

TPD typeR He ベースガス以外の雰囲気（キャリアガス）への変更方法

はじめに

TPD type R では、キャリアガスとして基本的には He を使用することを前提に装置がセッティングされています。ただし TPD type R は他のガスでも対応できるように大容量の排気システムが装備されています。

He 以外のキャリアガスを使用する場合はガスフローや差動排気等のセッティングを変更した方がより正しい分析結果を得られます。

なおここで紹介する操作は EVO2 タイプをベースに紹介しています。装置導入時期によって操作パネル等が若干異なりますが、操作の流れは同じなので参考にしつつ、所有の装置の操作に従ってください。

1. ガスラインの変更

He ボンベからのガスラインを N₂ など他のガスラインに変更します。6mm のフッ素樹脂チューブを使用ボンベのラインに接続し、フローメーターまたはマスフローコントローラー（MFC）を使用ガス用のものに変更してください。流量は標準で 300mL/min です。

He 用の MFC を流用して N₂ をフローする場合はコンバージョンファクター（C.F.）を使って変換します。He 用の MFC で N₂ を 300mL/min でフローする場合、設定値は 420mL/min です。

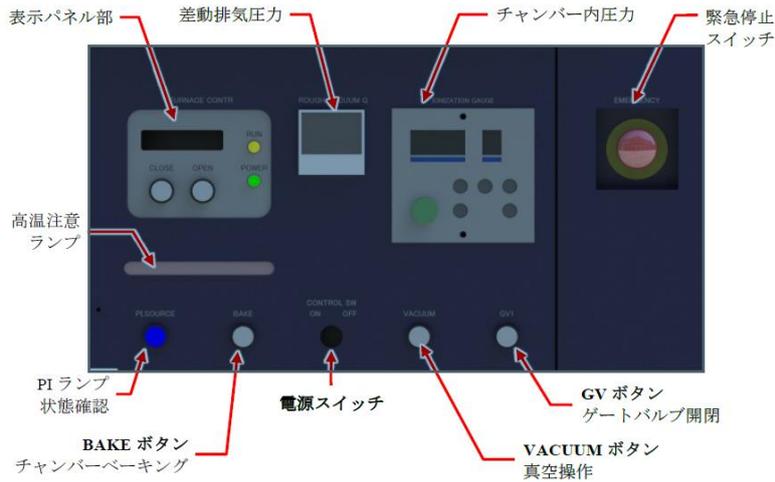


他のキャリアガス（雰囲気ガス）のタッチチューブを接続

※装置のバージョンによって若干変更がありますが、手順は同じです。

2. スキマー差動排気部の圧力調整

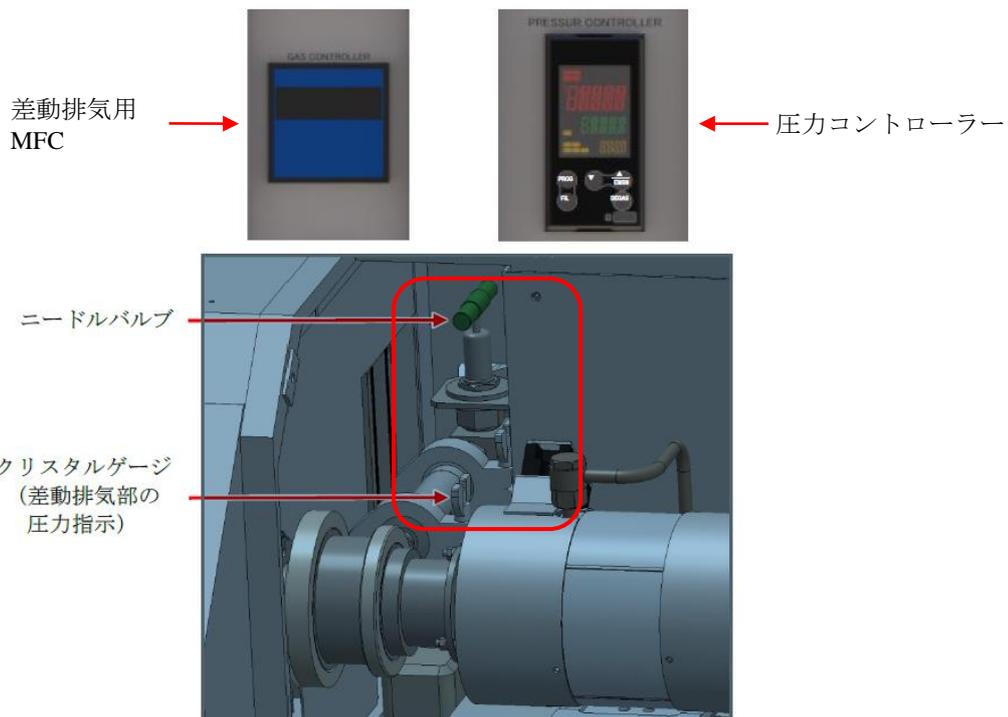
- (1) キャリア（雰囲気）ガスを試料室にフローしていることを確認します。
- (2) GV ボタンを押して差動排気を開始します。



(3) 圧力コントロール指示値がデフォルトの 63.5 に設定されていることを確認します。

(ご使用の状況によって設定が変更されている場合があります。)

He 以外のキャリアガスの場合、MS のシグナル強度が大幅に低下します。少しでも強度を上げたい場合はチャンバー圧力を大きくして導入量を増やします。(デフォルトは $3.5 \times 10^{-3} \text{Pa}$ なので、 $7 \times 10^{-3} \text{Pa}$ にすると 2 倍のガス導入量になります。 $1 \times 10^{-2} \text{Pa}$ より小さい値で設定します。)



NOTE: 指示値を変更する場合には圧力コントローラーの「∧」「V」キーで操作します。圧力コントロールは、PV 値を SV 値に近づけるように制御します。SV、PV 値ともに圧力変化を電圧値として交換表示したのですが、これら数字の変化に対応してマスフローコントローラーに流れる流量値が変化します。真空度が高くなるほど PV 値は小さくなります。圧力コントローラーの「∧」「V」キーを操作して、イオンゲージの制御値を、 $3.5 \times 10^{-3} \text{Pa}$ 程度に調整してください。圧力値が高いほど、感度が高くなります。

$$\text{設定値} = \text{圧力仮数} + (\text{圧力指数} + 9) \times 10$$

$$3.5 \times 10^{-3} \text{Pa} \text{ の場合} : 3.5 + \{ (-3) + 9 \} \times 10 = 63.5$$

1.0~5.0 $\times 10^{-3} \text{Pa}$ の範囲で設定してください

(4) 差動排気用の MFC の値を 100mL/min (±20) 程度になるようにニードルバルブを調整します。

(5) これで設定は完了です。後は通常通りの条件設定で測定を開始してください。

3. 【参考資料】コンバージョンファクターについて

マスフローコントローラー (MFC) に以下のようにコンバージョンファクター (C.F.) が設定されています。

ガス種	C.F	ガス種	C.F
窒素(N ₂)	1.00	空気(Air)	1.00
ヘリウム(He)	1.40	一酸化炭素 (CO)	1.00
水素(H ₂)	1.00	二酸化炭素(CO ₂)	0.74
酸素(O ₂)	0.99	一酸化窒素 (NO)	0.99
アルゴン(Ar)	1.40	アセチレン(C ₂ H ₂)	0.70

C.F.を使用して He で校正されている MFC に他のガスを流した時の流量を見積もることが可能です。(あくまでも目安値であり、正確な値ではありません。)

<例>ヘリウム (He) で校正されたマスフローコントローラーに酸素 (O₂) を流し、【100ccm】と表示された場合の酸素の実流量は？

[計算式] :

$$\text{酸素の実流量} = \text{表示} \times (\text{ガスの C.F.} / \text{マスフローコントローラーの C.F.}) = 100 \times (0.99 / 1.40) = 70.71 \text{ccm}$$

下記のキャリアガスを使用した場合の設定値を C.F.を使用して見積もりました。参考にしてください。

He 雰囲気の時と同様のフロー量になるために
各キャリアガスの設定値

ガス種	XXX	YYY
窒素(N ₂)	420	140
空気(Air)	420	140
アルゴン(Ar)	300	100

4. 注意事項

N₂や Ar は He 雰囲気比べて MS のシグナル強度が小さくなります。1/10 程度まで減少しますので、SEM 電圧の設定値を通常よりも+100~200V 上昇させて使用した方がシグナルを検出しやすくなります。

その他ご不明な点はお近くのサービスステーションへお問合せ下さい。

リガクサービス お問い合わせ先

札幌出張所

担当地区:北海道

〒001-0014 北海道札幌市北区北 14 条西 1-2-5 三晃ビル

TEL 011-709-0577 / FAX 011-709-3891

E-mail: xrd-hs@rigaku.co.jp

東北サービスステーション

担当地区:青森県、秋田県、岩手県、宮城県、山形県、福島県

〒980-0804 宮城県仙台市青葉区大町 1-2-16

TEL 022-264-0446 / FAX 022-223-1977

E-mail: xrd-ss@rigaku.co.jp

つくばサービスステーション

担当地区:茨城県

〒305-0034 茨城県つくば市小野崎 142-1

TEL 029-852-3911 / FAX 029-852-3913

E-mail: xrd-is@rigaku.co.jp

東京サービスステーション

担当地区:東京都、神奈川県、千葉県、山梨県、埼玉県、栃木県、群馬県、長野県、新潟県、静岡県の富士川以東

〒196-8666 東京都昭島市松原町 3-9-12

TEL 042-545-8185 / FAX 042-545-7986

E-mail: xrd-ts@rigaku.co.jp

名古屋サービスステーション

担当地区:愛知県、岐阜県、三重県、富山県、石川県、静岡県の富士川以西

〒461-0002 愛知県名古屋市東区代官町 35-16

TEL 052-931-8441 / FAX 052-931-2689

E-mail: xrd-ns@rigaku.co.jp

大阪サービスステーション

担当地区:大阪府、兵庫県、京都府、滋賀県、奈良県、和歌山県、福井県、岡山県、広島県、鳥取県、島根県、徳島県、高知県、香川県、愛媛県、山口県の周南市以東

〒569-1146 大阪府高槻市赤大路町 14-8

TEL 072-693-3780 / FAX 072-694-3722

E-mail: xrd-os@rigaku.co.jp

九州サービスステーション

担当地区:山口県萩市・山口市・防府市以西、福岡県、佐賀県、長崎県、熊本県、大分県、宮崎県、鹿児島県、沖縄県

〒802-0005 福岡県北九州小倉北区堺町 2-1-1

TEL 093-541-5111 / FAX 093-541-5288

E-mail: xrd-ks@rigaku.co.jp