x Manager を使った XAFS 測定マニュアル

Ver. 2007.10.16 SetCurrentAmp.viとXAFS 測定の記述追加変更 Ver. 2007.9.15 JASRI

- 1. 準備
 - (1) プリアンプ電源とXMap の電源を入れて、30 分以上 Warm up する。



- (2) SSD にゆっくり(-100 V/10 sec 程度)と-1000 V かける。
- (3) AMP の Gain Calibration が行える程度の蛍光強度が十分に大きい試料をセットする。
- (4) SSDを試料から離す、4DSLITの開口を小さくするなどして、SSDに必要以上に蛍光が入
 - って、ダメージを与えることが無いようにする。

- 2. xManager プログラムの起動
 - デスクトップ上の xManager のショートカットアイコンからプログラムを起動する。 xMap シ ステムの初期化に約 30 秒かかかる。.

	Open and save ini file	Channel Selection	Start/Stop	ICR		
Peak	Channel Selection	Of municerrelease) Preset Run Vision Vision Vision Vision Joon Audo X	Reatine: 13.807 tec Trigger Lowtine: 12.3 Dec Energy Lowtine: 12.3 Dec Proof Rate: 14.507 keg Codput Riste: 96.326 keg Everts: 13.5707 Dead time %: 17.014	onds Save SCA Data	Save MCA Data	
Threshol	d Cain Dynamic Range Store of Bins MCA bin width 2000 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0	50000 45000 30000 30000 25000 25000 15000 15000 5000				Spectrum
МС	A Baseline Baseline Average 550 ¥ samples Acourt Utabo Serve Acquistion Detector SCA System	0 5 50 MCA Baseline Trace OainMatch Baseline Trace OainMatch Events GO 6.0 6.0 6.0	15 20 25 Energy (keV) 2R(kcps) Oau-Mean Oau-PVMM Callo. (ke	30 35	40 Add RCI Delete RCI Collorate RCI	Gain Match

- (2) 元素ごとに ini ファイルを作成する。以前と同じ、もしくはエネルギーの近い元素のファイ ルを基にする。プログラムの File メニューから基にする ini ファイルを選んで、読み込む。 読み込んだ後のxMap システムの初期化に約 30 秒かかる。今回の測定用に新しく名前 をつけて保存する。プログラムが起動したときは、前回の終了時の ini ファイルが読み込 まれている。
- (3) デスクトップ上の xManager のショートカットアイコンを起動すると、カウンタが自動的に カウントを始め(デスクトップ右上隅にカウンタ制御プログラム)、xManager を終了すると、 カウンタが止まるように変更したので、この(3)の操作は必要なくなりました(2007/10/16)。 LabVIEW の"Menu2.vi"プログラム内の"SetCurrentAmp"プログラムを実行する。"Count" ボタンを押し、常にカウントし続ける状態にする。xMap はカウンターの Gate 信号に連動 しているので、カウンターが動作していないと、蛍光スペクトルが画面に現れない。 "CurrentAmp"プログラムには"Timer"が付いている。xManager プログラムの使用中は常 に "Counting"状態であることを確認する。



(4) DSS をあけて、x Manager プログラム上で ICR が 200 kcps 以下であることを確認する。もし、200 kcps 以上なら、入射 X 線あるいは蛍光 X 線強度を小さくする。

- 3. xManage のパラメーター調整
 - MCA の画面で"Start"ボタンを押して、画面上で蛍光スペクトルを確認する。パラメーターを変更するときは"Stop"ボタンを押し、パラメーターの値を変更した後は。"Apply"ボタンを押す。
 - (2) "Peaking Time"を調整する。5.9 keV の蛍光 X 線で 0.5 µs が既定値である。"Peaking time"を小さくすると、エネルギー分解能は悪くなるが、より多くカウントすることができる。
 経験的に 5 keV 以下で1 µs、20 keV 以上で 0.2 µs 程度がよい。
 - (3) "Threshold"の"Trigger"と"Baseline"を調整する。既定値は 1000 eV であり、この値以下のバックグラウンドノイズの蛍光をカットしている。この値は経験的に測定対象の蛍光 X 線のエネルギーの 1/3 から 1/2 以下にするとよい。
 - (4) "Number of Bins"と"MCA Bin Width"を調整して、蛍光ピークが画面の中心付近に来る ようにする。既定値は2048と20 eV/binである。蛍光のエネルギーが高いときは、 "MCA Bin Width"を小さくするとよい。
 - (5) "Channel Selection"の数字を変更して、すべての素子の信号を確認する。.
- 4. Gain Match
 - (1) "Gain Match"タブを押して、"Gain Match"画面に切り替える.
 - (2) "Calibration Energy"に対象元素の K をテーブルから読み取って入力する。このとき、

最も高い蛍光ピークが対象元素の K であること。

- (3) "Calibration Peak Range"が"Calibration Energy"の範囲内にあること。"Calibration Peak Range"の±5 V ぐらいがよい。
- (4) "Start Gain Matching"を押して、画面上で"Gain Match"が終了するまで待つ。

Start Gain Matching	Calibration Energy	Calibration Peak Range	
Sectionary of the Build D with Handel of \$11.0 supporter relation	(e)		
Ele Tools Heb		- C ()	
Apply to All 10 ± (0-19)	Gain Matching Berlion Linits Calibration	Read R de (terV)	
fitters	8 05 Jaibration Energy (keV)	Upper	
Peaking Time 0.50 Jas	0.05 % of Calibration Energy	a Graph to Range	
Edit Filter Parameters	10.00 Acquisition Time (s)	15	
Threshold 6.0.055-			
Trigger 3002.93 eV 5 0.05 -			
Daseine 3002.93 eV 2 aug	<u></u>		
Energy 0.00 eV 0.045-0	1 2 3 4 5 6 7 8 9 Cha	10 11 12 13 14 15 16 17 18 19	
Gain 40000-			
Dynamic Range 160.01 v keV			ctra
£ 3000-			
MCA	<u>k</u>		.1.
Number of Dirac	/	graj	pn
M*A kin width 20.00 eV/kin 10000-	/		
J Synchronous run mode? 0-			
- Burelos	Energ	y (keV)	
MCA Baselin	e Traces GainMatch MCA Mapping		
Baseline Average 210 CALIBRATE	D 16] Channel 16 Mean Energy = 8.0	052 Calculated scale = 1.000	
CALIBRATE	D 17] Channel 17 Mean Energy = 0.0 D 10] Channel 10 Mean Energy = 0.0	052 Calculated scale = 1.000 051 Calculated scale = 1.000	
Apply Undo Sawe (DISABLED	[19] Channel 19 Channel Disabled.		
	Gain matching finished		
	Join notoning tratement		
Acquisition Detector SCA Staten		1	
Acquistion Detector SCA 3 steen	nager_10_0_070915.ml		

(5) 測定中にカウンタが停止したり、X 線が SSD に入らなくなったときは、エラーが出る。"System"タブで画面を切り替えて、"Skip None"ボタンを押し、すべての素子を"Ready"にする。



- 5. SCA の設定
 - (1) "MCA"タブを押して、MCA スペクトル表示画面に、"SCA"タブを押して、SCA 設定画面 にする。.
 - (2) カーソルをドラッグして、対象ピークの下限と上限を設定する。青色の部分が設定した SCA になる。グラフ下の表で設定値を確認できる。もしカーソルが画面上にないときはマ ウスを右クリックして、カーソルを表示する。グラフ内で左クリックしながらドラッグすると、 画面を拡大できる。横軸のメモリ上で左クリックしながらドラッグすると、画面の横移動が できる。Auto Scale に戻すときはグラフ上のプルダウンメニューで選択する。
 - (3) "Number of SCAs"に0を入力して、"Apply"ボタンを押すと、以前のSCA 設定値がクリア される。"Insert Active ROI"ボタンを押すと、現在の設定値が入力されるので、"Apply"ボ タンを押して、確定する。



- 6. ini ファイルの保存
 - "File"メニューから"Save as"を選んで、ini ファイルの名前を確認して保存し、xManager プログラムを終了する。
 - (2) "SetCurrentAmp"プログラムを"quit"ボタンで終了する。もし、プログラムを止めるのを忘れた場合は、他の測定プログラムが正常に動作せず、カウント値が異常になる。

Save configuration fil	e	<u>? ×</u>
保存する場所①:	🔄 ini_file	• 🖿 🛋 🔸 💽
履歴 デスクトップ マイ ドキュメント	 old 7SDD_×Manager_10_0_2nK_0_5us_070306.ini ×Manager_10_0_070915.ini ×Manager_10_0_1_070306_2.ini ×Manager_10_0_AgK_0_2us_070621.ini ×Manager_10_0_AgK_0_2us_070625.ini ×Manager_10_0_AgK_0_2us_070708.ini ×Manager_10_0_AgK_0_2us_070709.ini ×Manager_10_0_AgK_0_5us_070602.ini 	 *Manager_10_0_As_K_0_5us_203_070604_1.ini *Manager_10_0_BaK_0_2us_203_070603_1.ini *Manager_10_0_CeK_0_5us_070329.ini *Manager_10_0_CeL_0_5us_070629_1.ini *Manager_10_0_CeL_0_5us_070629_2.ini *Manager_10_0_CeL_0_5us_070629_2.ini *Manager_10_0_CeL_0_5us_070629_3.ini *Manager_10_0_CeL_0_5us_070629_4.ini *Manager_10_0_CeK_0_5us_070308_1.ini
マイ コンピュータ	ファイル名(N): xManager 10.0 CuK 0.5us (ファイルの種類(T): Configuration files (*.ini)	070915.ml ▼ 保存⑤ ▼ キャンセル

- 7. カウント値の確認
 - (1) LabVIEW の"Menu2.vi"プログラム内の"SSDCountCheck"プログラムを実行する。
 - (2) "Read"ボタンを押し、今回の測定用に作成した Ini ファイルを読み込む。 xMap システム の初期化に約 30 秒かかる。
 - (3) "Start"ボタンを押して"SCA"と"ICR"のカウントを確認する。.

Γ	Start counting					Read i	ni file	
SSDCountChec	ck <mark>v</mark> I							
ファイル(E) 編集(E/ 操作(Q) ツール(T))参照	<u> 照(B</u>) ウ₁	シドウ(W) -	ヘルプ(日)		SSD
수 관 🖲							8	Cnt Chk
	unter] <u>190</u> Avenei:2001 —	SSD (VM=	Dounter	# of chann d≜bro	nels <u>St</u> 1 ≝b⊐	art bin	End bin	
MDS Config	File or yMap ini File	Ame	• 4	<u>Alla</u>		(/ T	420	
SC:¥Program	n Files¥xia¥ini file¥xN	lanaei	er 10 0 C	aK 0.5us 01	70915 in		Bead	
Start		iono6	0.1.07070			·	1000	
OK								
Kontan								
		<u>k</u>	(C3122D)	ata	Io M	easured		
1 국건		1	57721	83053	2836	55.00		
2 22		2	04040 167006	96732	II Me	easured		
		3	62408	85444	1732	28.00		
5 21		비	62246	89053	12 Me	n		
6 21		6	68989	103059	13 Me	easured		
7 22	\$D \$T	7	73527	106986	0.00	D		
8 \$22	\$2 \$3	8	57402	83842				
9 \$22	\$4 \$5	9	66351	96696				
10 22	\$6 \$7	10	72008	106915				
11 22		11	75996	116418				
12 22		12	73486	105365				
		13	65516	91007				
		14	70709	106426				
		15	75827	116455				
17 223			77001	117390				
181 = 23		12	63879	110091				
19		19	79432	121464				
								-

- 8. 数え落とし補正
 - (1) 対象元素の蛍光 X 線エネルギーに適した回転円板の attenuator を選ぶ。回転円板を4 DSSLIT と IO イオンチャンバーの間に入れて、ケーブルを接続して、ドライバ電源を入れる。場所が分からないときは担当者に聞くこと。
 - (2) "Menu2.vi"プログラム内の"DeadTimeCorrection"プログラムを実行する。
 - (3) "Read"ボタンを押し、今回の測定用に作成した Ini ファイルを読み込む。 xMap システムの初期化に約 30 秒かかる。
 - (4) "Start"ボタンを押し、画面上で測定が終了するまで待つ。



- 9. XAFS 測定
 - (0) 試料前スリット(4D Slit)の開口を試料のサイズに合わせ、10のカレントアンプの Gain が最 適な値になっているか、確認すること。また、できれば試料交換ごとに毎回、特に異なる 試料濃度の測定を行う前には、SSD Count Check.vi プログラムで蛍光 X 線強度を確認 し、必要に応じて、スリットの開口を変更したり、SSD を試料から離して、最適なカウント数 (一素子あたり 5-10 万 cps もしくはそれ以下)にすること。
 - (1) "Menu2.vi"プログラム内の"XAFS measure"プログラムを実行する。
 - (2) "SSD Counter"に"xMap"を選ぶ。"I1 Counter"に"no use"を選ぶと、SSD のカウントのみ データファイルに保存する。"Fluorescence"を選ぶと、I1 の信号もデータファイルに保存 できるが、たいていの場合は必要ない。
 - (3) "Read"ボタンを押し、今回の測定用に作成した Ini ファイルを読み込む。 x Map システム の初期化に約 30 秒かかる。
 - (4) 通常の測定と同様にパラメータファイル等の他に必要な設定を行い、測定する。

I1 counter		SSD	counter					
XAFSMondureTCP //	ッール① 参照(型 ウイン	約回 人物	9					
								P Mars
SampleName Cu Loop Deaformat The PF Format Check Monochromat OFF Counter no use Check Monochromat OFF Counter No use Check Monochromat OFF Counter OFF Counter Check Monochromat OFF Counter OFF Counter ON Back Rush from Start an OFF Counter OFF Counter OFF Counter ON Back Rush from Start an OFF Counter OFF C	According time State Counter Counter According ar Stap ar Stap ar Back Step from Star The Encoder I	SD Conter xMap	Parameter File %C+Nur+BL01 dot41um Parameter Save Save Save Corrector (Ancte 1 1 2132 2 1212 2 1212 2 1212 2 1212 3 122 4	1110 2540 2540 2541 2540 2541 2540 2541 2540	Time/s Num 10 00 10 131 10 131 10 131 10 40 10 40 10 40 10 40 10 40 10 40 10 40	B - Y1 B - Y1 PH150 (pulpeha Channell no use PH150 for Poter Channel 2 no use	present @ pulse) = 2006955 ×sn @ a*b • • • •	
Measure Start OK 10 min, 100 ees. Loop Count Stock Blo	I <u>P.1</u> In 4 on Iset] Bi Di SK800 (\$200.000) Sk800 (\$200.000) WurrHELDI, dateManidaWO Bi Di S5554 <u>\$166</u> [\$538	2001 &Cpen After	MDS Config. File or xM <u>%CVProgram FilesVicia</u> Summer¥CuSSD070915c	p ini File ini fileKcManager, at	Start time Drob 14 11 End time B31217 11 10.0 CuK 05xx 070 Encoder Pox Encoder Pox D00000	StartRenCu EndPineCun 47 80168 PIS mi Ise angle rdOrigina/Vake	reent ent i of channels js	
							Read in	ni file