

専攻共通装置の維持管理について

佐々木 宣治

(京都大学大学院工学研究科技術部)

sasaki.nobuharu.7a@kyoto-u.ac.jp

1. はじめに

京都大学大学院工学研究科材料工学専攻には各種専攻共通装置が設置されており、教育研究支援室所属の4名の技術職員が機器管理、利用者への操作指導、受託分析業務に携わっている。各種分析装置の紹介とトラブル事例などについて述べる。

2. 専攻共通装置の紹介

材料工学専攻には下記の専攻共通装置が設置されており、主に材料工学専攻の構成員が利用している。

- ・電子線プローブマイクロアナライザ (EPMA)
- ・エックス線回折装置 (XRD)
- ・誘導結合プラズマ発光分析装置 (ICP-AES)
- ・集束イオンビーム装置 (FIB)
- ・透過電子顕微鏡 (TEM)
- ・エックス線光電子分光装置 (XPS)
- ・グロー放電発光表面分析装置 (GDS)
- ・蛍光エックス線分析装置 (XRF)
- ・フーリエ変換赤外分光光度計 (FT-IR)
- ・各種工作機械 (旋盤、フライス盤、ボール盤、コンターマシンなど)
- ・研磨機

それぞれの装置に対して複数の技術職員が担当者として関わっており、4名の技術職員で管理運営を行っている。各装置で発生したトラブル事例について下記に述べる。

3. 専攻共通装置のトラブル事例

①EPMAのSEM制御用パソコンの経年故障

走査電子顕微鏡 (SEM) にエネルギー分散型エックス線分析装置 (EDX) と波長分散型エックス線分析装置 (WDX) が搭載された EPMA が約 20 年前に導入され、現在でも稼働している。年間 700 時間程度利用され、そのうち約 250 時間は WDX を用いる定量分析が行われている。

2016 年度より、SEM 制御用パソコン (windows 95) の起動に失敗する現象が発生し始めた。当初はパソコンの再起動や、パソコンケース内の清掃、メモリ等の部品交換

により症状が治まっていたが、ある日を境にパソコンが全く起動しなくなり、装置を利用出来ない状態に陥った。ボタン電池、メモリ、ハードディスク、電源、CPU 等の交換では症状は治まらず、マザーボードの故障が原因と推測された。メーカーに相談したところ、古い装置のため SEM 制御



図 専攻共通 EPMA

用ソフトウェアのインストールメディアはメーカーに残されておらず、手元にも無かったため、別のパソコンを SEM 制御用パソコンとしてセットアップすることは出来ず、また過去には可能であった windowsXP への SEM 制御用パソコン更新も、必要な電子基板の在庫が既に無く不可能とのことであった。

そこで、マザーボードの交換を試みることにした。海外通販サイトより、同型番のマザーボードを取り寄せることが出来た。ボタン電池を交換し、メモリ、ハードディスク、電源、CPU 等を設置して電源を入れたところ、「1790-Disk 0 Error」と表示されたままフリーズしてしまい、起動しなかった。ハードディスクが認識されておらず、BIOS の更新が必要とのことであった。多くのパソコンのように F2 キー等を押しても BIOS の設定メニューへ移動することが出来なかった。WEB で調査したところ、BIOS 起動用フロッピーディスクを作成し、フロッピーから起動することで BIOS の更新を行えるとのことであった。パソコンメーカーのホームページより必要ファイルを入手し、BIOS 起動用フロッピーディスクの作成、BIOS の更新を行ったところ、ハードディスクが認識され、パソコンが起動した。SEM 制御用ソフトウェアは問題無く動作し、装置は利用可能な状態へ復旧した。

今回のトラブルを教訓に、SEM だけでなく EDX、WDX の制御用パソコンの予備を 1 台ずつ入手し、パソコンの故障に備えている。

②XRD のエックス線照射位置のずれ

Cu ターゲットエックス線管球、入射モノクロメーターとしてヨハンソン型 Ge 結晶、一次元 Si ストリップ検出器が搭載された集中型光学系 XRD の中古品が 2014 年に導入され、年間 2000 時間程度利用されている。

装置導入後のある日、蛍光板を用いて発散スリット 1/2、1、2° におけるエックス線照射位置を確認したところ、発散スリット 1/2、1° において照射範囲が中央から数 mm 程度ずれており、発散スリット 2° においては照射位置ずれに加えて棒状の影が入っていることが発覚した。メーカーに訪問調査を依頼したところ、照射位置ずれは光軸のずれが原因であった。棒状の影は、モノクロメーターの分光結晶の劣化により反射しない部分が生じているために現れる、とのことであった。

現在では装置状態を把握するため、1 か月に 1 回、Si 標準試料を測定することによるモノクロ管球位置の調整及び蛍光板を用いるエックス線照射位置の確認を行うようにしている。

③ICP-AES のスパイクノイズ

分光器が 2 種類搭載されたシーケンシャル型 ICP-AES が、年間 100 件程度利用されている。

ある時期より、片側の分光器を使用する際に 10 秒に 1 回程度スパイクノイズが検出され、定量分析に支障が出るようになった。メーカーに訪問修理を依頼したところ、フォトマルケース部より真空リークが確認された。O リング及びフォトマルの交換により真空リークは解消され、スパイクノイズは検出されなくなった。

4. おわりに

利用者がスムーズに実験を行えるよう、装置を維持管理している。ポスター発表では、トラブル事例の他、EPMA で定量分析を行う際の注意事項についても述べる。