

2023/1/25更新

クライオクロスセクション ポリッシャー(CCP) 簡易マニュアル

光電子分光分析研究室

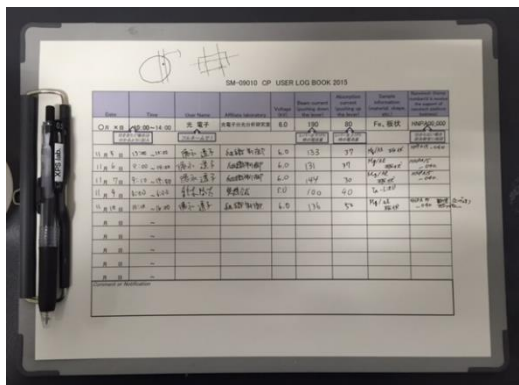
連絡先 鈴木啓太 内線6882
吉田すずか 内線6882

装置使用前に

以下のルールを守って下さい

- 研究室前室は土足厳禁です。ゴミはきちんと片づける
- 装置の故障、不具合を見つけたらすぐにスタッフに連絡
- 装置を乱暴に扱わない
- 研究室の物を勝手に持ち出したり、無くしたりしない
- 真空室内に導入するものは全て素手で触らない。備品を利用して汚した場合は自分で洗浄する
- CP試料載台や大気非曝露ホルダーを勝手に持ち出さない
- 精密平面研磨機(ハンディラップ)の使用についてはハンディラップのマニュアルを参照し、使用する研磨紙は各自で持ち寄る
- 精密切断機や真空加熱脱泡装置などの使用については事前にスタッフに許可を取って下さい
- 使用者が予約を取って、予約時間通り使用して下さい。予約のキャンセルは前日までです
- 深夜早朝祝休日に使用する場合、使用中のトラブルは全て貴研究室の責任で対応して下さい。緊急連絡先は研究室入口ドアの横に記載してあります
- 装置利用について自分の指導教官に知らせておく
- 初めて使う方は事前にスタッフに連絡を取って、講習を受講する
- クライオ機能を使う場合、予めスタッフまで連絡し、液体窒素の補充スケジュールを確認する
- クライオ機能は大型試料回転ホルダー、位置調整ホルダー、試料載台ホルダーには使用出来ません。ホルダーの選択を間違わないで下さい
- 遮蔽板(磁性、非磁性)は持ち込みか、または施設から購入してもらいます。施設から購入の際は事前にスタッフまでご連絡下さい
- G2樹脂など消耗品の使用についてはスタッフまでご連絡下さい

装置使用の前に



使用記録簿に名前や時間等を記入して下さい。予約時間とずれ込む場合は必ず先に予約を変更して下さい



CCP BOX

必要な道具類はCCPボックスの中に入っています。またホルダー類などはCCP本体隣のメタルラックにあります。ケースから必要なホルダーだけを取り出して下さい。使用後は必ず元のケースに戻して下さい。ホルダーなどの道具類を素手で触らないで下さい。手袋をして作業して下さい



液体窒素

クライオ機能を使用する場合、予めスタッフまで連絡して下さい。液体窒素の補充スケジュールを確認の上、装置予約をして下さい



CCP用遮蔽板

遮蔽板は各自持ち込みです。貴研究室で手配してもらうか、当施設から消耗品として購入してもらいます。購入の場合はスタッフまで事前にご連絡下さい

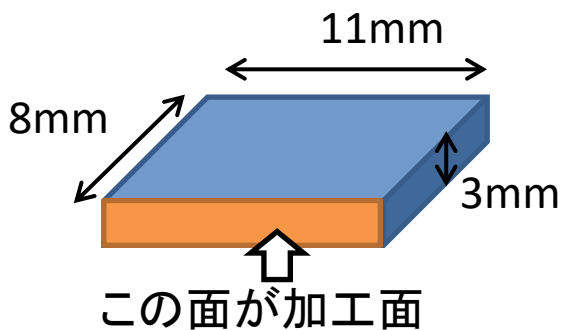
日本電子カタログよりCCP用遮蔽板

パーツNo.: 804448248 規格: 遮蔽板(L) (1枚10,000円程度)

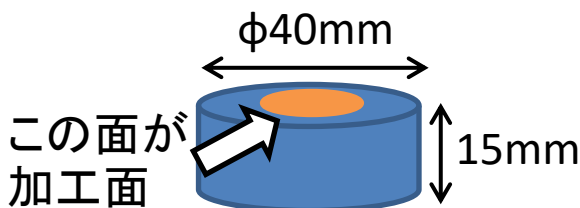
パーツNo.: 804437742 規格: 磁性 (1枚8,000円程度)

試料の前処理(必要な場合)

ノーマルホルダーの場合



回転ホルダーの場合



CPに搭載出来る試料の形状は基本的に板状です。最大サイズはホルダーの種類によります。大きい場合は切り出して下さい。特殊な形状の試料の場合はスタッフにご相談下さい

断面加工

- ・ ノーマルホルダー(磁性、非磁性): 11mm × 8mm × 厚み3mm
- ・ 大型ホルダー: 20mm × 7mm × 厚み3mm
- ・ 試料載台ホルダー: 11mm × 8mm × 厚み2mm
- ・ 位置調整ホルダー: 11mm × 8mm × 厚み3mm
- ・ 大気非曝露ホルダー: 11mm × 8mm × 厚み3mm

ノーマルホルダーなどへの取り付けは奥行きが最小4mmほどないとクリップでの固定が出来ません

表面加工

- ・ 大型試料回転ホルダー: 直径40mm × 厚み15mm
- ・ 樹脂包埋試料の場合: 直径25.4mm × 8~16mm



小型精密切断機(リファインテック、RCB-961)

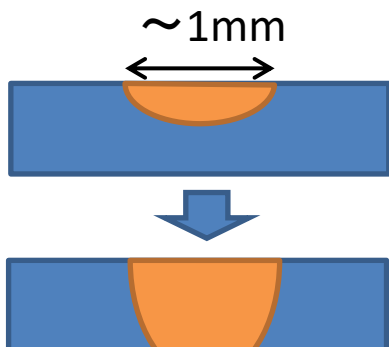


卓上切断機(リガク、RC-120)

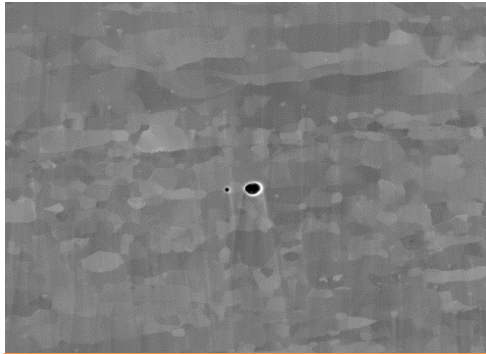
研究室には切断機があります。切断の際にご利用下さい。ただし、**スタッフから事前に講習を受けて下さい**

CPでは1mmほどの横幅で、機械研磨によるだれや加工変質層のない、SEM/EBSD/AESに適した綺麗な断面が作成出来ます

←のように上部からお椀状に徐々に削れていきます。時間をかければ下まで貫通します

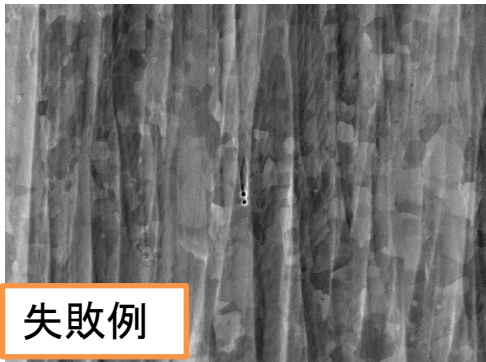


試料の前処理(必要な場合)



成功例

(ただし断面にビーム痕の起点になる穴がある為そこからビーム痕が生まれている)



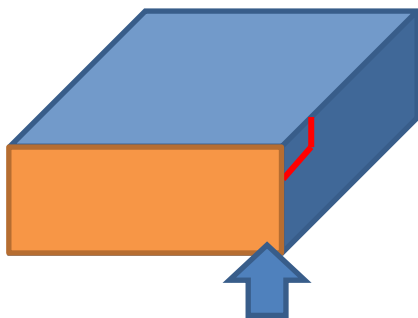
失敗例

CPで作成する断面にはAr⁺ビームによる縦筋状のビーム痕が出来ます。これを低減させるには

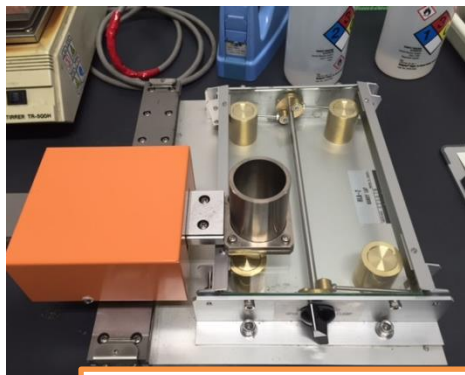
- サンプルの上面側と断面側の面の凹凸を出来るだけ平滑にする
- 試料の上面側が遮蔽板とピッタリ接着するよう、上面の平行を出す
- 加速電圧を下げてゆっくり削るという処理をします

面の凹凸の処理については最低でも研磨紙 #800以上で仕上げてください。精密平面研磨機(ハンディラップ)を使うと上面・断面を平行に研磨出来ます

使う場合はハンディラップのマニュアルを参照して下さい



断面作成面と上面が直角
上面下面が平滑であることが望ましい

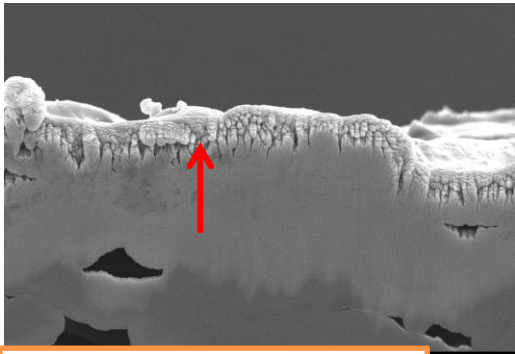
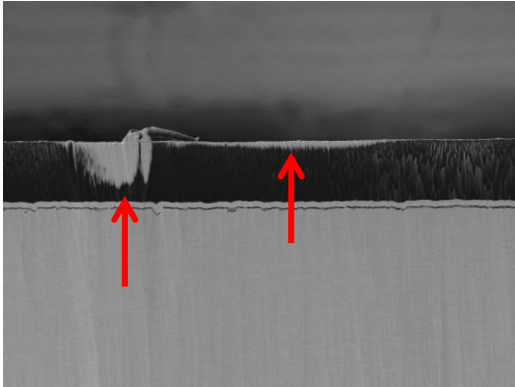


ハンディラップ



CP用ホルダー

試料の前処理(必要な場合)



CPでは綺麗な断面を作成出来ますが試料のエッジ近傍(上面から100 μ mぐらい)は形が崩れたり、スパッタした材料の再付着が起きやすいです

上面側の凹凸を無くす為の研磨が行えない試料の場合(粉体・線状サンプル、表面側が観察対象であるなど)も含め、試料のエッジで綺麗な断面を作成する為には試料を樹脂埋めしてエッジを無くす必要があります

目的のエッジ近傍の表面をマニキュアなどを塗ってカバーし、裏側(表面側と反対の面)から削ることで、目的のエッジ近傍で綺麗な断面を作成出来る場合もあります

エッジの歪み・再付着



G-2 エポキシ
主剤(白) 硬化剤(黄色)

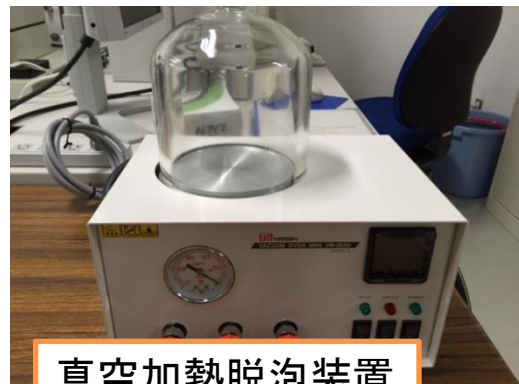
研究室ではCP用の樹脂G-2エポキシと真空加熱脱泡装置(VM-303D)の用意があります。利用されたい場合はスタッフにご相談下さい



テフロンテープ
スライドガラス

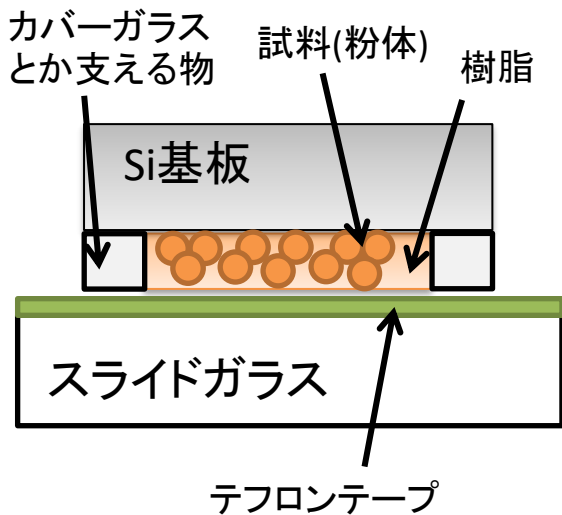


マニキュア
リムーバー



真空加熱脱泡装置

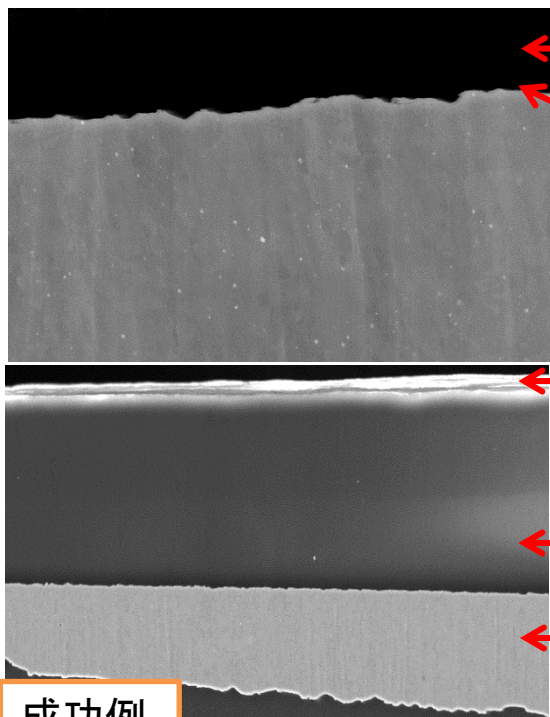
試料の前処理(必要な場合)



サンプル熱硬化前の固定の例

G2樹脂の使い方

- 主剤と硬化剤を**10:1**で混ぜてから真空脱泡
- 試料表面に塗布してから数分間真空加熱脱泡(**80°C**)
- 樹脂表面を平滑にする為、試料を反転させてテフロンテープに接着させる(左図)
小さい試料の場合はSiウエハーなど補助板に試料を固定させてから反転
- **90°Cで90分** or **120°Cで20分** 熱硬化させる
- 断面を研磨後、CPIにセッティング



樹脂層

表面のエッジ周辺も綺麗に断面が出来ます

エッジでの歪み・リデポを樹脂層が肩代わりする

樹脂層

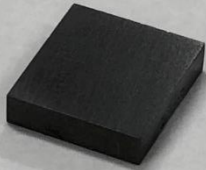
試料

成功例

とにかく凹凸のない、リデポの肩代わりになる表面保護膜を100μmぐらい用意出来ればなんでもいいです。または平滑な基板に試料を載せて固定している場合は基板側から削る事でリデポを防ぐ事も出来ます

熱に弱い試料は試料を金コーティングしてあげる事で加工中の熱が逃げやすくなります。また弱い加速電圧で長時間削るのが良いです。クライオ機能を使って加工する事や間欠照射機能も有効です

試料の前処理(必要な場合)

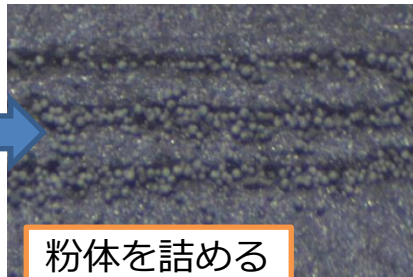


カーボンブロック
(カーボン水平試料載せ台)

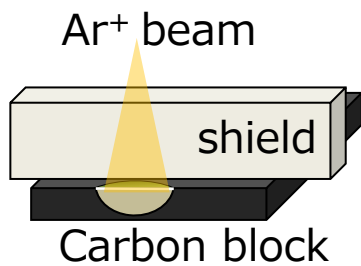
粉末試料の断面を作製したい場合、樹脂埋めをする以外にカーボンブロックの側面に切り傷を作って試料を直接埋め込む方法があります



スクラッチ



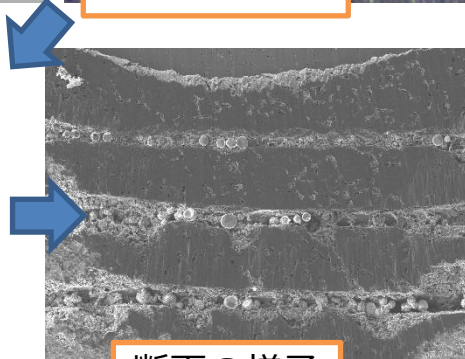
粉体を詰める



Ar⁺ beam

shield

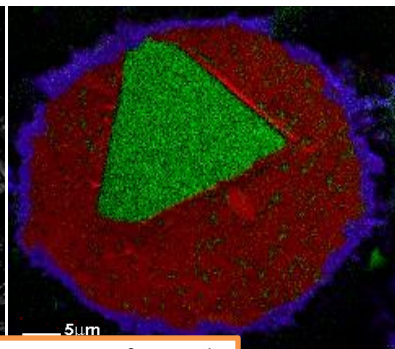
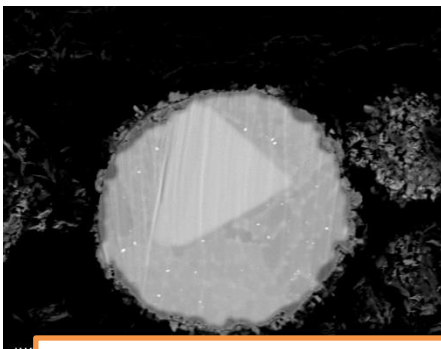
Carbon block



断面の様子

その他、比較的大きい粒であったり不定形の試料の場合は薄いSiウェハーに樹脂、接着剤、ワックスなどで張り付けて断面部を平滑になるよう研磨し、Siウェハー側から加工すると良いです

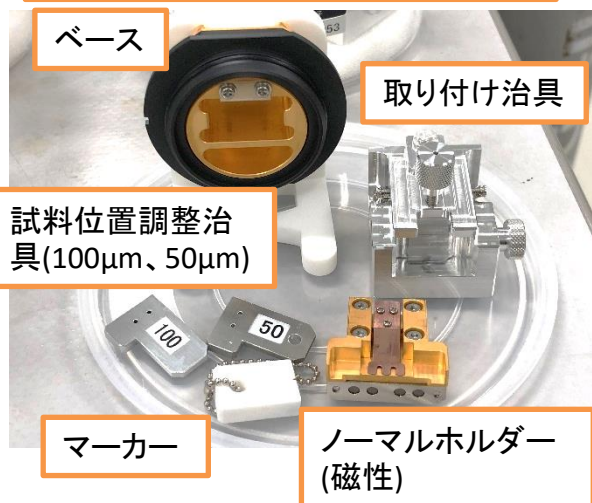
基本的に目的の層(物体)の反対側から削るようにしましょう



粒子の断面SEM像とAESマッピング

試料のセッティング(ノーマル、大型)

ノーマルホルダー(磁性)使用時



ノーマル&大型ホルダーケースから左図のものを用意します

搭載可能最大サイズは下記です

・ノーマルホルダー(磁性、非磁性):

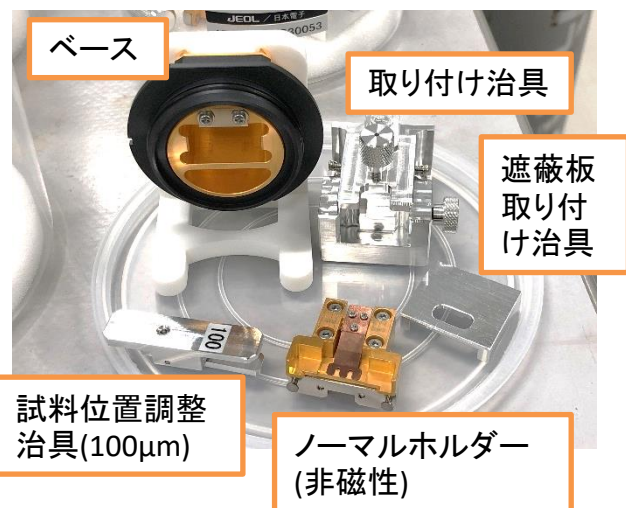
11mm × 8mm × 厚み3mm

・大型ホルダー:

20mm × 7mm × 厚み3mm

試料が小さすぎるとクリップで固定出来ません。その場合樹脂埋めや別の基板に固定して下さい

ノーマルホルダー(非磁性)使用時



遮蔽板には非磁性タイプと磁性タイプが存在します。作製断面の出来とは関係しません。磁性タイプの方が一般的には扱いやすいです

他、特殊なホルダーでは下記のタイプの遮蔽板が使えます

大気非曝露用: 非磁性、磁性

試料載台ホルダー: 磁性

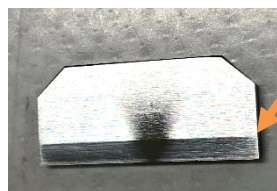
位置調整ホルダー: 磁性

大型ホルダー(磁性)使用時



必要な遮蔽板について持ち込み、または施設より購入して下さい。購入についてはスタッフにご連絡下さい

試料のセッティング(ノーマル、大型)

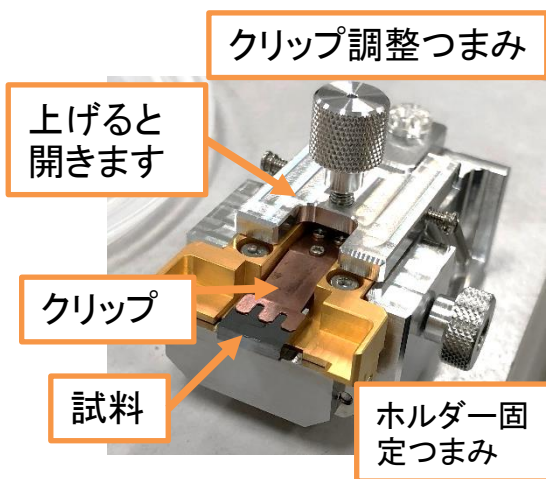


段差が見える方が表面

磁性体の遮蔽板をホルダーのマグネット部に取り付けます。**2段に見える方が表側**です

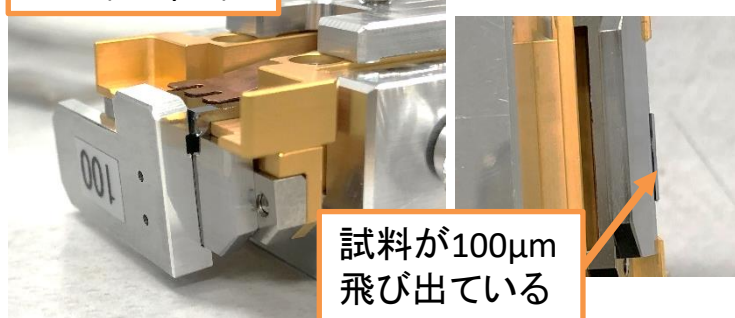
クリップ調整つまみ部を上を開いてからホルダーを取り付け治具にセットし、クリップ調整つまみ部を閉じます

クリップ調整つまみを右ネジに回すとクリップが開くので、試料を遮蔽板から少し飛び出すように間に差し込んで、またつまみを反対に回して挟んで下さい



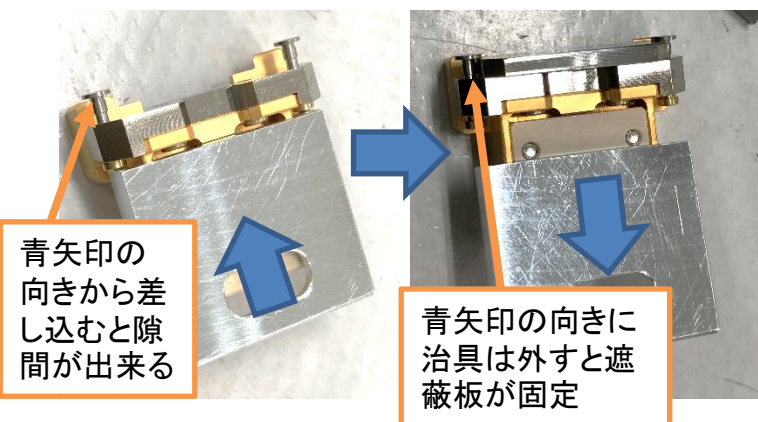
試料位置調整治具を左図のように遮蔽板に取り付けます(マグネット式)。すると試料が押し込まれ、100 μ m程度遮蔽板から飛び出すように調整されます

試料位置調整治具(100 μ m)



試料が100 μ m飛び出ている

失敗したらやり直します。断面形状が歪んでいると綺麗に100 μ mになりません。事前に研磨などを行って下さい

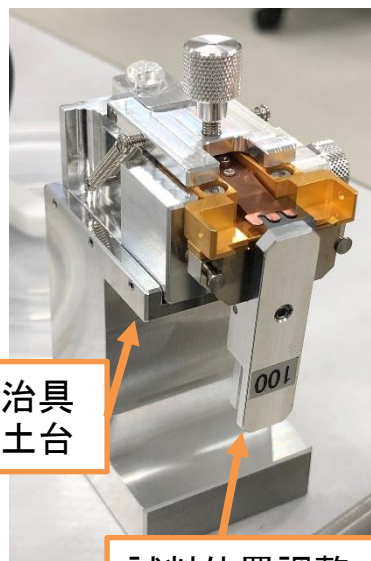


青矢印の向きから差し込むと隙間が出来る

青矢印の向きに治具は外すと遮蔽板が固定

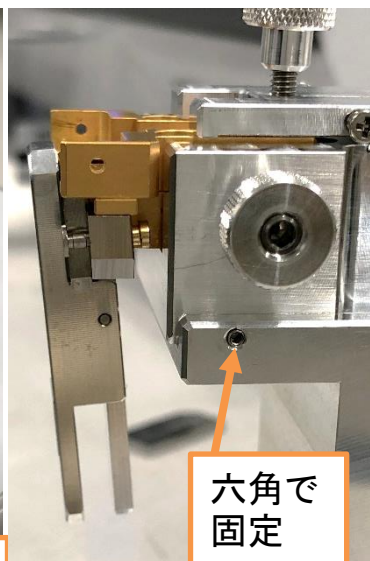
非磁性の場合は左図のように遮蔽板取り付け治具をホルダーにセットし、遮蔽板を載せてから治具を取り外すと固定出来ます

試料のセッティング(ノーマル、大型)



治具土台

試料位置調整治具(100μm)



六角で固定

取り付け治具



試料位置調整治具(マイクロメーター)



金属顕微鏡

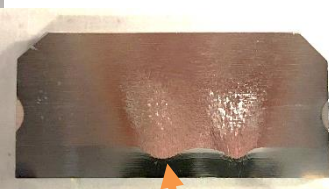
非磁性のノーマルホルダーの場合、クリップ式の試料位置調整治具を左図のようにセットします。予め取り付け治具を治具土台(CCP Boxにある)に載せておくとやりやすいです

50μm、100μmの飛び出し以外に細かい位置調整をしたい場合は試料位置調整治具(マイクロメーター)と金属顕微鏡を用いて、試料の飛び出し量を観察しながら、マイクロメーターを回して試料を押し込んで調整する事が出来ます

試料のセッティングが出来たら、左図のようにベースにホルダーを差し込みます



差し込む向きに注意！ベースのネジがある方が上側になります



この窪みが下まで来たら終了

なお、遮蔽板は消耗します。下部の段差がビームで貫通したらその場所は使えません。試料位置を変えれば数箇所使えます。8kVで6時間、6kVで15時間程度で貫通します

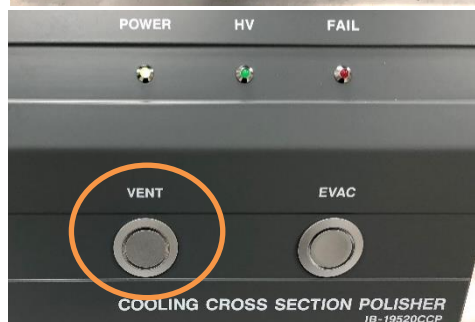
装置のセッティング(ノーマル、大型)



CCP電源は常にOnです。Offの場合Onに変えて下さい

次にVENTボタンを2秒ほど長押しし、チャンバを大気圧に戻します

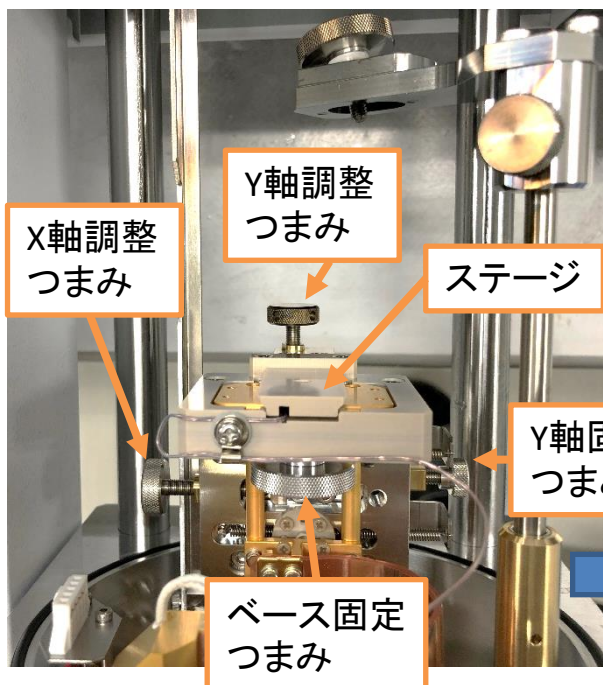
大気圧に戻ったらチャンバロックを外して扉を手前に引き出します



終わると点灯状態になる



チャンバロック



チャンバを開けたらベースをステージに設置し、ベース固定つまみを締めて固定します



上下の向き
注意！
遮蔽板が上

装置のセッティング(ノーマル、大型)



フォーカス
固定レバー

フォーカスつまみ

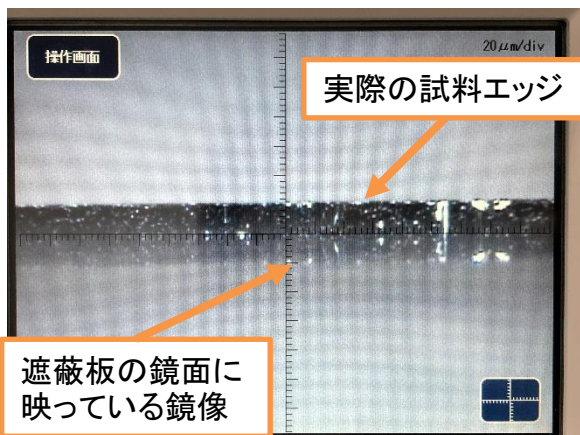
ベースをセットしたら顕微鏡を静かに立てて、画面でカメラタブを選択します。顕微鏡の左側にフォーカスつまみがあるのでフォーカスを調整し、試料を見ます

乱暴に扱わない！
関係ないつまみに
触れない！ズれます

X軸調整つまみで加工したい位置を画面中心に合わせます

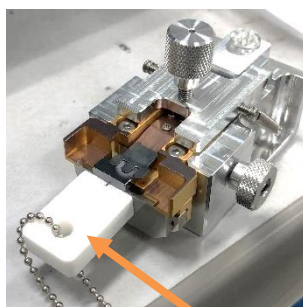
加工位置が分かりにくい場合はマーカー(磁性のみ)を取り付けておくと分かりやすいです

次にY軸調整つまみで鏡面反射で映っている鏡像との対称軸をスケールのX軸に合わせ、Y軸固定つまみで固定します。スケールは1目盛20 μ mです

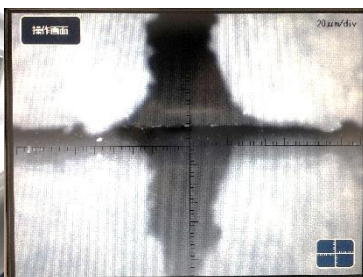


実際の試料エッジ

遮蔽板の鏡面に
映っている鏡像



マーカー(切れ込みを目的位置に合わせ、磁石で遮蔽板に取り付ける)



カメラでマーカーの切れ込み位置に合わせる。位置調整後はマーカーを取り外す！

位置の調整が出来たら顕微鏡を静かに寝かせ、チャンバーを閉めてチャンバーロックをかけ、EVACボタンを押して真空引きを行います

以降は「ビーム照射P.23-27」を参照

装置のセッティング(位置調整ホルダー)

位置調整ホルダー(磁性)使用時

ベース

取り付け治具

突き出し量
調整治具

試料位置調整
治具(100 μ m)

マーカ

位置調整
ホルダー
(磁性)

位置調整ホルダーを使用すると、ステージに載せた状態で試料の突き出し量を微調整出来ます。搭載可能最大サイズは **11mm × 8mm × 厚み3mm** です

ステージ上で突き出し量を基準値から ± 0.5 mm 調整出来ます

このホルダーはクライオ機能は使用出来ません。遮蔽板は磁性タイプです

上げると
開きます

クリップ調
整つまみ

クリップ

突き出し
量調整
つまみ

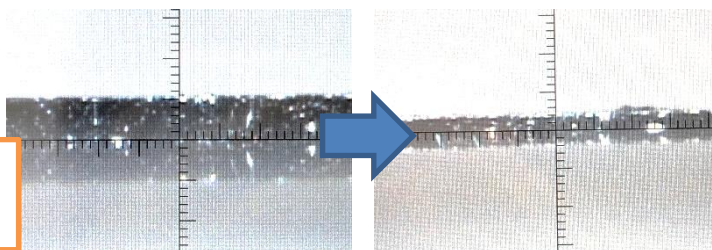
ホルダー固
定つまみ

試料の取り付けやステージへのセット方法などはノーマルタイプと同様です。「装置のセッティング(ノーマル、大型)P.9-13」を参照して下さい。試料位置調整治具(100 μ m)を使って一旦突き出し量を100 μ mに調整しておきます

ベースをステージに固定後、カメラで試料エッジを確認し、突き出し量調整治具でつまみを回すことで位置が調整出来ます。以降は[ビーム照射P.23-27]を参照

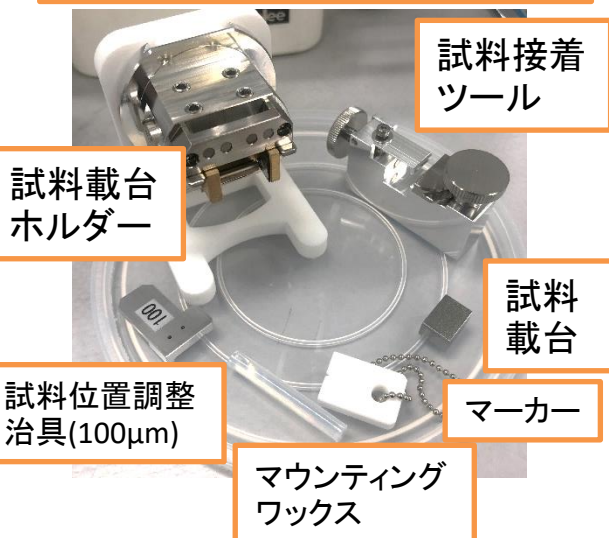


突き出し量
調整の様子



装置のセッティング(試料載台ホルダー)

試料載台ホルダー(磁性)使用時

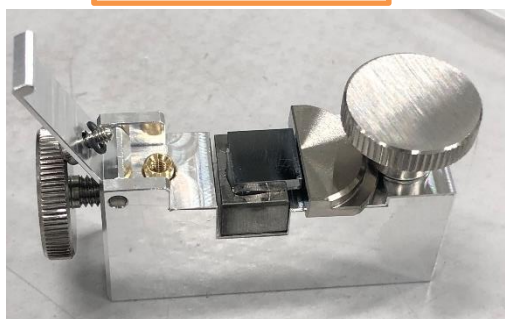
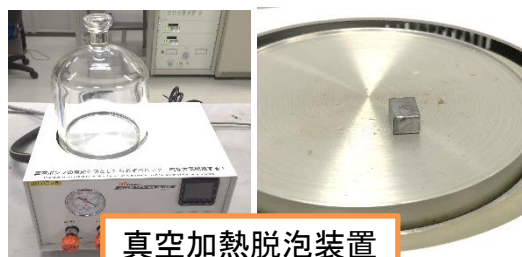


CP用の試料載台に試料を接着させたものをホルダーに搭載し、CCPで加工を行う事が出来ます。突き出し量を試料載台端面から2mmの範囲で調整出来ます。搭載可能最大サイズは**11mm × 10mm × 厚み2mm**です

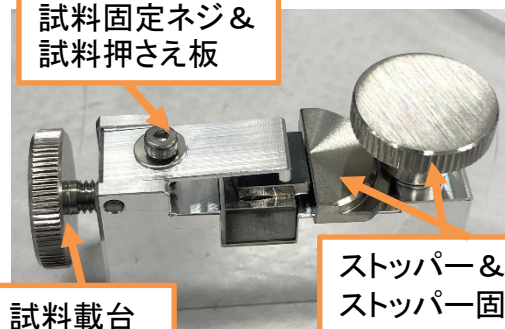
このホルダーはクライオ機能は使用出来ません。遮蔽板は磁性タイプです

試料接着ツールの使い方

1. 真空加熱脱泡装置で試料載台を120度に加熱し、マウンティングワックスを塗る
2. 試料載台を試料接着ツールに載せて固定ネジで留める
3. 試料押さえ板を開けて加工したい断面がストッパーに接触するように試料を置く
4. 試料押さえ板を閉じ、ネジで固定
5. 試料接着ツールごと120度で3分ほど加熱
6. 試料接着ツールを冷まして試料を取り出す

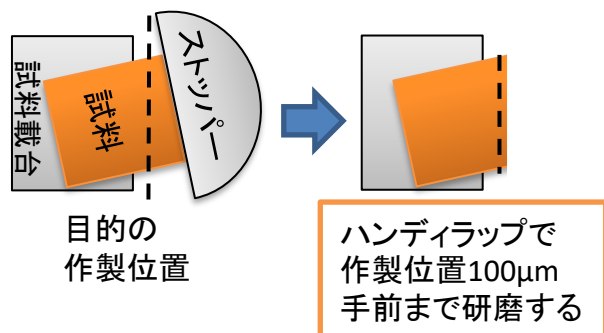


試料固定ネジ & 試料押さえ板



試料載台は使用後再び加熱して試料を剥がし、アセトンで洗浄して戻してください

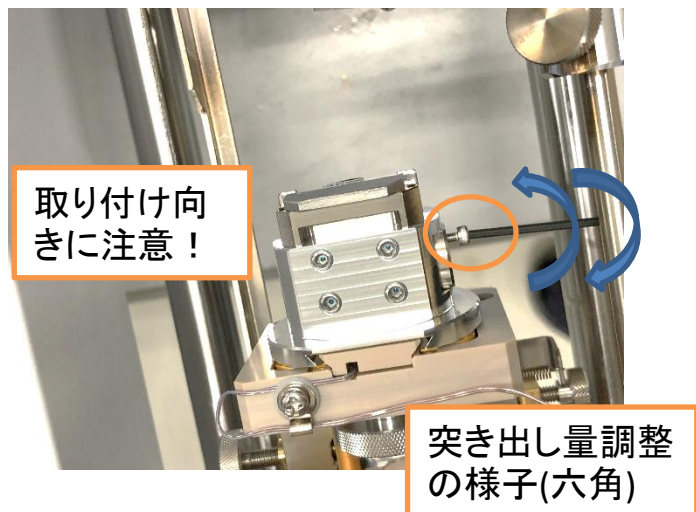
装置のセッティング(試料載台ホルダー)



ストッパーの向きを調整することで試料の取り付け角度を調整出来ます。断面作製したい位置を調整するのに便利です

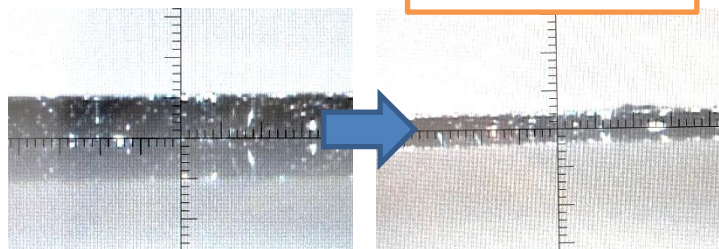


ホルダーの固定レバーを押しながら試料をホルダーに設置します。試料載台固定ネジで固定します。遮蔽板をホルダーに設置します



このホルダーをそのままステージへセットします。ステージへのセット方法などはノーマルタイプと同様です。「装置のセッティング(ノーマル、大型)P.9-13」を参照して下さい

カメラ画像を見ながら左図のネジを回すことで、試料の突き出し量の調整が出来ます。以降は「ビーム照射P.23-27」「加工終了後P.28」を参照して下さい



装置のセッティング(大気非曝露ホルダー)

大気非曝露ホルダー(非磁性)使用時

キャップ

キャップ
押さえ

ベース

遮蔽板取り
付け治具

試料位置調整
治具(100 μ m)

ホルダー

リーク
ネジ

大気非曝露ホルダーを使用する事で試料導入から回収まで大気曝露せずに輸送出来ます

ホルダーを持ち出して試料セッティングする場合は必ずスタッフに許可を得て下さい

ホルダー本体は非磁性ノーマルホルダーと同じものです。磁性タイプを使用する場合はノーマルホルダーのケースから取り出して下さい

搭載可能最大サイズは11mm×8mm×厚み3mmです。必要に応じてノーマルホルダーのケースから取り付け治具、CCP BOXから治具土台を用意して下さい

グローブボックスなどで試料と遮蔽板の取り付けを行います。ホルダーへの取り付け方法は「装置のセッティング(ノーマル、大型)P.9-13」を参照

ホルダーをベースに設置後、溝の位置を合わせてキャップを取り付けます

ホルダーの
向きに注意

治具土台

取り付け
治具

合わせ位置

試料輸送中にキャップが外れないようにキャップ押さえを左図のようにつけておきます

装置のセッティング(大気非曝露ホルダー)



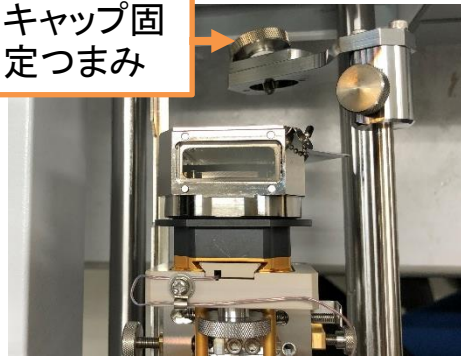
3方バルブ
(通常、大気リーク)



3方バルブ
(Arガスリーク時)

装置裏にある3方バルブを左図のように切替します。リーク時にArガスが導入されます

キャップ固定つまみ

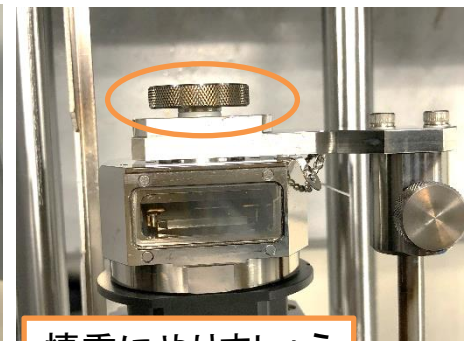


キャップ押さえを外してベースをステージに取り付けます。ステージへの取り付けは「装置のセッティング(ノーマル、大型)P.12-13」を参照して下さい

キャップの観察窓カバーを外し、顕微鏡を静かに立てて試料を観察しながらX軸、Y軸を調整します



開閉ノブ



慎重にやりましょう

チャンバー扉の開閉ノブをCLOSEに矢印を合わせつつ手前に引き出し、キャップ固定つまみをキャップのネジ穴に取り付けます

開閉ノブがCLOSEになると操作画面のVESSEL CLOSEが赤色に変わります。CLOSE中はビーム照射出来ません

取り付け後、顕微鏡を立てて扉を閉めます。必ず観察窓カバーをキャップに取り付けてからチャンバーを閉めて下さい。チャンバーロックをかけてEVACボタンで真空引きを行います 18

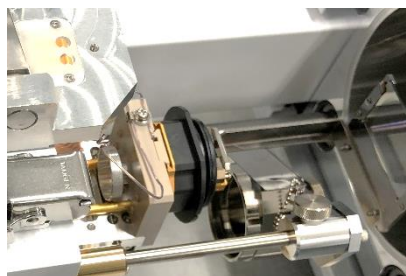


赤いと加工出来ません



観察窓カバーを付ける際にチェーンが絡まないように注意

装置のセッティング(大気非曝露ホルダー)



チャンバー内でこのように
キャップが外れます

十分真空引きを行い、 10^{-4} Paオーダーに到達したら開閉ノブを慎重に押し込んでからOPENに切り替えます。キャップが外れます

以降は「ビーム照射P.23-27」を参照して加工を行って下さい

加工後の取り出し

「加工終了後P.28」を参照して下さい。加工が終了し、室温に戻ったらVENTボタンを2秒間押します。

VENTボタンが1秒間隔点滅するのが1分続きます。その後、VENTボタンが**8秒間だけ高速で点滅**します。その間に開閉ノブを操作(CLOSEに変えて引き出す)すると、アルゴン雰囲気ですり減らされた状態で試料を封入出来ます。この封入がお勧めです

その後VENTボタンは点灯状態に変わります。このタイミングで開閉ノブを操作して封入すると大気圧でのアルゴン封入になります

チャンバーロックを外してチャンバーを開けたらキャップ固定つまみを慎重に外し、開閉ノブをまた押し込んでOPENに変えます

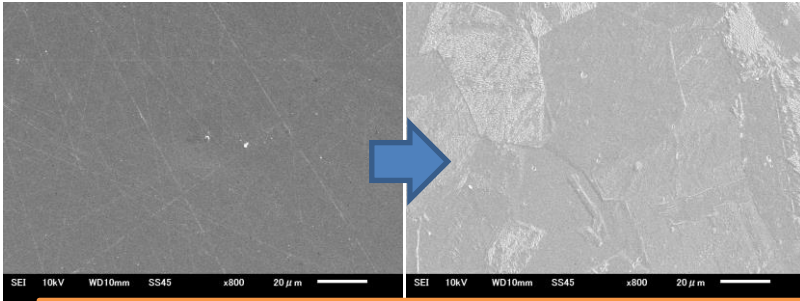


リークネジもグローブ
ボックスに持ち込む

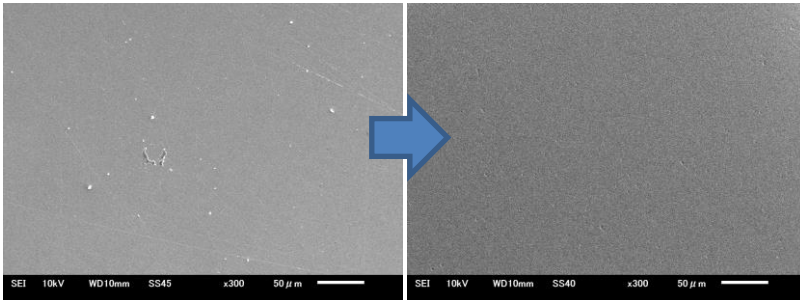
あとは「終了作業」の3番から作業を続けます。試料はキャップ押さえを取り付けてグローブボックスへ輸送します。グローブボックスでキャップを開ける際、減圧したキャップ内をリークするリークネジを左図のように取り付けると、リークが出来てキャップが外せます

使用後は速やかにホルダー類を返却して下さい

装置のセッティング(大型試料回転ホルダー)



SUS鏡面研磨試料 70度傾斜 5kV 10min加工後の様子



SUS鏡面研磨試料 80度傾斜 4kV 15min加工後の様子

大型試料回転ホルダーにより、試料表面の加工が行えます。傾斜条件や照射条件を変える事により、効果が変わります。機械研磨後の仕上げ加工(研磨傷や砥粒、歪層の除去)、選択エッチングによる組織の強調が行え、SEM観察やEBSD測定の前処理として有効です

目安の加工条件(基本的に試料によります)

- ・表面の微細傷の除去
加速電圧:3~5kV 傾斜角度:60~80 時間:5分程度
- ・鏡面研磨後の加工歪層の除去
加速電圧:3kV 傾斜角度:80~90 時間:3~5分
- ・選択エッチングによる凹凸作製
加速電圧:3~5kV 傾斜角度:0~60 時間:試料による

左図のものを用意します。搭載可能最大サイズは**直径40mm × 厚み15mm**です
試料高さ調整板が2種類あり、10mm用だと厚み**8~12mm**、15mm用だと厚み**12~16mm**まで調整可能です

大型試料回転ホルダー使用時

ホルダー

センタリングツール
(磁石)

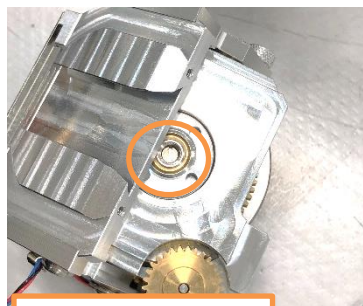
試料高さ調整板

クランプ
(磁石)

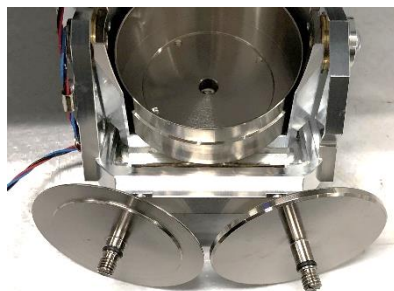
また**1インチ(φ25.4mm)**の樹脂包埋試料であれば左図のクランプを使用して簡単に固定出来ます(厚みは上記の通り)

平板試料などで厚みがない場合はSEM用試料台を使用してテープなどで固定します

装置のセッティング(大型試料回転ホルダー)

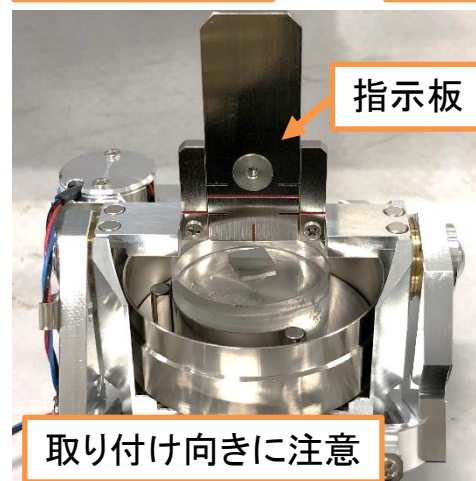


高さ調整ネジ



左:15mm用 右:10mm用

試料高さ調整板の高さを調整する、または板を取り外す場合は左図のホルダー裏面のネジを回します

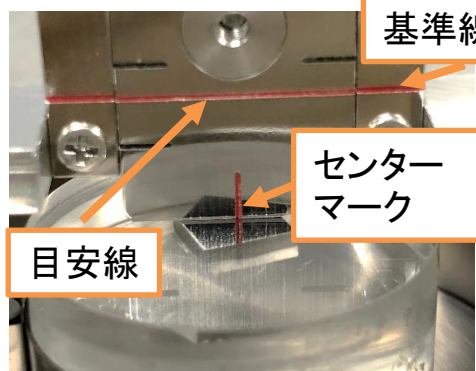


指示板

取り付け向きに注意

調整板の上にクランプを取り付けた試料を磁石で設置し、センタリングツールの指示板を少し浮かした状態でホルダーに取り付けます

指示板を下げて試料に当て、赤いセンターマークに加工位置が合うよう試料位置を調整すると共に、基準線と目安線が合うように試料高さ調整板の高さを調整して下さい(指示板を浮かしながら調整して下さい。擦ると試料に傷がつきます)

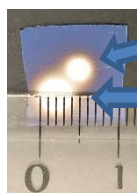


基準線

センターマーク

目安線

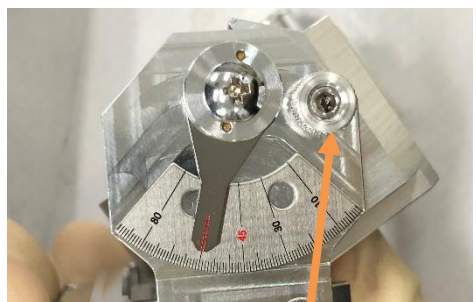
加工範囲は傾斜角度によります。



30度で2.5mmφ程度

60度で4mmφ程度

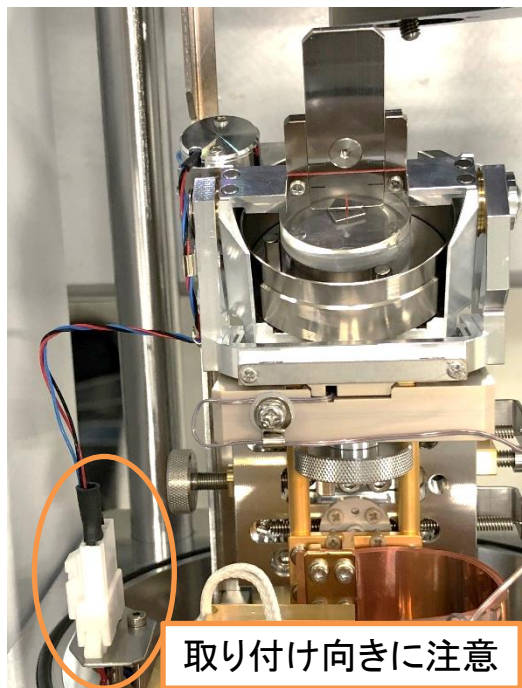
80度で10mmφ程度です。



傾斜角度固定つまみ(六角)

傾斜角度固定つまみを緩め、加工目的に合わせて傾斜角度を調整し、固定します

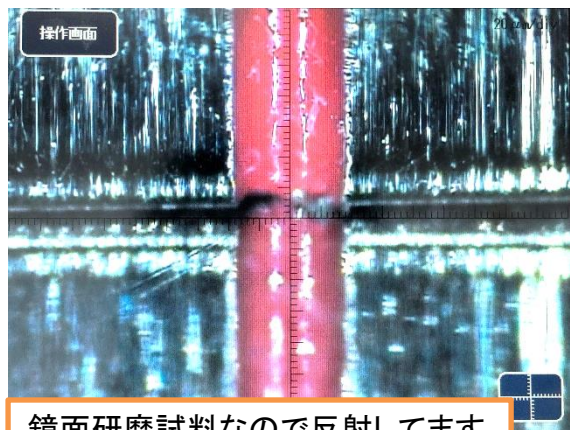
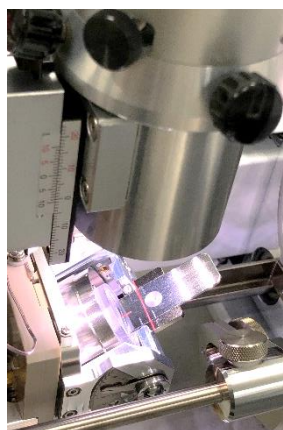
装置のセッティング(大型試料回転ホルダー)



「装置のセッティング(ノーマル、大型)P.12-13」を参照してチャンバーを開け、センタリングツールをつけたままステージにホルダーを取り付け、固定します

左図のコネクター接続部にホルダーのコネクターを接続します。**コネクターは丁寧に扱って下さい**

カメラ画面でセンターマークの位置が中心になるようにX軸、Y軸を調整します。X軸固定つまみを締めます



センタリングツールの指示板を上げてから静かに取り外します。カメラを倒し、チャンバーを閉めてチャンバーロックをかけたらEVACします



以降は「ビーム照射P.23-27」を参照して加工を行って下さい

加工後の取り出しは「加工終了後P.28」を参照して下さい。その際、**コネクターを外すのを忘れないで下さい**

コネクターを接続すると試料回転ホルダに表示が変わります。緑色にして下さい

ビーム照射(プリセットと自動開始)



細かい調整が必要ない場合、プリセットからビーム照射条件を選び、自動開始モードを使います。手動で条件を設定する場合は「ビーム照射(マニュアル、間欠モード)P. 25-26」を参照



真空引き中にプリセットタブを選択し、左の1(8kV), 2(6kV), 3(4kV)のどれかの条件を選択し操作画面に入力します

操作画面に戻り、タイマーを選択して加工時間を設定します

次に操作画面で自動開始モードを選択します



自動開始設定画面でOKボタンをクリックします。自動冷却開始ボタンが緑色になっている場合、冷却も行います。必要がない場合は自動冷却開始ボタンを押して白色にしてください。冷却を行いたい場合は冷却温度を設定してください



クライオなし。通常



クライオあり。右側全て緑色にし、温度を設定する

なおクライオ機能を使う場合は事前に職員に連絡して下さい。クライオ機能が使えするのはノーマルホルダー、大型ホルダー、大気非曝露用ホルダーのみです

ビーム照射(プリセットと自動開始)



操作画面に戻ったら自動開始モードが緑色に変わっています。開始を押すと自動開始モードがスタートし、 5×10^{-3} Paまで真空が引けたら自動でビーム照射を行います

停止する場合は停止ボタンを押します
クライオ機能ありの場合、冷却も始まり、指定温度まで到達したら(30分ほどかかります)ビーム照射が始まります

ビーム照射が始まったら照射電流量、吸収電流量を確認して、ログノートに記載して下さい

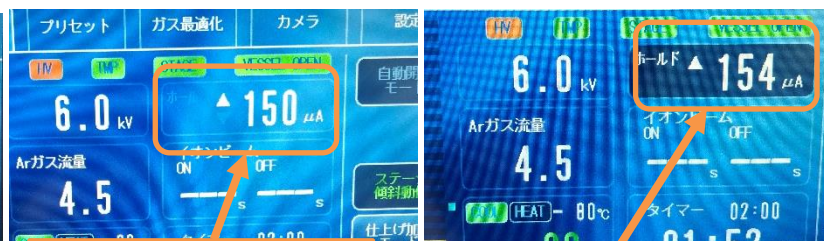


ビーム照射前
(クライオあり)



▼吸収電流量

ビーム照射中



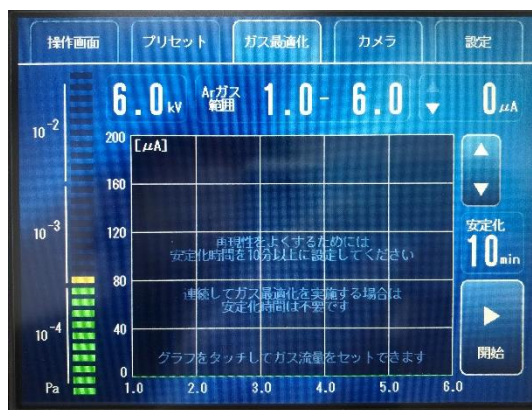
1タッチすると5秒間だけ▲照射電流量に変わります

2回タッチすると▲照射電流量でホールドします。ホールド中、試料は加工されません。もう一度クリックして元の状態に戻して下さい



仕上げ加工モードを選択して緑色にしておくと、加工後にさらに30分間低加速の間欠ビーム照射を行います。断面の仕上がりが良くなる場合があります

ビーム照射(マニュアル、間欠モード)



真空引き後、ビーム照射条件を自分で設定するために最適なArガス圧を探します

ガス最適化(オート)

5.0×10^{-3} Pa以下まで真空引き後、操作画面でガス最適化タブを選びます。ビームの加速電圧を設定し、Arガス範囲を加速電圧に合わせて設定したら(8kVで1.0-6.0、6kVで2.0-7.0、4kVで3.0-8.0推奨)、開始を押します



ここらへんが最適

10分間のガスパージ後にArガス範囲内の照射電流量のグラフが描かれます。照射電流量が最大となった少し先の、9割程度の出力となるガス圧値が最適です。最適値付近のグラフをタッチすると、その値が操作画面にセットされます



最適なガス圧をセット出来たら、操作画面で加速電圧、タイマーを設定し、開始を押して加工を始めます

マニュアルでクライオ機能をはめる場合は開始前に温度ボタンを押して冷却温度を設定し、温調開始を押して下さい。

クライオ機能を使用する場合は事前にスタップまで連絡して下さい。常温復帰も左の画面から手動開始出来ます。冷却温度に到達したら手動で加工を開始します



ビーム照射(マニュアル、間欠モード)

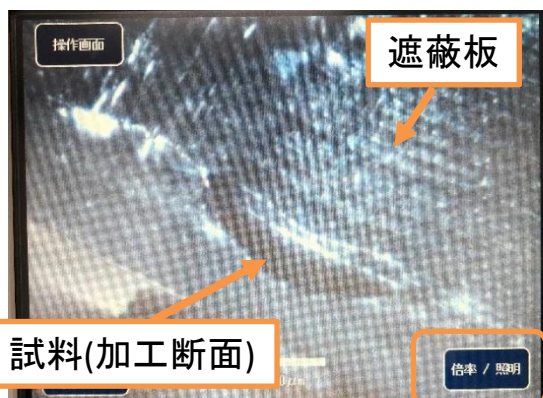
ガス最適化(マニュアル)

5.0 × 10⁻³ Pa以下まで真空引き後、加速電圧、タイマーを設定し、開始ボタンを押します。ビームを照射させたら電流計を2回タッチし、電流計を▲でホールドします。Arガス流量をタッチし数値を徐々に変えてみて最大出力のガス圧の少し先の、9割程度の出力になる値を見つけて設定します。電流計をタッチしてホールドを解除し、そのまま加工します



ビーム照射による断面へのダメージを軽減するためにイオンビームを間欠照射することができます。イオンビームON/OFFボタンを押し、照射ON秒数、OFF秒数をセットして下さい。開始ボタンで加工を始めて下さい

ビーム照射(加工中の試料観察)



加工中はステージが揺り籠のように回り続けます。カメラタブを選択すると、チャンバー内部の様子(加工断面)を見る事が出来、進行状況を確認出来ます。観察位置は装置左側面にあるマイクロメーターで移動させることが出来ます。FOCUSを回すとカメラの焦点も変更できます。倍率はx20~80まで変更可能です



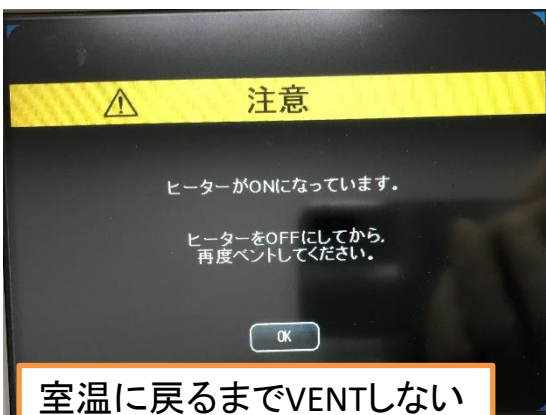
マイクロメーターを操作する際、空回り(回しても手ごたえがなく、位置や焦点が移動しない)が起きたらそれ以上回さず、逆向きに回し戻して下さい



観察が済んだら必ず操作画面に戻して下さい。観察画面を出しっぱなしで加工を続けるとカメラが損傷します

加工が終わったら「加工終了後 P.28」を参照して試料を取り出します

加工終了後



試料載台ホルダー: 試料載台
固定ネジ(六角)を緩めて下さい
大型試料回転ホルダー: コネク
タを外して下さい

加工が終了するとアラーム音でお知らせします。クライオ機能を使っている場合、自動でヒーターが作動し、ステージ温度を室温まで戻します(30分ほどかかります)。**室温に戻るまでVENTは出来ません**

終了作業

1. VENTボタンを2秒間押してチャンバーを大気圧に戻す
2. チャンバーロックを外してチャンバー扉を開ける
3. ベース固定つまみを緩めてベースを取り出す
4. 再びチャンバー扉を閉め、チャンバーロックをかけてEVACボタンを押す
5. ベースからホルダーを取り出し、遮蔽板と試料を回収する
6. ベースやホルダーなどを元のケースに戻す
7. 大気非曝露利用者は3方バルブを大気リーク側に戻す
8. 終了時間や加工出来た深さ情報など、使用記録簿の項目を全て記入する
9. CCPの電源はOnのまま放置

Q&A

下記のような事があれば職員までご連絡下さい

- ・加工開始になったのにビームの電流量が出ない
→電圧値を上げてみて下さい。またはガス流量を変えてみて下さい。電流値が上がってきたら電圧値は使用したい電圧値に戻し、電流が高いガス流量で使用して下さい。ある程度時間が経ったら電流値の様子を見て下さい。P25,26のガス最適化をやっておくと安定したガス流量を見つけやすいです
- ・クライオ機能を使用したか冷却温度に達せず、加工が開始出来ない
→再開する場合、一度ヒーターを稼働させて室温に戻す必要があります。液体窒素をタンクに補充し、再度冷却設定を行って再開しますが、冷却温度を少し抑えめにして再開して下さい。または液体窒素がタンクに空の状態(補充前)であれば設定タブから「冷却タンク再排気」を選び、タンクの排気を事前に十分に行った上で、液体窒素を補充して下さい。また補充は使用直前ではなく、1時間前程度から補充し、タンクを十分に冷やしておくこと冷却スピードが上がります。また、-120度以上に冷やして加工したい場合は自動開始ではなく温度制御を切って冷却だけを開始し、目的の温度に達してから手動で加工を開始するとエラーが起きません
- ・ステージの冷却、室温復帰にどのくらい時間がかかるの？
十分タンクが冷えていてタンクの再排気が出来ていれば、10分刻みで25度→0℃→-30℃→-60℃→-77℃→-92℃→-102℃(60分経過)→-110℃→-116℃→-120℃(90分経過) ぐらいかかります。また室温復帰は-120℃からだだと大体40分かかります
- ・異常放電が起きて電圧がかからない
→ガン内部の清掃が必要なため、スタッフまでご連絡下さい