

XAFS測定用プログラム使用マニュアル

(BL-11A用；2011/10/28版)

2011年10月

北島義典

このプログラムは硬X線BLでKEK-PF XAFS Groupが開発し、
BL-11A向けに永谷康子さんが修整したものです。

目次

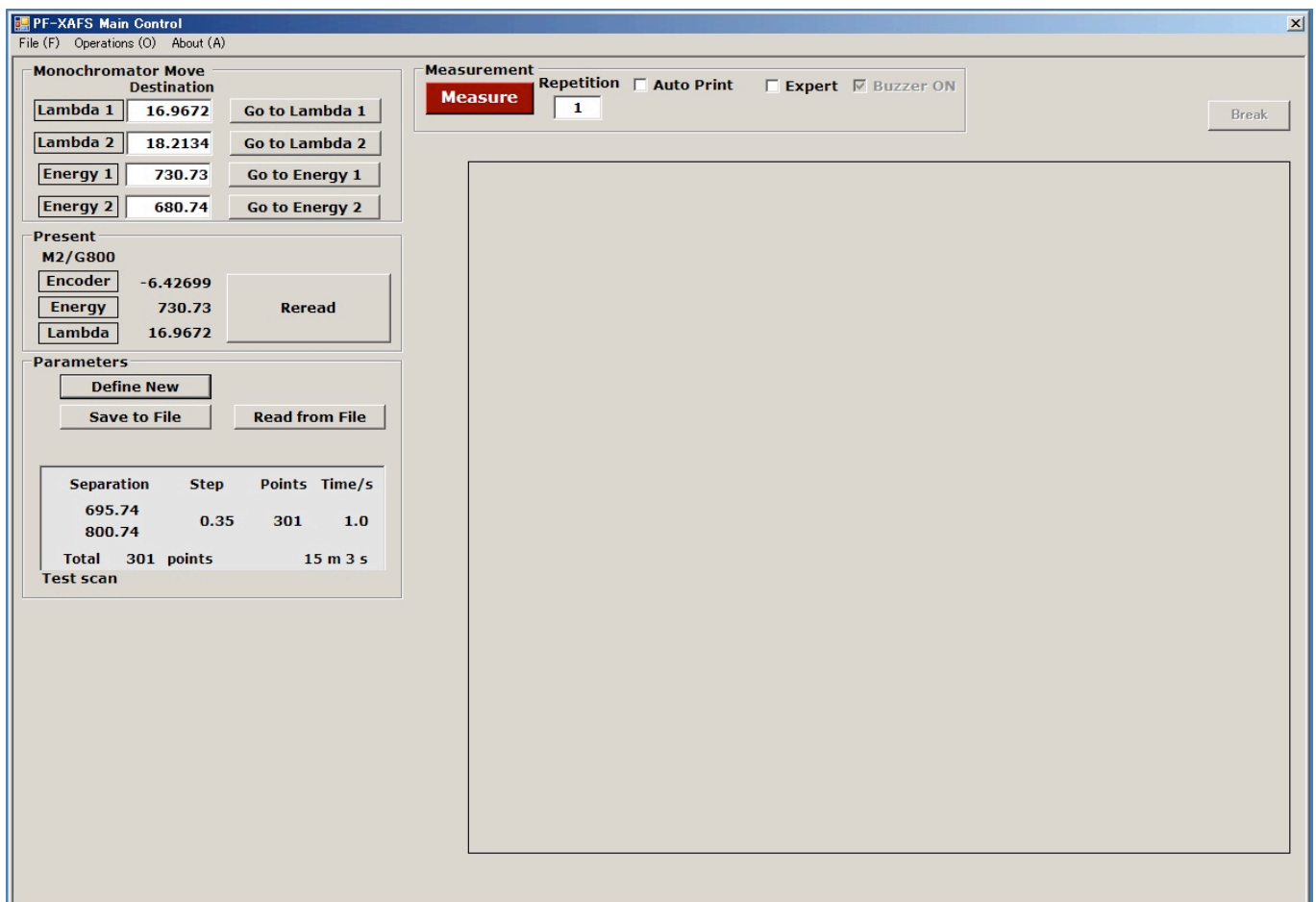
0. 測定プログラム起動.....	3
1. モノクロメータの光エネルギー<もしくは波長>変更.....	4
2. 測定パラメータの設定.....	4
2-1. 新たにパラメータを設定する場合.....	4
2-2. 保存したパラメータファイルを読み出し設定する場合.....	5
3. 測定.....	6
3-1. 測定モード等の設定.....	6
3-2. 測定条件等の入力.....	6
3-2-1. 試料名、データファイル名の入力とチャンネルの設定.....	6
3-2-2. オフセットの測定と入力.....	7
3-2-3. 測定開始.....	8
3-2-4. 測定中の操作.....	8
3-2-5. 測定中の異常.....	9
3-3. 測定終了.....	9
4. その他の機能.....	10
4-1. カウントチェック.....	10
4-2. データ表示.....	11
5. プログラム外の機能.....	13
5-1. 球面鏡／回折格子の選択.....	13
5-2. エネルギー軸較正.....	14

0. 測定プログラム起動

PCを立ち上げると、ユーザーを選ぶ画面となるのでblcoを選び、パスワードbl-11aを入力してログインする。



まず「managerstart」をダブルクリックしてSTARSシステムを立ち上げてから、「BL11A-GUI」をダブルクリックし、測定プログラムを起動すると「PF-XAFS Main Control」ウィンドウが開く。



「Monochromator Move」ボックス：分光器のエネルギー／波長変更

「Parameters」ボックス：XAFS測定パラメータの設定

「Measurement」ボックス：XAFS測定条件等の設定

「Present」ボックスが追加されていて、現在の分光器の位置（エンコーダの読み値）と分光器の球面鏡／回折格子の組み合わせから計算されるエネルギー・波長が表示される。球面鏡／回折格子の切り替えを行った場合は、[Reread]をクリックするとエネルギー・波長が再計算される。

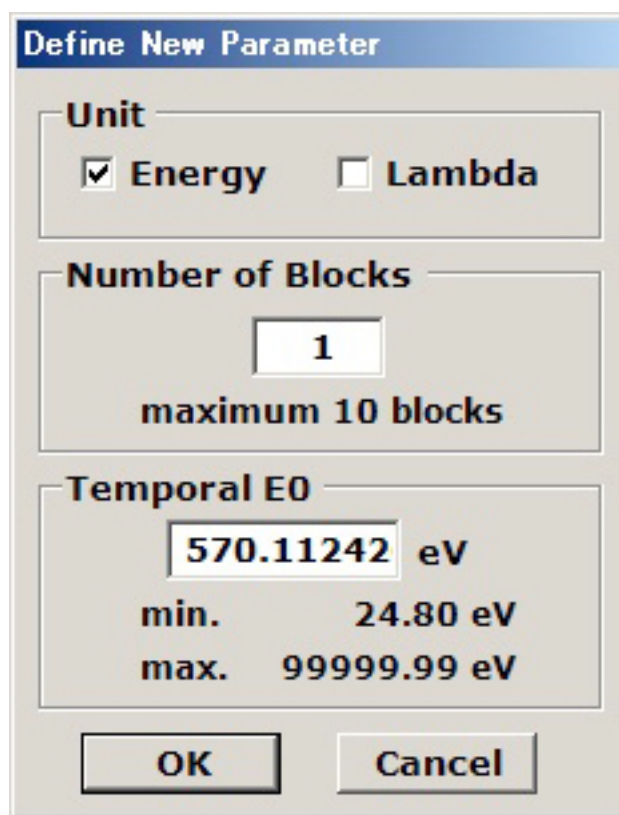
1. モノクロメータの光エネルギー<もしくは波長>変更

目的のエネルギー<または波長>を「Monochromator Move」のEnergy 1 or 2<またはLambda 1 or 2>の「Destination」に入力し[Go to Energy 1 or 2]<または[Go to Lambda 1 or 2]>をクリック。1 or 2は二種類の数値入力が可能で、どちらのボタンも同じ機能である。この時、可動範囲を超えた値を入力しても動いてしまうので注意すること。緊急に停止したい場合は、パルスモータコントローラPM4C-05-1のSTOPボタンを押すこと。

2. 測定パラメータの設定

2-1. 新たにパラメータを設定する場合

「Parameters」ボックスの[Define New]をクリックすると「Define New Parameter」ボックスが現れる。



The image shows a dialog box titled "Define New Parameter". It contains three main sections: "Unit" with radio buttons for "Energy" (checked) and "Lambda" (unchecked); "Number of Blocks" with a text input field containing "1" and a label "maximum 10 blocks"; and "Temporal E0" with a text input field containing "570.11242 eV", a "min." value of "24.80 eV", and a "max." value of "99999.99 eV". At the bottom are "OK" and "Cancel" buttons.

パラメータを入力する際の次元（エネルギーもしくは波長）、測定ブロックの数（最大10ブロックまで）、オプションで吸収端エネルギー（Temporal E0）を設定し<設定しなくても測定は可能>[OK]をクリック。

「Parameter Calculator」ウィンドウにおいて各ブロックの測定開始エネルギー（「Define New Parameter」画面の「Unit」で「Lambda」にチェックした場合は波長=単位はÅ）と測定終了エネルギー（もしくは波長）、測定ステップ（エネルギーもしくは波長間隔）、Dwell Timeを入力した後、[Check]をクリックすると測定点数と測定時間が表示される。

注) [Check]をクリックしないと[OK]ボタンはアクティブになりません。

[Check]をすると入力パラメータの整合性をチェックする（この時、Separationの値はエネルギー

が増大する＝波長が減少するように設定しなければならない)。不整合がある場合には上から順に自動補正を行う。なお「decrease」「increase」でブロック数の変更も可能。またここで[Read]をクリックすると既存のパラメータを読み込むことができる。

Parameter Calculator

E_0 /eV: Unit: Energy / eV Block: ▲ decrease
▼ increase

k	Separation	Step	Points	Time/s
500		0.5	0	1
515		0.1	0	1
540		0.2	0	1
600			0	1
			0	1
			0	1
			0	1
			0	1
			0	1
			0	1
			0	1

Calc k Check Total: --- points
 --- m --- s

Read Save Cancel OK

[Calc k]をクリックすると入力した E_0 の値を用いて対応する波数ベクトル $k/\text{\AA}^{-1}$ が表示される<測定には影響がない>。

設定したパラメータでよければ[OK]をクリック。

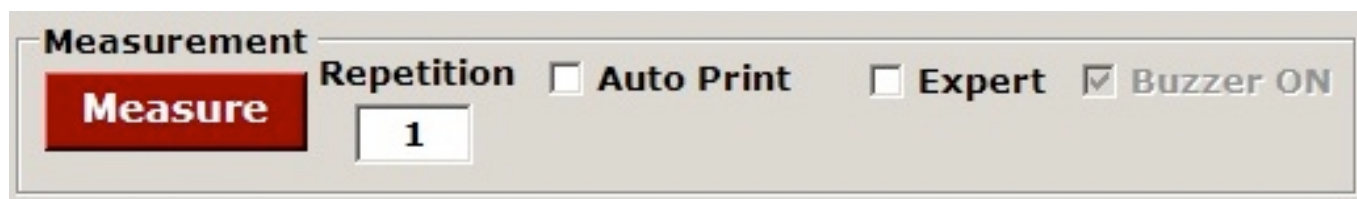
[Save]をクリックするとここで設定したパラメータを保存することもできる。

2-2. 保存したパラメータファイルを呼び出し設定する場合

「PF-XAFS Main Control」ウィンドウで[Read from File]をクリックしパラメータを呼び出すとそのパラメータが測定パラメータとして設定される。

3. 測定

3-1. 測定モード等の設定



「Repetition」 測定の繰り返し回数を設定。

「Auto Print」 チェックが入っている場合、測定終了時にスペクトルを印刷<現在はプリンタを接続していないので無効>。

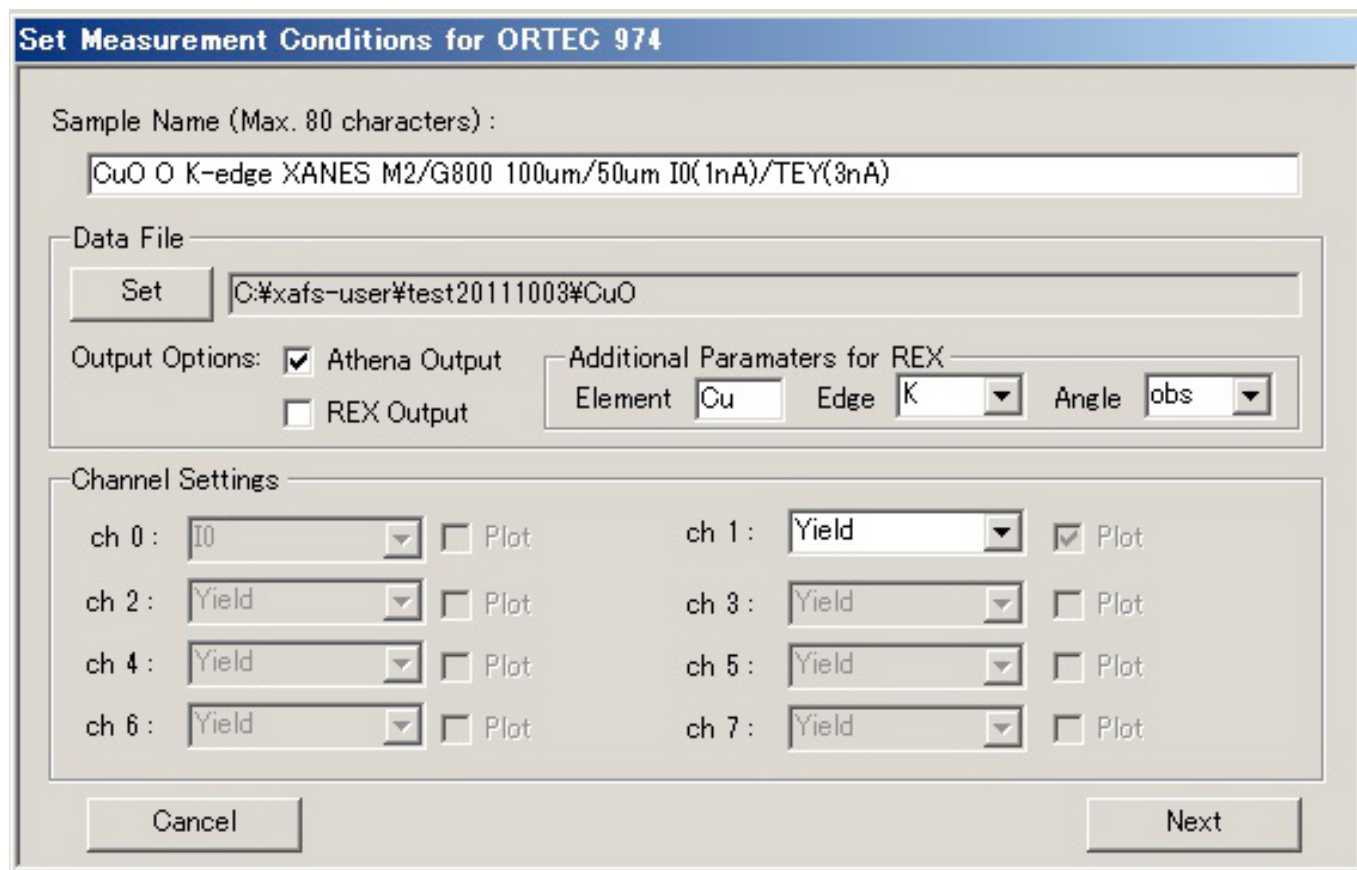
「Expert」 チェックが入っている場合、ORTEC974スケーラーの4ch<ではなく、TSUJICONカウンタでch0,ch1のほかch2~ch7>にシグナルを入れての測定が可能。

「Buzzer ON」 チェックが入っている場合、測定終了時等に音が出る（音量は小さい）。これらの設定をした後、[Measure]クリックで測定条件等入力画面へ。

3-2. 測定条件等の入力

3-2-1. 試料名、データファイル名の入力とチャンネルの設定

[Measure]をクリックすると「Set Measurement Conditions for ORTEC 974」が表示される<実際にはORTEC974ではなく、TSUJICONのNCT08-01を使用する>



ので「Sample Name」に試料名などのコメントを入力。最大半角80文字。

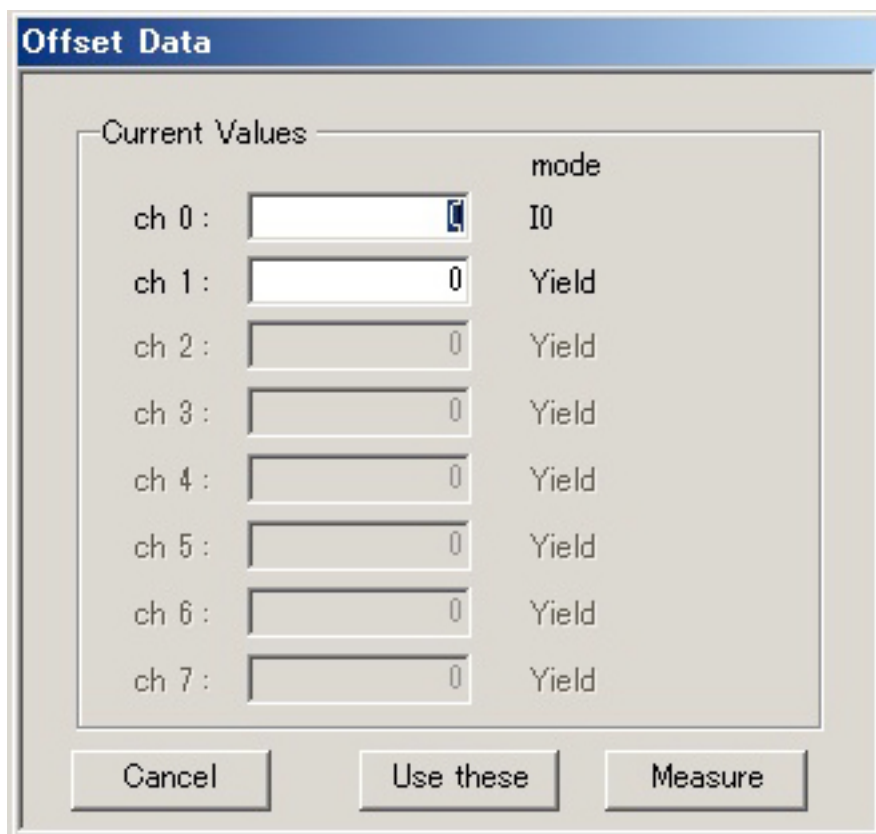
[Set]をクリックし、保存するデータファイル名と保存先を設定する。

「Output Options」でAthena Output もしくはREX Outputにチェックを入れると、それぞれの解析プログラム用形式のデータも保存される。

「Channel Settings」のプルダウンメニューから検出するチャンネルの測定モードを設定する。

「Plot」にチェックが入っているチャンネルのスペクトルが測定画面に表示される。設定終了後 [Next]をクリックするとオフセット設定ウィンドウが表示される。

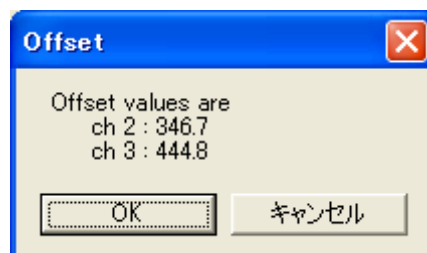
3-2-2. オフセットの測定と入力



検出器のオフセットの値を測定もしくは入力する。

- ・手動で入力する場合は対応するテキストボックスに値を入力する。
- ・新たにオフセットを測定する場合 [Measure] をクリック。シャッターを閉じることを要求してくるのでシャッターを閉じて [OK] をクリック。

オフセット測定 <データ 1 点当たりの測定時間の10倍かかるので注意> が終わると



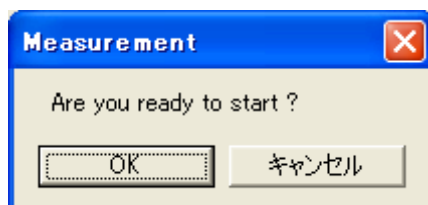
というウィンドウが表示されるので、よければ [OK]。

3-2-3. 測定開始

オフセット測定終了後、シャッターを開くことを要求してくる



のでシャッターを開いて[OK]、引き続き「Measurement」ウィンドウが表示される

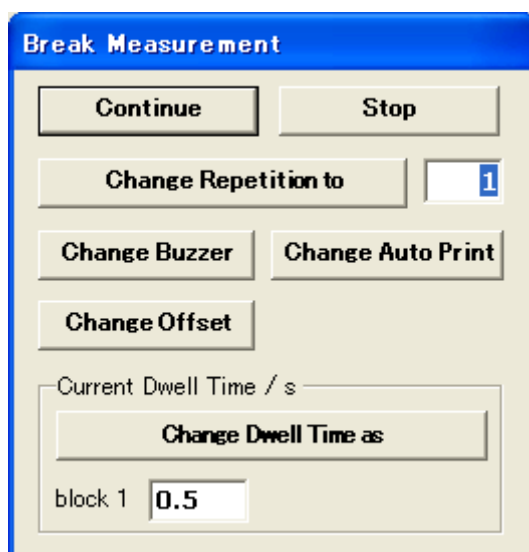


ので[OK]で測定開始。

3-2-4. 測定中の操作

測定中「PF-XAFS Main Control」ウィンドウ右上の[Break]をクリックすると「Break Measurement」画面が表示され、一時測定を中断していくつかの設定を変更することができる。

（「Break Measurement」画面は「Break」ボタンをクリックした時点の次の点の測定開始直前に表示される。）



測定中にできる操作として以下の項目がある。「Break Measurement」ウィンドウから適宜設定の変更を行う。

- ・ [Continue] 測定再開
- ・ [Stop] 測定中止
- ・ [Change Repetition to] 繰り返し回数の変更<先に数値を入力してクリック>
- ・ [Change Buzzer] ブザーのON、OFFの変更<無効>
- ・ [Change Auto Print] オートプリントモードの変更<無効>

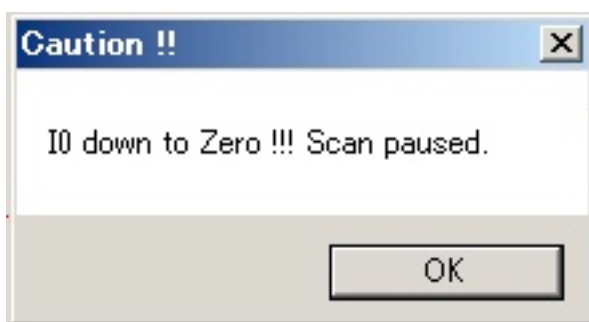
- ・ [Change Offset] オフセットの変更
- ・ [Change Dwell Time as] Dwell Timeの変更<先に数値を入力してクリック>

各ボタンをクリックすると変更が有効となり、測定が再開される。

変更せずに測定に戻る場合は[Continue]をクリック。そのまま測定を中止する場合は[Stop]をクリックする。

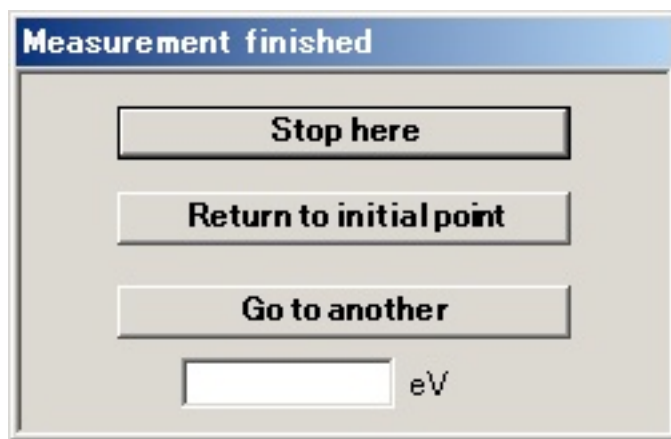
3-2-5. 測定中の異常

測定中にX線強度が著しく減少するなどの異常が発生すると「I0 down to Zero !!! Scan paused」と表記された警告ウィンドウが表示される。そのまま測定を継続する場合は[OK]をクリックする。この際、異常が発生するまでのデータは保存される（ただし、1点目の測定で異常が発生した場合は保存されない）。



3-3. 測定終了

測定が終了すると「Measurement finished」ウィンドウが表示され、モノクロメーターを何処へ移動するかを尋ねてくる。



[Stop here] 測定終了時のところにとどまる。

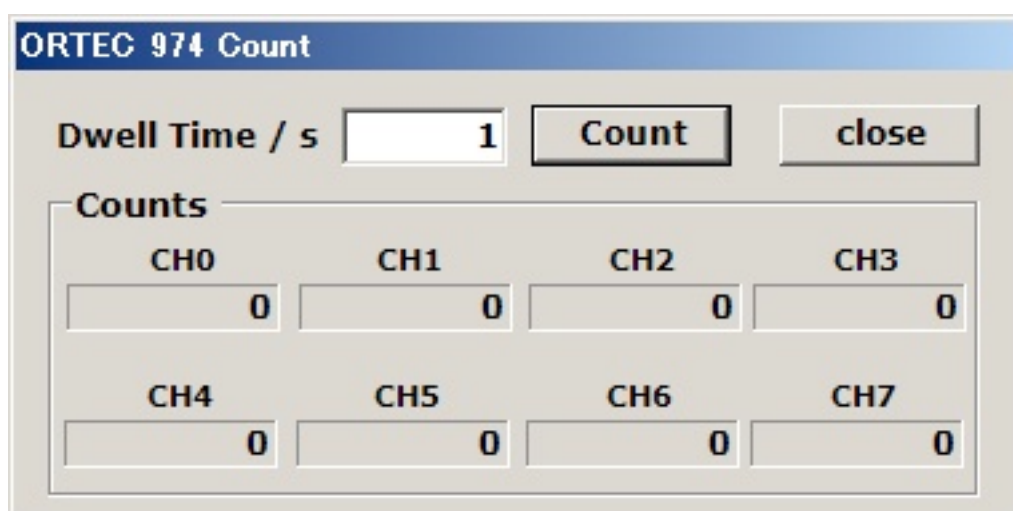
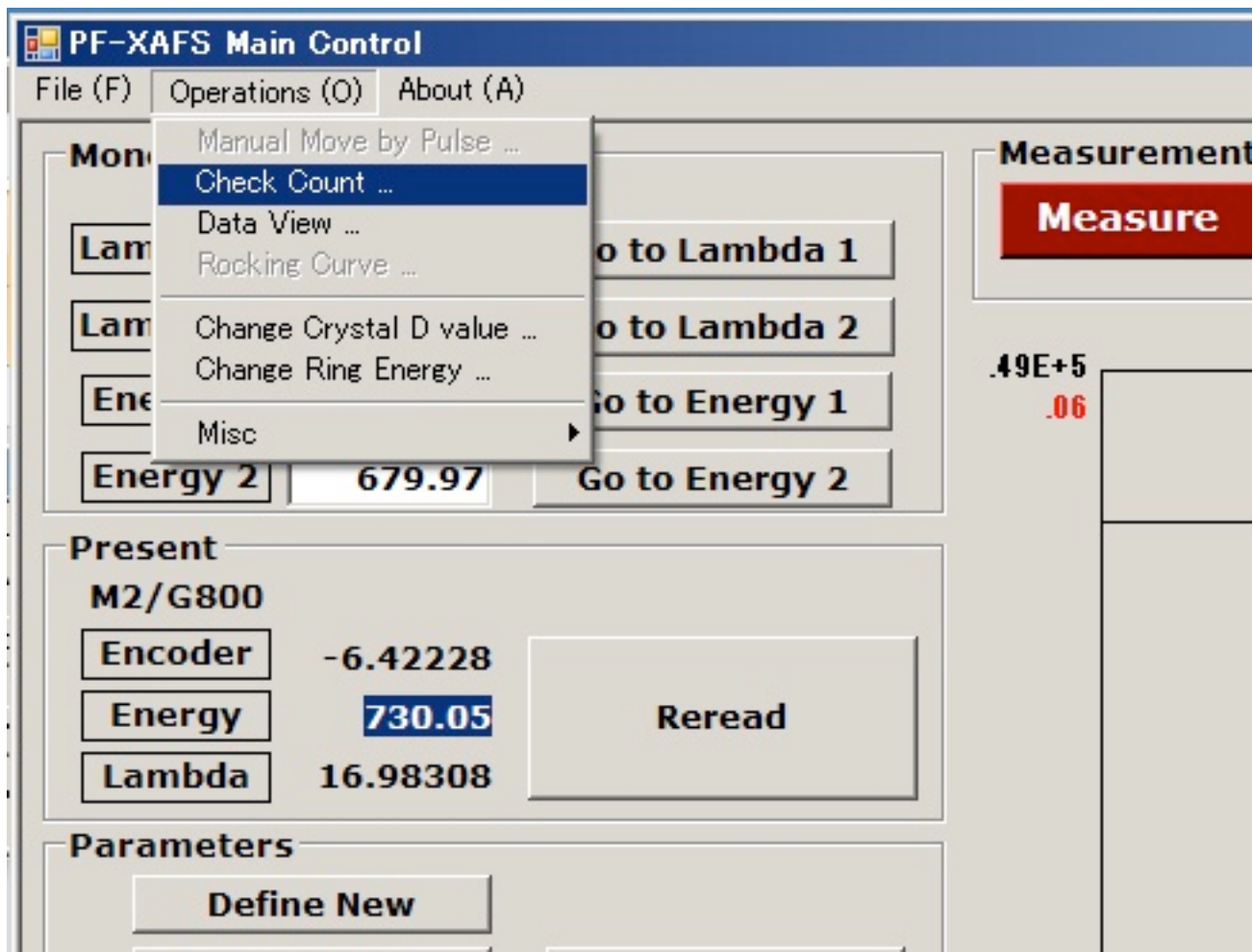
[Return to initial point] 測定開始時にいたところへ戻る。

[Go to another] テキストボックス内に入力されたエネルギーへ移動する<波長は入力できないので注意>。

4. その他の機能

4-1. カウントチェック

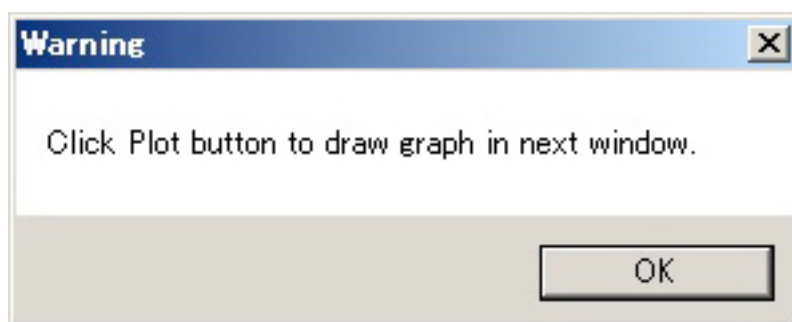
OperationsのプルダウンメニューからCheck Count...を選ぶと「ORTEC 974 Count」窓が開く。



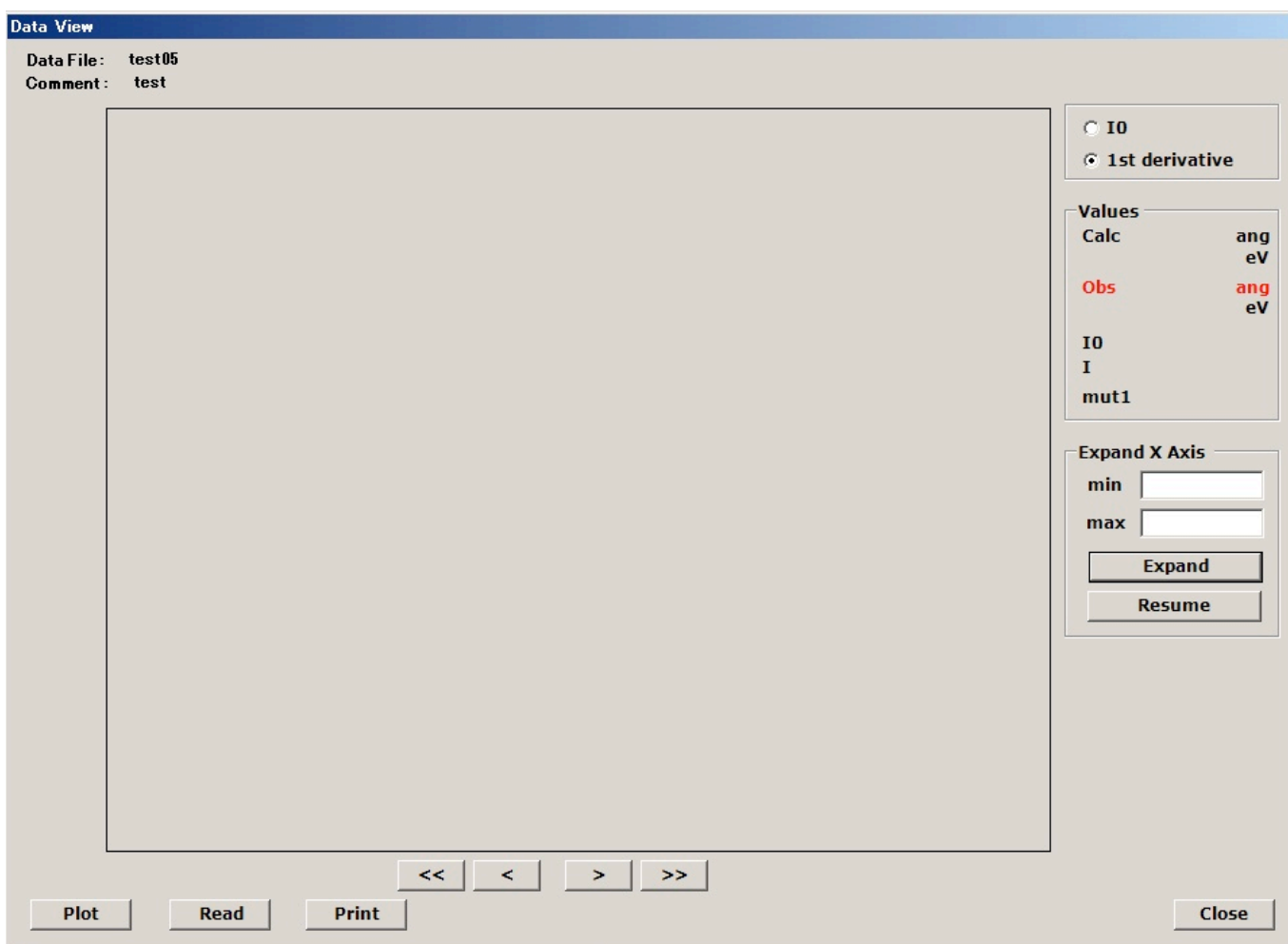
Dwell Time/s を設定して[Count]をクリックすると、測定が行われ、カウントが表示される。

4-2. データ表示

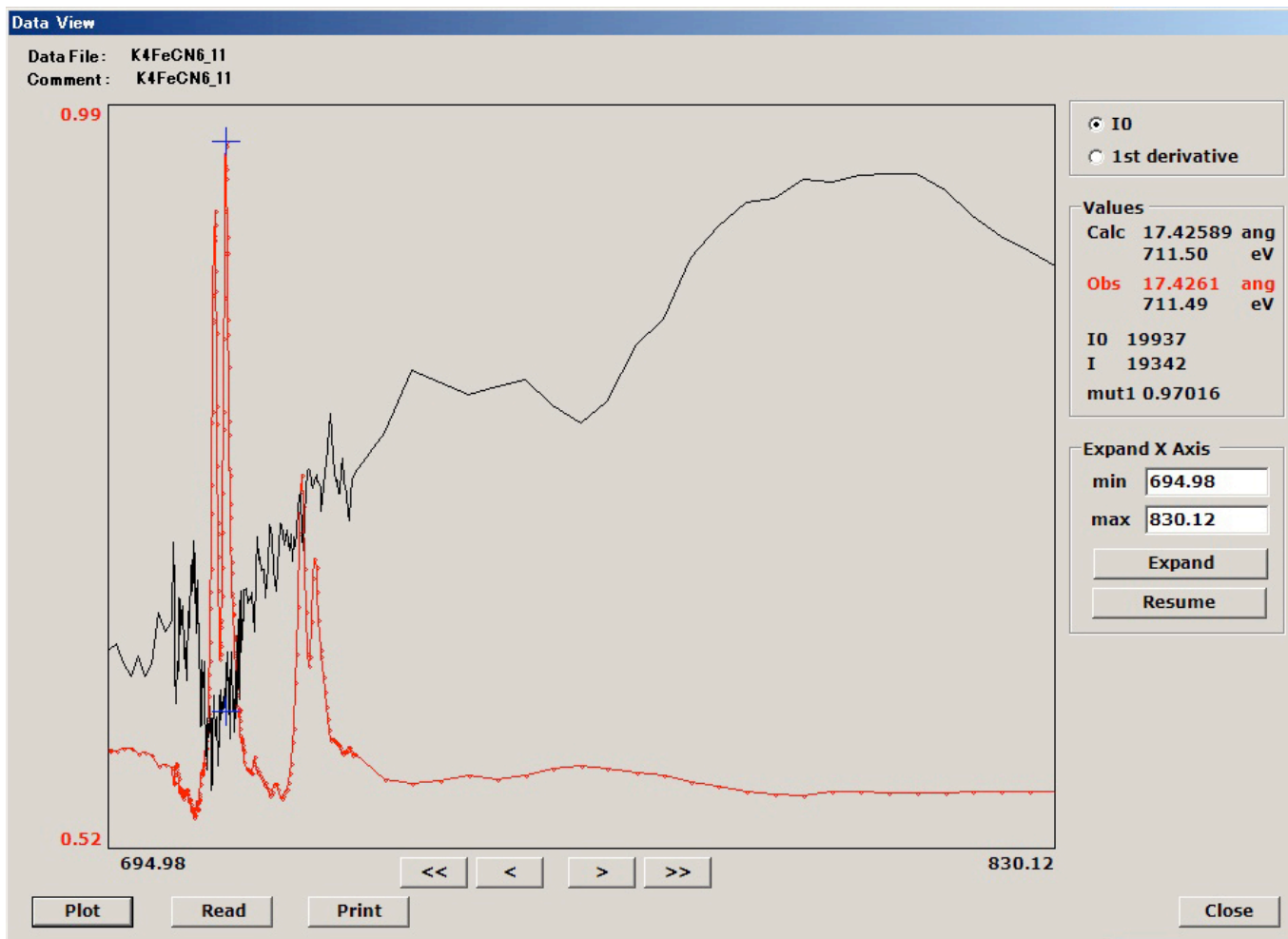
OperationsのプルダウンメニューからData View...を選ぶと「Warning」という窓が開く。



「次の画面でPlotボタンを押せ」という説明を読んだら[OK]をクリックすると「Data View」ウィンドウが開く。



左下の[Plot]をクリックすると測定したデータが表示される。

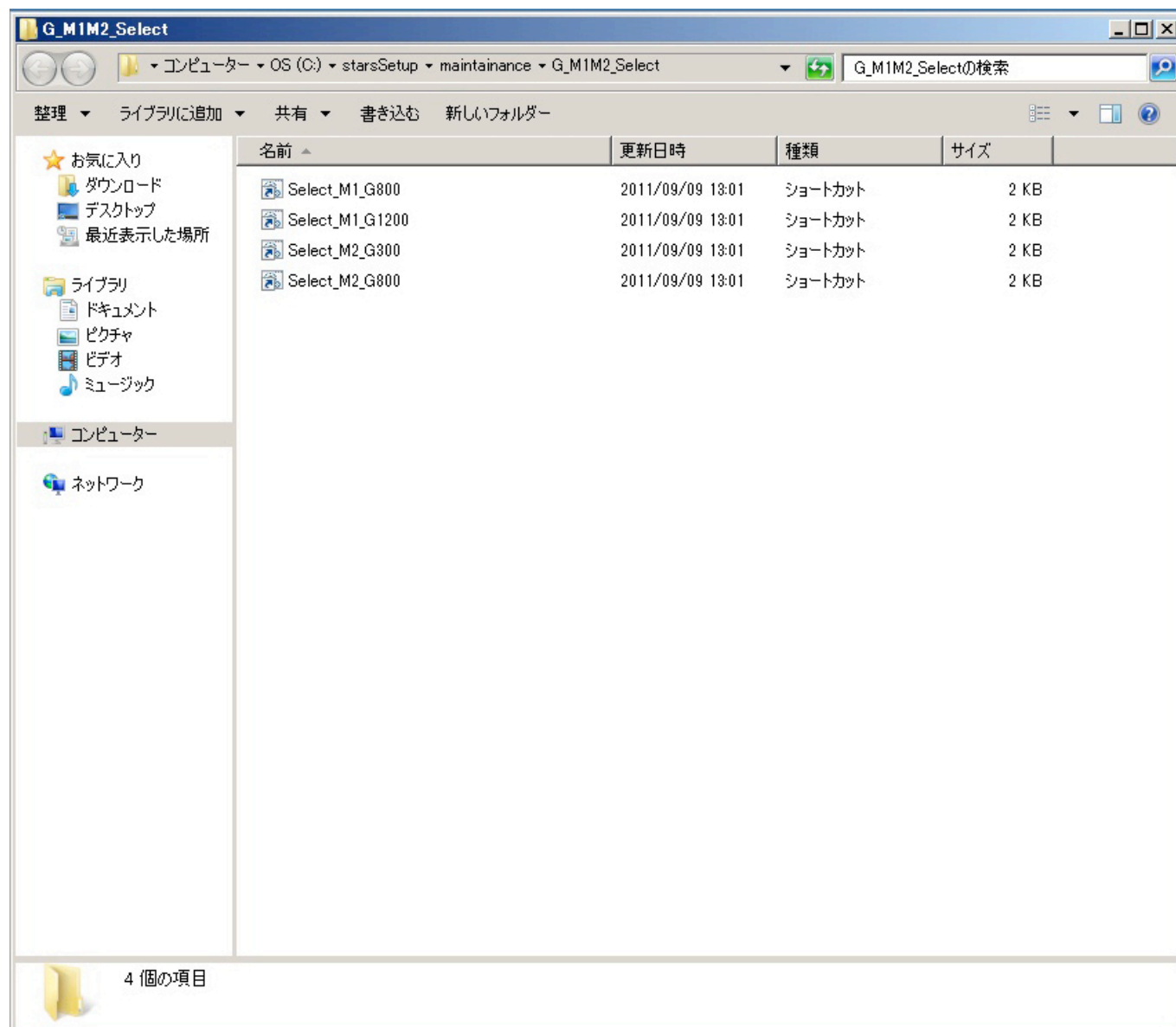


[Read]で過去のデータを読み込んで表示させることも可能。

5. プログラム外の機能

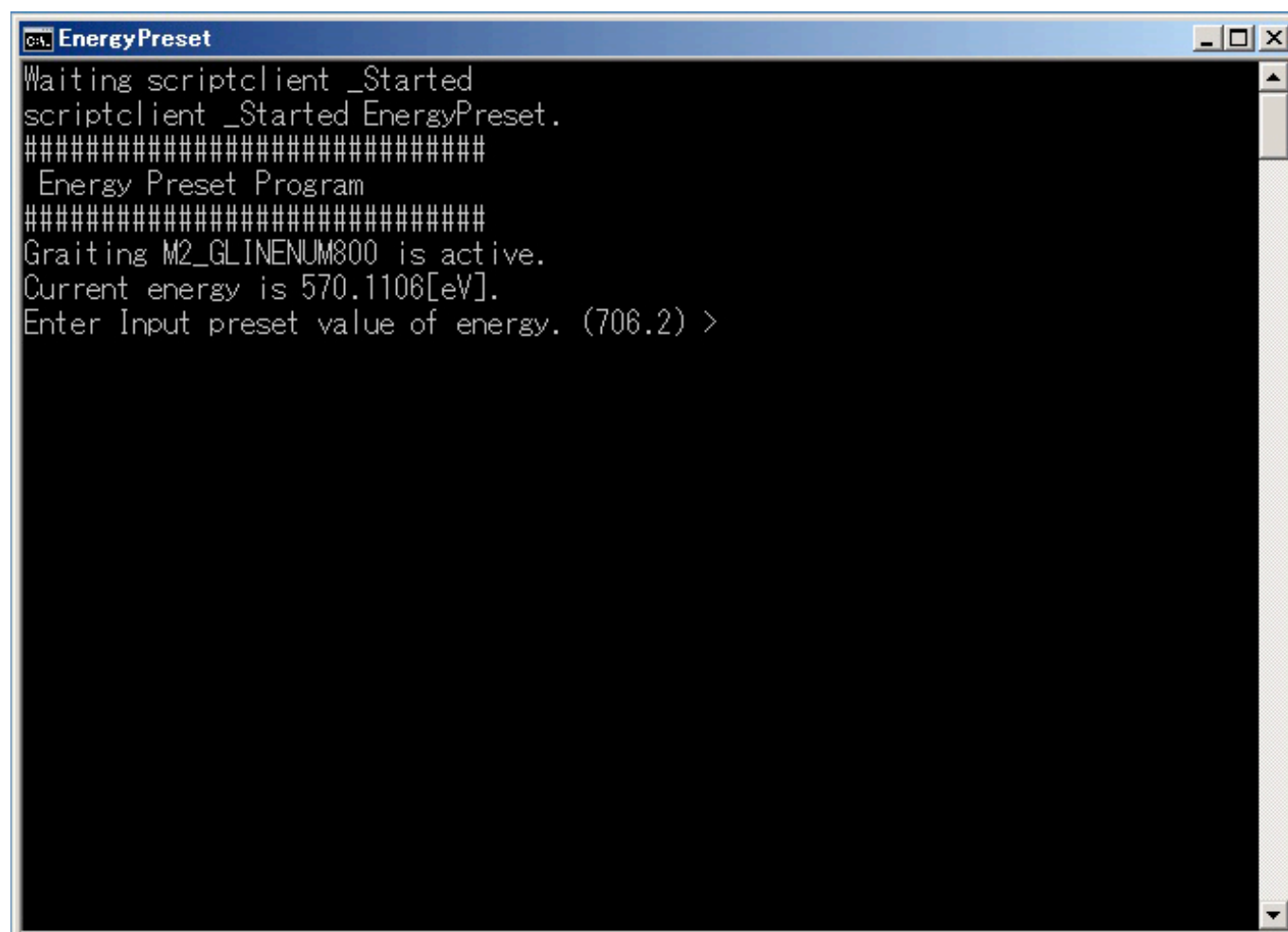
5-1. 球面鏡／回折格子の選択

現時点では、球面鏡／回折格子の組み合わせの切り替えは、XAFS測定プログラムの外に用意されている。デスクトップのG&M1/M2 Selectフォルダを開き、Select_M#_G#00をダブルクリックする<M1の抜き差しは直ちにスタートするので十分に確認してから行うこと>。回折格子そのものの切り替えは従来通り手動である。



5-2. エネルギー軸較正

何らかの基準値にエネルギー軸を合わせたい場合は、その位置まで移動してから、デスクトップにある「EnergyPreset」を立ち上げる。



```
C:\> EnergyPreset
Waiting scriptclient _Started
scriptclient _Started EnergyPreset.
#####
Energy Preset Program
#####
Grating M2_GLINENUM800 is active.
Current energy is 570.1106[eV].
Enter Input preset value of energy. (706.2) >
```

ここで現在のエネルギー値を入力するとエネルギー軸のキャリブレーションが行われる。波長でキャリブレーションしたい場合（0次光の場合など）は、「WavelengthPreset」を用いることも可能。