

反応ガス雰囲気下 in-situ XAFS 自動測定プログラムマニュアル

2013/11/13 平山明香

改 2014/1/24

1. 温度調節器の電源が入っているか確認し、入っていなければ電源を入れる。
 ※ 温度調節器マニュアル (local) 2.1 項参照
2. in-situ measure プログラムを立ち上げる。制御用 PC デスクトップ [in-situ measure.vi へのショートカット] をクリック。

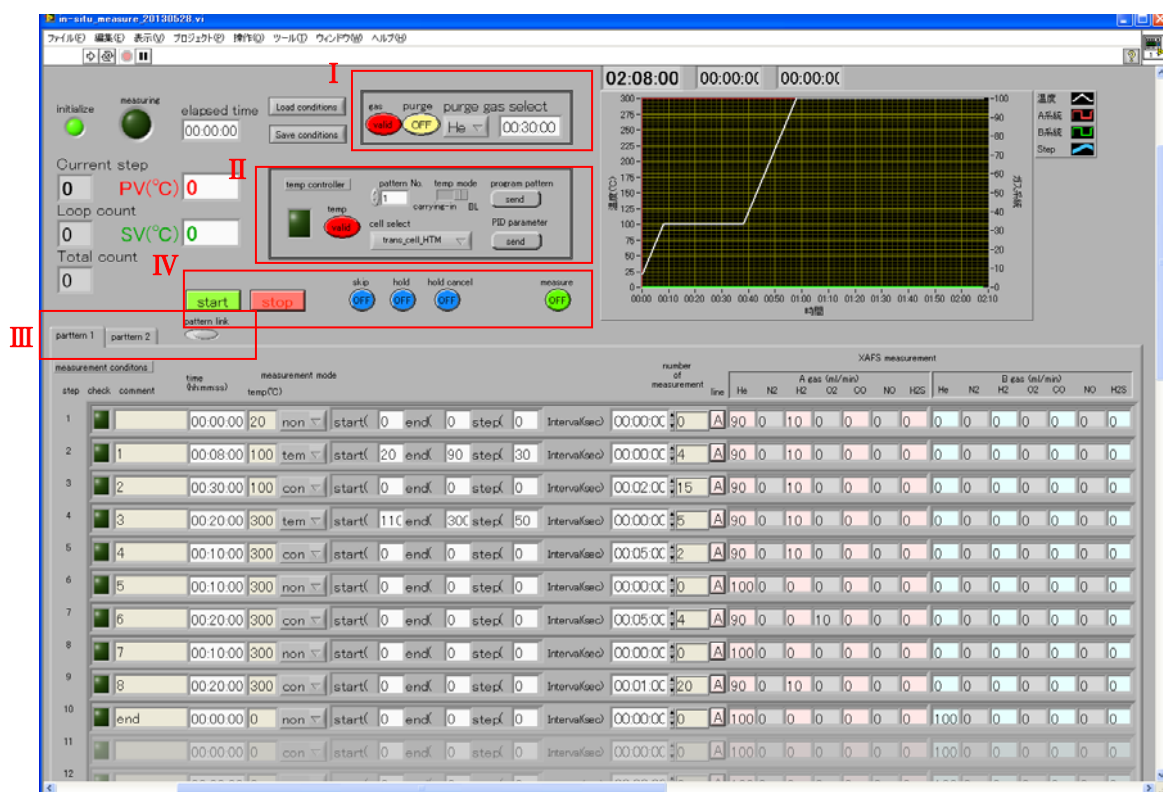


図 プログラム起動画面

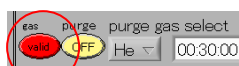
● 操作説明

※それぞれの操作は実行ボタンを押してから行う。本書「3.プログラムの実行」参照

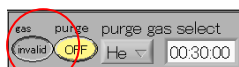
I パージガスについての操作を行う部分

- i) ガス制御無効化：[measurement conditions]に入力していてもガス種および流量の変更を行わない。

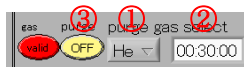
- ① gas ボタン[valid]をクリック。



- ② gas ボタン[invalid]表示になる。



ii) 手動ページ：設定した時間、選択したページガスを任意のタイミングで流す。

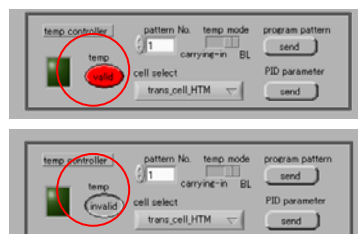


- ① purge gas select タブでガス種を選択 「He」or「N2」
- ② ページ時間を入力 ※例) 30分ページする「00:30:00」
- ③ purge ボタンを押して ON にすると流量 100ccm でページが始まる。
- ④ 入力したページ時間経過後、自動的にガスを停止する。

II 温度調節器についての操作を行う部分

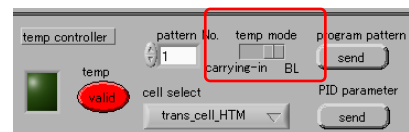
i) 温度調節器の無効化：[measurement conditions]に入力していても温度の調節を行わない。また温度調節器へのコマンド送付を無効化する。

- ① temp ボタン[valid]をクリック。
- ② temp ボタン[invalid]表示になる。

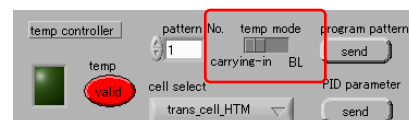


ii) 温度調節器の選択

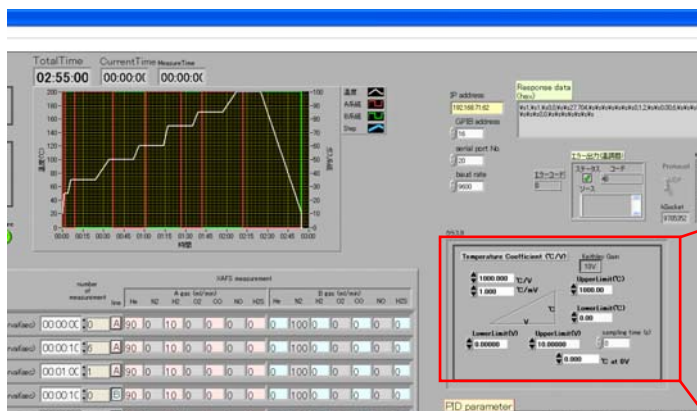
① BL の温度調節器を使用する場合、[temp mode]スイッチは BL 側にする。(通常)



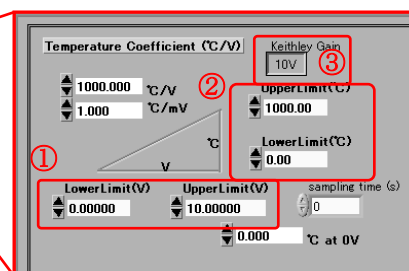
② 持込み温度調節器をケースレー社製デジタルマルチメーターに接続して現在温度を読み取る場合、[temp mode]スイッチは carrying-in 側にする。



vi ウィンドウの右側を広げると、[Temperature Coefficient(°C/V)]があり、温度調節器の出力電圧と温度との関係を設定できる。



- 例) ① 温調器の出力電圧=0~10V
 ② 温度範囲=0~1000°C
 ③ ケースレー社製デジタルマルチメーター ゲイン=10V

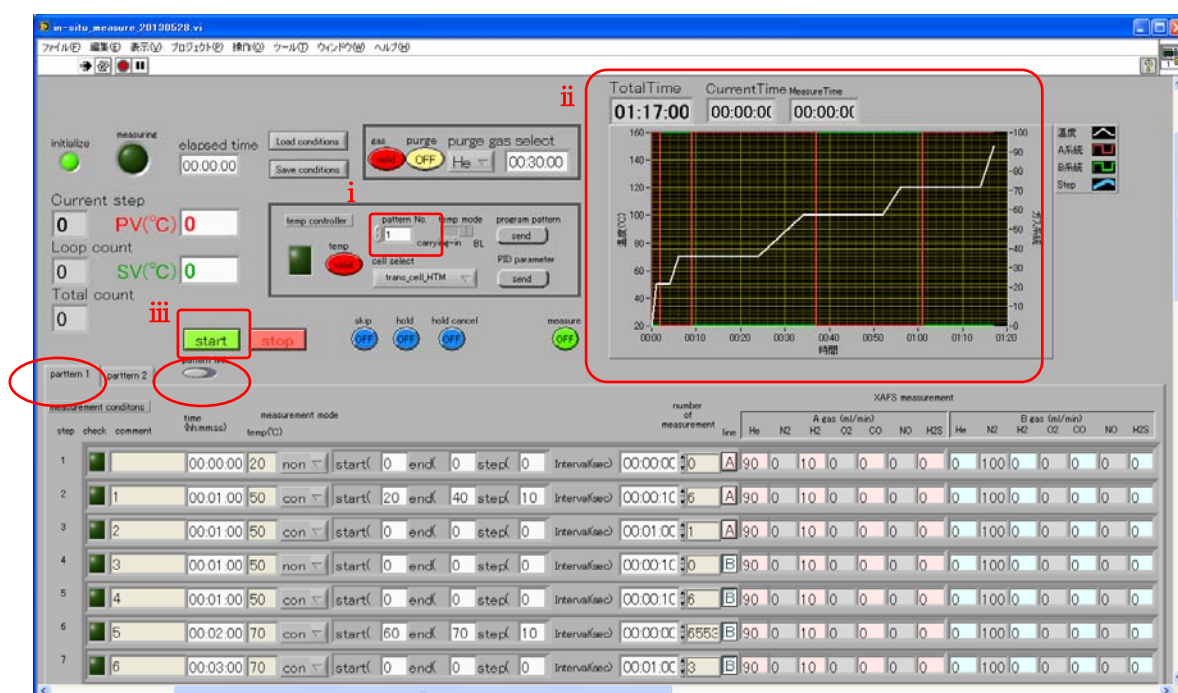


III プログラムパターンへの入力

① [measurement conditions]タブ [pattern 1]+[pattern link] ボタン「OFF」

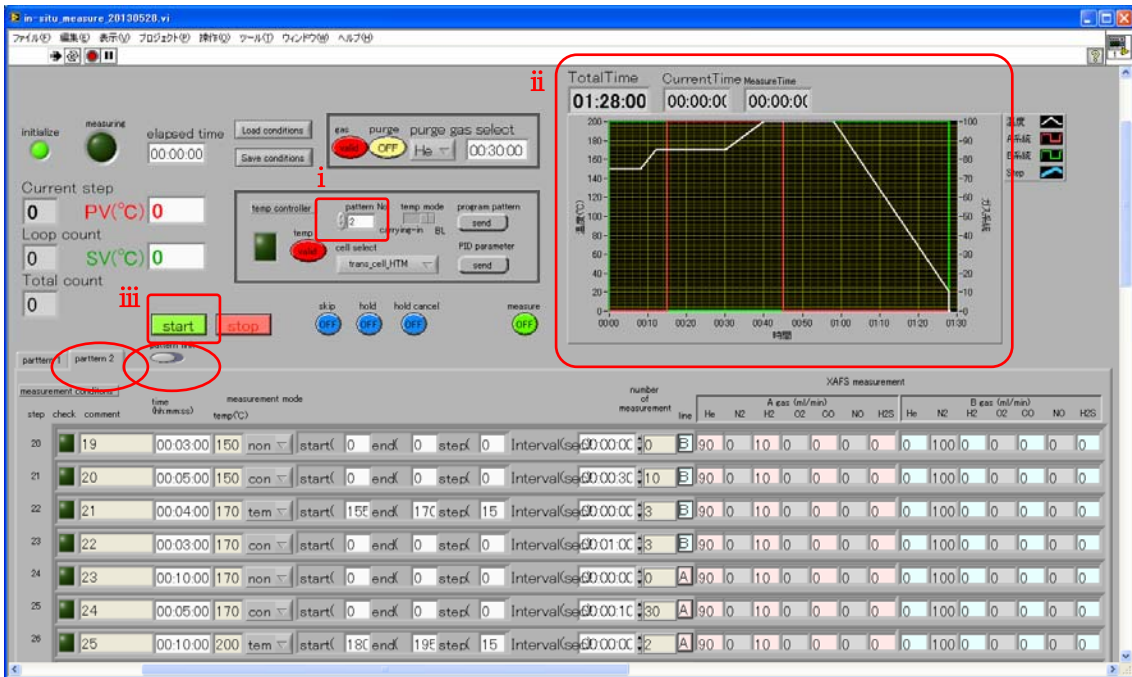
- i) 温度調節器の pattern 1 のみに step1 から入力した温度調節パターンが書き込まれ、[pattern No.]には「1」が入力される。(最大設定 step 数 : 19)
- ii) プログラムパターン図には pattern 1 部分が表示される。
- iii) [start]ボタンを押すと、[measurement conditions]タブ[pattern 1]のプログラムが開始される。

※ [pattern 1]のみ使用する場合、[pattern link]ボタンが「ON」であっても問題ない。
Step 数が 19 を超える場合、③のように設定する。



② [measurement conditions]タブ [pattern 2]+[pattern link]ボタン「OFF」

- i) 温度調節器の pattern 2 のみに step20 から入力した温度調節パターンが書き込まれ、[pattern No.]には「2」が入力される。(最大設定 step 数 : 19)
- ii) プログラムパターン図には pattern 2 部分が表示される。
- iii) [start]ボタンを押すと、[measurement conditions]タブ[pattern 2]のプログラムが開始される。



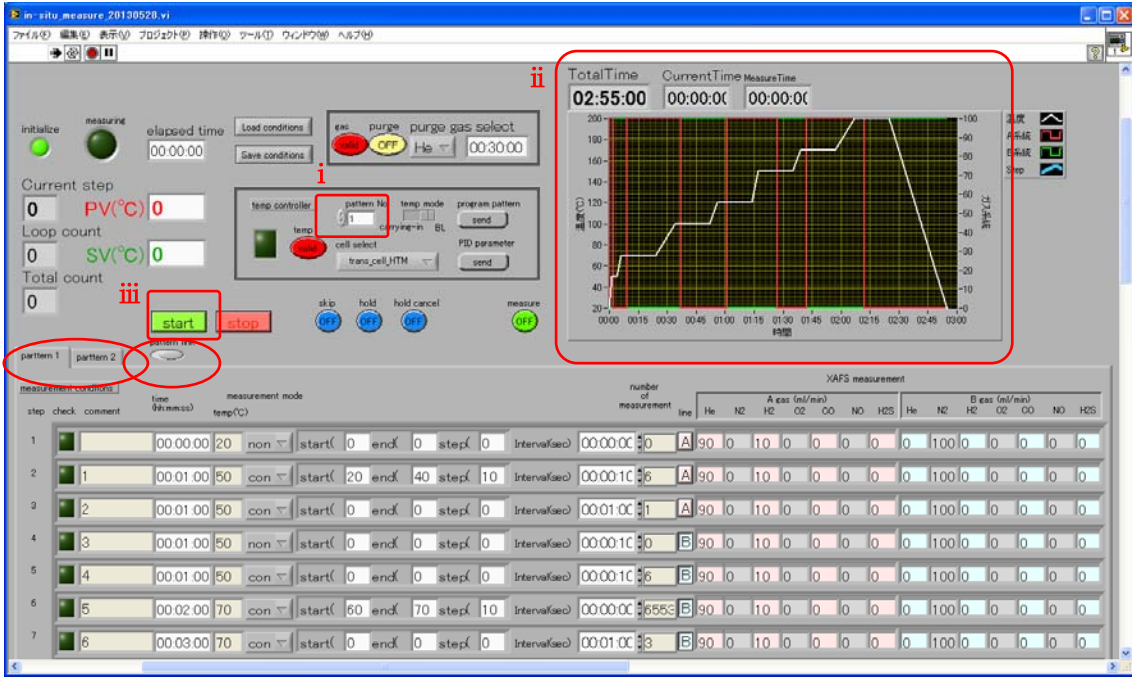
③ [measurement conditions]タブ [pattern 1]or[pattern 2]+[pattern link]ボタン「ON」

→ 最大設定 step 数：38、step20 以降は pattern 2 に入力。

i) 温度調節器の pattern 1 と pattern 2 を連結させて step1 から入力した温度調節パターンが書き込まれ、 [pattern No.]には「1」が入力される。

ii) プログラムパターン図には pattern 1+pattern 2 部分が表示される。

iii) [start]ボタンを押すと、[measurement conditions]タブ[pattern 1]と[pattern 2]のプログラムが開始される。



IV [start]ボタン：昇温プログラムを開始する。

[stop]ボタン：昇温プログラムの停止および in-situ measure プログラムを停止し、温度調節器に reset コマンドを送る。その際、温度調節器の各モードの lock を解除する。

※ ロック解除については、温度調節器マニュアル (local) 2.2.1 項参照

[skip]ボタン：昇温プログラム実行中にプログラムパターンの step を 1 つ進める。

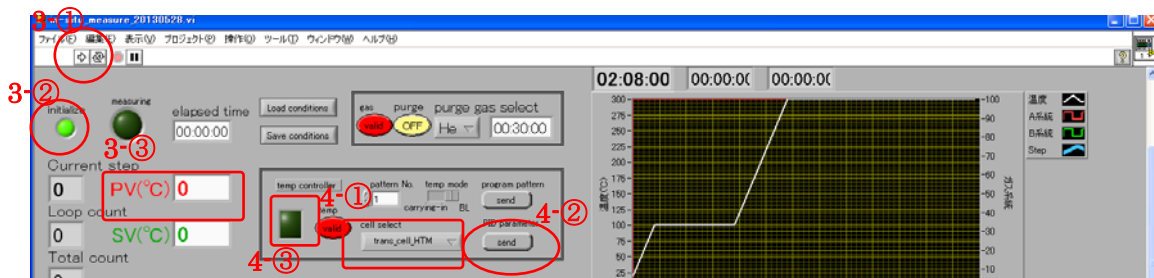
[hold]ボタン：昇温プログラム実行中にプログラムパターンの step の設定温度と時間を停止し、そのときの設定温度で制御運転する。

[hold cancel]ボタン：[hold]ボタンが押されている場合、hold 機能を解除し、昇温プログラムを再開する。

[measure]ボタン：QXAFS 測定プログラムと連動させていれば (QXAFS 測定プログラムを[trigger]ボタン「ON」状態で実行させる。※ 本書 6. QXAFS プログラムの Trigger 実行参照)、押すと 1 回 XAFS 測定を行う。in-situ measure プログラム実行中、任意のタイミングで操作可能。昇温プログラム実行中でも動作する。

3. in-situ measure プログラムを実行する。

- ① 実行ボタンを押す。
- ② initialize が点滅し、点灯に変わる。
- ③ PV 値(°C)が表示されることを確認する。



4. 使用するセルにより、PID 値が異なるので温度調節器に PID パラメータを送る。

- ① cell select タブで使用するセルを選択する。
 - trans_cell_HTM : 透過法用石英セル(1000°C)
 - trans_cell : 透過法用石英セル
 - fluo_cell : 蛍光法用石英セル
- ② PID parameter [send]ボタンを押す。
- ③ 通信中点滅するので、消灯するまで待つ。
- ④ 念のため、温度調節器を local で制御して PID 値を確認する。
※温度調節器マニュアル (local) 2.2.3 (5)項参照

(2014/1/23 現在の設定値)

●透過法用石英セル(1000℃) GAIN: 0.52

No.	SV(°C)	P	I	D	SV scope (°C)
1	50	16.3	64	16	0-50
2	100	14.3	69	17	50-100
3	200	12.0	77	19	100-200
4	300	9.7	79	20	200-300
5	400	8.1	80	20	300-450
6	550	5.0	72	18	450-600
7	700	2.7	48	12	600-800
8	900	1.3	24	6	800-1000

●透過法用石英セル GAIN: 0.41

No.	SV(°C)	P	I	D	SV scope (°C)
1	50	27.5	49	12	0-50
2	100	26.6	54	14	50-100
3	200	23.3	66	17	100-200
4	300	21.0	71	18	200-300
5	400	17.2	74	19	300-450
6	550	11.9	73	18	450-600
7	650	7.9	66	17	600-800
8	800	1.5	23	6	800-1000

●蛍光法用石英セル GAIN: 0.52

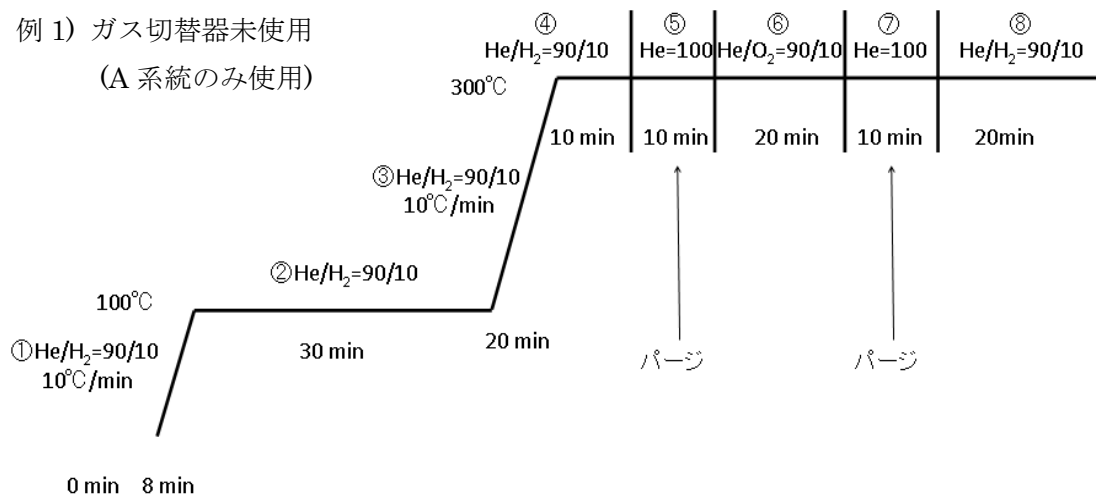
No.	SV(°C)	P	I	D	SV scope (°C)
1	50	18.1	121	30	0-50
2	100	17.7	134	33	50-100
3	200	15.6	148	37	100-200
4	300	13.6	151	38	200-300
5	400	11.4	149	37	300-450
6	500	9.1	140	35	450-600
7	600	7.1	125	31	600-800
8	—	—	—	—	800-1000

5. プログラムパターンの設定

The screenshot shows the 'm-stu measure 2.0130628.v' software interface. On the left, there are control panels for 'initialize', 'measure', 'Current step', 'Loop count', and 'Total count'. A graph on the right shows a temperature profile over time. Below the main interface is a detailed 'measurement condition' table with columns for step, time, temperature, measurement mode, and gas system parameters.

(1) [measurement conditions]タブに温度・ガス・測定のパラメータを入力する。

例 1) ガス切替器未使用
(A 系統のみ使用)



① すぐに 20°Cから昇温開始、測定なし(none)、A 系統のみ使用、He/H2=90/10ccm

step	check comment	time (h:mm:ss)	temp (°C)	measurement mode	start	end	step	Interval(sec)	number of measurement	A gas (ml/min)																
										He	N2	H2	O2	CO	NO	H2S	He	N2	H2	O2	CO	NO	H2S			
1		00:00:00	20	non					00:00:00	0	A	0	0	10	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

① 10°C/min(80°C = 8分)で 100°Cまで昇温、温度毎の測定(temp)、20~90°C(30°C間隔)、He/H2=90/10ccm

step	check comment	time (h:mm:ss)	temp (°C)	measurement mode	start	end	step	Interval(sec)	number of measurement	A gas (ml/min)																	
										He	N2	H2	O2	CO	NO	H2S	He	N2	H2	O2	CO	NO	H2S				
2	1	00:08:00	100	tem	20	90	30		00:00:00	4	A	90	0	10	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

② 30min 間 100°C で保持、時間毎の測定(const)、2 分毎、He/H₂=90/10ccm

③ 10°C/min(200°C = 20 分)で 300°C まで昇温、温度毎の測定(temp)、110~300°C (50°C 間隔)、He/H₂=90/10ccm

④ 10min 間 300°C で保持、時間毎の測定(const)、5 分毎、He/H₂=90/10ccm

⑤ 10min 間 300°C で保持、測定なし(none)、He=100ccm

⑥ 20min 間 300°C で保持、時間毎の測定(const)、5 分毎、He/O₂=90/10ccm

⑦ 10min 間 300°C で保持、測定なし(none)、He=100ccm

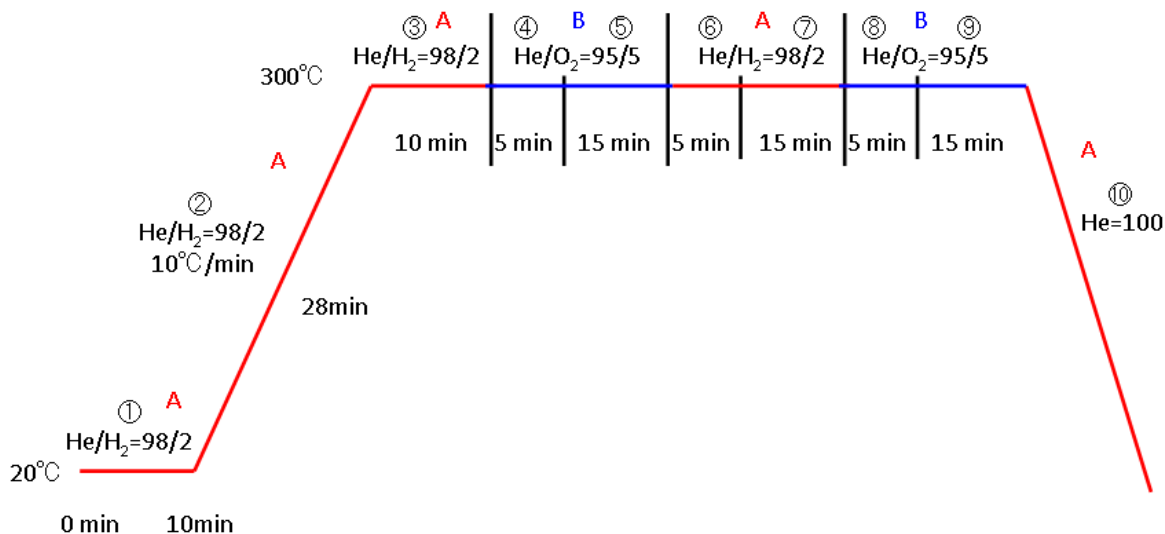
⑧ 20min 間 300°C で保持、時間毎の測定(const)、1 分毎、He/H₂=90/10ccm

⑨ 終了。コメント欄に「end」と入力。自動的に He=100ccm でパージする(purge gas select で選択されているガス種で 100ccm 流す)。

⑩ end の次の step がグレー表示になっていることを確認する。

例 2) ガス切替器使用

(A 系統 B 系統使用)



- ① 10min 間 20°Cで保持、時間毎の測定(const)、2分毎、セルに供給：A系統、A:He/H2=98/2ccm、B:H2/O2=95/5ccm



- ② 10°C/min(280°C = 28分)で 300°Cまで昇温、温度毎の測定(temp)、20~300°C(20°C間隔)、セルに供給：A系統、A:He/H2=98/2ccm、B:H2/O2=95/5ccm



- ③ 10min 間 300°Cで保持、時間毎の測定(const)、3分毎、セルに供給：A系統、A:He/H2=98/2ccm、B:H2/O2=95/5ccm



- ④ 5min 間 300°Cで保持、測定なし(none)、セルに供給：B系統、A:He/H2=98/2ccm、B:H2/O2=95/5ccm



- ⑤ 15min 間 300°Cで保持、時間毎の測定(const)、5分毎、セルに供給：B系統、A:He/H2=98/2ccm、B:H2/O2=95/5ccm



- ⑥ 5min 間 300°Cで保持、測定なし(none)、セルに供給：A系統、A:He/H2=98/2ccm、B:H2/O2=95/5ccm



- ⑦ 15min 間 300°Cで保持、時間毎の測定(const)、5分毎、セルに供給：A系統、A:He/H2=98/2ccm、B:H2/O2=95/5ccm



- ⑧ 5min 間 300°Cで保持、測定なし(none)、セルに供給：B系統、A:He=100ccm、B:H2/O2=95/5ccm



- ⑨ 15min 間 300°Cで保持、時間毎の測定(const)、5分毎、セルに供給：B系統、A:He=100ccm、B:H2/O2=95/5ccm



- ⑩ 30min で 20°Cまで降温、温度毎の測定(temp)、300~50°C(50°C間隔:「-50」と入力)、セルに供給：A系統、A:He=100ccm、B:He=100ccm



- ⑪ 終了。コメント欄に「end」と入力。自動的に He=100ccm でページする(purge gas select で選択されているガス種で 100ccm 流す)。



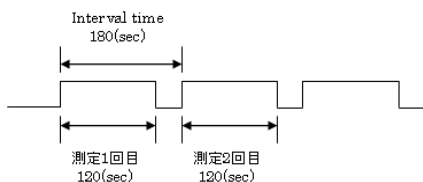
- ⑫ end の次の step がグレー表示になっていることを確認する。



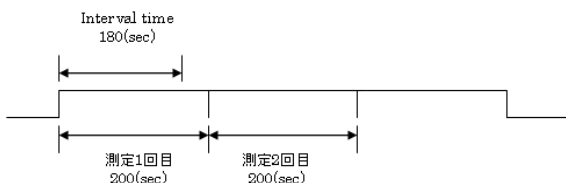
※ Const 設定の Interval(sec) と QXAFS 測定時間の関係

Interval を 180sec に設定した場合

- QXAFS 測定に 120sec かかる場合 → 60sec 待機して次の測定を行う



- QXAFS 測定に 200sec かかる場合 → 測定終了後すぐに次の測定を行う



- (2) measurement conditions を保存したい場合、[Save conditions]を押す。ダイアログが出現するので、「***.csv」(拡張子は「.csv」)等適当な名前をつけて保存する。
- (3) 以前に保存した conditions file を読み込む時は、[Load conditions]を押して、保存しておいたファイル(***.csv)を選ぶ。右上グラフにうまく表示されないときは、[stop]を押してプログラムを終了させ、再度 3.プログラムの実行 ①～③を行い、5.プログラムパターンの設定 (1) 例 1) ⑩もしくは例 2) ⑫のコメント欄に end を入力した次の step がグレー表示になっていることを確認する。
- (4) Program pattern [send]ボタンを押して、温度調節器に昇温パターンを書き込む。点滅中は温度調節器と通信を行っているので、点滅が消灯するまで待つ。

6. QXAFS プログラムの Trigger 実行

- ① BL14B2 メインメニュータブから「QXAFS」を選択し、実行ボタン(白矢印)を押す。
- ② 「QXAFS14B2_Simplified0024.vi」が起動する。
- ③ 実行ボタン(白矢印)を押す。
- ④ [Sample name]を入力する。
- ⑤ 測定条件[Start(deg)][End(deg)][Step(deg)][Dwell(ms)]を入力する。
- ⑥ [File copy]ボタンを押すとダイアログが出現するので、測定したデータのコピー先として解析用 PC の任意のフォルダを指定して設定する。
- ⑦ 「DataConverter」の[Converter]ボタンを押すと、サブ vi が表示される。測定元素を選択して、データ変換実行を設定する。
- ⑧ 「Loop」に多めに loop 数を入力する。

- ⑨ **Trigger** ボタンを「ON」にする。※ 連動させる時は必ず行うこと。
- ⑩ [Start]ボタンを押すと、ダイアログが出現するので、ファイル名を入力してOKを押す。
- ⑪ 測定開始角度までモノクロが動き、測定条件になるまで待機する。
- ⑫ ⑧で loop 数を多めに入れている場合、昇温プログラム終了時には[loop stop]ボタンを押して QXAFS 測定プログラムを停止する。

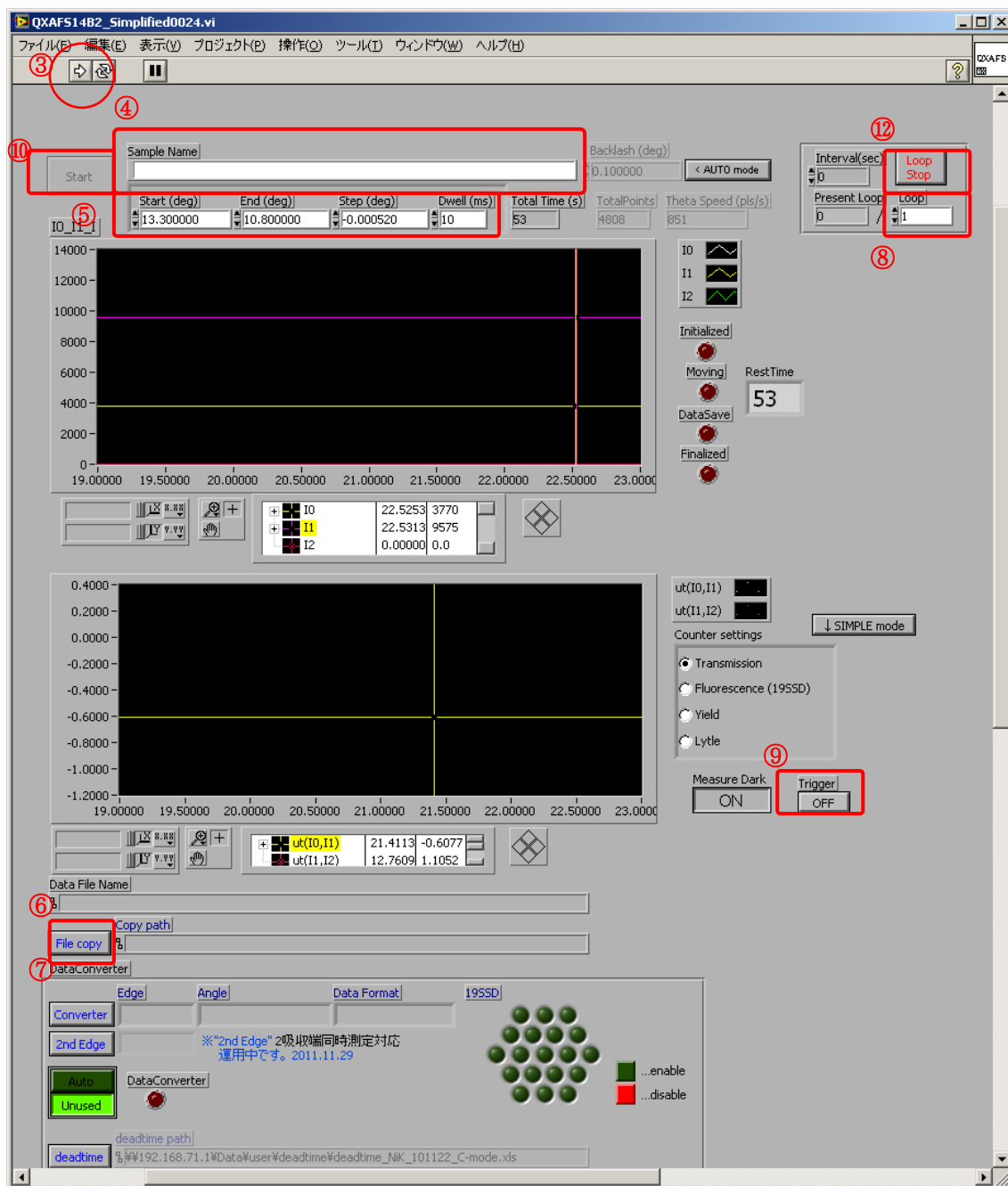
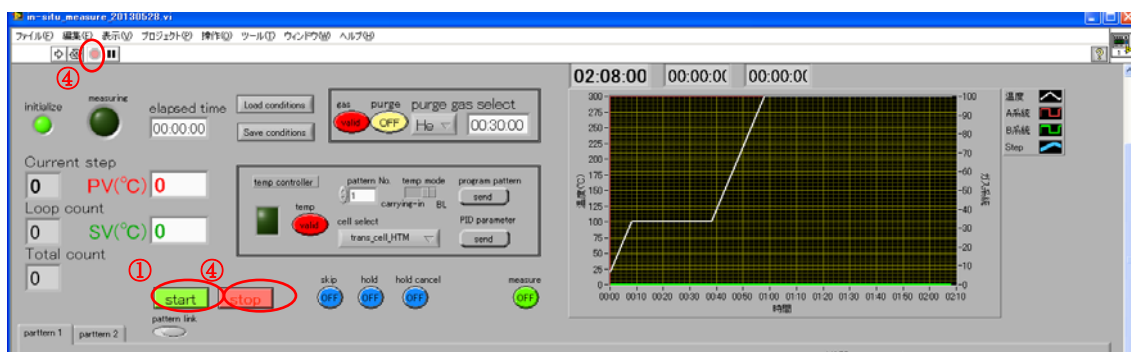


図. QXAFS 測定プログラム

7. 昇温プログラム実行

- ① [Start]ボタンを押す。
- ② ログファイルを保存するダイアログが出現するので、「***_log.csv」（拡張子は「.csv」）のようなファイル名を入力して「OK」を押す。
- ③ 昇温プログラムが開始する。
昇温プログラム実行中は、温度調節器の昇温レートや設定温度の変更はできない（in-situ measure プログラムからの設定変更は不可。温度調節器 Local での設定変更は可能）が、ガス種や流量および測定条件の変更は可能である。[measurement conditions]で次の step から変更有効。
- ④ 途中で昇温プログラムを停止したい場合、[stop]ボタンを押す。1 回では終了しない場合はもう一度[stop]ボタンを押す。それでも終了しない場合は赤ボタンを押す。



以上