)



□ カーボンテープを試料搬送用ねじ側に貼っていませんか
(試料搬送用ねじ側にカーボンテープを貼ると、放射光が当たりづらくなります)

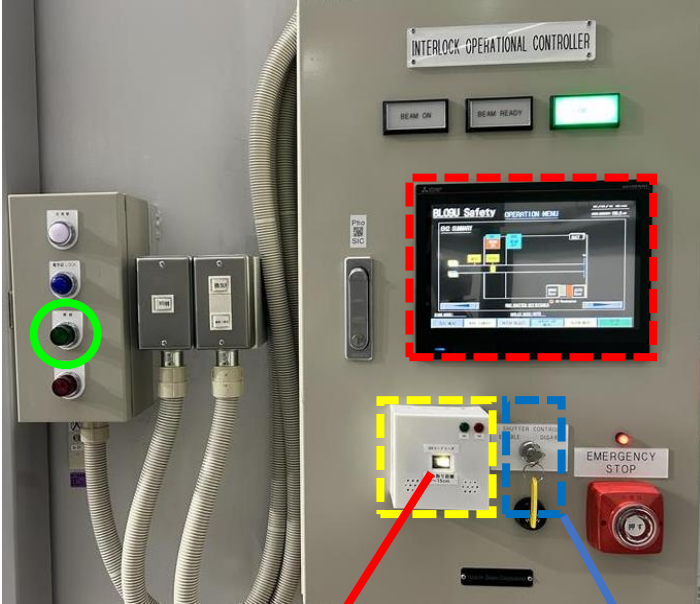


《実験ハッチへの入室》

＜実験前の場合＞

下記作業の④のみを行う。

＜実験後の場合＞



- ① **DSSb** をタッチ。
- ②  ⇒ **ENTER** の順にタッチし、DSSを閉じる。
- ③ コントロールキーを **ENABLE** から **DISABLE** に回す。
※キーを取り外さない事
- ④ バッチのQRを読み込ませ、自動扉開ボタンを押す。
※開ボタンが緑色に点灯する

✓ QRを読み込ませるときは、センサーから10cm程度離すと反応しやすい。



※非常停止(ビームダンプ)ボタンは、ハッチ内に閉じ込められたなどの緊急時以外では、絶対に押さないこと。(全BLでビームが使えなくなります。)

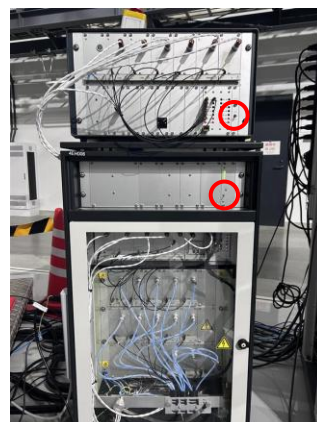
《分光器の電圧設定》

※アナライザーの電源がON(実験後)の場合は、必ず以下の作業を行った後に、サンプルトランスファーを行うこと。
(分光器に電圧をかけたままトランスファーを行うと、真空度の差によって、放電が起きる可能性があるため。)

降圧&測定系立ち下げの手順下記作業と平行して、マニピュレーターのX, Y, Z, θ 軸を試料交換位置に戻す。ソフトの操作方法は、「測定マニュアル」のp.5を参照。

SES→**Calibration** → **voltage** から

- ① **Element = MCP** を選択
→ **Element Voltage = 1460 V** → **100 V**
(数値打ち込み後 <Enter>)
- ② **Element = Screen** を選択
→ **Element Voltage = 3600 V** → **100 V**
- ③ **Element = UP** を選択
→ **Kinetic Energy = 実験時に使用した値** → **500 V**
- ④ Programから「**OK**」 → 「**save**」
- ⑤ Analyzer Control Box のHV(ハイボルテージ)のトグルスイッチ(上下)をOFFにする。
※HVスイッチをOFFにする前にSESプログラムを終了しないこと。
- ⑥ SES プログラムを終了する。
「**File**」 → 「**exit**」



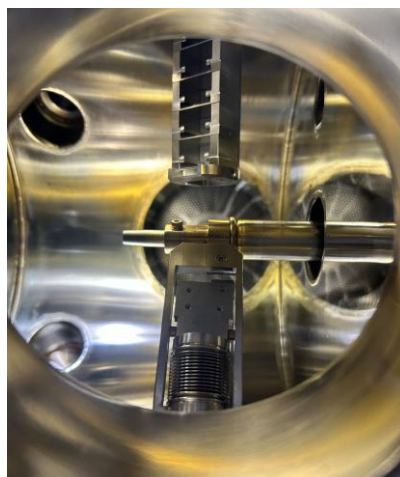
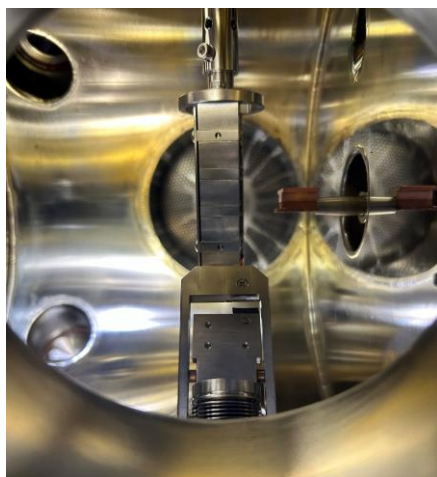
《サンプルトランスファー》

【サンプル取外し】

実験後は以下の作業から。実験前はサンプル交換2から。

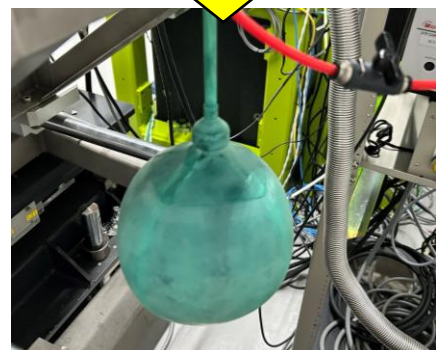
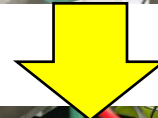
[LL：ロードロック，Prep：プレパレーションチャンバ，Main：メインチャンバ]

- ① Prep⇔Main間のGVを開ける。
- ② Mainからサンプルキャリアを取り出し、サンプルバンクへトランスファー。
※サンプルキャリアは最後までねじ込んでから取り出すこと。
※トランスファーロッドは引き切ること。
- ③ サンプルバンクを最上部まで退避させ、次のサンプルキャリアを引き抜く。
※サンプルキャリアが複数の場合、②,③の繰り返す。
- ④ すべてトランスファーし終わったら、Main⇔Prep間のGVを閉め、Prep⇔LL間のGVを開ける。
- ⑤ サンプルバンクをトランスファーベッセルに戻し、トランスファーロッドは最上部まで退避。
※トランスファーロッド、サンプルバンクの取り扱いは、【P.10 サンプル導入】を参照。

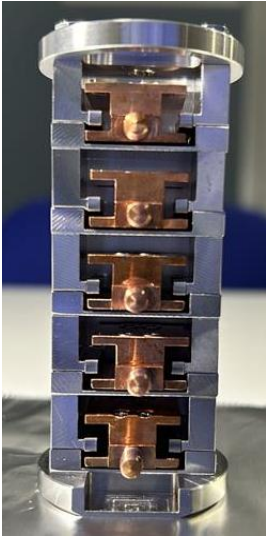


【サンプル交換1】

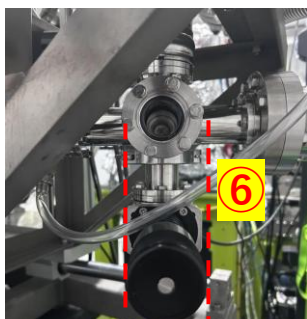
- ① LL⇔Prep間のGVが閉まっていることを確認。
- ② LLのスクロールポンプ⇔ターボポンプのバルブを閉じる。
- ③ 下図①→②の順でボタンを押すと、ターボポンプの回転数が落ち始める。
- ④ ③の[FIL]ボタンを押し、真空度の表示をOFFにする。
- ⑤ LLのリークポートに接続されている窒素ボンベ用チューブのバルブ④を「開」にする。
⇒風船が膨らんだら、バルブを「閉」にする。
- ⑤ 回転数が50%を下回ったら、リーク弁を時計回りにゆっくり開け、ロードロックを大気圧にする。
- ⑥ トランスファーベッセルを取り外す。



【サンプル交換2】



- ① サンプルバンクにサンプルキャリアを詰め、M5ボルトを取り付け、サンプルバンク底の切られている面をゲートバルブの反対側に向け、ベッセル内へ入れる。
- ② M5ボルトを締める方向に回し、上右図の溝にサンプルバンクがはまり、回転しないことを確認。
- ④ M5ボルトを外し、LLまで運ぶ。
※トランスファーベッセルを傾けないこと。
- ⑤ トランスファーベッセルをNW40クランプで、下図⑥のようにロードロックに取り付ける。
- ⑥ トランスファーベッセル⇔LL間のGVを開ける。
- ⑦ 真空引きを行う。
(ドライポンプ⇔ターボポンプ間バルブを開け、ターボON)



バルブとViewポートの向きを合わせる



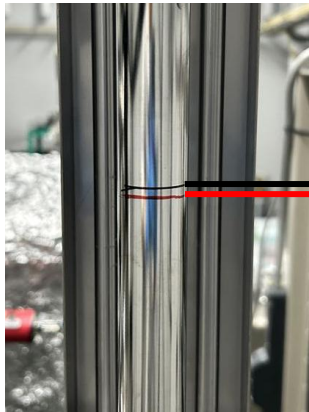
【サンプル導入】

① 真空度を確認。(5.0E-4Pa以下であればOK)

② Prep⇔LL間のGVを開け、トランスファー開始。

③ 持ち手を黒い線まで降ろし、ロッドをねじ込む。

赤い線まで持ち手が下りたところで、最後までねじ込まれ、持ち手が回らなくなる。その後、Prepチャンバへ持ち上げる。



バンクがトランスファーベッセルの溝にはまっていて、ロッドにねじこまれていない

バンクがトランスファーベッセルの溝にはまっていて、ロッドにねじこまれている

※持ち手が黒い線より上にある場合、バンクが溝にはまっていないため、取付け・取外し不可。

④ Prep⇔LL間のGVを閉める。

⑤ サンプルバンクの高さを調節し、サンプルキャリアをPrepチャンバ右側のロッドで掴み、引き抜く。

⑥ サンプルバンクを最上部まで退避させる。



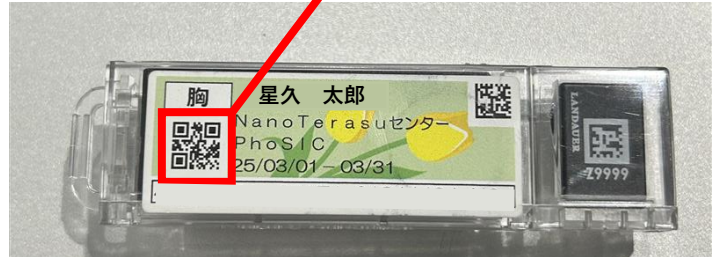
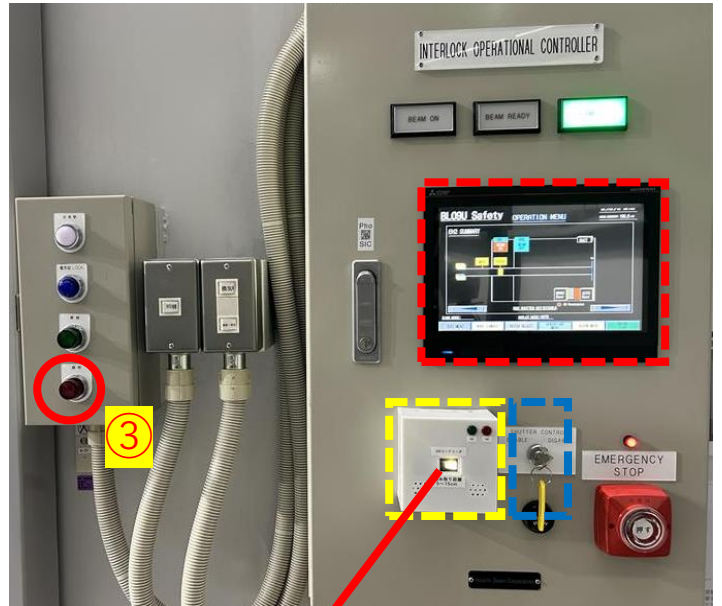
⑦ Main⇔Prep間のGVを開け、Mainのマニピュレータへ導入する。
※サンプルキャリアをサンプルが見える方向へ回転させる。

⑧ すべてのサンプルキャリアをMainチャンバーへ導入後、Main⇔Prep間のGVを閉める。

サンプルキャリアが複数個ある場合は、⑤~⑦を繰り返す。

バンクがロッドについている時はねじが緩む方向(反時計回り)に回さないこと。

《実験ハッチから退出と放射光の導入》




✓ QRを読み込ませるときは、センサーから5~10cm程度離すと反応しやすい。

<実験ハッチ退出シーケンス>

- ① 実験ハッチ内の **EXIT** ボタンを押す。
- ② 警報音が鳴ったら、ハッチから退出する。
- ③ 警報音の間隔が短くなったら、バッチのQRを読み込ませ、自動扉閉ボタンを押す。
※閉ボタンが赤色に点灯する
- ④ コントロールキーをDISABLEからENABLEに回す。
※キーを取り外さない事

<放射光の導入>

- ① **DSSb** をタッチ。
- ②  ⇒ **ENTER** の順にタッチし、DSSを開ける。