

Sample Catcher & Auto-XAFS マニュアル

2018.3.29 改訂 大淵博宣

1. Sample Catcher 本体のセットアップ

- (ア) II 用カレントアンプを“zero check”にする。
- (イ) II イオンチェンバーの信号・高圧ケーブル、ガス配管をはずす。
 - 既にガスを流している場合、配管を上方に持ち上げて何とかかわす。
- (ウ) Sample Catcher 本体を所定の位置に移動する。
- (エ) (イ) で取り外したケーブル・配管を元に戻す。
- (オ) 折りたたみ式アームを伸ばす。
- (カ) アームの可動範囲内に干渉するものがないか確認する。
 - クライオスタットのトランスファーチューブが干渉する場合は、クライオ本体を回転させることでトランスファーチューブを上流側に逃がし、アームと干渉しないようにする。
- (キ) ストッパー (Z 軸落下防止用) をはずす。
- (ク) CCD カメラのレンズカバーをはずす。
- (ケ) CV-5500 の電源を投入する (コンセントに電源プラグを挿す)。
- (コ) リニアステージの原点が合っているかどうかを確認する。
 - チャックがカメラの前に位置する場合、原点が凡そ合っていれば、各ステージは凡そ以下の座標に位置する。
 - Sample changer X = 120 mm
 - Sample changer Y = 20 mm
 - Sample changer Z = -10 mm
 - “PM16C MOVE”で各軸のリミットを打たせる。
 - リミットを打たせるときはアームがぶつからないよう、駆動する順番に注意すること。例えばチャックがカメラの前に居るときは X 軸→Z 軸→Y 軸の順にリミットを打たせれば OK。
 - リミットを打たせる直前までは High スピードで駆動してよいが、リミットを打たせるときは Low スピードで駆動すること。
 - Z 軸はマイナス方向からリミットを打たせることに注意。
 - もしリミットを打った位置が原点からずれていたら、その位置を PM16C 本体で 0 パルスにリセットする。
- (サ) 試料カセットを試料カセット台に設置する。この時、光軸調整用治具 (φ1mm のピンホールを開けたステンレス製板) を試料カセットに載せておく (2 列目の一番先頭 (41 番目) がデフォルト位置)。

2. 光軸調整（ピンホールスキャン）

- (ア) 実験ハッチから退出し，“Local + Remote”にする。
(イ) “BL14B2 control”メニューから“Sample Catcher”のフロントパネルを開く。

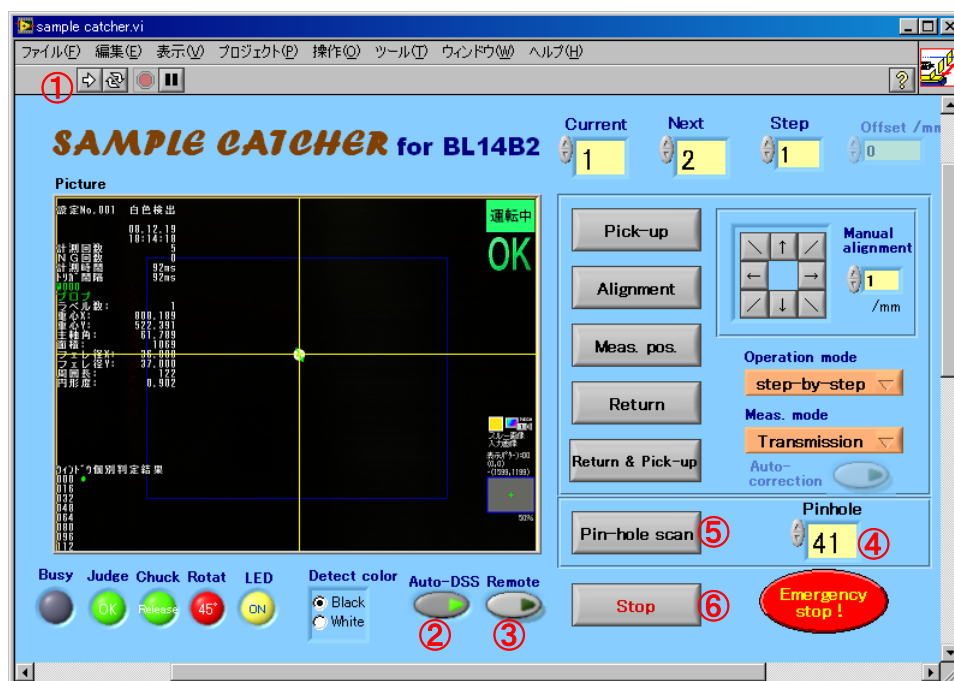


図 1. Sample Catcher フロントパネル

- (ウ) 実行ボタン（図 1-①）を押し，“Sample Catcher”プログラムを起動する。
- リニアステージの現在位置確認などで多少時間が掛かる。Busy ランプの点滅が終るまで待つこと。
- (エ) “Remote”スイッチ（図 1-②）が OFF（デフォルト）であることを確認。
- Auto-XAFS 正常に終了しなかった場合，Remote スイッチが ON のままになっていることがあるので注意。Remote が ON の場合，起動後すぐに終了してしまう。
- (オ) “Auto-DSS”スイッチ（図 1-③）が ON（デフォルト）であることを確認。
- “Auto-DSS”スイッチ ON で，DSS が自動で開閉する。
 - “Local+Remote”モードになっていないと，DSS の開閉が出来ず，プログラムが止まってしまうので注意。
- (カ) 光軸調整治具の試料カセット上での位置を確認し，“Pin-hole scan” ボタンの右側にある“Pinhole”制御器の番号（図 1-④）を治具の位置に一致させる（デフォルト値は 41=2 列目の一番先頭）。
- (キ) “Pin-hole scan” ボタン（図 1-⑤）を押し，ピンホールスキャンを開始する。
- もしチャックが閉じた状態にあれば，チャックを開くかどうかを選択するダイアログボックスが表示される。試料を把持していない場合は OK ボタンを押してチャックを開く（PC を再起動するとチャックが閉じてしまうので，試料を把

持していなくてもチャックが閉じている時がある)。試料を把持している場合は、試料をカセットに返納する。

- 光軸調整治具がカセットから取り出され、光軸付近に搬送される。
 - 垂直方向→水平方向の順番でスキャンが行われる。この時 4D スリットもそれぞれのスキャンに適したサイズに調整される。各スキャンの終了後、ダイアログが表示されるが、スキャン範囲が適切であれば、“Move”ボタンを押し、次のステップに進み、適切でなければ“Scan”ボタンを押し、再スキャンを行う。
 - スキャン終了後、4D スリットがスキャン開始前のサイズに戻る。
 - 光軸調整治具が CCD カメラの前に搬送される。
 - ピンホール位置がカメラに認識され、試料位置調整の基準ピクセル座標がピンホール位置にリセットされる。
 - ピンホールをカセットに戻す。
- (ク) この後、Sample Catcher を単独で使用する場合、第 3 章「Sample Catcher を単独で使用」に進む。Auto-XAFS を使用する場合、“プログラムの停止”ボタン (図 1-⑥) を押し、“Sample Catcher”プログラムを停止して、第 4 章「Auto-XAFS による自動測定」に進む。

3. Sample Catcher を単独で使用



図 2. Sample catcher フロントパネル (再掲)

(ア) まだプログラムを起動していなければ、実行ボタン (図 2-①) を押し“Sample Catcher”プログラムを起動する。

(イ) 各種モードを確認

- “Auto-DSS”スイッチ (図 2-②) が ON (デフォルト) であることを確認。
- “Remote”スイッチ (図 2-③) が OFF (デフォルト) であることを確認。
- “Operation mode” (図 2-④) は下記の三種類あるので、試料に応じて適当なものを選択する。
 - “step-by-step” (デフォルト)

各動作を単独で実行。試料位置認識のテストを行う場合や、手動位置調整を行う場合に選択する。
 - “auto”

「試料をカセットから取り出し (試料をカセットに戻して次の試料を取り出し) CCD カメラの前に移動」→「試料位置調整」→「測定位置へ移動」の一連の動作を連続して実行する。試料位置認識が確実に出来る試料であれば、このモードを選択すると便利。
 - “no-recognition”

試料を取り出し、試料位置認識を行わず、そのまま測定位置に移動する。この時アーム位置はピンホールスキャンで決定した位置に調整されるので、光軸位置は、ほぼ試料ホルダーの中心に合致する。金属 фоль等、

試料位置認識が出来ないが、試料ホルダーの中心に光軸を合わせれば良い場合、このモードを選択する。

- “Meas. mode” (図 2-⑤) は現在“Transmission”のみ選択可能。
- (ウ) “Current”数値制御器 (図 2-⑥) に取り出したい試料の番号を入力し、“Pick-up”ボタン (図 2-⑦) を押す。
- “step-by-step”モードの場合、CCD カメラの前に試料が移動する。
 - “auto”モードの場合、CCD カメラの前に試料が移動し、続けて下記の(エ)、(オ)の項目が連続して実行される。(カ)に進む。
 - “no-recognition”モードの時は、試料がそのまま測定位置に移動する。(カ)に進む。
- (エ) (“step-by-step”モードの場合) “Alignment”ボタン (図 2-⑧) を押す。
- 試料位置認識が成功すれば、位置調整が開始する。調整が終了すると、“Judge”ランプと画像右上のテキストが OK (緑) 表示となる。
 - 試料位置認識失敗時、あるいは調整位置が許容範囲を越えた場合には、それぞれを警告するダイアログが出て、調整が終了する。この場合、もし画像の見た目で試料位置が判断可能であれば手動調整機能で位置調整を行う。“Manual alignment”数値制御器 (図 2-⑨) に距離 (単位 : mm) を入力し矢印ボタン (図 2-⑩) を押すと、矢印の方向に指定した距離だけ試料位置が移動するので、測定したい位置を画像の基準位置 (黄色の十字線) に合う様調整する。調整が終了したら、(オ)に進む。
 - “Alignment”ボタンをもう一度押すと、調整を停止する。
- (オ) (“step-by-step”モードの場合) “Meas. pos.”ボタン (図 2-⑪) を押し、試料を試料位置に移動する。自動 DSS スイッチが ON の時は、DSS が開く。
- (カ) 測定が終了したら“Return”ボタン (図 2-⑫) を押して試料をカセットに戻す (“Current”数値制御器の番号のスロットに返納)、または、“Return & Pick-up”ボタン (図 2-⑬) を押し、試料をカセットに戻し、続けて次の試料 (“Next”数値制御器 (図 2-⑭) で設定) を取り出す。“Auto-DSS”スイッチが ON の時は、返納動作を始める前に DSS が閉じる。“Return & Pick-up”で次の試料を取り出す時の動作は(イ)と同じ。
- (キ) ステージの動作を緊急停止したい場合、“Emergency stop”ボタンを押す。
- (ク) プログラムを終了する時は、“Stop” (図 2-⑭) ボタンを押す。

4. Auto-XAFS による自動測定

4.1. 測定パラメータ等の設定

(ア) ”BL14B2 control”メニューから“Auto-XAFS”フロントパネルを開く。



図 3. Auto-XAFS フロントパネル

- (イ) 実行ボタン (図 3-①) を押し, “Auto-XAFS”プログラムを起動する。
- (ウ) データ保存フォルダパス(制御 PC), データコピー保存フォルダパス(data1 サーバー)を設定する (図 3-②, ③)。
- 保存フォルダに同名データファイルがない事を確認すること。
- (エ) “Load conditions”ボタン (図 3-④) を押し, 図 3 のフォーマットで予め CSV 形式で作成しておいた測定条件リストを読み込む。

number	sample name	file name	edge	preoffset /eV	K /Å ⁻¹	dwell time /ms
1	Mn-foil	Mn-foil.dat	Mn-K	-330	20	50
2	Mn-O	Mn-O.dat	Mn-K	-330	20	50
3	Mn-O3	Mn-O3.dat	Mn-K	-330	20	50
4	Mn-O2	Mn-O2.dat	Mn-K	-330	20	50
5	Mn-O3	Mn-O3.dat	Mn-K	-330	20	50
6	Mn-O4	Mn-O4.dat	Mn-K	-330	20	50
7	Mn-O5	Mn-O5.dat	Mn-K	-330	20	50
8	Mn-O6	Mn-O6.dat	Mn-K	-330	20	50
9	Mn-O7	Mn-O7.dat	Mn-K	-330	20	50
10	Mn-O8	Mn-O8.dat	Mn-K	-330	20	50
11	Pt-09	Pt-09.dat	Pt-L3	-330	20	100
12	Pt-10	Pt-10.dat	Pt-L4	-330	20	100
13	Pt-11	Pt-11.dat	Pt-L5	-330	20	100
14	Pt-12	Pt-12.dat	Pt-L6	-330	20	100
15	Pt-13	Pt-13.dat	Pt-L7	-330	20	100
16	Pt-14	Pt-14.dat	Pt-L8	-330	20	100
17	Pt-15	Pt-15.dat	Pt-L9	-330	20	100
18	Pt-16	Pt-16.dat	Pt-L10	-330	20	100
19	Pt-17	Pt-17.dat	Pt-L11	-330	20	100
20	Pt-18	Pt-18.dat	Pt-L12	-330	20	100
21	Pt-19	Pt-19.dat	Pt-L13	-330	20	100
22	Pt-20	Pt-20.dat	Pt-L14	-330	20	100
23	Pt-21	Pt-21.dat	Pt-L15	-330	20	100
24	Pt-22	Pt-22.dat	Pt-L16	-330	20	100

図 3. 測定条件リスト

- (オ) “Meas. mode”を“Trans.”(透過法測定)選択する (図 3-⑤)。
- (カ) “Scan mode”を選択する (現在は“Quick”のみ選択可) (図 3-⑥)。
- (キ) “File format”を選択する (図 3-⑦)。
 - REX (.ex3) … REX2000 形式で測定データを変換したい場合、
 - Athena (.txt) … Athena 形式で測定データを変換したい場合、
 - REX & Athena (.ex3 & .txt) … REX2000 形式、Athena 形式の両方で測定データを変換したい場合、
- (ク) Auto にチェックが入っていることを確認する (図 3-⑧、一時的に自動変換を行わない場合は[Unused]ボタンにチェックを入れる)。
- (ケ) 必要に応じて測定パラメータ (図 3-⑨) を変更する。
 - sample name : 試料名
 - save file : データセーブファイル名 (拡張子.dat をつける事)
 - edge : 測定吸収端
 - preoffset : 測定吸収端より低エネルギー側の測定範囲 (単位 : eV)
 - K : 測定吸収端より高エネルギー側の測定範囲 (単位 : Å⁻¹)
 - start : 測定開始ブラッグ角 (3–32°、自動入力)
 - end : 測定終了ブラッグ角 (3–32°、自動入力)
 - Step : 測定角度間隔 (単位 : °、自動入力)
 - dwell : 溜め込み時間 (単位 : msec)
 - loop : Loop 回数
 - 1 以上にすると、当該試料の測定を行う (Ready インジケータが点灯する。)
 - 4D slit width : 4D スリット幅 (単位 : mm)

- detector X : 19 素子 SSD の X 軸 (±50mm)
 - gain(edge) : ゲイン調整モード
 - 吸収端名 : 測定吸収端のプリエッジでゲイン調整する。例えば、"Fe-K" と入力した場合は、Fe-K 吸収端のプリエッジでゲイン調整が行われる。
 - 吸収端名:XX : 測定吸収端より高エネルギー側の波数 $XX \text{ \AA}^{-1}$ にてゲイン調整する。例えば、"Fe-K:20" と入力した場合は、Fe-K 吸収端より高エネルギー側の波数 20 \AA^{-1} にてゲイン調整が行われる。
 - 複数の吸収端でゲイン調整を行いたい場合は | で区切って入力する
(例 1) Fe-K|Fe-K:20 …… Fe-K 吸収端のプリエッジと高エネルギー側の波数 20 \AA^{-1} にてゲイン調整が行われる。
(例 2) Mn-K|Fe-K|Fe-K:20 …… Mn-K、Fe-K 吸収端の各プリエッジ、及び Fe-K 吸収端の高エネルギー側波数 20 \AA^{-1} にてゲイン調整が行われる。
 - P : 直前に測定した試料と同じゲイン (Previous) に設定する。
 - 空白 : I0 gain と I1 gain で設定したゲイン値に設定する。
 - I0 gain, I1 gain : I0 と I1 のゲイン値
 - ゲイン調整モードが空白の場合、これらの設定値にゲインが設定される。
 - 自動ゲイン調整モードの時は、各試料のゲイン調整結果がこれらに反映される。
 - Alignment : 位置調整モード
 - Auto (デフォルト) : 自動で位置調整を行う。
 - Center : 試料ホルダーの中心に光軸を合わせる。フォイルなど、試料サイズが大きく、試料の形状が判別できない場合に用いる。
 - Manual : 手動で試料位置を調整する。試料形状が複雑、等の理由で、自動位置調整が出来ないときに使用する。
 - 未表示の試料パラメータを表示する場合は、タブで切り替える。
 - 図 3-⑩の枠内の制御器に設定値を入力し、その下の"set"ボタンを押すと、複数試料のパラメータを一括で設定できる。一括設定の適応範囲 ("current tab" と "all") の切り替えは、"apply to" ボタンの ON/OFF で行う。"current tab" 選択時は、選択しているタブ内の試料 (10 個) について、"all" 選択時はすべての試料 (80 個) について、各パラメータ値を一括設定する事が出来る。
 - "time remaining" 表示器 (図 3-⑪) に推定測定時間が表示される。測定パラメータを変更すると、その都度、推定測定時間が更新される。
- (コ) "measure dark every time" スイッチを設定する (図 3-⑫)。
- オフ (デフォルト) : ゲイン値が変更になった時のみ、暗電流測定を行う。
 - オン : ゲイン値変更の有無に関わらず、各試料の測定開始毎に暗電流測定を行

う。

4.2. 測定

(ア) “start meas.”ボタン (図 4-①) を押す。



図 4. Auto-XAFS フロントパネル (再掲)

- (イ) 測定パラメータが明らかに不適切である場合、エラーメッセージが表示される。メッセージをよく読み、パラメータを訂正した後、上記 (ア) の手順から自動測定を再度スタートする。
- (ウ) 測定条件保存用 csv ファイル名を指定するダイアログが開くので、ファイル名を指定する。OK ボタンを押すと、自動測定を開始する。csv ファイルパスは図 4-②に表示される。
- すべての試料について位置調整モードが“auto”または“center”であれば、後は基本的にすべて自動で測定が行われる。
 - 現在測定中の試料番号は“current sample #”表示器 (図 4-③) に表示される。
 - 一試料測定毎に残り測定時間 (図 4-④) が更新される。
 - 一試料測定毎に測定条件が上記 (ウ) で指定した csv ファイルに保存される。

測定条件保存 csv ファイルは途中で開かないこと。確認したい場合はファイルをコピーしてから、コピーしたファイルを開けると良い。

- 手動位置調整モード(Manu.)の試料が含まれる、あるいは“if recognition fails”オプションを“manual”に指定している時に試料認識に失敗した場合、試料がカメラの前に搬送された時点で動作が一旦停止する。Sample Catcher の手動調整機能を用いて試料位置の調整を手動で行い、“測定位置に移動” ボタンを押すと、試料が測定位置まで移動する。その後“プログラムの停止” ボタンを押すと、Auto-XAFS プログラムに制御が戻り、自動測定が再開される。
- 測定を停止したい場合は“stop meas.”ボタン (図 4-⑤) を押す。
 - ボタンは押し込んだ状態にしておく事。(元に戻すと、測定停止をキャンセルする事が出来る。)
 - 測定中であれば、測定終了後、試料交換中であれば、交換終了後、ゲイン調整中であればゲイン調整終了後、試料をカセットに返納し自動測定が終了する。
- 測定パラメータは自動測定開始後でも変更する事が出来る。当該試料の直前の試料の測定中までであれば変更 OK。
- 万が一カレントアンプがオーバーフローした時等、DSS を緊急に遮断したい場合は“Close DSS”ボタン (図 4-⑥) を押す。その時の測定が終了して、次の試料が測定位置に移動するまで、DSS はオープンしない。
- 測定がすべて終了すると、最後の試料が試料カセットに返納され、自動測定が終了となる。

4.3. 試料の交換

- “move arm to home”ボタン (図 4-⑦) を押してアームを退避させておくと、試料カセットの脱着が容易になる。
- 引き続き次の自動測定を行いたい場合は、測定パラメータ等の再設定を行った後、“start meas.”ボタンを押せばよい。

4.4. Auto-XAFS プログラムの終了

(ア) “quit program”ボタン (図 4-⑧) を押す。

- “実行停止ボタン”によるプログラムの停止は、やむを得ない場合を除き行わないこと。
- “QXAFS”, “sample catcher”等、Auto-XAFS から Sub VI として呼び出される VI を単独で使いたい場合は、“Auto-XAFS”プログラムを終了する必要がある。

以上

改定履歴

5. 改訂年月日	改訂者
2010.1.28	陰地 宏
2010.4.9	陰地 宏
2018.03.29	大淵 博宣