STXM_Control Manual@UVSOR Ver. 2.1

Last update : 2019/05/16

	Index	
はじめ	۲۵	4
1.	画面の見方と基本操作	5
1.1	STXM_CONTROL の起動	5
1.2	画面左上部の説明	6
1.3	画面右上部の説明	8
1.4	画面中間部・両端部の説明	11
1.5	画面底部の説明	13
1.6	メインメニュー	22
1.7	測定データ取得の流れとデータの保存場所	23
1.8	STXM チャンバー内各部位の位置関係	25
2.	試料観察の準備	26
2.1	STXM_CONTROL 操作前: 所要時間 30 分 ~	26
2.2	STXM 光軸調整:所要時間 15分	27
2.3	測定試料の探索から本測定まで	32
2.4	"IMAGE SCAN": 所要時間 1~ 5分	33
2.5	"FOCUS SCAN":	39
3.	本測定	46
3.1	"POINT SCAN":	46
3.2	"LINE SCAN":	51
3.3	"IMAGE SCAN"差分画像:所要時間 2 ~ 20 分	57
3.4	"IMAGE SCAN"イメージスタック:所要時間 15 ~120分	63
4.	操作上の注意点	69
4.1	COARSE Z の座標値	69
4.2	SHUTTER の"OPEN", "AUTO"設定	72

Index

4.3	DETECTOR Z の座標値	73
4.4	その他隣接するパーツ同士のクリアランス	74
5.	光軸調整および測定時における STXM チャンバー内の各部位の位置関係	75
6.	TROUBLE SHOOTING	83
7.	TIPS	85

はじめに

分子科学研究所 UVSOR のビームライン BL4U では、現在 STXM (Scanning Transmission soft-X ray Microscopy) が稼働しています。本書は、STXM のチャン バー内をコントロールする際に用いる、Windows PC のアプリケーション"STXM_Control"の取扱説明書です。BL4U での実験作業は様々ありますが、STXM の顕微鏡チャンバー内の作業は、ほぼこのソフトによって行われます。

顕微鏡チャンバー外の操作(試料交換、ビームライン内の光源アラインメント)、チャンバー内の各部パーツの付け外し、また故障時の修復作業に関しては、 装置運用担当者の補助を受けてください。

ご存知のことかとは思うが、STXM チャンバー内部は、あなたの持参した試料 を含めて、貴重で高価、復旧が困難なものばかりであるので、測定には慎重を要 する。

ビームライン担当者からの訓示

1. 数値の入力は慎重に

2. 何かおかしいと思ったら、まず手を止めよ

3. 困ったら、とりあえず担当者に連絡せよ

1. 画面の見方と基本操作

1.1 STXM_Control の起動

- Windowsのステータスバーをチェックして、通信 状態が確保された状態であることを確認します。
- 2. "STXM_Control"のアイコンをクリックします。
- チャンバー内の各部パーツが規定位置にない場合は、いくつかのポップアップが現われますので OK をクリックしてください。



STXM_Co	ntrol		x
i	Error.	Laser signals not present for	axis Y
		ОК	

4. "STXM_Control"が立ち上がります。



本ソフトウェアは、ほとんど全ての操作をこの画面から行ないます。次項から画面表示の意味や機能について順に説明します。

1.2 画面左上部の説明



画面の左上部分は、測定中のデータをリアルタイムで表示します。取得済みの 画像データを表示するのもこの画面です。多くの操作は、この画面で状況を確認 しながら進めます。

STXM Image Display



各表示項目の説明

Photon Count

STXM 像は、透過光のカウントの大小に対応してグレイスケールで表示され ます (図は、各ピクセル当たり Dwell time 5 ms で測定したもの)。測定中のイメ ージのコントラストは、測定の進行とともにオートスケールで設定されます。

測定中や終了後にカウントの上限・下限を手入力で変更する場合は右側のバーの上端・下端にある数値を変更して Enter します(オートスケールに戻す場合 は画面上中央の"Z"アイコンをクリックします)。

STXM 像内のフォトンカウントを確認する場合には、イメージ内の任意の点 をクリックします。クリックした点を交点に赤線クロスバーが表示され、イメー ジの下部に X-Y 座標と、その座標におけるカウントが表示されます。

また、赤線クロスバー上の強度プロファイルは、垂直方向は画面左、水平方向 は画面下にそれぞれグラフ表示されます。

Zoom In & Out

イメージの拡大(2倍)縮小(1/2倍)をします。左横にある"1:1"のアイコン で元の大きさに戻ります。

Open File

画面左上にあるホルダーのアイコンをクリックして保存済みの測定データを 表示します。

X-ray Beam Position

オレンジ色の十字カーソルのある位置が X 線の照射位置です。 試料ステージの座標値 (Coarse X, Y) を変更することでカーソルを動かすことができます。

測定を行っていない場合、照射位置における透過 X 線のフォトンカウントは 画面右上部のチャート (次項を参照)に表示されます。ただし、基本的には試料 ダメージを防ぐためにシャッターを閉じているので、カウントはゼロ近傍とな ります。シャッターは本ソフトウェア上で任意に開閉できます(次項参照)。

1.3 画面右上部の説明



STXM チャンバー内では、試料プレート固定位置の後ろに近接して検出器 (通常は光電子増倍管、PMT) が設置されており、検出されたカウントは、スキャン時でなければ左図のように画面右上部にチャート表示されます (※)。

また、画面右上部はポイントスキャンの測定結果のスペクトル表示と画面を 共有します (右図)。チャート右上部にある切り替えスイッチ("Chart" & "Scan") で表示を切り替えることができます。

入射光の強度は、加速器の運転状態やビームラインの光軸調整の状況、光学 素子の汚染状態などに影響を受けて変動します。また、アンジュレーター光の 強度や光学素子の光利用効率は入射 X 線のエネルギー値によって大きく異なり ます。その結果、画像の測定データ(フォトンカウントの2次元分布)には上記の 変動の影響が含まれることになります。

したがって、フォトンカウントは装置の光学系の状態を反映する指標になる ため、フォトンカウントのチャート表示はとても重要です。フォトンカウント に異常が認められれば、すぐに対応する必要があります。

(※) 補足:フォトンカウントが得られるまでの光路の概略

ビームラインに入射された X 線 (アンジュレーター放射光) は、ミラー、不等 間隔回折格子と出射スリットによる分光光学系 (この出射スリットが仮光源と なります)を通すことで単色化された後、STXM チャンバーに導入されます。チ ャンバー内では、フレネルゾーンプレート (FZP) によって試料上に X 線を集光 します (このとき、FZP のセンターストップと集光点近くに設置されたオーダー ソーティングアパーチャー (OSA) により、+1 次以外の回折光がカットされま す)。試料を透過した X 線を蛍光体で可視光変換し、光電子増倍管で検出するこ とによってフォトン強度を計測しています。 Photon Chart Display



画面右上のスイッチを"Chart"側にドラッグするとこの画面に切り替わります。 検出される X 線強度やその他のシグナルをリアルタイムでチャート表示します。 "Shutter"の"Open", "Close", "Auto"切り換えで、STXM チャンバーから少し上流に あるシャッターを開閉します。"Close", "Auto"の状態ではシャッターが閉じてい て、X 線は遮断されています。"Auto"の意味するところは測定時のみシャッタ ーが開くということです。ビームラインの光軸調整を行う際は"Open"に切り替 えてビームを通します。

フォトンカウントの具体的な目安を示します。

- ・シャッターが Close の場合 100 から数百カウント程度
- ・シャッターが Open の場合

試料プレートのブランクエリア	> 100,000 カウント
試料プレートのフレーム部分	シャッターClose の状態とほぼ同じ値

シャッターを開いた際、状況と合わないフォトンカウントを示した場合は、何ら かの対応をする必要があります。

Point Scan Display



画面右上のスイッチの切り替えで"Scan"に切り替えるとこの画面になります。 "Point Scan"の測定結果を表示します。

1.4 画面中間部・両端部の説明

画面の右中間部は操作履歴の表示です。画面の左下端はカーソル位置表示で す。画面の右下端はSTXM 各部のステータス表示です。

Message Window



本アプリケーションのメッセージログです。操作記録やエラーメッセージが 表示されます。おおよそ気にする必要はありません。

Coarse Navigation



試料ステージの XY 平面上のビームの集発報道を粗く表示した図です。グレ ーの形状のものは試料プレートを示したもので、上は拡大図 (試料の取付け穴 の周辺を拡大したもの)で下は試料プレートの全体です。オレンジ色十字のカ ーソルは X 線の集光点です。下で試料プレートをクリックすると、その場所に カーソルが移動します。

Microscope Status



STXM チャンバー内の各ステージの現座標値とステータス表示です。Coarse X, Y, Z は試料プレートの固定ステージの座標です (Z が光軸方向)。

Zone Plate は光軸方向の座標 (Z)のみを示しています。

OSA (order sorting aperture) -X, Y は Zone Plate とステージの間にあるアパーチャーの座標値でこちらは光軸方向の動作がありません。

DET(detector)-X, Y, Z は試料下流にある検出器の座標値です。

グリーンやイエローのランプ表示は各部のコンディションを示しています。 通常はグリーン表示です。モーター停止中はイエローに切り替わります。**異常** により動作しない場合はレッド表示になります。レッド表示の場合はイニシャ ライズ操作など何らかの対処が必要になります。

実験中にレッド表示が出た場合は、ビームラインスタッフに問い合わせてく ださい。

1.5 画面底部の説明

画面底部のパネル群は、STXM内の各ステージ類の座標変更、測定条件の入力 操作など多岐にわたって表示しています。基本的な機能に絞って順に説明しま す。



白いテキストボックスは数値を入力するか、ドロップダウンリストからモー ドを選択するスペースです。数値入力する場合は、数値を入れて右の"Go"ボタ ンをクリックするか Enter キー押下で"Current"値として反映されます。数値の入 力は慎重に行ってください。深刻な事故となる危険性が大きいです。エネルギー 値以外の各座標の数値は、マイクロメートル単位です。

Beamline Control



Energy (eV)

STXM チャンバーに入射する X 線エネルギー値の表示と変更を行います。青い表示が現在のエネルギー値です。エネルギーの変更は、右の白いテクストボックスに数値を入力して行います。

入力する数値には限界値が設定されています。限界値を超えた値を入れると アプリケーションは反応しません。また、現在値から大きく離れたエネルギー値 (例えば、エネルギー差 300 eV 以上) を入力する際はビームライン光学系の条件 変更が追従しきれず、フォトンカウントが著しく減少する場合があります。変 更値が大きい場合は、フォトンカウントが測定の必要量に足りているか確認し、 状況に応じて必要な操作を行ってください。

特に低いエネルギーを入力する際は、装置の設定如何で深刻な事故を発生す る危険があります。ビームライン担当者とよく相談し、慎重に行いましょう。

Exit Slit (µm)

STXM チャンバーよりすぐ上流部の出射スリットの水平方向の幅を調整できます。スリット幅は顕微鏡の水平方向の空間分解能に影響を与えます。通常は両方とも 50 に設定しています。

Microscope Motors Control



Motors

STXM チャンバー内の部位を選択して入力フォームに座標値を入力すること で設定値に移動します。ドロップダウンリスト(上図)から座標値を変更する項目 を選択します。選択すると、右の Current (現在値) が選択した部位の値に切り 替わります。



テキストボックス内に数値を入力して Enter 押下か右の"Go"ボタンをクリックして座標値が変更されます。座標値の入力設定は**絶対値入力**です。

● 100.0 ● 100 Go D Stop ● 18000.0 ● 18000 Go D Stop →		•	100.0			
• 18000.0 • 18000 Go D Stop		10.00			100	>
	- 0	• 18	8000.0		18000	Go
Reset Sample OSA IN Zone Plate IN Sample	R	Reset	Sample	OSA IN	Zone	Plate IN
Interfer Mover OSA OUT Zone Plate OUT Sample		terfer	Mover	OSA OUT	Zone P	late Ol

相対値入力に切り替える場合は"Go"ボタン右の"D (Destination)"ボタンをク リックして"Jog"に切り替えます。絶対値入力に戻す場合は"J (Jog)"ボタンを押 します。



各ステージには限界値が設定されています。座標値がソフトウェアによるリ ミットに近づくと、コンディションランプが**グリーンからイエローに変わりま す**。物理リミットを超えると、コンディションランプがグリーンからレッドに変 わり、ステージが動かなくなります。

復帰させるには、STXM_Controlのウィンドウ最上部"Setup"のプルダウンメニ ューから"initialize" (メニューの位置は p.22, 1.6 項を参照)を行ってください (イ ニシャライズ操作でチャンバー内の駆動パーツは全可動領域を動きます。通常 の操作よりも各部位が大きく動くことになるので、隣接する箇所のクリアラン スを十分に確保してください)。基本的に、レッドランプが点灯したら大人しく 担当者を呼びましょう。

Microscope Co Motor	ntrol Cu	rrent	Destir	nation / _	log		Setup	Motors
CoarseY	- 0 :	5999.98 🛛	<	500	> 」	Stop	S	
CoarseZ	• •	8000.0		18000	GoD	Stop	S s	elect Off
Auto V S	Reset	Sample	OSA IN	Zone I	Plate IN	Sam	ple IN	Stop
Ao 250.0	Acquire lock	Mover	OSA OUT	Zone P	late OUT	Samp	le OUT	All

選択位した部位の座標のオフセット値は"s" (Setup)をクリックして値を打ち込 めば変更できます。ただし、トラブルの原因に極めてなり易いので、ユーザーに よる変更はお薦めしない。本当に必要があるか、よく考えましょう。 左下のスペースに Aoの値が表示されています。

 \underline{A}_0

- Microscope Cor Motor	ntrol Cui	rrent	Destin	iation / Jo	og	Set	tup Motor
CoarseY	• • 5	5999.98 🛛	-	500	> 」	Stop S	
CoarseZ	• • 1	8000.0 🔗		18000	Go D	Stop S	Select Of
Auto 🔻 S	Reset Interfer	Sample _	OSA IN	Zone Pl	ate IN	Sample	IN Stop
Ao 250.0	Acquire lock	Mover	OSA OUT	Zone Pla	ate OUT	Sample C	

A₀とはOSA とゾーンプレートによる X 線の集光点 の距離 (μm) です (右図, Hitchcock 教授作成のマニュ アルより引用)。そのため、値が小さいほど測定時に試 料面と OSA が接近します。したがって、ある程度大き な値に設定した方が便利ですが、入射 X 線エネルギー が低くなると FZP の焦点距離が短くなるため、必然 的に A₀値の許容範囲は小さくなります。



許容範囲を超えて大きな A₀ 値を設定すると X 線の集光光路を OSA が遮蔽し てしまい、フォトンカウントが減少します。最悪の場合、FZP を OSA にぶつけ て破損する事故が起きます。特に 200 eV 以下の低エネルギーで測定する場合は、 A₀ の値に注意する必要があります。変更を希望する場合は、担当者と相談しま しょう。

A1 A0		Diameter	Central stop	Outer zone	Al
-4.85 250	• #1	240	90	25	-4.85
f(E) = -4.85E + 250	0 # 2	240	90	35	-6.77
	C # 3	240	90	45	-8.69
A0 is OSA to SAMPLE distance (µm)	C # 4	240	90	60	-11.67
Energy (eV) 47426.1	C # 5	120	50	20	-1.95
Expected positions for current energy	-OSA	Diameter			
Focal Length (µm) 230017	C #1	50			
Sample Z (add sample thickness) (µm)	C #3	65 100			
Zone Plate Z (µm) -229767	Max Ao for	current ene	ergy estim	ation: Ao <	59181

A₀値の変更は値のすぐ上にある"S"をクリックして上図の画面から数値を入 力します。 Stop All

- Microscope Co Motor	ntrol Cu	rrent	Destir	nation / Jog		Setup	Motors
CoarseY	• •	5999.98 🛛		500 🕨	J Stop	S	
CoarseZ	- 0	1 8000.0 👁		18000 Ga	D Stop	SS	elect Off
Auto V S	Reset	Sample	OSA IN	Zone Plat	e IN Sam	ple IN	Stop
Ao 250.0	Acquire lock	Mover	OSA OUT	Zone Plate	OUT Samp	ole OUT	All

下のスペースに並んでいるボタンのひとつです。これをクリックすると動作 中の全ステージが強制的に非常停止します。間違った操作をしてしまったら、こ のボタンを素早く押してください。

Scan Controls

Beamline Control Reading Desting CeV CeV Control Reading Desting Contro Reading Desting C	$\begin{array}{c c} \text{ation} \\ \hline 0 \hline \hline 0 $	Current Scan Status No Current Scan Image - of - Estimated Time: - Region - of - Elapsed Time: - Line - of - Next Scan #: 36 Point - of -
NonDispersive(µm) 50.0 S		Microscope Control Motor Current Destination / Jog Setup Motors
EPU Gap [mm] EPU Polarization EPU Folowing On EPU Harmonic BL Feedback On EPU Offse Exit Slit Curr 0,000 0,000 Fbk Offse	0 G0 0 G0 • •	CoarseX

ドロップダウンリストから様々な Scan を選択できます。STXM の調整後に使用するのは、基本的に"Sample Scan"と"Focus Scan"のみです。

STOP Control Pr								
corage Ring Curr	None None			None				Chart II Sca
301 mA				398	co 🕆 😒	10.00		
	ន្រមាយ សំ សំ	(ja) (ja) (20)		1 10	and the second			
- 10								
				9	-			
8 -				0	-			
7 -				1 '				
				8	_			
6-							×	
	-Scan Type	Energies						
5-	Image (Line - unidirection 💌	Current Energy	Total Points	Single Reg	ons 4	A P Same	Begin Scan	
	-	4/428.1	30	Energy -		- uver		
	scale	Start Energ	/ End Energy Range (e'	 Points 	Step (eV)	OwellTime	Cancel	
3-	Automatic	1 200	284 3		0.5	200	Tana Tana	
	Dichroism				013		Definition	
2 -	E 2 En Pol EPU Utfset	2 284.1	290 5.9	60	0.1	2		
	C 2 Reg	\$ 290.2	295 4.8	17	0,3	8	Definition	
1-		4 295.5	300 4.5	10	0.5	3		
	Defocus						Load Energy	7 8 9 1
0-	Focus (nm)						Dennition	0
Move to Gue	ALEO LARGEUS	Continuous Scan with Vel	ocity: 0.010 mm/s F	ine Stage			Recorded	- 1
	Accel, Dist, (µm) 0.1	Spatial Regions					Channel s	- PMT /10
	Point Dalay (ns) 0.12		Centre Pos (um)	Kange (µm)	# Points	Step (µm)		Shutter
	Auto Parameters 🔽	Multiple Regions	8 241,3104	8,0000	100	0.0300	Check Velocity	Auto 🔤
	Line Delay (ms) 20	Regions	× 44911451	1,0000	100	0.0300		
5 200 TOP (100)	Energy point wait	1 4	(Francas I		-		Move To First	-
	time EPWT (ms)						analyy runs	Updates On
	Bactions 500						Move to First	pe Status
	Additional Wait Time 0						Position	K 97771.991 0
	WT=EPWT+dE * AWT							0.000
								0 -1,99 0
	Scripted Scan						Record Position	0,010
Ver + Icoll	Family If any family for	and the short filled				Ch	ange Magn Field	ta 0 -1209,20 0
11		na manar minj					C 8101 Ports 160.	0 0.7 0
yon	1							
000	FPU POLACIZATION	0.001					Contraction of the second	0 0.0 0
000	EPU Following IT on FPU Harm	cok Cos	362 2 0 11	00000	18000	CO U Stop S	Select Off DET-Z	0.00
Scan Crd	RL Feedback	Aut	Reset	Sample 054	IN Zone P	Sate IN Sample I	N Step Magn 9	ield 0 35,713 0
t Curr	Exit Shi Curr Boomse	AQ AQ	250.0 Incenter	Mover 05A	Zone H	ate OUT Sample O		0 0000
000 0000	0.000 0.000F0E Uffse	568					010/4	0 00 0

いずれかの測定方法を選択して"START"をクリックすると、上図のように測定の設定画面が現れます。

Scan							_ 🗆 ×		File Edit (
Ocan	hart					Char	t II Scan		
V Transmit	E Clea	ar		inte	ervai (ms) 5	00 • Sign	als		📩 Snap
Type	1								C Fe
Nat									L. 4
	0.8								
	0.6							미×	(20)
									6.#J
								11	Capture
	0.2								windows
Scan - Estimated Time: 7m 56	S Constant								
o (Sull Horiz Lipo)	Currei	nt Energy	Total P	oints	Deal		S	ame	Begin Sca
	47	426.2	90		Kegi	ons [4	- · ·	twell	Sector And Property lies
e (Point by Point)		Start Energy	pati	al-Ke	egior	Sep (eV)	Dwell Time		Cancel
e (Full Horiz, Line)	Region	(eV)	• (eV)		-	0.5	(ms)	-	-
ge (Point by Point) ge (Line – unidirection)	1	283	284		3	0.5	2		Save Scan
2 En Pol EPU Offset	2	284.1	290	5.9	60	0.1	2		Demicron
2 Reg	· · · · ·								Load Scan
e ray	4	295.5	300	4.5	10	0.5	2		Denhition.
efocus			1. m						Load Energ
icus (nm)									Definition.
uto Defocus	Continuous Sc	an with Velo	city: 0.024 m	m/s Fine	Stage				Recorded
cel. Dist. (um) 0.2	Constant Provide								Channels

"Sample Scan"を使って、試料画像やスペクトルデータの取得を行いま す。"Sample Scan"の設定では様々な条件を決定しますが、重要なのは"Scan Type", "Energies", "Spatial Regions"の3つです。

"Scan Type"は測定方法を設定します。選択可能なのは"Point", "Line", "Image"の3種類です。

"Energies"は測定するエネルギー範囲(もしくは単一)を設定します。

"Spatial Regions"は測定する領域の座標値と測定点数を設定します。

これら3条件を設定したら"Begin Scan"をクリックして測定を始められます。



測定を開始すると、"Scan Type"の"Point"は右上、"Line"と"Image"は左上に、 測定の経過が表示されます。測定が終わると保存か否かを問うダイアログが現 れてデータの保存を選択します(詳細は p.23, 1.7 項参照)。

Scan Con	trols —		
START	Samp	le Scan	-
Abo	arit	Pause	6

"Scan"のプルダウンメニューの下に"Abort"キーが設置されています。測定の 進行中、"Abort"キーをクリックすると測定が停止します。"Sample Scan"を使っ て試料の位置を探す場合、1回あたり数十秒から数分かかる測定作業をテンポ よく進めるため、"Abort"ボタンは頻繁に使用されます。ためらわずに活用しま しょう。

Current Scan Status

- Current Scan Status		Image	1	of	0
Estimated Time:	4s	Region	1	of	1
Elapsed Time:	5s	Line	1	of	20
Next Scan #:	0	Point	10	of	20

測定の進行状況が表示されるパネルです。"Estimated Time"は予想された測定時間、"Elapsed Time"が行なっている測定の経過時間です。"Estimated Time"には Top-up 入射によるデッドタイムが含まれていないため、実際の測定時間は予想 よりも長くなります。

1.6 メインメニュー

メインメニューのプルダウンで、測定中に使用するものをいくつか挙げます。

New Spectral Graph & New Image Graph

ni 📰 🐺	.		
M Control Program -Bruker	ver.14 Dec 2012 mod June 2014		
File Setup Window Help			
New Spectral Graph	180316000 hdr		- Chart
New Image Graph	ES Image Scan 1 164 5	1x44 nts 528 eV 2 ms Dwg	ell 🗟 🖬 🚳 💡 Clear
Exit		PMT	
Exit Without Saving Current Config		6 885	
7-			0.8
	1000		0.6
6-	1200		0.4

スペクトルデータか画像データを表示する**新ウィンドウを立ち上げます**。複数のデータを並べて比較したいときに使用します。

Initialize Motor Controllers

The second		" <u>k</u>				
+	IXM Cor rol Program -Bruker ver.14 Dec	: 2012 mod June 2014				
File	Setup Window Help					
Stor	Piezo tests (Agilent)			• Chart		
30	Channels			3883	Clear	
	Set Motor "Out" Positions	(j) (x2))x2(Z)		1		_
	Control and ACQ devices Check ESP7000 errors Reset ESP controllers Initialize Motor Controllers		• 10	0.8		
	Beamline Control Predefined Positions Select Detector			0.4		
	Reset TCPIP			0.2		
	Load Motor Positions into ESP 2 Controller Load Motor Positions into ESP 3 Controller Load Motor Positions into Zeta Controller			0		
	✔ Update Graph During Scans			-0.2		

イニシャライズ操作を行うときに選択します。

1.7 測定データ取得の流れとデータの保存場所

STXM Control において測定設定からデータを取得する手順を説明します。

- 1. 画面底部"Scan Control"のドロップダウンリストから行う測定の種類を選択 して"Start"をクリックします。
- 2. 設定画面が現れます。画面左上部に画像データなどを表示させている場合 は、同時に測定領域を示すカーソルなどが現れます。
- 3. 設定画面に必要な値を入力して測定を開始します。測定が始まると、画面 左上部 (Point Scan は画面右上部) に経過が逐次表示されます。
- 測定が終了すると小さなポップアップ画面(下図)が現れ、"Save Scan as C:.."のメッセージが表示されます。画面内で"Yes"か"No"をクリック します。(イメージスタックと呼ばれる複数の画像を取得する測定では、デ ータが自動的に保存されるため、このダイアログは現れません)

"Yes"をクリック

測定日の日付フォルダがダイアログに 表示された Path に作成され、測定データ がこのフォルダ内に保存されます。デー タ名は測定日に自動的に通し番号が加わ ったものです。

"No"をクリック

Yesをクリックした際に作成される日 付フォルダと同じフォルダ内にあ る"Temp"フォルダに一時的に保存されま す(右図)。Tempフォルダのデータは最大 10件まで保存され、それ以上は古いもの から一つずつ削除されます。データ名の 形式は測定の日付に時刻が加えられたも のです。

Save Scan	X
Save Scan as C:\\d	ata\\180227\UV_180227000.hdr?
Scan Label	🧧 Add Scan to Menu
LIV 180227000 bd	1
1012100227000110	
	Yes No
🔁 C:\Data	and the second
File Edit View Favo	rites Tools Help
A number of the second	El Ocamato Programma I D
Address 🛅 C:\Data	
Name 🔺	Date Modified
🛅 1802xx	5/10/2018 2:44 PM
2012	2/13/2013 8:53 PM
2013	12/21/2013 2:23 PM
2014	1/27/2015 8:58 PM
2015	1/8/2016 3:23 PM
2016	12/28/2016 4:45 PM
2017	1/19/2018 4:18 PM
2018	4/3/2018 8:39 PM
180316	5/10/2018 3:12 PM
180320	5/10/2018 3:13 PM
180321	5/10/2018 3:13 PM
180322	5/10/2018 3:14 PM
180323	5/10/2018 3:10 PM
aXis2000	11/16/2017 11:32 PM
CCD	3/10/2016 5:07 PM
MISC 4U work	6/20/2016 4:44 PM
Dikon-images	1/31/2014 4:03 AM
Datterns	1/29/2014 8:27 PM
Camera	11/15/2012 11:39 AM
🚞 Temp	3/23/2018 6:26 PM

C:\Data\180323\U¥_180323	3002		
File Edit View Favorites "	Tools Help		
🚱 Back 🝷 💮 👻 🏂 🎾	Search 🔀 Folders 🛛 🕸 🎯	× 9 🗉	•
Address 🛅 C:\Data\180323\UV_1	80323002		
Name 🔺	Date Modified	Size T	(vpe
	3/23/2018 12:02 PM Put data from aXis2 3/23/2018 12:03 PM 3/23/2018 12:03 PM	5 KB C 000 1,741 KB V 5 KB C 1 741 KB V)AT File /C++ Intel)AT File /C++ Intel
 UV_180323002.hdr UV_180323002_a000.xim UV_180323002_a001.xim UV_180323002_a002.xim UV_180323002_a003.xim UV_180323002_a004.xim 	3/23/2018 11:48 AM 3/23/2018 10:46 AM 3/23/2018 10:47 AM 3/23/2018 10:47 AM 3/23/2018 10:48 AM 3/23/2018 10:49 AM	20 KB F 40 KB > 40 KB > 30 KB > 30 KB > 30 KB >	IDR File (IM File (IM File (IM File (IM File

測定データは".hdr"と".xim"の 2 種の拡張子の<u>テキストファイル</u>で構成され ます(上図下段、STXM raw data)。

".hdr"はヘッダーファイルで、測定領域の座標値や測定エネルギーなどの測定 条件が記録されています。

".xim" (スペクトルデータの場合は".xsp") は X 線強度データで、各点で検出 された X 線強度値が並べて記録されています。

これらのデータは同じファイル名で1 セットになっており、常に**同一フォル ダ内にある**必要があります。

取得した測定データは aXis2000 等の解析ソフトで解析します。データ処理の 過程で aXis2000 から.ncb や.axb など様々な拡張子のデータが出力され、これら は特に指定しなければ元データと同じ場所で保存されます。なお、aXis2000 に よる解析処理では、.hdr や.xim の元データの内容が変更・上書きされることは ありません。

24

1.8 STXM チャンバー内各部位の位置関係

STXM チャンバー内各コンポーネントの位置関係と可動方向を模式的に示し ました。STXM は各ステージが操作に応じて様々な動作をします。また、各ステ ージの可動域は異なります。可視光に対して強く反応するため、検出器を作動さ せている間はチャンバー内を照明で照らすことができませんので、各部位の可 動域はあらかじめ把握しておく必要があります。詳細については第5項(p.75~) を参照してください。



ZP (Zone Plate)

ゾーンプレートは光軸方向(Z)にのみ動きます。プラス方向は下流方向 (検出 器側) ヘマイナス方向は光源側に動きます。

OSA (Order Sorting Aperture)

OSA は直径 65 μm のピンホールを使用しています。光軸方向に対し垂直 (Y)・ 水平方向 (X) にのみ動きます。

Stage & Sample (Sample Holder)

試料ステージは 3 点のポストがあり、試料プレートはその 3 つのくさび型の 溝にはめ込んで固定を行います。ステージは光軸方向 (Z) およびその垂直方向 二軸 (X, Y) に動きます。通常、試料プレートは OSA から数百ミクロン下流に 位置します。

Detector (Photomultiplier Tube)

測定中は試料ホルダーの数百 μm 下流に位置します。動作方向は光軸方向(Z) およびその垂直方向二軸 (X, Y) です。

2. 試料観察の準備

STXMの測定手順は、対象試料や測定手法によって異なります。本項では多くの測定において共通する操作を説明します。およその所要時間も記載しましたので、測定計画作成の際に参考にしてください。

2.1 STXM_Control 操作前: 所要時間 30 分~

試料準備

試料の準備・前処理工程です。測定する試料を STXM の試料プレートに貼り 付けて固定します。試料プレートにはスロットが6つありますが、試料貼り付け の際は空のスロットを1つ設けます。これは光軸調整に使用します。

試料を貼り付けたら、スロット内のどこに試料が載っているか光学顕微鏡を 使って写真撮影しておきます。この作業は、試料位置の探索時間を短縮するため に重要です (STXM での低倍率の観察は時間がかかります)。写真の有無で実験 のし易さは大きく変わってきます。

STXM チャンバーに試料プレートを設置 所要時間およそ 10 分

STXM チャンバーを大気開放し、試料プレートをチャンバー内のステージに 取りつけます。取り付けたら"STXM_Control"を使って Coarse Z を縮め、ステー ジを焦点距離付近まで近づけます。ある程度まで近づけたらステージをアクテ ィベートします。並行してチャンバーの真空引きを行います。この作業は必ず担 当者が行います。

ビームライン光軸調整

所要時間およそ 15 分

ビームラインの光学系の調整を行います。最初に試料ステージの Coarse X, Y を動かして試料プレートの空スロットに移動させ、"STXM_Control"で測定エネ ルギー付近のエネルギー値を入力します。入力後にビームラインの光軸調整を 行います。この作業は基本的に担当者が行います。あとは気になるようでした ら、随時行なってください。

26

2.2 STXM 光軸調整: 所要時間 15 分

"STXM_Control"を主に使うのはここからです。ビームラインの光軸調整が完 了したら、STXMの光軸調整を行います。

Detector Scan

検出器の位置調整をします。検出器を2次元走査して中心座標(X,Y)を原点としてプリセットします。以下の1~5の操作手順で行います。

1. "Scan Control"のドロップダウンリストから"Detector Scan"を選択します。

Beamline Control Reading Destin (eV) Entrance Slit © 0.000 ©	nation 200 Go S 0 Go S	Current Scan Status No Current Scan Image – of – Estimated Time: – Region – of – Flansed Time: – Line – of –
Exit Slits Dispersive (µm) So.0 NonDispersive(µm) 50.0	50 Go S	Next Scan #: 12 Point - of - OSA Scan OSA Scan Metor Scan
EPU Gap [mm]	0 G0 0 G0	Motor Current Destination / Jog Detector Scan CoarseY ● -0.02 ● Go D CoarseZ ● 18000.0 18000 Go D
EPU Folowing C On EPU Harmonic BL Feedback C On Exit Slit Curr 0.000 0.000 Fbk Offse	Oset set	Focus Reset Sample OSA IN Zone Plate IN Etychography Scan Auto S Interfer Mover OSA OUT Zone Plate OUT Sample OUT All

2. 設定画面が現れたら設定値を入力します。典型的な設定値は以下の通りです。

x

Centre Pos (μm)	Hange (µm)	# Points	Step (µm)	Energy (eV) 209.992	Begin Scan	Definition
0	1000	20	50	Dwell Time (ms) 10	Cancel	Load Scan Definition
		Variable dwell ti	me Dwell Time	Read File		
		🗖 Variable	Dwell Time	Read File		

各設定条件の説明

Det Scan - Estimated Time: 4s

Centre Pos X, Y (µm)

取得画像の中心の座標値です。基本は(0,0)で行います。

Range X, Y (µm)

測定領域を設定できます。1000 × 1000 μm で検出面全体をカバーできます。 # Points X, Y

測定領域の縦横のピクセル数です。数値が大きいほど高解像度な画像になり ますが、測定時間も長くなるため、通常は25~30程度にします。 Step X, Y (µm)

1 点 1 点の測定間隔 (µm) です。Points×Step=Rangeの関係です。 Dwell Time (ms)

測定する1ピクセルあたりのX線照射時間(millisecond)です。数値が大きくなるほど統計量が大きくなるので、イメージがスムースになります。ただし測定時間も長くなるため、通常はほどほどの値 (10 ms 程度)に設定します。

- 3. 設定値を入力したら"Begin Scan"をクリックして測定を始めます。測定の中 断は"Abort"をクリックします。
- 4. 測定が終了したら画像データ上の光軸の中心位置を探してクリックします。
- 5. "Detector To Cursor + Set to 0,0"をクリックし中心座標を(0,0)にプリセットします。



OSA Scan

OSA (Order Sorting Aperture) のスキャンを行うことで、ゾーンプレートによる X 線のファーフィールドイメージを取得し、このイメージの中心座標 (X, Y)を OSA の原点として較正します。以下の 1~5 の操作手順で行います。

1. "Scan Control"のドロップダウンリストから"OSA Scan"を選択します。

Beamline Control Energy (eV) Fotrance Slit	nation 200 Go S	Current Scan Status No Current Scan Image – of – Estimated Time: – Region – of –
Exit Slits Dispersive (µm) 50.0 NonDispersive(µm) 50.0	50 Go S	Elapsed Time: - Line - of - Next Scan #: 12 Point - of - OSA Scan OSA Scan
EPU Gap [mm] EPU Polarization		Motor Collection Destination / Jog Detector Scan CoarseY ● −0.02 0 Go D CoarseZ ● 18000.0 ● 18000 Go D Pattern_Gen Scan Pattern Scan
BL Feedback On Exit Slit Curr 0.000 0.000 Fbk Offse	O set	Auto S Reset Interfer Sample Mover OSA IN Zone Plate IN Stop Sample OUT All Ao 250.0 Acquire lock OSA OUT Zone Plate OUT Sample OUT All

2. 設定画面が現れたら値を入力します。典型的な設定値は以下の通りです。お よそ 280×280 μm でファーフィールドイメージをカバーできます。

OSA X	Centre Pos (µm)	Range (µm) 280	# Points 28	Step (µm)	Energy (eV) 209.992 ZP in Focus	Begin Scan	Save Scan Definition	Recorded Channels
OSA Y	0	280	28	10	ZP to in-focus	Cancel	Load Scan Definition	

各設定条件である <u>Centre Pos X, Y (μm)</u>、<u>Range X, Y (μm)</u>、<u># Points X, Y</u>、<u>Step X</u>, <u>Y (μm)</u>、<u>Dwell Time (ms)</u> に関しては p.27-28 の説明を参照してください。

- 設定値を入力したら"Begin Scan"をクリックして測定を始めます。ゾーンプレートによる X 線の集光像が現れます(下図)。中断する場合は"Abort"をクリックします。
- 4. 測定が終了したら光軸の中心位置を 探してクリックします。
- "OSA To Cursor + Set to 0,0"をクリッ クし中心座標を(0,0)に較正します。



OSA Focus Scan

この操作では、OSA と試料の距離(光軸方向)を調整します。OSA のエッジに フォーカススキャンをかけます。OSA のエッジのコントラストが最も明確にな るのは、ゾーンプレートの焦点距離であることを利用して、ゾーンプレートの位 置を較正します。以下の1~6の操作手順で行います。

- 1. この操作の直前に行った OSA Scan の画像を表示します。
- 2. "Scan Control"のドロップダウンリストから"OSA Focus Scan"を選択します。

Beamline Control Reading Destir	nation .00 Go S	Current Scan Status No Current Scan Image - of - Stimeted Time: Region of
Entrance Slit • 0.000 •		Elapsed Time: – Line – of – Next Scan #: 12 Point – of –
NonDispersive (µm) 50.0 •	50 <u>Go</u> <u>S</u>	Microscope Control OSA_Focus Scan Motor Current Destination / Jog Detector Scan
EPU Gap [mm]	0 <u>Co</u>	CoarseY -0.02 O Go D DAC_Sample Scan Motor_Sample Scan 18000 Go D Pattern_Gen Scan Pattern_Gen Scan Coarsez Coars
EPU Folowing C On EPU Harmonic BL Feedback C On Exit Slit Curr 0.000 0.000 Fbk Offse	0 <u>set</u>	Focus Reset Sample OSA IN Zone Plate IN Ptychography Scan Auto S Interfer Mover OSA OUT Zone Plate OUT Sample OUT All

3. 画像上に緑色のバーと設定画面が現れたら、設定値を入力します。典型的な 設定値は次のページの図の通りです。



A Centre Pos (μm)	Length (μm) Theta (*)	# Points	Step (μm)	Energy (eV) 209.99	2 Begin Scar
-25.000	50.0 r	20	25	Dwell (ms)	_
0.000	0.00		2.3		Cancel
oo Plato	n //				Save Scan
Centre Pos (µm)	Range (µm)	# Points	Step (µm)		Definition
-1421.6	200.0	20	10	Reco	rded Load Scan

各設定条件の説明

Centre Pos X, Y (µm) (OSA)

ラインスキャンバーの中点座標(X, Y)です。<u>変更は必要ありません。</u>

Length (µm) (OSA)

表示バーの長さ (µm) です。集光位置の境界付近をカバーする長さに設定します。変更は必要ありません。

<u>Theta($^{\circ}$) (OSA)</u>

表示バーの角度(°)です。水平方向に走査する場合が 0.00°です。角度は変更 できますが、変更は必要ありません。

Range (µm) (Zone Plate)

走査する際にゾーンプレートの位置(Z)を動かす範囲(μm)です。通常は ZonePlateの値の1/5程度の値に設定するのが適当です。 その他の条件の説明は、p.27-28を参照してください。

- 4. 設定値を入力したら"Begin Scan"をクリックして測定を開始します。中断す る場合は"Abort"をクリックします。
- 測定が終了したらコントラストの 最も明確な位置を探してクリック します。
- "Focus To Cursor + Set ZP calibration" をクリックすると、手順5でクリッ クした位置を元にしてゾーンプレ ートがキャリブレーションされま す。



2.3 測定試料の探索から本測定まで

光学系を調整し終えたら、試料プレートの各穴に設置した試料の位置を探し ます。"Image Scan"によって2次元画像を取得し、その画像と"試料準備"の 行程で取得した光学顕微鏡画像を比較して、観察すべき位置を特定します。試料 位置の探索は、焦点位置を調整しながら進めます。焦点位置の最適化は"Focus Scan"と呼ばれる操作によって行われます。

試料探索が順調に進むと、測定領域を徐々に小さい領域に追い込むことになるはずです。測定範囲を狭めると、焦点距離を調整する必要があるため、試料探索は Image Scan と Focus Scan を交互に行います。



観察位置を特定し、解像度・焦点位置を最適化した後に、本測定の設定に入り ます。

2.4 "Image Scan": 所要時間 1~5 分

"image Scan"を使って試料位置を決定する手順を説明します。Image Scan は指定した単一のエネルギー値における 2 次元画像を取得する測定です。測定では 試料ステージが、光軸の垂直面内で2次元走査します。

Image Scan で測定領域を設定する方法は、過去に取得した STXM 画像データ を呼び出して記録されている位置情報を利用するか、座標値を直接打ち込むか の2通りがあります。後者に関して説明を加えます。

まず試料プレート内の試料取付穴の位置とプログラム上の座標値との対応について説明します。試料プレートには6つの穴(スロット)があります。BL4Uでは各スロットに#1~#6の番号を割り当てています。



各スロット中心の座標値は、(Coarse X, Coarse Y) に対応しており、#5 を原点 (0,0)として、#1(-5000, 5000), #2(0, 5000), #3(5000, 5000), #4(-5000, 0), #6(5000, 0) となっています。各穴の間隔は 5000 µm です。 Image Scan の操作手順は、以下の 1~9 になります。

- 1. 既に取得した測定データから測定を始める場合は、画面左上部のホルダー アイコンを押し、該当する測定データを開きます。
- 2. "Scan Control"のドロップダウンリストから"Sample Scan"を選択します。

Beamline Control Reading Destination (eV) Entrance Slit Dispersive (µm) Each Structure Reading Destination Control Reading Destination Control Con	Current Scan Status No Current Scan Image - of - Estimated Time: - Region - of - Elapsed Time: - Line - of - Next Scan #: 36 Point - of -
NonDispersive(µm) 50.0 • 50 Go S	Microscope Control Motor Current Destination / Jog Setup Motors
EPU Gap [mm] 0 Go EPU Polarization 0 Go EPU Folowing 0 On EPU Harmonic •	CoarseX -0.89 -0.845378 Go Go Stop Stop All OFF All ON Coarsez 4000.0 4000 Go Stop Stop Select Off Stop
BL Feedback On Exit Slit Curr On Exit Slit Curr On Set Oset 0.000 0.000 Fbk Offse set	Auto Sample Cost in Zone Plate OUT Sample out Ao 230.0 Acquire lock OSA OUT Zone Plate OUT Sample OUT

設定画面が現れるのと同時に、開いた画像がある場合は画像上に緑の四角枠が現れます。枠内が測定領域です。枠が見当たらない場合は、画像の四隅のいずれかにある緑の三角印をドラッグすると図内に引き込めます。
 四角枠を動かして測定位置を調整します。動かし方は、枠の中心をドラッグします。枠の大きさは外枠をドラッグして変えることができます



4. 設定画面で測定条件の設定を行います。

Image Scan Estimated Time: 54s		×
Scan Type Image (Line – unidirection Stage Automatic Dichroism Dichroism 2 En Pol EPU Offset 2 Reg Defocus Encure (pp) 31	Energies Current Energy Total Points Single Regions I	Begin Scan Cancel Save Scan Definition Load Scan Definition Load Energy Definition
Auto Defocus (IIII) 80.251 Accel. Dist. (µm) 80.251 Point Delay (ms) 0.12 Auto Parameters 7 Line Delay (ms) 20 Energy point wait time EPWT (ms) 500 Wait Time Between Regions Additional Wait Time 0 WT=EPWT+dE * AWT	Continuous Scan with Velocity: 0.801 mm/s Coarse Stage Spatial Regions Centre Pos (µm) Range (µm) # Points Step (µm) X 0.0000 500.0000 200 2.5000 X 0.0000 500.0000 30 16.6667 1 =	Check Velocity Move To First Energy Point Move to First Position
Scripted Scan Remote Scan Logging Sample/Scan Annotation (save	d in .hdr file) Ch.	Record Position ange Magn Field Energy Move Lest

各設定条件の説明

Scan Type

設定画面左上のドロップダウンリストです。本項では Image (Line - unidirection) を選択します。

Energies

Single Energy

設定画面中央上部のチェックボックスです。本項ではチェックを入れます。 複 数のエネルギーで測定する場合は外します(後述)。

Energy (eV)

測定を行う際のエネルギー値です。"Current Energy"は現在値です。コントラストがついて試料が見えるような、適切な値を設定しましょう。

Dwell Time (ms)

1 点当たりの X 線照射時間(millisecond)です。設定値は本項の条件では 2~3 ms が妥当です。

Spatial Regions

Centre Pos X, Y (µm)

測定領域の中心の座標を設定します。試料プレートにおける 6 つのスロット の中心座標は p.33 に示した通りです (多少のズレは生じるため、厳密にスロッ トの中心をとられるわけではありません)。試料探索の開始時には、6 つ中心座 標のうちいずれかの値を入力します。

また、手順3,4(p.34)で示したように、すでに取得した画像データを利用して 座標を設定する方法もあります。

Range X, Y (µm)

測定領域を設定します。測定における試料ステージの駆動方式は Range の大 きさで異なります。250 μm を超える数値では、"Coarse Stage"と呼ばれる方式で パルスモーター駆動により走査し測定を行います。一方、160 μm 以下の数値で は"Fine Stage"に切り替わりピエゾ素子による駆動で行われます。"Fine Stage" による測定の方が、測定時間が短く質も良いです。試料探索の最初は、位置を把 握するために X, Y とも 250 μm 以上 (例えば 500 μm 程度) から始めることをお 薦めします。測定位置が決まったら速やかに 150 μm 以下の Range で Image Scan を進めると、測定を効率的に進められます。

#Points X, Y

画像データの画素数 (測定点数)です。点数が大きいほど高解像度な画像になりますが、測定時間も長くなります。また、設定値が小さすぎたり大きすぎると、 ステージの走査速度の限界を超えてしまい、太字の警告が出ます。"Coarse Stage" による測定では X は 200、Y は 20~50、"Fine Stage"では X, Y とも 50 が設定の 目安です。

<u>Step (µm)</u>: 1 点 1 点の測定間隔(µm)です。Points×Step = Range の関係です。

<u>Others</u>

Estimated Time

設定画面のタイトルバーに表示される測定時間の見積もりです。ただし、 Image Scan においての実際の測定時間は、Estimated Time の 1.2~1.5 倍です。そ の変動は加速器の主に Top-up 入射効率の変動によるものです。UVSOR 加速器 の運転状況はウェブ上で確認できます(https://www.uvsor.ims.ac.jp/topup.html)。

試料位置の探索では Image Scan の時間をなるべく減らすことが望ましいです。 Image Scan は短ければ Coarse Stage で1分以内、Fine Stage で20秒以内に抑える ことができます。Estimated Time で3 min 以上の値が出た場合は、測定条件を変 更した方が良いかもしれません。#Points や Dwell Time の値を減らすことで測 定時間を短くすることができます。
入力が全て終わったら"Move to First Position"をクリックします。オレンジの カーソルが測定領域の左下に移動します。※Range が 250 µm を越え る"Coarse Stage"による測定ではスタート位置はスタートポジションの少し 左に位置します。条件にあった試料走引速度を一定にするのに、少々助走が 必要なためです。

rgiec Current Energy 47426.2 Energy (eV) 200	Total Points	I Single Enerav Re	gions 1	Dwell Time (ms)	Begin ScanCancelSave ScanDefinitionLoad ScanDefinitionLoad EnergyDefinition
inuous Scan with Veloci tial Regions	ty: 0.801 mm/s	Coarse Stage Range (um)			Recorded Channels
Multiple Regions	Centre Pos (µm)	500,0000	# Points	Step (µm)	Check Velocity
igions	Y 5000.0000	500.0000	30	16.6667	Move To First Energy Point
					Move to First Position

- "Current Energy"が目的の測定エネルギーと異なる場合は、"Scan Energy"に任意のエネルギー値を入力して"Move To First Energy Point"をクリックすると "Current Energy"が変化して"Scan Energy"と一致します。
- 7. "Begin Scan"をクリックして測定を開始します。中断する場合は"Abort"をクリックします。
- 8. 測定が終了したら、データ保存確認のポップアップ画面が表示されるのでデ ータを保存する場合は"Yes"をクリックし、保存しない場合は"No"をクリッ クします。

ive Scan		
Save Scan as C:\\da	ata\\180227\UV_	180227000.hdr?
Scan Label	n Ad	d Scan to Menu
UV_180227000.hdr	-	
	Yes	No
	Tes	NU

9. 得られた画像データから試料位置や焦点が適切かを確認します。画像の縦横の大きさは設定画面で設定した"Range"の大きさに相当します。



最初の測定ではほとんどの場合、焦点距離は適切な位置にないため、ぼやけた 画像が表示されます。この場合、Focus Scan をかけて焦点を調整します。Focus Scan の手順は次項を参照してください。

焦点距離を調整して測定位置が明確に観察できるようになったら、試料観察の準備の際に取得した光学顕微鏡画像を参考にしながら試料位置を特定し、 徐々に測定領域を限定して最終的な測定領域を決定します。

2.5 "Focus Scan": 所要時間 2~3 分

Image Scan で取得した画像がぼけている場合、通常は焦点を調整することに よって解消します。STXM_Control の制御プログラムでは、Zone Plate の位置座 標は入射 X 線のエネルギーによって自動的に決まります。そのため、1 つのエ ネルギー値で焦点を調整ことで、他のエネルギーに移動しても自動的に焦点は あいます(ただし移動量が大きい場合はその限りではありません)。

調整の際は"Coarse Z"に座標値を直接打ち込んで調整することもできますが、 素人向きではありません。すでに調整済みの測定データがある場合は、その.hdr データから"Coarse Z"の値を確認できますが、正確とは限りません。そこで実際 に Focus Scan を行うことで焦点を調整します。本項では Focus Scan の操作につ いて説明します。

Focus Scan は試料ステージの Coarse Z を調整するためのラインスキャンです。 測定時の装置の機械的な動作は、まず試料ステージを光軸に対して垂直に動か して試料の目的位置で1本ラインスキャンを行い、ゾーンプレートを設定した 距離分動かしてから、また同様のラインスキャンを行うという操作を設定範囲 分繰り返します。

測定結果は1枚の画像にまとめて画面に表示され、画像内から適切な焦点位 置を測定者が探します。フォーカスセット完了のボタンをクリックする と"Coarse Z"の座標値が設定された位置に動き、ゾーンプレートは元の位置に戻 ります。具体的な操作手順は以下の1~11になります。

1. 画面左上部に測定した画像が表示された状態で、"Scan Control"のドロップダウンリストから"Focus Scan"を選択します。

Energy 209.992 209.9	ation 92 Go S	Current Scan Status No Current Scan Image – of – Estimated Time: – Region – of –
Entrance Slit	0 <u>G0 S</u>	Elapsed Time: – Line – of – Next Scan #: 36 Point – of –
NonDispersive(µm) 50.0 •	50 <u>Go</u> <u>S</u>	Microscope Control Motor Current Destination / Jog Setup Motors
EPU Gap [mm]		CoarseX ▼ -0.89 -0.845378 Go D Stop S All OFF CoarseZ ▼ 4000.0 4000 Go D Stop S Select Off
BL Feedback On EPU Offse Exit Slit Curr 0.000 0.000 Fbk Offse	0 <u>set</u>	Focus Reset Sample OSA IN Zone Plate IN Sample IN Stop Auto 230.0 Acquire lock OSA OUT Zone Plate OUT Sample OUT All

2. 設定画面と、画像データ上に黄緑色のスキャンバーが表示されます。スキャンバーの範囲が Focus Scan の範囲です。見当たらない場合は、イメージの四隅のどこかにある黄緑色の三角印をドラッグしてイメージに引き込んでく

ださい。

3. スキャンバーの形を整えて測定範囲を調整します。スキャンバーの座標置を 動かす場合はスキャンバー中点をドラッグします。スキャンバー両端をドラ ッグしてラインスキャンの長さ(µm)や角度を変更します。適切な測定位置は、 イメージのコントラストの強い部分の境界線に対して、垂直になるように設 置することです。また、300 µm 角以上の大きいイメージに対して行う"Focus Scan"の場合、測定位置は水平方向にずれやすくなります。スキャンバーの 長さは想定する範囲よりやや長くする (100 µm ほどあれば充分です) 方が よいでしょう。角度は水平 0° で配置するとデータの質が少し向上します。

また、スキャンバーを設定する際、中心の矢印部分(スキャン方向を示し ます)が、**必ず左から右に向かう向き**にすることが重要です。垂直方向のス キャンは、上手く動作しません。



4. 設定画面で測定条件の設定を行います。

Focus	Scan - Estimated	Time: 4s					×
r X Y	ample Dence Pos (µm) -253.623 3687.085	Length (µm) Theta (*) 2.5 42.60	# Points	Step (µm) 0.083	Energy (e Dwell (Horizontal (Lin Acc Dist (um)	(ms) 5 ne at once) 0.175	Begin Scan Cancel Save Scan
-Zo Z	ne Plate Centre Pos (µm) 1209.0	Range (µm)	# Points	Step (µm)	Line wait time	200 Recorded Channels	Definition Load Scan Definition
	ngle Scan with t Initial Foc Second Fc	he Z piezo posi us scan for Z A icus scan for Z .	tioning ngle Scans Angle Scans				

各設定条件の説明

Sample

Centre Pos X, Y (µm) (Sample)

このスキャンバーの中点の座標(X,Y)です。座標値を入力してスキャンバーの 位置を動かしますが、ドラッグで調整する方が簡単です。

Centre Pos (µm) (Zone Plate)

ゾーンプレート座標値(Z)(µm)です。変更の必要はありません。

Length (µm)

表示しているバーの長さ(µm)です。あまり長く設定すると、焦点位置を確認し づらくなるのでほどほどの長さにします。具体例を示すと、500 µm 四方のイメ ージ図で Focus Scan をかけるときは 100 µm ほど、150 µm 四方では 10~20 µm、 15 µm 四方では 3~4 µm ほどです。また、あまり短すぎるバーの長さを設定し ても焦点位置が確認しづらくなります。

Theta (°)

表示しているバーの角度(°)です。水平方向に左から右へ走査する場合の角度 を 0.00 としています。

Zone Plate

Range (µm) (Zone Plate)

測定の際にゾーンプレートの位置(Z)を動かす範囲です。 試料面と OSA が接触 する危険を避けるため、 値の設定には注意する必要があります。 おおよその目安 は、 ZonePlate の値の 1/5 程度です。 フォーカスを追い込む際は、 50 程度にする と良いです。

<u># Points (Sample & Zone Plate)</u>:

測定点数です。数値が大きくなるほど高解像度な画像になりますが、設定値が

大きくなると測定時間は長くなります。Sample & Zone Plate で通常 30 程度あ れば焦点位置を確認するには充分です。

Step (µm) (OSA & Zone Plate)

1 点 1 点の測定間隔(µm)です。Length (Range) = Step×#Pointsの関係です。

<u>Others</u>

Dwell Time (ms)

測定点1点あたりのX線照射時間(millisecond)です。数値が大きくなるほど画像のコントラストが判りやすくなります。測定する際の入射X線のエネルギーによってはフォトンカウントが少ない場合があります。その場合は少し長い時間を設定します。一般的には5~10 ms が妥当でしょう。

- 5. 値を設定し終わったら"Begin Scan"をクリックして測定を開始します。中断 する場合は"Abort"をクリックします。
- 6. 測定が終了したら、データ保存確認のポップアップ画面が表示されるのでデ ータを保存する場合は"Yes"をクリックし、保存しない場合は"No"をクリッ クします。基本的に必要ないと思いますが。

Save Scan		×
Save Scan as C:\\d	ata\\180227\UV_	180227000.hdr?
Scan Label	n Ad	d Scan to Menu
UV_180227000.hd	r	
	Yes	No

下図が"Focus Scan"の画像例です。横軸はラインスキャンの Length に相当します。縦軸はゾーンプレートを動かした範囲で、"Range"で設定した値(µm)の幅になります。画面の上ほど OSA や試料と FZP の位置が近づきます。



 焦点距離を設定します。上図で水平方向のラインを下から上に見ていくと、 焦点のぼやけたエリア (グレーの部分)が徐々に狭くなり、中央より少し上 (Range:-1130付近)でほぼなくなります。この水平ラインの右側は試料にか かった部分ですが、その細かい構造が確認できることが分かります。さらに 上に進むと再びグレーのエリアが広がります。したがって、コントラストが 最もはっきりしたラインが Range の-1132付近だと確認できます。確認でき たら、その水平ラインの位置をクリックします。※イメージを見ても適切な 位置が見つからない場合は手順 10 に進んでください。 "Focus To Cursor + Set for autofocus"をクリックすると、Coarse Z がフォーカスの合う位置に移動します。8,9の操作は設定位置が測定画像の領域外であっても選択可能なので、ズームアウトしてから領域外をクリックして同様の操作を行うと、焦点位置を大きく動かすことができます。



10. 前の手順で上手くいかない場合は、試料探索の開始時に試料プレートの位置 がゾーンプレートの焦点位置から大きく外れていることが多いです。その場 合は、一時的に焦点距離を決めて複数回同じ測定を行い、小刻みに焦点距離 を調整します("Range (µm)"をより大きく設定してやり直すのはお薦めしか ねます)。Coarse Z の値の目安は、条件次第で変化します。おおよその値をど こかでメモしておくことをお薦めします。"Focus Scan"をかける間は Coarse

Zの値に常に気を配ってください。

11. 適切な焦点距離を設定したら、直前の"Image Scan"をもう一度行い、フォーカスが適切かを確認します。調整が不充分なら再度 Focus Scan を行います。

この後は、徐々に測定領域を狭めながら"Image Scan"を行って試料を探します。 より小さな領域を、適切な分解能では観察するには焦点距離を調整する必要が あるため、その都度"Focus Scan"を行ってください。

値の目安としては Range を 50~100 程度まで小さくすれば、適正な焦点位置 に対し、Coarse Z の値で±1 µm 以内に設定することができます。最終的な測定 をどのように行うのか念頭に置きながら試料位置を確定させてください。

顕微鏡実験において、フォーカスが最も重要である

ゆめゆめ忘れること勿れ。

3. 本測定

試料の測定領域を決定して焦点距離を合わせたあとに、複数のエネルギーで スペクトル情報を得る測定を行います。

測定条件はすべてドロップダウンメニューの"Sample Scan"から設定します。 最初に設定画面を開き、"Scan Type"を選択します。必要とされる測定条件と測 定時間のバランスを取りながらを行ってください。測定方法は大きく 4 種類に 分けられます。各測定方法の特徴と手順を以下に説明します。

3.1 "Point Scan": 所要時間 5~15 分

試料中の1点に対してX線を照射しスペクトルデータを得ます。測定結果は 画面の右上部に表示されます。

簡便な測定方法で、複数の点を一度に測定することもできます。複数の点を測 定点に設定しても測定時間はあまり増えません。ただし、測定中の位置ずれが保 証できないので、本当に同一の一点を測定しているかは定かではありません。 また、ドーズが非常に高い測定ですので、試料ダメージの懸念があります。具体 的な操作手順は1~9になります。

- 1. 試料の測定座標を含む画像データをファイルから開いて表示します。
- 2. "Scan Control"のドロップダウンリストから"Sample Scan"を選択します。

Beamline Control Reading Destination Energy 209.992 209.992 (eV) Entrance Slit 0.000 0 Exit Slits Dispersive (µm) 0 50.0 50 0	Current Scan Status Scan Con No Current Scan Image of Estimated Time: - Region of Elapsed Time: - Line of Next Scan #: 36 Point of	sample Scan
NonDispersive(µm) 50.0 • 50	Microscope Control Motor Current Destination / Jog	Setup Motors
EPU Gap [mm] 0 (EPU Polarization 0 (CoarseX ● -0.89 ● -0.845378 Go D CoarseZ ● 4000.0 ● 4000 Go D	Stop S All OFF All ON Stop S Select Off
BL Feedback On EPU Offse Exit Slit Curr 0.000 0.000 Fbk Offse	et Auto V S Reset Interfer Mover OSA OUT Zone Plate OUT	Sample IN Stop

 設定画面が現れます。同時にイメージ図内に緑色 のカーソルが現れます。カーソルは測定点を示し ています(右図)。カーソルをドラッグで測定位置 に動かします。カーソルが見当たらない場合は、 イメージの四隅のどこかにある緑の三角印を探 し、印をドラッグするとイメージ内に引き込めま す。



4. 設定画面で測定条件の設定を行います。

Point Scan - Estimated Time: 76s									×
Scan Type	Energies -	rrent Energy	Total P	oints			- Sam	Benin Sca	
Point	Г	47426.2	59		Regi	ons 6	dwe	ell legn sea	
Stage		Start Energy	End Energy	Range (eV)	# Points	Step (eV)	Dwell Time	Cancel	
Automatic 🗾	Region	1 (eV)	(eV)		-		(ms)		
Dichroism		280	284	4	5		<u> </u>	Definition.	
2 En Pol EPU Offset	2	284.5	292	7.5	16	0.5	500		
🗖 2 Reg	3	292.3	292.5	0.2	2	0.2	500	Definition.	.
Defecus	4	292.5	293	0.5	25	0.021	500		
Focus (nm) 31	5	293.2	294	0.8	5	0.2	500	Definition.	У
Auto Defocus	Point scan							Becorded	
Accel. Dist. (µm) 0.1	-Snatial Re	nions						Channels	
Point Delay (ms)			Pos	(µm)					
Auto Parameters 🔽	🗖 Multip	e Regions	X -0.3	387	se current b	eam position		Check Veloci	ity
Line Delay (ms) 20	Regions		Y 0.5	736					
Energy point wait 500	1 -							Move To Firs Energy Poin	st t
time EPWT (ms)									
Regions								Move to Fir	st
Additional Wait Time 0 WT=EPWT+dE * AWT								Position	
Scripted Scan								Record Position	
Remote Scan Logging								Change Magn Field	
Sample/Scan Annotation (save	a in .ndr file	9						Enerdy Move Les	

各設定条件の説明

Scan Type:

設定画面左上のドロップダウンリストです。"Point"を選択します。

Energies

Start Energy (eV)

測定エネルギー領域で最も低いエネルギー値を入力します。

End Energy (eV)

測定エネルギー領域で最も高いエネルギー値を入力します。

Range (eV)

"End Energy"から"Start Energy"を引いた値が表示されます。

#Points (Energies)

"Start Energy"から"End Energy"までのスキャンの回数を示しています。

Step (eV)

"Start Energy"から"End Energy"までの間の目盛り幅です。"Step" = "Range" ÷ ("Points"-1) となります。

Dwell Time (ms)

測定点1点当たりのX線照射時間(milli seconds)です。通常は300 ~ 1000 ms に設定します。なお、あまり短い時間に設定してもモノクロメーターのエネルギ 一変更に時間がかかるので、それほど時間の短縮にはなりません。

Region (Energies)

エネルギー値の定義設定の中で、"Step (eV)"を部分的に変更したい場合 は"Region"を増やす必要があります。変更する分だけ、ドロップダウンリストの 数値を増やして区間数を設定してください。

Total Points

"Region"全区間の" #Points(Energies)"の総数です。Point Scan においては Total Points の数が測定時間に直結します。例えば"Total Points"を 100 から 50 に変更 した場合、測定時間は半分になります。

Spatial Regions

Pos X, Y (µm)

スキャンカーソルの座標です。カーソルはドラッグで動かせます。気体の測定 など、座標位置にこだわらない場合は"Use current beam position"にチェックを入 れます。座標値を直接入力して動かすこともできます。また、カーソルを複数設 定することができます。"Multiple Regions"のチェックボックスにチェックを入れ るとカーソルが増えます。

Multiple Regions (Spatial Regions)

"Multiple Regions"のチェックボックスにチェックを入れるとスキャンカーソルが増えます(p.46, 操作手順3の図を参照)。

Others

Load Energy Definition

作成した測定エネルギー領域の定義ファイルを呼び出します。作成した定義 を保存する場合は"Save Scan Definition..."をクリックし保存してください(定義 ファイル名の例"C_280_300_100(元素名_Start Energy_End Energy_Total Points)")。 Estimated Time

測定時間の見積もりで、設定画面のタイトルバーに表示されます。実際の測定時間は見積もりよりも長くなりますので、あくまで目安です。測定時間は加速器の Top-up 入射効率の変動によって変化します。UVSOR 加速器の運転状況はウ

ェブ上で確認することができます(https://www.uvsor.ims.ac.jp/topup.html)。測定時間の具体的な目安としては、**"Total Regions"が 100 以下なら 5 分以内、100~200** で 10 分です。測定時間を短くしたい場合は、"Total Points"を減らします。

- 5. 後で整理するために、スキャンカーソルの色と測定位置の対応を記録してく ださい。
- 6. "Move to First Position"をクリックします。オレンジのカーソルと緑のカーソ ルが重なります。

Curre 4	ent Energy 7426.2	Total P 59	pints	Regi	ons 6	Sar dw	ame Begin Sc: vell	an
ion	Start Energy (eV)	End Energy (eV)	Range (eV)	# Points	Step (eV)	Dwell Time (ms)	Cancel	
	280	284	4	5	1	500	Save Scar	n
5	204.3	292	7.5	16	0.5	500	Definition.	
	292.3	292.5	0.2	2	0.2	500	Load Scar	n
	292.5	293	0.5	25	0.021	500	Definition.	
	293.2	294	0.8	5	0.2	500	Load Energ	9V
n Regi	ons	Pos	(µm)				Recorded Channels.	1
ple is	Regions	Х -0.3 Y 0.5	387 🗖 U 736	se current b	eam positior	1	Check Veloc	tity rst
							Energy Poir	nt
							Move to Fir Position	rst

- 7. "Move to First Energy"をクリックします。設定画面中央上の"Current Energy" が"Start Energy"と同じ値にセットされます。
- 8. "Begin Scan"をクリックし測定を開始します。画面右上部に測定中のスペクトルが表示されます。各プロットは条件設定時のカーソルの色に対応します。



9. 測定が終了したら、データ保存の確認のポップアップ画面が表示されるので データを保存する場合は"Yes"をクリックし、保存しない場合は"No"をクリ ックします。

Save Scan as C:\\d	ata\\180227\UV_	180227000.ndr
Scan Label	n 🗖 🗖	d Scan to Menu
	~	
UV 180227000.hd	r	
UV_180227000.hd	r	

3.2 "Line Scan": 所要時間 5~30 分

直線上のスペクトルデータ分布を取得する測定です。測定時の装置の機械的 な動作については、まず試料ステージを光軸に対して垂直に動かして目的の試 料位置で1本ラインスキャンを行います。次に入射 X 線のエネルギーおよびゾ ーンプレートの座標を変え同様のラインスキャンを行います。これを設定した エネルギー値の数だけ繰り返します。

測定結果は1枚の画像として表示されます。データ解析は、解析用ソフトを 使用し、測定データの線分から任意の長さの領域を指定してスペクトルデータ を抽出します。

"Line Scan"は簡易な測定方法です。1 点当たりの X 線照射時間はあまり長く 設定しません。線分上を走査しながら測定するため、"Point Scan"より多くの座 標点を測定できます。またその分、試料に対するドーズは低くなります。測定時 の試料の位置ずれは、状況次第では解析ソフトで補正できます。

"Line Scan"には2種類の測定方式があります。"Full Horiz, Line"と"Point by Point"です。前者は表示されたイメージに対して水平方向にのみステージを動かして行います。設定できる"Dwell Time"は最大で12 ms です。測定時間は5~10分程度の短い測定です。

具体的な操作手順は下記の1~9になります。

1. 目的の測定位置を含む試料のイメージを準備します。

- Beamline Control Reading Destination Current Scan Status Scan Controls Energy @ 209.992 @ 209.992 Go S No Current Scan Image - of (eV) START Sample Scan • Estimated Time: - Region - of _ 0.000 0 O Go S Entrance Slit _ Elapsed Time: Line of -Next Scan #: 36 Point of 50 Go S Microscope Control Motor NonDispersive(µm) 50.0 • 50 Go S Current Destination / Jog Setup Motors • • -0.845378 Go D Stop S All OFF 0 Go CoarseX -0.89 🕥 EPU Gap [mm] ALLON EPU Polarization O Go 4000 Go D Stop S Select Off - 0 CoarseZ 4000.0 🕥 EPU Folowing 🗂 On EPU Harmonic • Focus Auto Sample OSA IN Zone Plate IN Sample IN Stop Auto 230,0 Acquire lock Mover OSA OUT Zone Plate OUT Sample OUT All BL Feedback On EPU Offse Oset Ao 230.0 Acquire lock 0.000 Fbk Offse 0.000 set
- 2. "Scan Control"のドロップダウンリストから"Sample Scan"を選択します。

3. 設定画面と同時にイメージ図内に緑色のバーが現れます(バーが画像内にない場合は図の四隅のいずれかにある緑の三角印を探して図内にドラッグしてください)。このバーが測定領域に相当します。バーの位置を動かす場合はバーの中点をドラッグします。バーの長さを変更する場合はバーの両端をドラッグで引っ張ります。この際、バーのスキャン範囲ブランク部分を含んでおくことで(下図)、Ioも同時に取得できます。以上の操作で、測定領域を決定してください。



4. 設定画面で測定条件の設定を行います。

Line Scan <mark>-</mark> Estimated Time: 7m 56s									×
Scan Type	Energies Currei 47	nt Energy 426.2	Total P 90	oints	Regi	ons 4	📩 🔽 San dwi	me Begin Sc: /ell	an
Line (Point by Point) Line (Full Horiz, Line)	Region	Start Energy (eV)	End Energy (eV)	Range (eV)	# Points	Step (eV)	Dwell Time (ms)	Cancel	
Image (Foint by Foint)	1	283	284	1	3	0.5	2	Save Scar	n
2 En Pol EPU Offset	2	284.1	290	5.9	60	0.1	2	Definition.	
C 2 Reg	3	290.2	295	4.8	17	0.3	2	Load Scar	n
	4	295.5	300	4.5	10	0.5	2	Demicion	
Focus (nm) 31								Load Energy Definition	gy
Auto Defocus	Continuous Sc	an with Velo	city: 0 . 024 m	m/s Fine	Stage			Recorded	t
Point Delay (ms) 0.08	-Spatial Regio	ns	Centre F	Pos (µm) Len Th	gth (µm) ieta (°)	# Points	Step (µm)		
Auto Parameters 🔽	Pagiana		X 120.	1336 10	0.0000	200	0.0500	Check Veloc	city
Line Delay (ms) 20	Regions		Y 3984.	.5166	0.00			Move To Fir	rst
time EPWT (ms)								Energy Poir	nt
Wait Time Between 500								Move to Fi	ret
Additional Wait Time 0 WT=EPWT+dE * AWT								Position	
Scripted Scan								Record Position	
Sample/Scan Annotation (saved	d in .hdr file)							Change Magn Field Energy Move Te	est

各設定条件の説明

Scan Type

設定画面左上のドロップダウンリストです。"Line Scan"の測定方式("Line (Point by Point)"か"Line (Full Horiz, Line)")を選択します。

Energies

Start Energy (eV)

測定エネルギー領域で最も低いエネルギー値を入力します。

End Energy (eV)

測定エネルギー領域で最も高いエネルギー値を入力します。

Range (eV)(Energies)

"End Energy"から"Start Energy"を引いた値が表示されます。

#Points (Energies)

"Start Energy"から"End Energy"までのエネルギーの点数を示しています。

Step (eV)

"Start Energy"から"End Energy"までの間の目盛りの幅です。"Step"="Range" ÷ ("Points"-1) となります。

Dwell Time (ms)

測定点 1 点当たりの X 線照射時間(milli seconds)です。"Line (Full Horiz, Line)" では最大値が 12 です。"Line (Point by Point)"では制限なしです。

Region

エネルギー値の定義全体の中で、"Step (eV)"を部分的に変更したい場合 は"Region"を増やす必要があります。変更する分だけ、ドロップダウンリストの 数値を増やして区間数を設定してください。

Total Points

"Region"全区間の" #Points (Energies)"の総数です。ラインスキャンにおいて測 定時間の長さは"Total Points"の数にほぼ直結します。

Spatial Regions

Centre Pos X, Y (µm)

測定する直線区間の中点の座標です。スキャンバーを動かすには中点のポイ ンタをドラッグします。数値を直接入力して動かすこともできます。

Length (µm)

測定する直線区間の長さです。バーの端をドラッグして長さを調節します。数 値を直接入力して調節することもできます。

<u>Theta (°)</u>

測定する直線区間の角度です。"Line (Full, Horiz, Line)"は水平(0°)のみです。 <u>#Points</u>

測定する座標点の数です。試料ステージの走査速度の限界を超えるような値 を入れると、太字の警告表示が出ます。50~200程度の適当な値を設定しましょ う。

Step (µm)

1 点 1 点の測定の間隔です。観察する対象物の大きさに合わせた値を設定しましょう。本装置の空間分解能の限界は、"Line (Full Horiz, Line)"では 0.03~0.05
 (µm)程度です。

<u>Others</u>

Load Energy Definition

作成した測定エネルギー領域の定義ファイルを呼び出します。作成した定義 を保存する場合は"Save Scan Definition..."をクリックし保存してください(定義 ファイル名の例"C_280_300_100(元素名_Start Energy_End Energy_Total Points)")。 Estimated Time

測定時間の見積もりです。設定画面のタイトルバーに表示されます。実際の測 定時間は表示されている見積もり時間よりも長いです。測定時間は加速器の Top-up 入射効率の変動によって変化します。UVSOR 加速器の運転状況はウェブ 上で確認することができます(https://www.uvsor.ims.ac.jp/topup.html)。ラインスキ ャンにおいての実際の測定時間は、"Total Points"の数にほぼ直結します。"Total Points"が 50~100 だと 3~7 分、100~200 だと 5~13 分ほどです。

5. 各設定値を入力し終えたら、画面内右端の"Move to First Position"をクリック します。カーソルがスキャンバーの左端に移動します。

Curre	ent Energy 7426.2	Total Pi 90	oints	Reg	ions 4	🗧 🔽 Same dwell	Begin Scan
, jion	Start Energy (eV)	End Energy (eV)	Range (eV)	# Points	Step (eV)	Dwell Time (ms)	Cancel
	283	284	1	3	0.5	2	Save Scan
2	284.1	290	5.9	60	0.1	2	Definition
3	290.2	295	4.8	17	0.3	2	Load Scan
4	295.5	300	4.5	10	0.5	2	Definition
							Load Energy Definition
ous S Regio	can with Veloc	:ity: 0 . 024 m	m/s Fine	Stage			Recorded Channels
Regit	5115	Centre F	'os (µm) Ler Tł	ngth (µm) neta (°)	# Points	Step (µm)	
nc		X 120.	1336 1	0.0000	200	0.0500	Check Velocity
		Y 3984.	5166	0.00			Move To First Energy Point
							Move to First Position

- 6. 設定画面内右端の"Move to First Energy"をクリックします。設定画面中央上の"Current Energy"が"Start Energy"と同じ値にセットされます。
- 7. 測定を開始する前に測定場所の記録をしておきます。STXM_Control 上では 測定場所の記録は座標値のみとなります。
- 8. 設定画面右上の赤いボタン"Begin Scan"をクリックして測定が開始します。 STXM_Controlの左上の画面に測定結果が逐次表示されます。



9. 測定が終了したら、データ保存確認のポップアップ画面が表示されるのでデ ータを保存する場合は"Yes"、保存しない場合は"No"をクリックします。

3.3 "Image Scan" 差分画像: 所要時間 2~20 分

2、3程度のエネルギー値で2次元画像を取得する測定方法です。吸収端前の エネルギーとプレエッジ吸収ピークやエッジジャンプの吸収エネルギーにおい て同じ領域の画像を取得するのが一般的な使いかたです。取得した画像データ 間で光学密度 (OD)の差分を取れば、目的の化学種の2次元分布のマッピングを 得ることができます。

測定時の装置の機械的な動作については、目的領域での 2 次元試料画像を 1 枚取得します。次に入射 X 線のエネルギーおよびゾーンプレートの座標を変え 同様に試料の画像を取得します。これを設定したエネルギー値の数だけ繰り返 します。

測定画像の領域の大きさは任意に設定します。取得するイメージの数が少な いため、次項で説明するイメージスタックと比較すると、画像 1 枚に対する画 素数を増やすことが容易です。エネルギー値の設定には、目的の化学種のスペク トルを把握しておく必要があります。画像データの試料の位置ズレは、解析ソフ トで補正できる可能性があります。

"Scan Type"は2種類の方式があります。"Image (Line – unidirection)"と"Image (Point by Point)"です。前者は表示された試料面に対して設定された速度でステージを動かす方法です。設定できる"Dwell Time"は最大で12 ms です。測定時間は2~15 分程度です。後者は設定された座標値にステージを動かす測定方法です。"Dwell Time"の設定限界はありません。測定時間はおおむね 3~30 分です。

具体的な操作手順は以下の1~7になります。

- 1. 目的の測定領域を含む試料の画像データファイルを開きます。
- 2. "Scan Control"のドロップダウンリストから"Sample Scan"を選択します。

Beamline Control Energy 209.992 © 209.992 Go S (eV) 209.992 © 209.992 Go S Entrance Slit © 0.000 © 0 Go S Exit Slits Dispersive (µm) © 50.0 © 50 Go S	Current Scan Status No Current Scan Image – of – Estimated Time: – Region – of – Elapsed Time: – Line – of – Next Scan #: 36 Point – of –
NonDispersive(µm) 50.0 • 50 Go S	Microscope Control Motor Current Destination / Jog Setup Motors
EPU Gap [mm] 0 Go EPU Polarization 0 Go EPU Folowing On EPU Harmonic Image: Constraint of the second se	CoarseX -0.89 -0.845378 Go D Stop S All OFF CoarseZ 4000.0 4000 Go D Stop S Select Off Focus Reset Sample OSA IN Zone Plate IN Sample IN Stop Aut or S Reset Mover OSA OUT Zone Plate OUT Sample OUT All

 設定画面および画像データ内に四角枠が現れます。この枠内が測定領域です (枠が見当たらない場合は、イメージの四隅のいずれかにある緑の三角印を 探します。印をドラッグするとイメージ内に引き込めます)。枠の中心をドラ ッグして、測定領域の位置を調整します。また枠の大きさは外枠をドラッグ して変えることができます。ただし、2つの領域間が数十ミクロン以上離れ ている場合は一度に測定することはできません。



Image Scan - Estimated Time: 43m 6	s								×
Scan Type	-Energies Curre	nt Energy	Total P	nintss	inale		- Sar	me Bou	in Sean
Image (Line – unidirectior 💌	20	9.992	95		nerqv Regi	ions 4	🗄 🔽 dw	rell	in Scan
Stage	Region	Start Energy (eV)	End Energy (eV)	Range (eV)	# Points	Step (eV)	Dwell Time (ms)	0	Cancel
	1	190	198	8	17	0.5	2	Sa	ve Scan
2 En Pol EPU Offset	2	198.1	207.9	9.8	66	0.151	2	Def	inition
E 2 Reg	3	205.25	206	0.75	4	0.25	2	Lo	ad Scan
	4	206.5	210	3.5	8	0.5	2	Det	Inition
Focus (nm)								Loa Def	d Energy Inition
Auto Defocus	Continuous So	an with Velo	city: 0 . 014 m	m/s Fine	Stage			Rf	ecorded
Accel. Dist. (µm) 0.1	-Spatial Regio	ns			7.8			Ch	annels
Point Delay (ms) 0.08			Centre F	Pos (µm) Rar	nge (µm)	# Points	Step (µm)		
Auto Parameters 🔽		regions	X 21.4	580 3	.0000	100	0.0300	Chec	k Velocity
Line Delay (ms) 20			Y 4954.	.7482 2	.6000	87	0.0299	Move	e To First
time EPWT (ms)								Ener	gy Point
Wait Time Between 500 Regions								Μον	/e to First
Additional Wait Time 0 WT=EPWT+dE * AWT								P	osition
Scrinted Scan									_
Remote Scan Logging								Record Po Change Magr	sition 🔽
Sample/Scan Annotation (saved	l in .hdr file)							<u>Enerav M</u>	love lest

4. 設定画面で測定条件の設定を行います。

各設定条件の説明

Scan Type

設定画面左上のドロップダウンリストです。測定方式("Image (Point by Point)" か"Image (Line - unidirection)")を選択します。

Energies

Single Energy

単一のエネルギー値で測定する場合のチェックボックスです。本項では複数 エネルギーで測定するので、チェックが入っている場合は外します。

Start Energy (eV)

測定エネルギー領域最も低いエネルギー値を入力します。

End Energy (eV)

測定エネルギー領域最も高いエネルギー値を入力します。

Range (eV) (Energies)

測定エネルギーの幅です。

#Points (Energies)

"Start Energy"から"End Energy"までのスキャンの点数を示しています。

Step (eV)

"Start Energy"から"End Energy"までの間の目盛りの幅です。"Step" = "Range" ÷("Points"-1) となります。

Dwell Time (ms)

測定領域中の 1 点当たりの X 線照射時間(milli seconds)です。"Image (Line - unidirection)"では最大値が 12 です。値が小さすぎると試料ステージの走査速度の限界を超えるため、太字の警告表示が出ます。試料ステージの走査速度は"Dwell Time"と"Step (μm)"により決まるため、解消するには"Step (μm)"を変更するか、"Check Velocity"をクリックして"Dwell Time"を変更してください。

Region

エネルギー値の定義設定の中で、"Step (eV)"を部分的に変更したい場合 は"Region"を増やす必要があります。変更する分だけ、ドロップダウンリストの 数値を増やして区間数を設定してください。

Total Points

"Region"全区間の" #Points(Energies)"の総数です。

Spatial Regions

Centre Pos X, Y (µm)

測定領域の中心座標(四角枠の中心)です。枠を動かすには中心のポインタをド ラッグします。座標値を直接入力して動かすこともできます。

Range X, Y (µm)

測定領域の大きさです。ボックス内に数値を入力します。画像データ内の緑枠 の端をドラッグして長さを調節することもできます。

#Points X, Y (Spatial Regions)

測定画像領域中の測定座標点の数です。小さすぎたり大きすぎると、試料ステ ージの走査速度の限界を超えるため、太字の警告表示が出ます。50~200程度の 適当な値を設定しましょう。

Step (µm)

測定画像領域中の1点1点の測定間隔(μm)です。"#Points"を入力すると自動 的に決まります。"# Points"と同様、試料ステージの走査速度の限界を超えるよ うな値を入れると、太字の警告表示が出ます。本装置の空間分解能の限界は、最 小で0.03~0.05μm 程度と考えられています。

Multiple Regions

Image Scan では複数の領域を測定することができます。その場合は、このボックスにチェックを入れてから下の"Regions"のドロップダウンリストの数値を増やします。Region を増やすと座標 (Spatial Regions)の設定欄が増え、新たな測定枠がイメージの4隅のいずれかに三角印として現れるので、ドラッグでイメージ内に引き込み測定位置を設定します。

<u>Others</u>

Check Velocity

設定画面右端中央にあるボタンです。"Dwell Time"を変更して試料の走査速度を調整します。

Load Energy Definition

過去に保存した測定エネルギー領域の定義ファイルを呼び出します。作成した定義を保存する場合は"Save Scan Definition..."をクリックし保存してください (定義ファイル名の例"C_280_300_100(元素名_Start Energy_End Energy_Total Points)")。

Estimated Time

測定時間の見積もりです。設定画面のタイトルバーに表示されます。Image Scan における実際の測定時間は、Estimated Time の 1.3~1.5 倍です。倍率が幅を 持つのは加速器の Top-up 入射効率の変動ためです。UVSOR 加速器の運転状況 はウェブ上で確認することができます(https://www.uvsor.ims.ac.jp/topup.html)。測 定時間に直接影響する設定項目は、Energies の"Total Points"および"# Points"、"Dwell Time"、Spatial Regions の"# Points"。また"Range"の X, Y の比 率も影響します (水平方向に長い測定領域、つまり横長の長方形になるように設 定した方が短時間で測定できます)。限られたビームタイムでできるだけ質の良 いデータが取れるように、適宜条件を調節してください。

5. 各設定値を入力し終えたら、画面内右端の"Move to First Position"をクリック します。カーソルが測定領域の左下端に移動します。

oc							×
Curre 2	ent Energy	Total Po 95	oints 🗖 S E	ingle Regi nerav	ions 4	Sam dwel	Begin Scan
ion	Start Energy (eV)	End Energy (eV)	Range (eV)	# Points	Step (eV)	Dwell Time (ms)	Cancel
	190	198	8	17	0.5	2	Save Scan
2	198.1	207.9	9.8	66	0.151	2	Definition
3	205.25	206	0.75	4	0.25	2	Load Scan
4	206.5	210	3.5	8	0.5	2	Definition
			**************************************		,		Load Energy Definition
ous S	can with Veloc	:ity: 0 . 014 m	m/s Fine	Stage			Recorded Channels
Regit	2112	Centre P	os (µm) Rai	nge (µm)	# Points	Step (µm)	
tiple	Regions	X 21.4	580 3	.0000	100	0.0300	Check Velocity
ins 		γ 4954.	7482 2	.6000	87	0.0299	Move To First Energy Point
							Move to First Position

- 6. 設定画面内右端の"Move to First Energy"をクリックします。設定画面中央上の"Current Energy"が"Start Energy"と同じ値にセットされます。
- 7. 設定画面右上の赤いボタン"Begin Scan"をクリックして測定が開始します。 STXM_Control の左上の画面に測定経過がリアルタイム表示されます。また この測定では、フォルダが自動作成されて測定が完了した画像データが逐次 保存されます。

3.4 "Image Scan" イメージスタック:所要時間 15~120分

試料の2次元領域を指定してスペクトル測定を行います。数十から百点以上 のエネルギーに対して画像データを取得することが多いです。得られたデータ を基に**画像から任意の指定領域のスペクトルを抽出することができます。**また、 参照スペクトルを設定すれば画像内の化学種の分布を色分けしてマッピングを することができます。イメージスタックは最も時間を要する測定方法ですが、最 も詳細な試料の情報が得られます。

測定時の装置の機械的な動作については、前項の差分画像の測定(p.57)と同じです。差分画像と異なるのは取得する画像の枚数が大きく増えることと、画像取 得後のデータ処理の仕方です。

測定領域は 2 か所まで設定でき、大きさは任意に設定します。たいていのイ メージスタックでは、小さな領域を長時間測定するため、他の測定方法と比較し て試料の位置ずれの影響が大きくなります。そのため、測定領域はあとで補正可 能なずれで収まるように慎重に設定する必要があります。試料の位置ずれの補 正は、解析用ソフトの aXis2000 で行うことができます。 具体的な操作手順は下記の1~7になります。

- 1. 目的の測定領域を含む試料の画像データファイルを開きます。
- 2. "Scan Control"のドロップダウンリストから"Sample Scan"を選択します。

Beamline Control Reading Destination (eV) 209.992 209.992 Co S Entrance Slit 0.000 0 Co S Exit Slits Dispersive (µm) 0 50.0 0 50 Co S	Current Scan Status No Current Scan Image – of – Estimated Time: – Region – of – Elapsed Time: – Line – of – Next Scan #: 36 Point – of –
NonDispersive(µm) 50.0 50 Go S	Microscope Control Motor Current Destination / Jog Setup Motors
EPU Gap [mm] 0 Go EPU Polarization 0 Go	CoarseX • -0.89 -0.845378 Go D Stop S All OFF CoarseZ • 4000.0 • 4000 Go D Stop S Select Off
BL Feedback On EPU Offse Oset	Focus Reset Sample OSA IN Zone Plate IN Sample IN Stop Auto Interfer Mover OSA OUT Zone Plate OUT Sample OUT All

3. イメージ内に測定領域の枠が現れます(枠が見当たらない場合は、イメージ の四隅のいずれかにある緑の三角印を探します。印をドラッグするとイメー ジ内に引き込めます)。四角枠を動かして測定領域の位置と、エリアの大きさ をドラッグして調整します。



Scan Type Image (Line – unidirectior 💌	Eneraies Curre	nt Energy 9.992	Total P 95	oints 🗖	ingle Regi	ons 4	🛨 🔽 Same dwel	Begin Scan
Stage Automatic	Region	Start Energy (eV)	End Energy (eV)	Range (eV)	# Points	Step (eV)	Dwell Time (ms)	Cancel
Dichroism 2 En Pol EPU Offset	2	190	207.9	9.8	66	0.151	2	Definition
🗖 2 Reg	3	205.25	206	0.75	4	0.25	2	Load Scan Definition
Auto Defocus Accel. Dist. (µm)	Continuous So -Spatial Regio	an with Velo	city: 0.014 m	um/s Fine	: Stage nge (µm)	ff Points	Stop (um)	Recorded Channels
Point Delay (ms) 0.08 Auto Parameters 🔽 Line Delay (ms) 20	C Multiple F Regions	Regions	Centre F X 21.4	Pos (µm) Ra	nge (µm) 1.0000	# Points	Step (µm) 0.0300 0.0299	Check Velocity
Energy point wait time EPWT (ms) Wait Time Between Regions Additional Wait Time WT=EPWT+dE * AWT								Move To First Energy Point Move to First Position
Scripted Scan 🗖 Remote Scan Logging 🗖								Record Position 「 Change Magn Field 「

4. 設定画面で測定条件の設定を行います。

各設定条件の説明

Scan Type

設定画面左上のドロップダウンリストです。"Image (Line - unidirection)"を選択 します。"Image (Point by Point)"を選択して測定することもできますが、測定時間 が長くなりすぎるためやめた方が賢明です。

Energies

Single Energy

単一のエネルギー値で測定する場合のチェックボックスです。本項では複数 エネルギーで測定するので、チェックが入っている場合は外します。

Start Energy (eV)

測定エネルギー領域最も低いエネルギー値を入力します。

End Energy (eV)

測定エネルギー領域最も高いエネルギー値を入力します。

Range (eV)

測定するエネルギー幅の値が表示されます。

<u>#Points</u>

"Start Energy"から"End Energy"までのスキャンの点数を示しています。

Step (eV)

エネルギーを変化させる時のステップを示します。"Step" = "Range"÷ ("Points"-1) となります。

Dwell Time (ms)

測定領域中の 1 点あたりの X 線照射時間(milli seconds)です。"Image (Line unidirection)"では最大値が 12 です。値が小さすぎると試料ステージの走査速度 の限界を超えるため、太字の警告表示が出ます。試料ステージの走査速度 は"Dwell Time"と"Step (μm)"により決まるため、解消するには"Step (μm)"を変更 するか、"Check Velocity"をクリックして"Dwell Time"を変更してください。また、 Dwell Time の長さは測定時間に少し影響を与えます。

注意:エネルギー定義において、画面右上の"Same dwell"のチェックは絶対に 外さないこと。

Region

エネルギー値の定義設定の中で、"Step (eV)"を部分的に変更したい場合 は"Region"を増やす必要があります。変更する分だけ、ドロップダウンリストの 数値を増やして区間数を設定してください。

Total Points

"Region"全区間の" #Points(Energies)"の総数です。

Spatial Regions

Centre Pos X, Y (µm)

測定領域の中心座標(四角枠の中心)です。枠を動かすには枠中心のポインタを ドラッグします。座標値を直接入力して動かすこともできます。

Range X, Y (µm)

測定領域の大きさです。ボックス内に数値を入力します。画像データ内の緑枠 の端をドラッグして長さを調節することもできます。

#Points X, Y (Spatial Regions)

測定画像領域中の測定座標点の数です。小さすぎたり大きすぎると、試料ステ ージの走査速度の限界を超えるため、太字の警告表示が出ます。50~200程度の 適当な値を設定しましょう。

Step (µm)

測定画像領域中の1点1点の測定間隔(μm)です。"#Points"を入力すると自動 的に決まります。"# Points"と同様、試料ステージの走査速度の限界を超えるよ うな値を入れると、太字の警告表示が出ます。

Multiple Regions (Spatial Regions)

Image Scan では複数の領域を同時に測定することができます。その場合は、 このボックスにチェックを入れてから下の"Regions"のドロップダウンリストの 数値を増やします。Region を増やすと座標 (Spatial Regions)の設定欄が増え、 新たな測定枠がイメージの4隅のいずれかに三角印として現れるので、ドラッ グでイメージ内に引き込み測定位置を設定します。

Others

Check Velocity

設定画面右端中央にあるボタンです。"Dwell Time"を変更して試料の走査速度 を調整します。"Dwell Time"を極端に短く設定すると、測定画像が、歪んだり縦 横比が想定と異なったりします。その際はこのボタンを使用して調整を行うこ とができます。

Load Energy Definition

作成した測定エネルギー領域の定義ファイルを呼び出します。作成した定義 を保存する場合は"Save Scan Definition..."をクリックし保存してください(定義 ファイル名の例"C_280_300_100(元素名_Start Energy_End Energy_Total Points)")。 Estimated Time

設定画面のタイトルバーに表示される測定時間の見積もりです。Image Scan に おける実際の測定時間は、Estimated Time の 1.3~1.5 倍です。倍率が幅を持つの は加速器の Top-up 入射効率の変動ためです。UVSOR 加速器の運転状況はウェ ブ上で確認することができます(https://www.uvsor.ims.ac.jp/topup.html)。測定時間 に直接影響する設定項目は、Energies の"Total Points"および"# Points"、"Dwell Time"、Spatial Regions の"# Points"。また"Range"の X, Y の比率も影響します (水平方向に長い測定領域、つまり横長の長方形になるように設定した方が短時 間で測定できます)。限られたビームタイムでできるだけ質の良いデータが取れ るように、適宜条件を調節してください。

5. 各設定値を入力し終えたら、画面内右端の"Move to First Position"をクリック します。カーソルが測定領域の左下端に移動します。

							×
Curre 2	ent Energy D9.992	Total Po 95	oints 🗖 S E	ingle Regi nerav Regi	ons 4	San 🔽 🚽	Begin Scan
ion	Start Energy (eV)	End Energy (eV)	Range (eV)	# Points	Step (eV)	Dwell Time (ms)	Cancel
	190	198	8	17	0.5	2	Save Scan
2	198.1	207.9	9.8	66	0.151	2	Definition
3	205.25	206	0.75	4	0.25	2	Load Scan
4	206.5	210	3.5	8	0.5	2	Demicion
							Load Energy Definition
ous S Rogiu	can with Veloc	:ity: 0.014 m	m/s Fine	Stage			Recorded Channels
Regn	2112	Centre P	os (µm) Rai	nge (µm)	# Points	Step (µm)	
tiple	Regions	X 21.4	580 3	.0000	100	0.0300	Check Velocity
ins 🗧		Y 4954.	7482 2	.6000	87	0.0299	Move To First
							Move to First Position

- 6. 設定画面内右端の"Move to First Energy"をクリックします。設定画面中央上の"Current Energy"が"Start Energy"と同じ値にセットされます。
- 7. 設定画面右上の赤いボタン"Begin Scan"をクリックして測定が開始します。 STXM_Control の左上の画面に測定の経過がリアルタイム表示されます。ま たこの測定では、フォルダが自動作成されて測定が完了した画像データが逐 次保存されます。

4. 操作上の注意点

STXM はナノサイズの微小試料を観察する繊細な装置なので、装置や試料の 取り扱いには常に注意する必要があります。特に注意すべきなのは、試料プレー トとフレネルゾーンプレートの位置関係です。STXM では測定中に試料面とゾ ーンプレートの間隔がマイクロメートルオーダーまで接近します。ゾーンプレ ートは非常に弱く、ちょっとした衝撃でも破損します。そのため些細な操作ミス によって、測定が全くできなる可能性もあります。このような事故を回避するた め、操作上の注意点を操作頻度の高い順にまとめました。

4.1 Coarse Z の座標値

STXM による試料観察は、フレネルゾーンプレート(ZP)、OSA (Order Sorting Aperture) および試料面が非常に接近した状況下で行われます。そのため、試料 ステージが光源側に過度に動くと試料面と OSA が接触します。そうなると、チャンバー内での光路が乱れるため、光軸調整 (p.27、2.2 STXM 光軸調整を参照) をやり直さなければなりません。さらに、観察中の試料が損傷したり、試料プレートから落下する可能性も十分あります。最悪、ゾーンプレートが破損します。したがって、試料ステージの光軸方向の座標である"Coarse Z"の値には十分に気を配る必要があります。

Current Scan Status No Current Scan Image - of - Estimated Time: - Region - of - Elapsed Time: - Line - of - Abort Pause	Microscope Status SampleX -0.885 G SampleY 3.294 G SampleZ 0.000 G CoarseX -0.89 G
Next Scan #: 36 Point - of -	CoarseZ 🔮 4000.0 🖗 🕯
Microscope Control Motor Current Destination / Jog Setup Motors CoarseX -0.89 -0.845378 Go D Stop S All OFF All ON CoarseZ 4000.0 4000 Go D Stop S Select Off Focus Auto S Reset Sample OSA IN Zone Plate IN Sample IN Stop All All All All All All All All All Al	201eFrace -1195.15 OSA-X 0.1 OSA-Y -0.2 DET-X -1.0 DET-Y -1.6 DET-Z 0.0 AUX1 0.08 Magn Field 35.713 AUX 0.00

測定作業中に"Coarse Z"の座標値が変化するのは、試料プレートをステージに 固定してから焦点位置付近に粗く近づける場合と、Focus Scan を行う場合の2通 りがあります。前者は目視で確認できる操作ですが、後者は目視できない状態で 頻繁に行う操作ですので、接触の危険は常に存在すると言えます。具体的には 次のような場合において、Coarse Z の値に注意してください。

200 eV 以下の低エネルギーで観察する場合

入射 X 線のエネルギーが低いほど焦点距離は短くなります。200 eV 以下のエネルギーに設定した場合は、通常の観察操作をしても、試料面の凹凸や傾斜が原因で OSA に接触してしまう可能性があります。



<u>Focus Scan で"Range (µm)"に大きな値を入力する場合</u>

"Focus Scan"の条件を設定する際に、光軸方向の"Range (µm)"の値が大きすぎると、焦点位置を決定するときに Coarse Z が大きく動きすぎて接触の危険が生じることがあります。

観察作業を効率的に進めるために、Focus Scan の Range はなるべく大きな値 にしたいと考えがちですが、事故を起こす可能性が高くなります。具体的な数 値の目安としては、ZonePlate の値の 1/10 くらいまでの値にします。

Focus Scan - Estimated	l Time: 3s				×
Sample Centre Pos (µm) X 20.164 Y 4954.485	Length (µm) Theta (*) 1.0 0.80	# Points	Step (µm) 0.033	Energy (eV) 209.992 Dwell (ms) 5 Horizontal (Line at once) Acc Dist (um) 0.15	Begin Scan Cancel
Zone Plate Centre Pos (um	Range (um)	# Points	Sten (um)	Line wait time 200	Definition
Z	100.0	25	4	Recorded Channels	Load Scan Definition
Angle Scan with t	the Z piezo posi us scan for Z A ocus scan for Z a	tioning ngle Scans Angle Scans			

<u>その他の要因で Coarse Z の値が 500 以下になる場合</u>

200 eV 以下のエネルギーにおける測定では Coarse Z はたいてい 500 以下に接 近しますが、それ以外の条件でも 500 以下になる場合があります。それは、試料 面の凹凸構造や、試料プレートの取り付け時に生じた凹みなどが原因で焦点距 離が想定より短くなる場合です。前述の通り、この条件では試料面が OSA に接 触してしまう可能性が通常より高くなります。

対策の一つとしては、A₀ (X 線のゾーンプレートによる集光点と OSA の距離)の値をできるだけ大きくしておくと危険を緩和することができますが、低エネルギーの観察では焦点距離が短くなるため、A₀の設定値にはほとんど余裕がありません。



4.2 Shutter の"Open", "Auto"設定

BL4Uでは光源から入射される放射光を遮断するシャッターが2か所ありま す。一つはビームラインの最上流部にあり(フロントエンドシャッター)、も う一つは顕微鏡チャンバー付近にあります(ピエゾシャッター)。フロントエ ンドシャッターは、装置の使用中は常に開けます。ピエゾシャッター は"STXM_Control"上で必要に応じて開閉操作を行います。これを"Open"にして

X線を試料に当て続けると、損傷をするかもしれません。必要な時以外は、シ ャッター設定を"Auto" (このモードでは画像やスペクトルの測定時のみシャッ ターを開きます) にすることを推奨します。


4.3 Detector Z の座標値

検出器は通常、試料プレートの背面に対して非常に接近した位置にあります。 したがって、Coarse Z の場合と似た危険が検出器の位置 ("Det-Z") にもありま す。"Det-Z"の値を変えるとステージが静止したまま検出器のみが動きます。そ のため、検出器を試料面に近付ける方向 ("Det-Z"の値が減る方向) に動かし過 ぎると試料プレートに接触してしまいます。



"Det-Z"は通常座標値0(±数百程度)に位置しています。ユーザー自身で動か す必要性はないと思いますが、動かさなければならない場合や通常と異なる座 標値が表示されていた場合は注意してください。



4.4 その他隣接するパーツ同士のクリアランス

Coarse Z や Det-Z と各部位との間のクリアランスは典型的なものですが、これ 以外にもクリアランスを注意すべき場合があります。**種々の特殊測定を行う場** 合、各部のクリアランス条件が変化します。特に試料周りが通常の機構より大型 化するため、クリアランスに気をつける必要があります。また、これら付属機構 は単純な直方体構造ではないため、クリアランスの判断も難しくなります。

測定中は各部位のクリアランスをチャンバーの外からのぞき見ることができ ません。次項の各部位の位置関係の模式図や運用担当者の意見を参考にし、隣接 するパーツが接触しないように注意してください。

5. 光軸調整および測定時における STXM チャンバー内の各部位の 位置関係

STXM_Control 上で操作を進める際に、チャンバー内で駆動する各ステージの 位置関係、構成を把握することは重要です。測定中、ゾーンプレート(Zone Plate, ZP)、OSA (Order Sorting Aperture)、試料プレートを固体したステージ (Stage)、 検出器(PMT)は各々が数 mm 以内に接近しています。STXM の装置は精密に動作 するので適切に操作が行われれば問題は起こりませんが、不適切な操作をする と即座に接触します。各部位の可動範囲にはリミットが設けられていますが、必 ず接触を防げるわけではありません。また、試料の形状などの理由から接触が起 きてしまうこともあります。

こうした測定環境をさらに難しくしているのは、**測定中にチャンバーを開け** て確認できないという点です。そのため、異常の兆候があっても肉眼で確認する ことが困難です (チャンバー内を映すカメラは備えていますが十分ではありま せん)。したがって、トラブルからの復帰作業の時などの際に状況を推測・理解 したりするためには、各部の動的な位置関係を把握することが重要です。

本項では 4 つのコンポーネントが各操作中にどのタイミングでどの方向に動 くのかを模式図で示します。どの操作でどの部分が動くのかは様々です。頻度の 高い操作についてはしっかりと覚えて下さい。本項で得た知識をもとに STXM 操作上で起こるトラブルを回避あるいは対処することができるようになると思 います。

模式図は測定操作手順の時間軸を基準に並べています。見方としては、動作するコンポーネント部位は緑の矢印で方向を示し、動かない部位は青文字で"fixed" と表しています。

模式図を確認する際、ひとつ注意点があります。試料ステージが動作する際は 検出器も追従して動きます (このとき検出器の座標値の動きはありません)。ま た検出器の座標が動く場合、ステージは追従せず検出器のみが動作します。

1. 試料プレートのステージへの取りつけ

この操作の際、試料プレートを取り付けやすくするために、OSA とステージ は 20 mm 程度離しておきます (OSA を光軸方向に動かすことはできないので、 Coarse Z を 20000 に動かしておく)。



2. 試料位置の測定位置への移動

試料プレートの取り付け時に動かした Coarse Z の座標を徐々に小さくして試 料プレートと OSA の距離を小さくしておきます。このとき検出器はステージの 動きに追従します。Coarse Z は座標値にして 1000 前後まで小さくします。ゾー ンプレートを交換した場合も同様に-20000 程度の座標から-2000 程度まで近づ けます。※目で見て確認しながら操作することができるのはこの段階までです。



3. 測定するエネルギー値の入力

ゾーンプレートが入力されたエネルギーに対応する位置に自動で動きます。 ゾーンプレートは、高いエネルギーに設定するほどマイナス方向(焦点距離が長 くなる)に動きます。



4. A₀値の変更

エネルギーを低エネルギー側(< 200 eV)に設定する場合は、A₀(OSA とゾーン プレートによる X 線の集光点の距離) が許容範囲を越えることがあります (そ のまま測定すると X 線の集光光路に OSA が接触してフォトンカウントがロス します)。その場合は A₀を小さい値に設定してからエネルギーを動かします。

また、高エネルギーに設定する場合はOSAと試料面の接触リスクを減らすためにAoを大きく設定することがあります。



検出器は部屋の明るさ程度の可視光を入れると壊れるため、光軸調整を開始 するとチャンバー内を映すカメラが使用できなくなります。したがって、光軸調 整の前にカメラのライトが切ってあることを必ず確認してください。

また、この段階から光源のシャッターを開いて STXM チャンバー内に X 線が 入射されますので、ピエゾシャッター (p.9, 1.3 項または p.72, 4.2 項を参照) は むやみに開かないよう注意します。

5. Detector_Scan

検出器の中心位置を探すスキャンです。測定中は検出器のみが動きます。



6. OSA_Scan

OSA の中心位置を探すスキャンです。測定中は OSA のみ動きます。



7. OSA_Focus_Scan

OSA とゾーンプレート間の位置関係の最適化を行います。ゾーンプレートが 1 step プラスに動くたびに OSA のラインスキャン(X 軸方向)が行われます。



測定が終わり焦点位置を選択して"Set_To_Focus"をクリックするとゾーンプレートの焦点距離が較正され、位置座標は測定前の値に戻ります。



8. Detector X, Y, Z の座標値変更

通常の操作で動かすことはありません。検出器を動かす場合、ステージは追従 しません。



9. Coarse X, Y の座標値変更および Image Scan (Single_Energy)

光軸調整が終了したら試料位置の探索に入ります。試料位置の探索ではステ ージが主に動きます。入力する正負の値とステージが動く方向に注意してくだ さい。Coarse Y はプラスで下に、マイナスで上に動きます。Coarse X はプラスで 光軸方向に対して左に、マイナスで右に動きます。



10. Focus Scan

適切な焦点位置を調べる測定です。測定が開始されると、ゾーンプレートが1 step 分プラスに動くたびにステージが光軸に対して垂直にスライドしてライン スキャンが行われます。



測定が終わり焦点位置を選択して"Set_To_Focus"をクリックすると、Coarse Z は クリックした位置に応じて変更され (Focus Scan の画像の中央より上を選択す るとマイナス方向、下を選択するとプラス方向に動きます)、ゾーンプレートは 測定前の位置に戻ります。



11. Point Scan, Line Scan, Energy Stacks

本測定中の各部の動作の仕方はどの測定方法もほぼ同じです。 設定した"Energy Definition"に従ってゾーンプレートの位置が1 step ずつ動きま す。低エネルギー側から順に測定していくので、ゾーンプレートの1 step はマイ ナス方向に動きます。ステージはゾーンプレートが1 step 動くたびに設定され た領域を1回スキャンします。Point Scan などで複数の"Region"を設定している 場合は順に Region のスキャンをしていきます。すべての"Region"のスキャンが 終わると、ZP が1 step 動いて再び各"Region"のスキャンを行います。この繰り 返しで測定が進行します。



6. Trouble Shooting

測定中は様々なトラブルが起きます (STXM 内の故障、加速器の不調など)。 マシンタイム中に復帰が難しい大きなトラブルもありますが、多くはすぐに解 決できるか、測定を続行できる小さな不具合です。簡単なトラブルの場合はすぐ に復帰してマシンタイムのロスを少なく留めましょう。

以下に、STXM_Controlの操作の際に起こるいくつかのトラブルについての対 処法を記します。実際の復帰作業にあたっては実験者が行うか、ビームライン担 当者の指示を仰いでください。

フォトンカウントがほとんど検出されない(数百程度はある)

- ・ シャッターの開閉を確認してください
- ステージの座標値を確認してください
 (試料プレートのフレームに光が遮られている可能性があります)
- 光軸調整に著しいズレが生じていないか確認してください
- ビームラインの真空状態や光源上流のトラブルの可能性がないか確認してください

フォトンカウントが全く検出されない

- ・ 検出器がオフになっていないか確認してください
- STXM_Controlのプログラムがうまく動かなくなった可能性があるのでPCを 再起動してやり直してください
- ・ 検出器が故障していないか確認してください

ステージが動作しない ("CoarseX, or Y"においてレッドランプが点灯)

- ・ 操作中に座標値がリミットを超えてしまった可能性があるのでイニシャラ イズで復帰させてください (p.16,22 を参照)
- 真空状態で長時間測定した場合はエンコーダーがオーバーヒートした可能
 性がありますので、この症状の場合は速やかにビームラインスタッフに連絡
 してください。

ステージが動作しない (レッドランプが点灯していない場合)

・ STXM チャンバー内の各部位間でクリアランスに問題が生じている可能性が あるので**必ず検出器の電源を切って**カメラなどで内部を確認してください

<u>"STXM Control"フリーズ(エネルギー値の現在値が 9999 または Debug 要求)</u>

- ソフトウェアを再起動してください
 (このとき Coarse Y の座標値が数十ミクロンほどずれるので、復帰後に画像
 データを取得する場合は注意してください)
- ・ 絶対に Debug は開始しないでください。

<u>イメージスタックデータ名の通し番号が更新されず測定を開始するたびにデー</u> <u>タが上書きされる</u>

スタッフを呼んでください。

イメージスタック測定中に測定画像の焦点が著しくボケる

- ・ 間違ったゾーンプレートを使用していないか確認してください
- STXM_Control 上で異なるゾーンプレートに設定されていないか確認してく ださい
- ・ LabVIEW との通信の不具合でゾーンプレートがエネルギーの変化に対応して動かなくなっている可能性があるので、スタッフを呼んでください。
- ・ 試料の貼り付けが甘くないか(だいたいこれ)、または著しいラディエーションダメージがないか確認してください

<u>イメージスキャンのイメージに影ができる</u>

- ・ 光軸がずれている可能性があるので光軸調整をやり直してください
- ・ Coarse Z が小さすぎて OSA と試料面が接触した可能性が考えられるので A₀の適切な値に増やしてから光軸調整をやり直してください。

7. Tips

STXM_Control を使った測定において、不具合と言えないまでも思うように測 定ができないと感じる場合があります。このような時は、装置のクセを理解して 設定を工夫したりすれば問題に対処できる場合があります。

以下にそれに該当するケースをいくつか記します。

"Image Scan"

<u>イメージスキャンで取得した画像が歪んでいる、または想定より横方向に伸び</u> たように見える

・ "Dwell Time"を増やすか X 方向の"#Points"を増やして測定してみてください

試料がなかなか見つからない場合

 ・ 焦点位置が合わないまま試料を探している場合は、メッシュや窒化シリコン 膜のフレームなど、確実にコントラストがつくもので焦点位置を合わせると、 試料も焦点が近い位置にあるので、探しやすくなります

"Focus Scan"

フォーカススキャンから取得した画像を見ても適切な焦点位置が見当たらない

・ 試料の座標値が適正値から離れすぎている場合は、フォーカススキャンを複数回行ってください

フォーカススキャンから取得した画像が崩れている

- ・ "Theta"を水平 (0 度)に近づけて測定してみてください (垂直に近いほど画像が崩れやすくなるため)
- ・ 測定時の"Length"を長くして測定してみてください

その他、フォーカススキャンの取得イメージが想定されたものと異なる

- 160 µm 角を超える大きさのイメージスキャン(Coarse Stage)のデータを使用 してフォーカススキャンを行った場合は測定位置がズレやすくなります
 → "Length"を 100 µm 以上にして生じ得るズレをカバーするようにしてくだ さい。また、この時測定位置を少し左側に配置すると良いです。
- ・ 濃淡が見えにくい位置で測定している可能性があります
 - → 150 µm 以下の範囲の画像のように十分に小さな領域にフォーカススキャンを行う場合でも、試料が小さかったり複雑な微細構造を持っていたりすると、これらの構造に対して相対的に粗いフォーカススキャンをかけてい

る場合があります。その時は、フォーカススキャンの測定の精度が追従し ない可能性がありますので、より小さい範囲のイメージを取得し直してか らもう一度測定を行いましょう。試料をより小さい領域に追い込んだら、 必ずフォーカススキャンを行うこと。

フォーカススキャンで取得したイメージの濃淡が弱くて判別しづらい

- ノイズが入って見分けにくい場合は画像のコントラスト(p.7, 1.2 項の"Photon count"参照)を調整してみてください
- フォトンカウントが根本的に少ない場合は"Dwell Time"を増やして検討して みてください
- 適切なエネルギーでフォーカスを合わせること

フォーカススキャンを続けていたら OSA に接触して光軸がズレる

A₀の値を増やして再度検討してみてください
 (規定値に対して-10%の大きさまでの値までなら設定可能です。それ以上になるとX線の集光光路をOSAが遮ります)

焦点位置を問題なく調整できたにもかかわらず測定画像がぼやける

- ・ 凹凸のある試料は、測定したい領域に対して凹んだ領域や突き出た領域に焦 点位置を合わせてしまうことがあります
 - → 適切な位置でフォーカススキャンをやり直して下さい。
- ・ 試料の取り付けに問題があり、試料面が大きく傾斜した可能性があります
 → 試料のプレートへの取り付けをやりなおしてください。

"イメージスタック"

<u>ラインスキャンやイメージスタックなど数十分以上の長い測定をかけた際に試</u> 料の位置ずれが大きくて測定領域をうまく設定できない

・通常の条件では、試料をチャンバー内に導入してから1時間程度で、熱安定
 によって試料ドリフトはかなり落ち着くので、気になる場合はその間測定を
 行わないか測定領域を目的の範囲より大きめに設定してください

試料の位置ずれが一向に収まらない

・ 試料プレートを STXM チャンバーから取り出して試料の取り付けをやり直 してください

長時間のイメージスタック中にソフトウェアがフリーズした

 X線照射ダメージの影響でやり直しがきかなかったり、残り時間がないなどの理由で最初から測定し直すのが難しい場合は、保存されてあるデータを確認の上、適当なエネルギーから再度測定を行ってください (aXis2000の"append"プログラムでスタックデータの結合処理ができます)

その他スキャン

<u>標準物質などの測定において、固体粒子を膜やメッシュに粒子をふりかけただ</u> けの試料を測定すると、測定中に試料が吹き飛ぶ (チャージアップ)

- ・ 試料プレートを STXM チャンバーから取り出して試料の取り付けをやり直 してください
- STXM チャンバーを空けずに対処する場合は、測定領域を広げてみて吹き飛ばない丈夫な粒子を探してみてください (一度の測定で吹き飛ばなければ何度測定しても飛ばない粒子である可能性が高いです)

謝辞

Huge thanx to Y. Inagaki

History

Version. 1.0	:	24- May - 2018 originally written by Y. Inagaki
Version. 2.0	:	13-May - 2019 update by H. Yuzawa
Version. 2.1	:	16– May – 2019 update by T. Ohigashi