

SPring-8 BL46XU
Scienta Omicron R4000用
HAXPES測定システム
マニュアル

JASRI

産業利用推進室・産学連携推進室

目次

題目	page
(1) 分光器の電圧設定 -----	3
(2) 試料測定 -----	16
(3) 降圧 & 測定系立ち下げの手順 -----	31

(1) 分光器の電圧設定

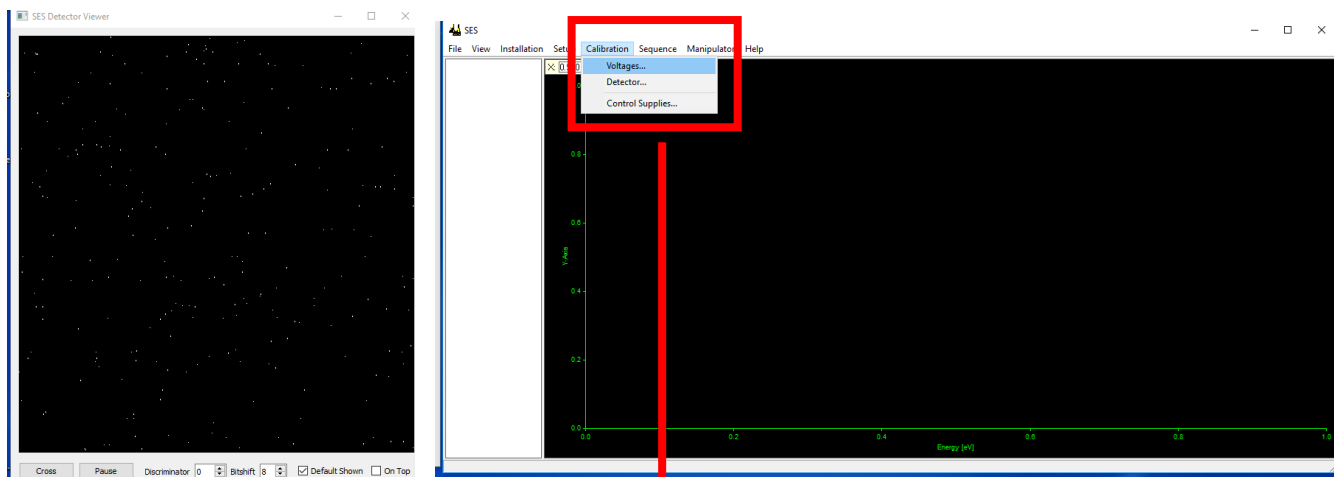


分光器には、最大で約 8,000 Vの電圧が印加される。

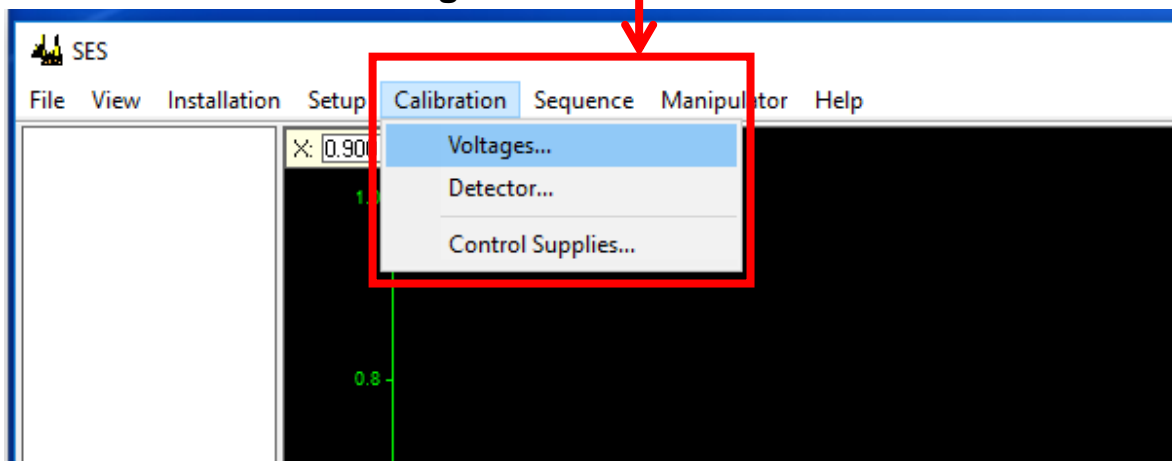
機器へのダメージを回避するため、設定電圧の昇降は本マニュアルに従って確
実に行なうこと。

◆画面上の「SES」のアイコンをダブルクリック(program が立ち上がる)

SES 立上げ初期画面



◆Calibration ▶ Voltageをクリック



※Voltageを開いた直後はプログラムが反応しなくなるが、初期化が終了すれば
操作可能になる

◆各元素の初期値の確認

1. Element = UP を選択
2. Kinetic Energy = 500 を確認

The screenshot displays the 'Voltage Calibration' software interface. The 'Instrument Parameters' section is visible, showing the following settings:

- Lens Mode: Transmission
- Pass Energy: 200
- Element: **Up** (highlighted with a red box and a red '1')
- Time [s]: 1.000
- Kinetic Binding
- Voltages [eV]:
 - Kinetic Energy: **500.0000** (highlighted with a red box and a red '2')
 - Element Voltage: 0.0000
 - Step: 1.00000
- Offsets [eV]:
 - Energy Offset: -1.3500
 - E_p Offset: 0.0000

The 'Table Entry' section contains navigation buttons (Home, Left, Right, End) and 'Insert' and 'Clear' buttons.

The main plot area shows a spectrum with 'Counts/s' on the y-axis (0.00 to 0.11) and 'Kinetic Energy [eV]' on the x-axis (482 to 508). A peak is visible at 491.06450 eV. The status bar at the bottom displays: Position: 491.06450 eV, Height: 0, FWHM: N/A, Area: 0.

1. Element = screen を選択
2. Element Voltage = 100 を確認

Voltage Calibration

File View Display Mode Edit

Instrument Parameters

Lens Mode: Transmission

Pass Energy: 200

Element 1: Screen

Time [s]: 1.000

Kinetic Binding

Voltages [eV]

Kinetic Energy: 500.0000

Element Voltage 2: 100.0000 **Optimize**

Step: 1.00000

Offsets [eV]

Energy Offset: -1.3500 **Calibrate**

Ep Offset: 0.0000 **Calibrate**

Fixed Element

X: 490.61 Y: 0.1059

Counts/s

Kinetic Energy [eV]

Position: 491.06450 eV Height: 0 FWHM: N/A Area: 0

Restart Ok Cancel

1. Element = MCP を選択
2. Element Voltage = 100 を確認

Voltage Calibration

File View Display Mode Edit

Instrument Parameters

Lens Mode: Transmission

Pass Energy: 200

Element: **MCP** (1)

Time [s]: 1.000

Kinetic Binding

Voltages [eV]

Kinetic Energy: 500.0000

Element Voltage: **100.0000** (2) **Optimize**

Step: 1.00000

Offsets [eV]

Energy Offset: -1.3500 **Calibrate**

Ep Offset: 0.0000 **Calibrate**

Fixed Element

X: 500.55 Y: 0.1093

Counts/s

Kinetic Energy [eV]

Position: 491.06450 eV Height: 0 FWHM: N/A Area: 0

Restart Ok Cancel

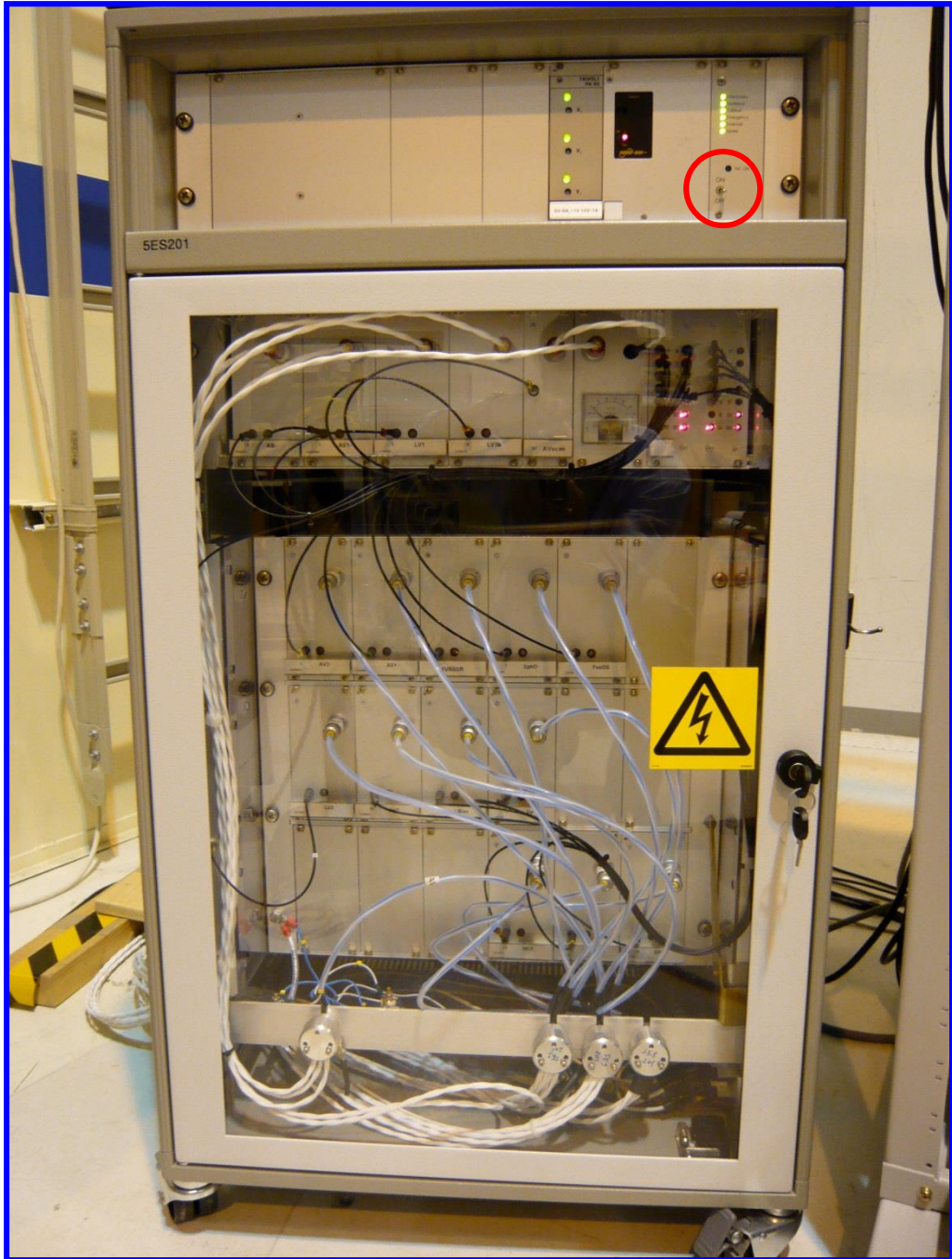
1. Element = UP を再選択
2. Supply Informationウィンドウ(電圧モニタ)を表示する
(View → show supply information)

The screenshot shows the 'Voltage Calibration' software interface. The 'View' menu is highlighted in red. The 'Element' dropdown is set to 'Up' and is also highlighted in red. A 'Supply Information' window is open in the foreground, displaying various parameters. A label '電圧モニタ' (Voltage Monitor) is placed over the background plot area.


Parameter	Value
FocOS	24.6713
LBias	75.0006
Up	75.0011
Dret	10.0006
AV+	60.0020
Sphl	100.0000
Sph0	66.6720
LV2	299.1189
MCP	99.9952
Screen	100.0198
AB-	49.9571
LV1	1941.4832
LV1b	9.9952
LV3	573.8862
AV1-	50.0093
AV2-	311.3813
GCell	9.9902
AVScan	0.0386

◆測定槽の真空度が 3×10^{-5} Pa以下であることを確認。

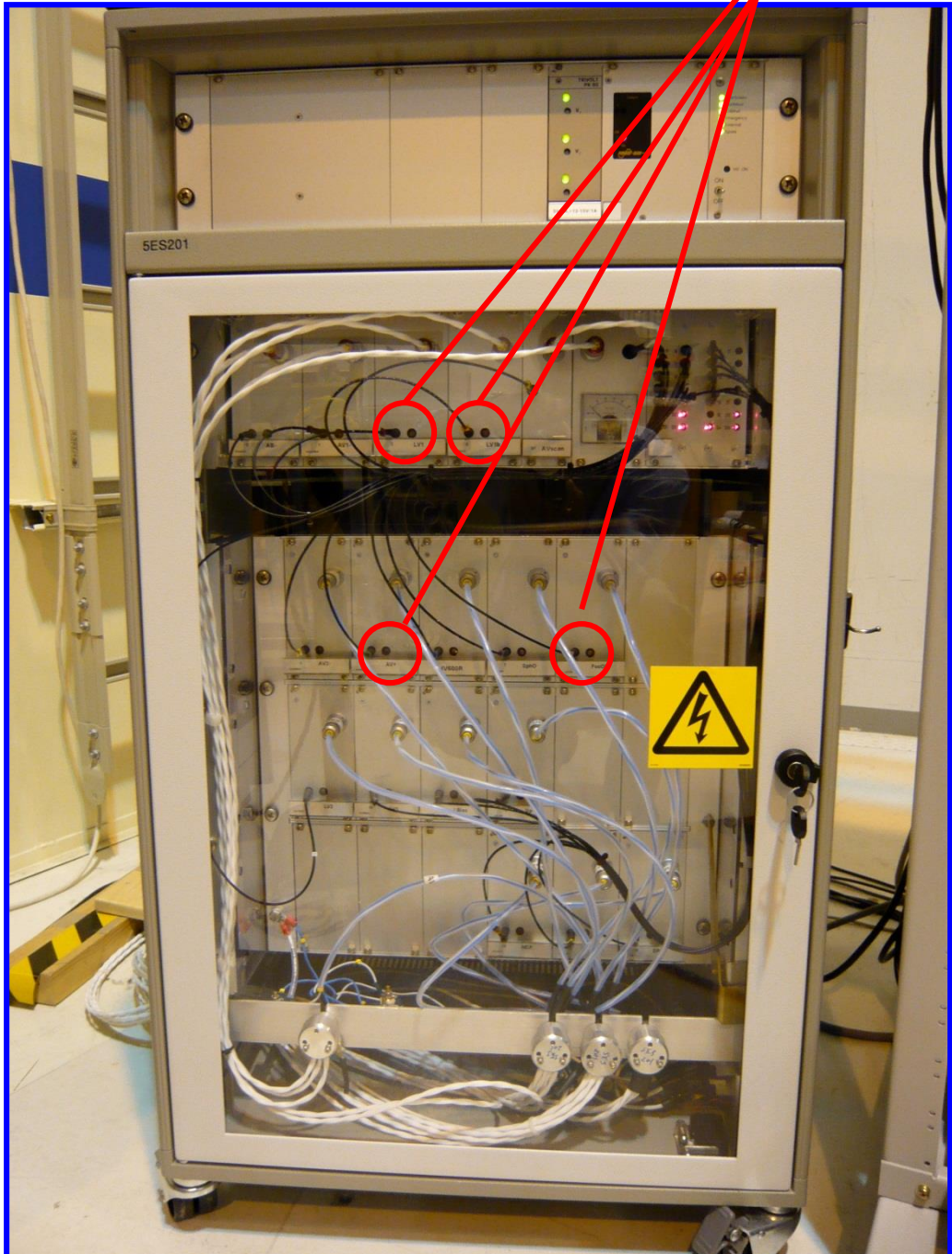
◆Analyzer Control Box の HV (ハイボルテージ) のスイッチを ON にする。



昇圧の手順

-  * 入力の数値を間違えないように注意=いきなり大電圧がかからないように
- * 1 step の変更ごとに「**Analyzer Control Box の LED 消灯+モニター画面で真空度安定**」を確認する。
- * LED ランプは入力してすぐには点灯するが、正常安定で消える。
- * 入力は全て手入力で、Enter で次の step に。

赤LED ランプ

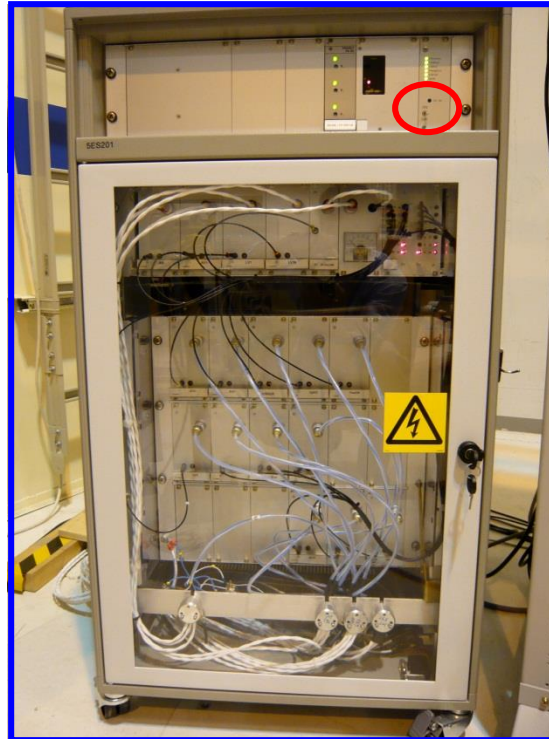


※電圧昇降中はプログラムが反応しなくなるが終了すれば
操作可能になる

Analyzer Control Box の入力電圧値のケタを誤った場合の対処

例えば、「500V」のはずが誤って「5,000V」としてしまった場合、

1. Analyzer Control Box の HVスイッチを OFF し、



2. Program 上で Kinetic Energy → 500 eV

Screen → 100 V

MCP → 100 V の初期値を入力、確認する。

理由：初期値を入力しないで Analyzer Control Box の HV のスイッチを ON にすると
測定中の高電圧がそのまま Analyzer Control Box に掛かり、
Control Box が痛む事で実験が出来なくなる可能性が非常に高い。

3. Analyzer Control Box の HVスイッチを ON にする。

4. 最初と同じように Up, Screen, MCP それぞれに電圧を掛け、実験を再開する。

- ◆Element = screenを選択 → Element Voltage 100 を確認
- ◆100 から → 3,000 を入力
- ◆3,000 から → 3,600 を入力



誤操作防止のため、右図のように元の電圧値を全て選択してから、または全て消去してから新たな電圧値を入力すること。



1

2

矢印使用禁止!



通常Screen電圧は実験終了まで3,600 Vで固定

◆Element = MCP を選択 → Element Voltage 100 を確認

◆100 から → 1,000 を入力

◆1,000 から → 1,450 を入力



誤操作防止のため、右図のように元の電圧値を全て選択してから、または全て消去してから新たな電圧値を入力すること。



1

2

矢印使用禁止!



通常MCP電圧は実験終了まで1,450 Vで固定

◆ Element = UP を再選択 → O.K. → save → yes

Voltage Calibration

File View Display Mode Edit

Instrument Parameters

Lens Mode: Transmission
Pass Energy: 200
Element: **Up**
Time [s]: 1.000

Kinetic Binding

Voltages [eV]

Kinetic Energy: 500.0000
Element Voltage: 0.0000 **Optimize**
Step: 1.00000

Offsets [eV]

Energy Offset: -1.3500 **Calibrate**
E_p Offset: 0.0000 **Calibrate**

Table Entry

◀ ◁ ▷ ▶ Insert Clear

X: 495.88 Y: 0.0922

Counts/s

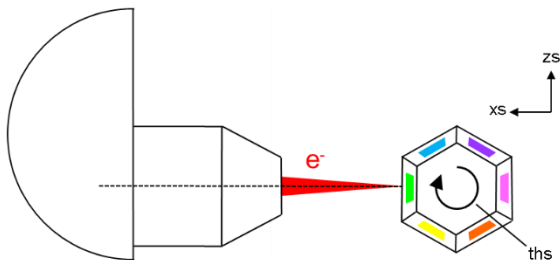
Kinetic Energy [eV]

Position: 491.06450 eV Height: 0 FWHM: N/A Area: 0

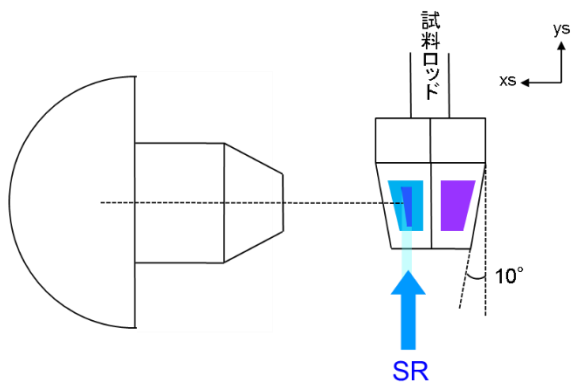
Restart **Ok** Cancel

測定レイアウト

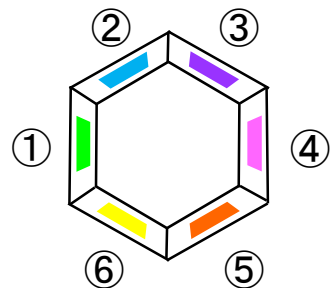
上流側から見た図



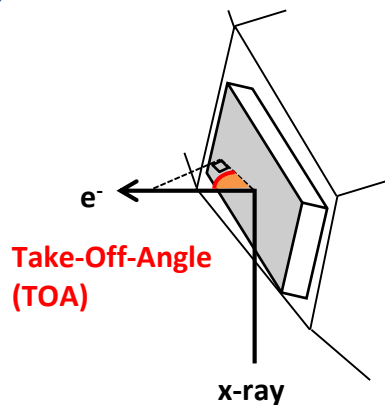
上から見た図



試料, アナライザー, X線ビームの位置関係



試料貼付面の番号



出射角(TOA)定義

※直出射に一番近い条件
⇒TOA=80°

カメラ設置位置



カメラ2
アナライザー
レンズ軸方向

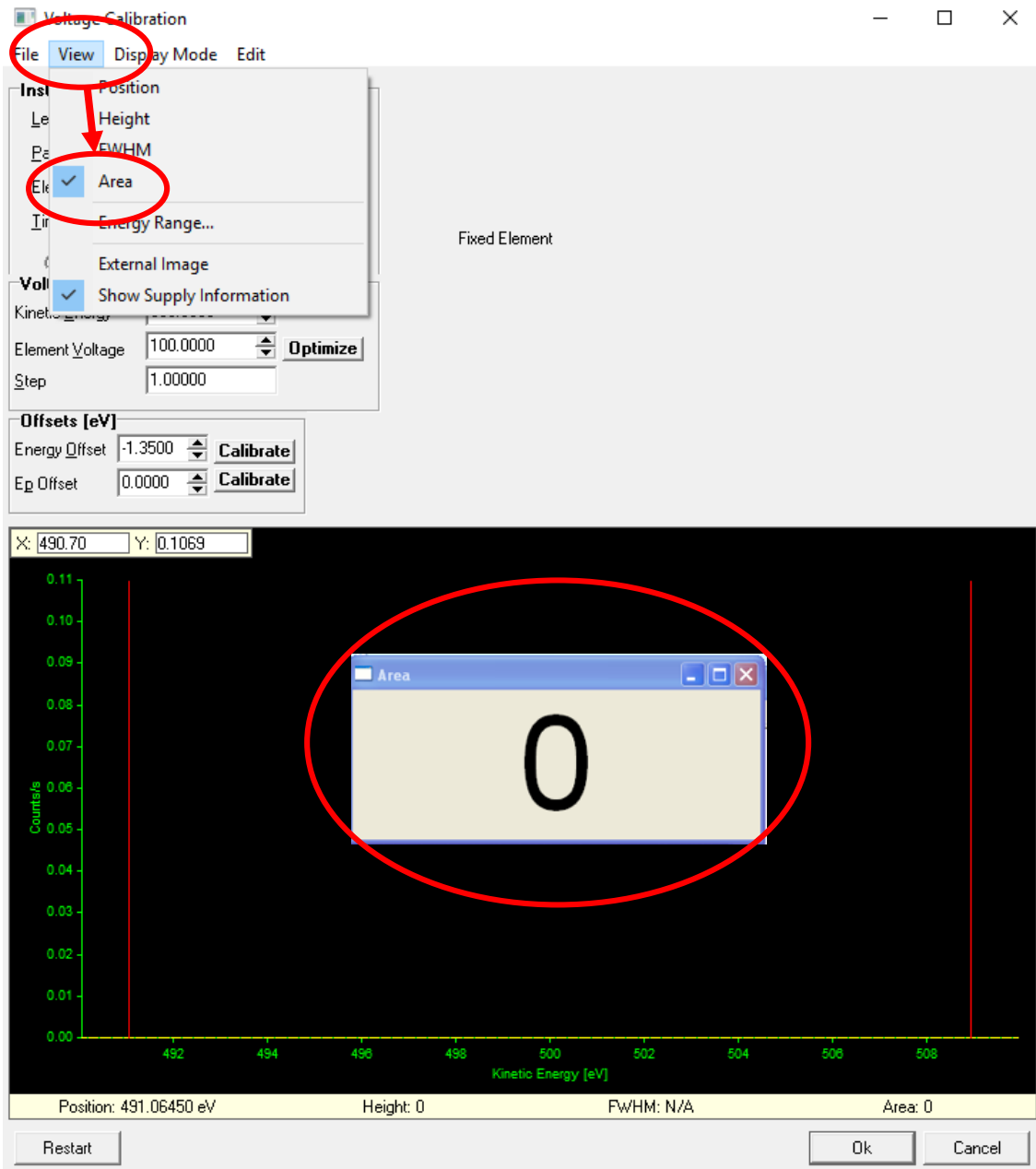
カメラ3
水平面内の斜め45度方向

カメラ1
X線ビーム
斜め上
45度方向

(2) 試料測定

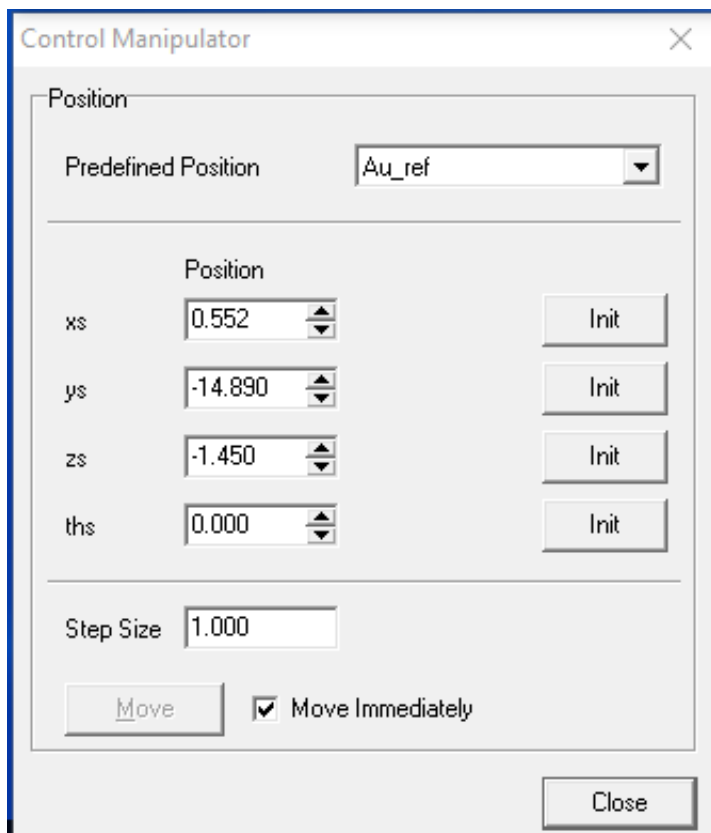
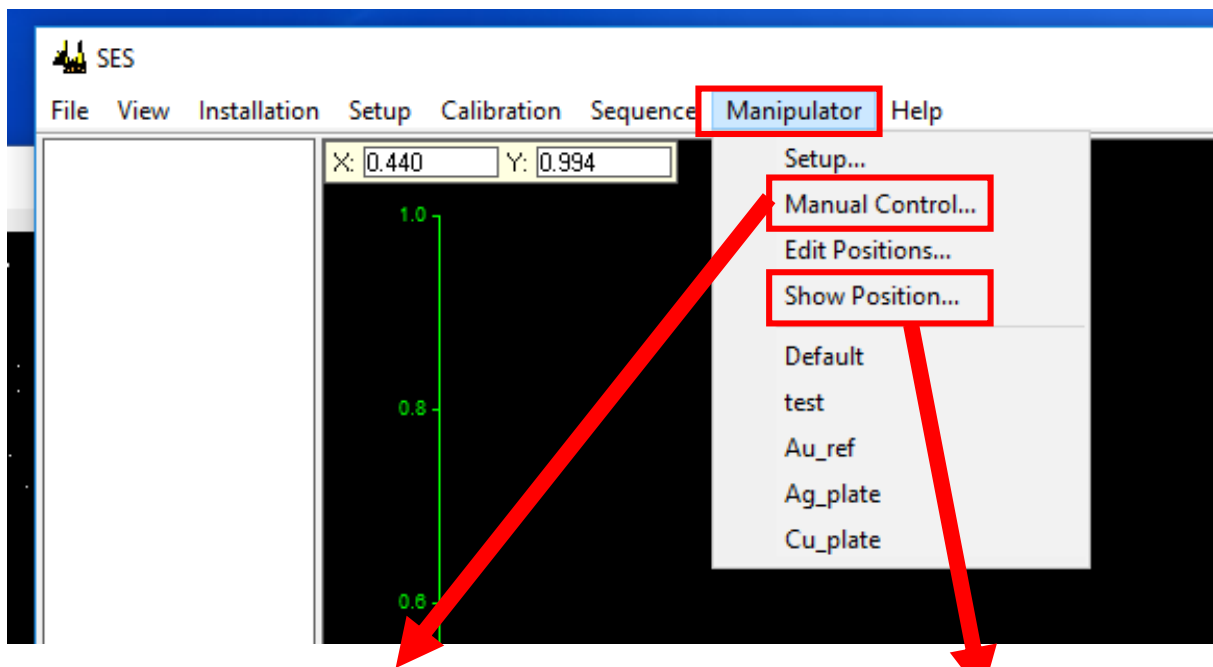
① 最適位置の探索:

- ◆ Voltage Calibrationウィンドウを開く(Calibration → voltage)
- ◆ 分析対象の中心にKinetic Energyにセット
例: Fe2pの測定: K. E. = 7233eVにセット
- ◆ Areaウィンドウを開く(View → Area)
- ◆ xs, ys, zs 軸を動かしながら光電子強度(Area)が大きいところを探す。

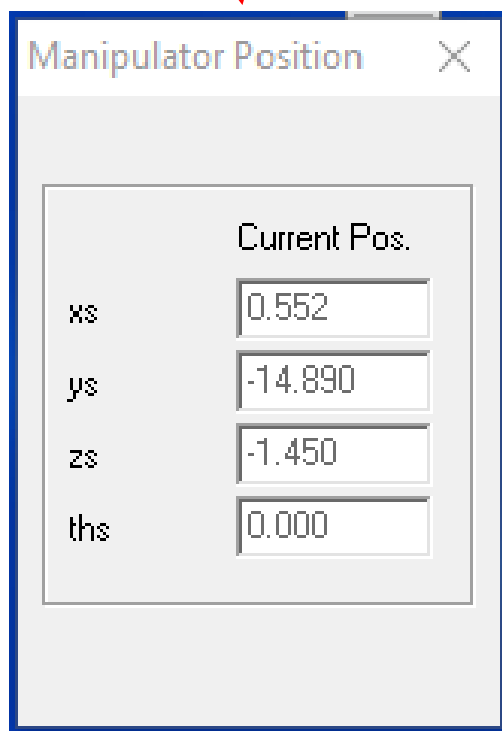


xs, ys, zs, ths 操作方法

◆Mainウィンドウ Manipulator →“ Manual Control ”Show Position”を選択



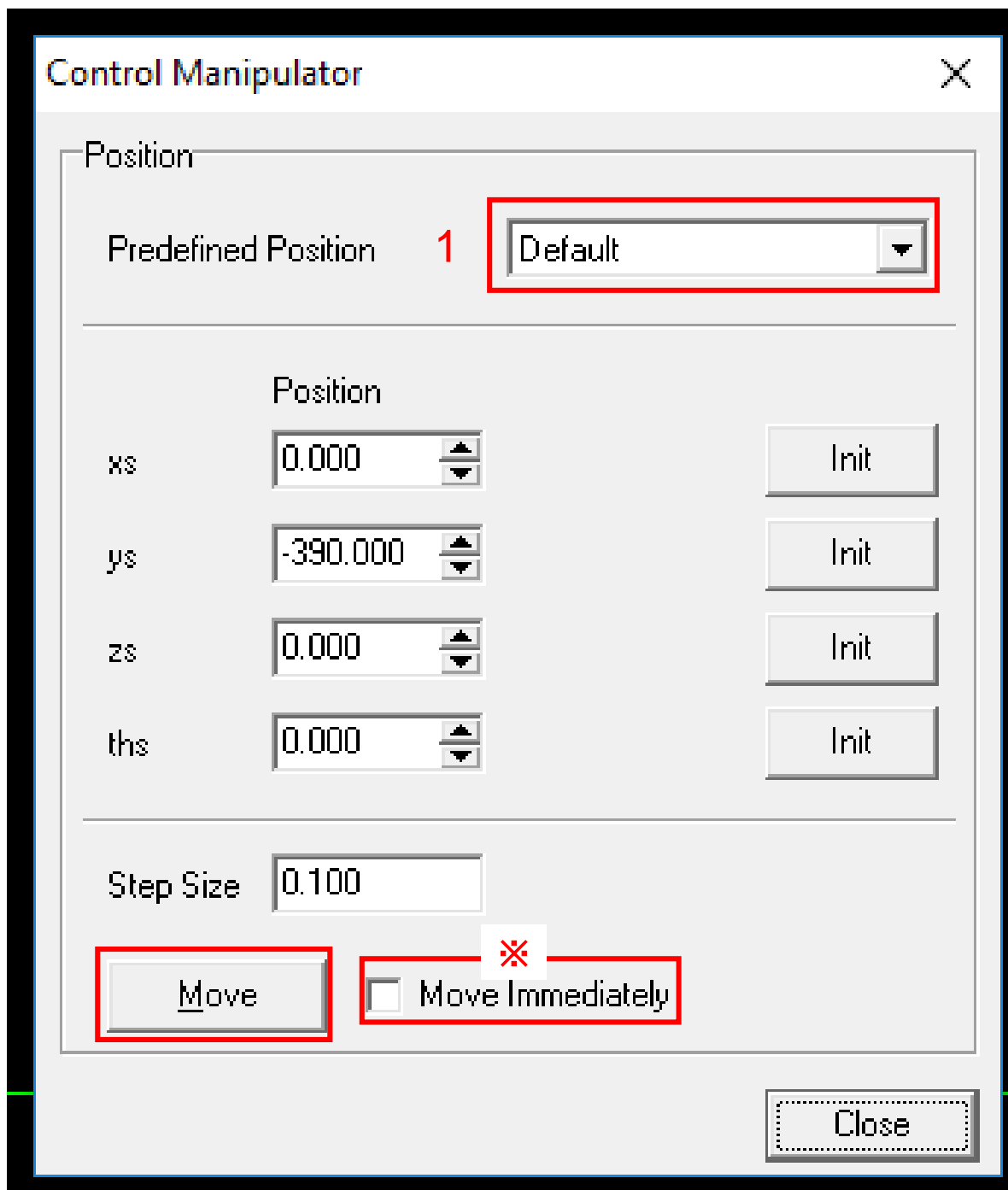
各軸の操作画面



Manipulatorの現在値を表示

◆Manual Control

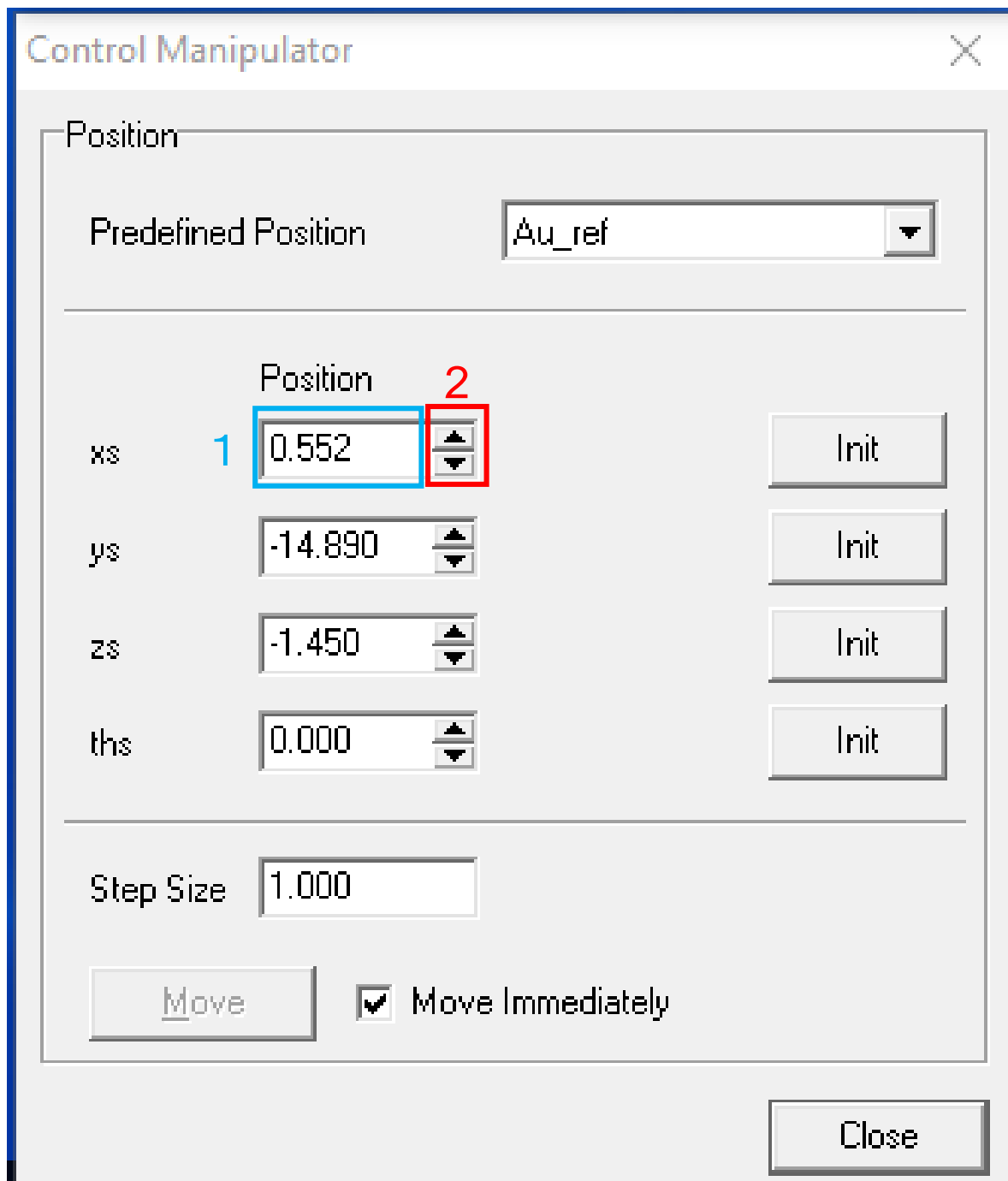
1. プルダウンメニューから登録されている試料位置を選択
→Moveで選択位置に移動



※ "Move Immediately"にチェックが入っているとプルダウンメニューでポジションを選択した時点で移動が開始されるので注意

◆Manual Control

1. 入力欄に絶対値を入力 → “Move” で移動
2. 矢印を押すと“Step Size”で指定した間隔で移動
上矢印 →cw方向 下矢印 →ccw方向



◆Edit Positions (Manipulator → Edit Positions を選択)

1. プルダウンメニューから事前に登録されているポジション名を選択
→ 下の xs,ys,zs,ths に登録した値が表示される

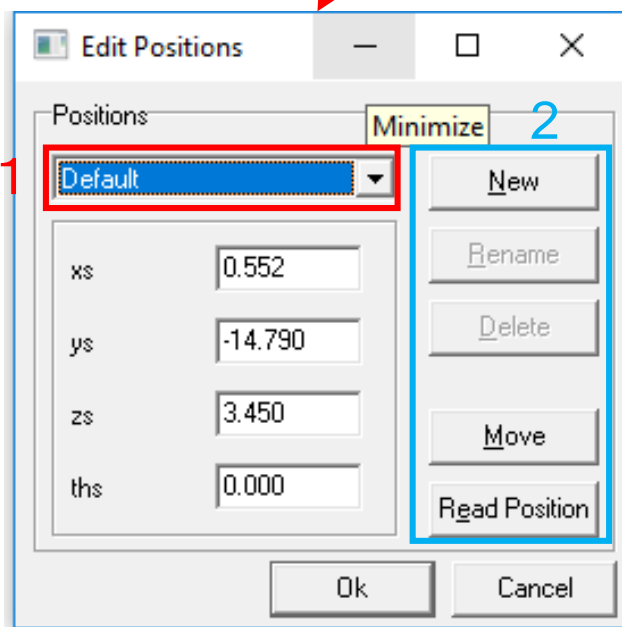
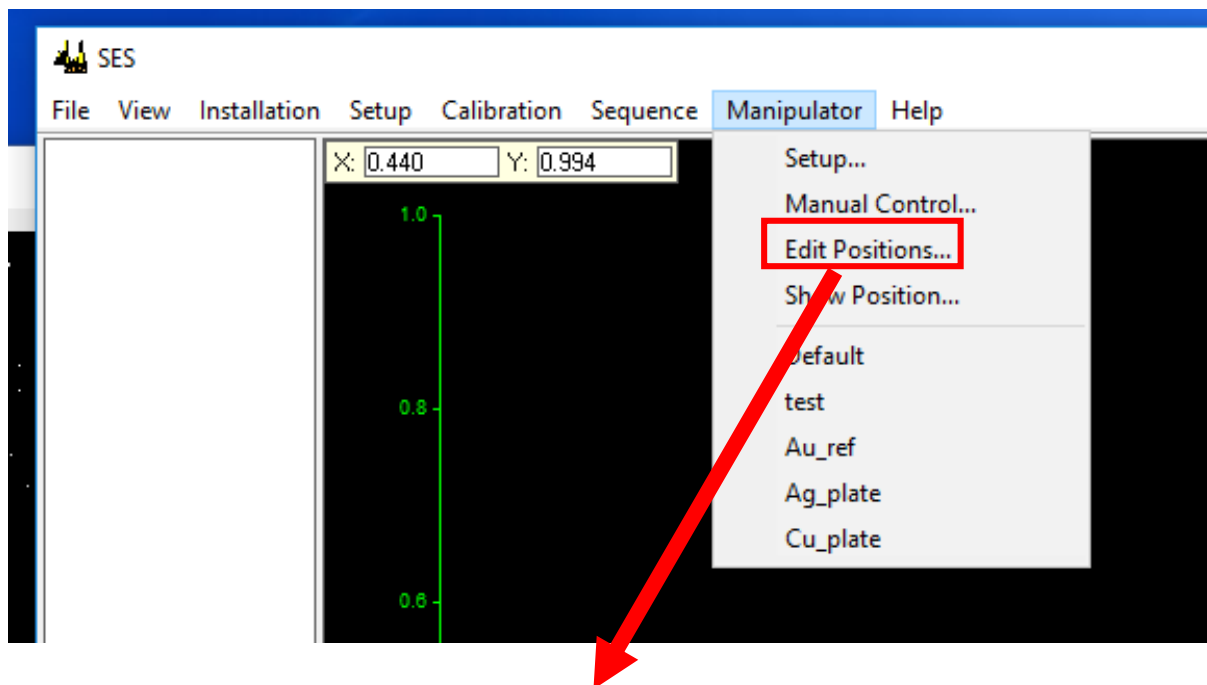
2. New → 新規のポジション登録

Rename → 選択中のポジションの名前を変更

Delete → 選択中のポジションを削除

Move → 選択中のポジションへ移動

Read Position → 各軸の現在値を xs,ys,zs,ths に表示

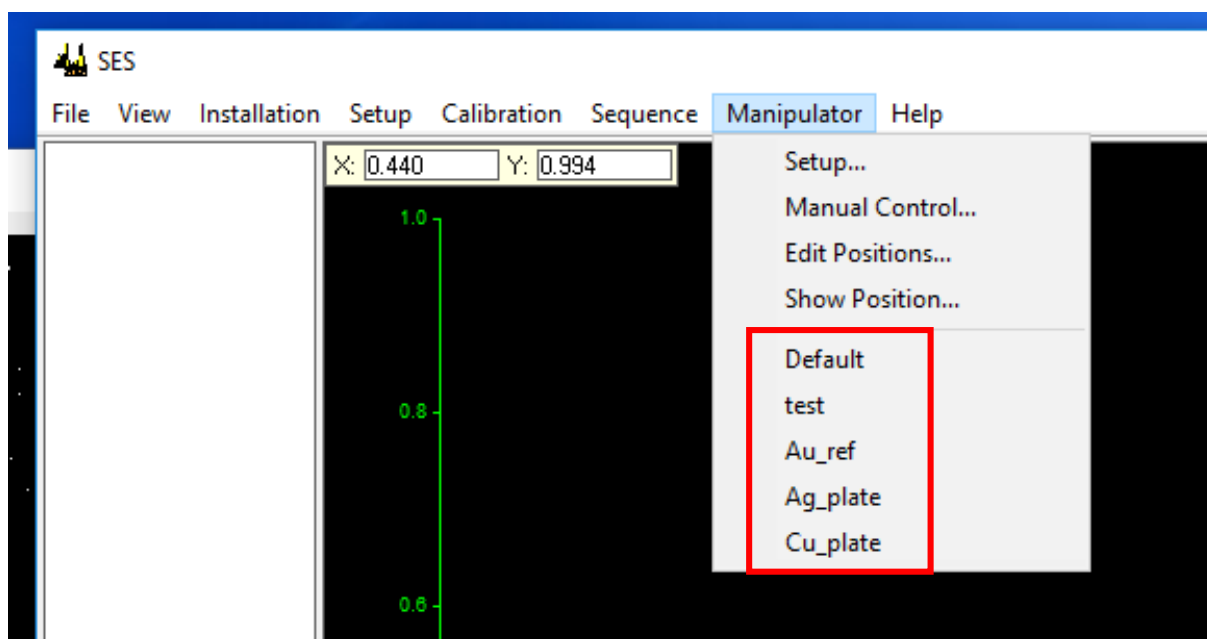


◆Manipulator

事前登録されているポジションを赤枠部分に表示

各ポジションを選択すると移動開始

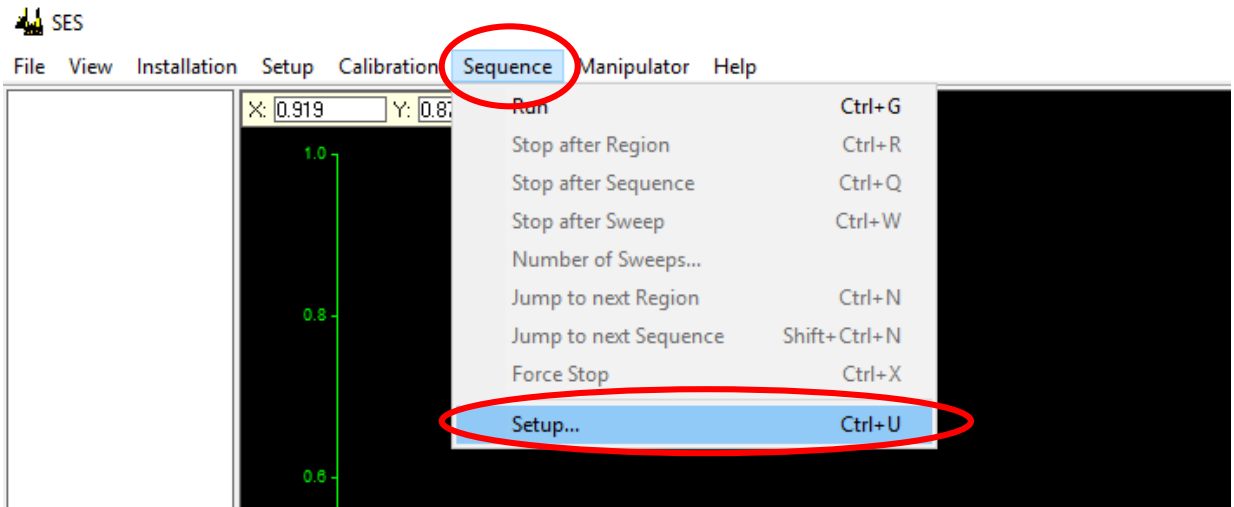
※選択した時点で移動が開始されるので注意



② 測定手順

◆ 測定条件リストウィンドウを開く

(Mainウィンドウで **Sequence** → **Setup** をクリック)



• Sequence

New → 新規にRegionが表に追加される

Edit → 選択中のRegionを編集

Copy → 選択中のRegionを複製

Delete → 選択中のRegionを削除

※選択されているRegionは青色反転になる(青枠内)

Sequence Editor (D:\SES_1.7.1_Win64\sequences\AI_K.seq)

	Region Name	Lens Mode	Pass	Excitation	Energy	Energy [eV]	Energy	Step	Steps	Total Time
✖ U	New User Reg...	Move Manipulator								
✖ D	Ag_3d	Transmission	200.0	1486.6000	Kinetic	1102.0000	1119.0000	50.00	0.200	500
✖ U	New User Reg...	Move Manipulator								
✖ D	Cu_2p3	Transmission	200.0	1486.6000	Kinetic	542.0000	554.0000	50.00	0.200	639
✖ D	Cu_lv	Transmission	200.0	1486.6000	Kinetic	900.0000	920.0000	50.00	0.200	799
✖ D	ScanTest_01	Transmission	200.0	1486.6000	Kinetic	1396.0000	1401.0000	400.00	0.200	63
✖ D	test_02	Transmission	200.0	1486.6000	Kinetic	1396.0000	1396.2000	200.00	0.200	101

Region: New.. Edit.. Copy Delete

Active Regions: 1

Special Region: Move Manipulator New..

Sequence Run Mode: Normal Edit..

Number of iterations: 1

Repeat until stopped

Confirm after each iteration

Setup Detector.. File Options.. Start Ok Cancel

•Sequence

1. Special Region → Move Manipulator

登録したポジションへの移動がSequenceに追加される。

2. 追加されたRegionをクリック

→Region Editor でポジションの選択が可能

The screenshot displays the 'Sequence Editor' window with a table of regions and a 'Region Editor' dialog box. A red '2' is placed to the left of the table, and a blue '1' is placed below the 'Special Region' dropdown menu.

		Region Name	Lens Mode	Pass Energy	Excitation Energy	Energy Mode	Energy [eV]		Energy Step	Step Time	Steps	Total Time
							Low	High				
✗	U	New User Reg...	Move Manipulator									
✓	D	Au_4f	Transmission	200.0	1486.6000	Kinetic	1392.0000	1402.0000	50.00	0.200	599	199.7m
✗	D	Test_01	Transmission	200.0	1486.6000	Kinetic	1392.0000	1402.0000	50.00	0.200	599	2m
✗	D	Test_02	Transmission	200.0	1486.6000	Kinetic	1392.0000	1402.0000	50.00	0.200	599	2m
✗	D	Au_4f_2	Transmission	200.0	1486.6000	Kinetic	1387.0000	1402.0000	50.00	0.200	699	2.3m
✗	D	Au_EF	Transmission	200.0	1486.6000	Kinetic	1474.0000	1495.0000	100.00	0.200	410	1.4m
✗	U	New User Reg...	Move Manipulator									
✗	D	Ag_3d	Transmission	200.0	1486.6000	Kinetic	1102.0000	1119.0000	50.00	0.200	739	12.4m
✗	U	New User Reg...	Move Manipulator									
✗	D	Cu_2p3	Transmission	200.0	1486.6000	Kinetic	542.0000	554.0000	50.00	0.200	639	10.6m
✗	D	Cu_2p3	Transmission	200.0	1486.6000	Kinetic	542.0000	554.0000	50.00	0.200	639	10.6m
2	✓	U	New User Reg...	Move Manipulator								

The 'Region Editor' dialog box shows the following settings:

- Position: Au_ref
- xs: 0.552
- ys: -14.890
- zs: -1.450
- ths: 0.000

The 'Special Region' dropdown menu is set to 'Move Manipulator'.

3) Run Modeの選択

- 「Normal」: 全 sweep の合算値を save
- 「Add Dimension」: 1回の sweep 毎のデータを save

※Add Dimensionはチャージアップによるピークシフトやダメージの有無を確認するときなどに使う。こちら選択しておいたほうが無難。

	Region Name	Lens Mode	Pass Energy	Excitation Energy	Energy Mode	Energy [eV]		Energy Step	Step Time	Steps	Total Time	
						Low	High					
×	U	New User Reg...	Move Manipulator									
✓	D	Au_4f	Transmission	200.0	1486.6000	Kinetic	1392.0000	1402.0000	50.00	0.200	599	199.7m
×	D	Test_01	Transmission	200.0	1486.6000	Kinetic	1392.0000	1402.0000	50.00	0.200	599	2m
×	D	Test_02	Transmission	200.0	1486.6000	Kinetic	1392.0000	1402.0000	50.00	0.200	599	2m
×	D	Au_4f_2	Transmission	200.0	1486.6000	Kinetic	1387.0000	1402.0000	50.00	0.200	699	2.3m
×	D	Au_EF	Transmission	200.0	1486.6000	Kinetic	1474.0000	1495.0000	100.00	0.200	410	1.4m
×	U	New User Reg...	Move Manipulator									
×	D	Ag_3d	Transmission	200.0	1486.6000	Kinetic	1102.0000	1119.0000	50.00	0.200	739	12.4m
×	U	New User Reg...	Move Manipulator									
×	D	Cu_2p3	Transmission	200.0	1486.6000	Kinetic	542.0000	554.0000	50.00	0.200	639	10.6m
×	D	Cu_lv	Transmission	200.0	1486.6000	Kinetic	900.0000	920.0000	50.00	0.200	799	26.8m

Region: New.. Edit.. Copy Delete Active Regions: 1 Special Region: Move Manipulator New..

Sequence Run Mode: Normal (dropdown menu open showing Normal, Add Dimension, Manipulator Scan) Edit.. Repeat until stopped: 1 Confirm after each iteration:

Info: Location: SPring-8 Comments: User: JASRI Sample: Au_plate File Name: Au_plate

Buttons: Setup Detector.. File Options.. Start Ok Cancel

- 「Number of Iterations」 → sweep 回数をあらかじめ設定。
- 「Repeat until stopped」 → 測定中に様子を見ながら sweep をストップ。

4-1) 条件の設定

◆条件表の各Region Name (「Au4f」「O1s」など) をダブルクリックしてRegion Editorウィンドウを開き、必要項目を入力。

(主な項目)

Energy ……スキャン範囲の上限/下限、もしくは、中心/幅を入力

Step ……**Frame** = 積算時間のユニット、通常は14

Size ……エネルギーステップ。 Wide スキャンなら 200 meV ~ 1000 meV、
narrow スキャンなら 100 meV ~ 20 meV がお勧め。

Region Editor

Name: Au 4f

Lens Mode: Transmission

Pass Energy: 200

Run Mode: Normal

Acquisition Mode: Swept

Energy Mode: Kinetic

Energy [eV]

Low	1392.0000	Center	1397.0000
High	1402.0000	Width	10.0000
Min	1382.0664	Max	1412.0164

Step

Frames	14	Frames/s	70
Time [s]	0.200	Min. Time [s]	0.014
Size [meV]	50.000	Min. Size [meV]	34.500
Total Time [s]	119.80	Total Steps	599

Detector: Basler scA640-70gm (219380)

Excitation Energy [eV]: AL_K=1486.600

Close

4-2) 条件の設定

◆Run Mode

- 「Normal」: 全 sweep の合算値を save。
- 「Add Dimension」: 1回の sweep 毎のデータを save。
- Manipulator Scan: ポジションを変更しながら選択中Regionを測定

“Edit”で編集 → 編集方法: 次ページ参照

The screenshot shows the 'Region Editor' dialog box. The 'Run Mode' dropdown menu is open, showing three options: 'Normal', 'Add Dimension', and 'Manipulator Scan'. The 'Normal' option is selected and highlighted in blue. The 'Edit..' button is also highlighted in blue. The dialog contains various settings for energy, step size, and detector.

Section	Parameter	Value
Name	Name	Test_region
Lens Mode	Lens Mode	Transmission
Pass Energy	Pass Energy	200
Run Mode	Run Mode	Normal
Acquisition Mode	Acquisition Mode	Swept
Energy Mode	Energy Mode	Kinetic
Energy [eV]	Low	1396.5000
Energy [eV]	High	1397.5000
Energy [eV]	Center	1397.0000
Energy [eV]	Width	1.0000
Energy [eV]	Min	1386.5664
Energy [eV]	Max	1407.5664
Step	Frames	14
Step	Frames/s	70
Step	Time [s]	0.200
Step	Min. Time [s]	0.014
Step	Size [meV]	200.000
Step	Min. Size [meV]	34.500
Step	Total Time [s]	84.00
Step	Total Steps	105
Detector	Active detectors	Basler scA640-70gm (219380)
Detector	Use Region Defined Detector	<input type="checkbox"/>
Excitation Energy [eV]	Excitation Energy [eV]	Al_K=1486.600

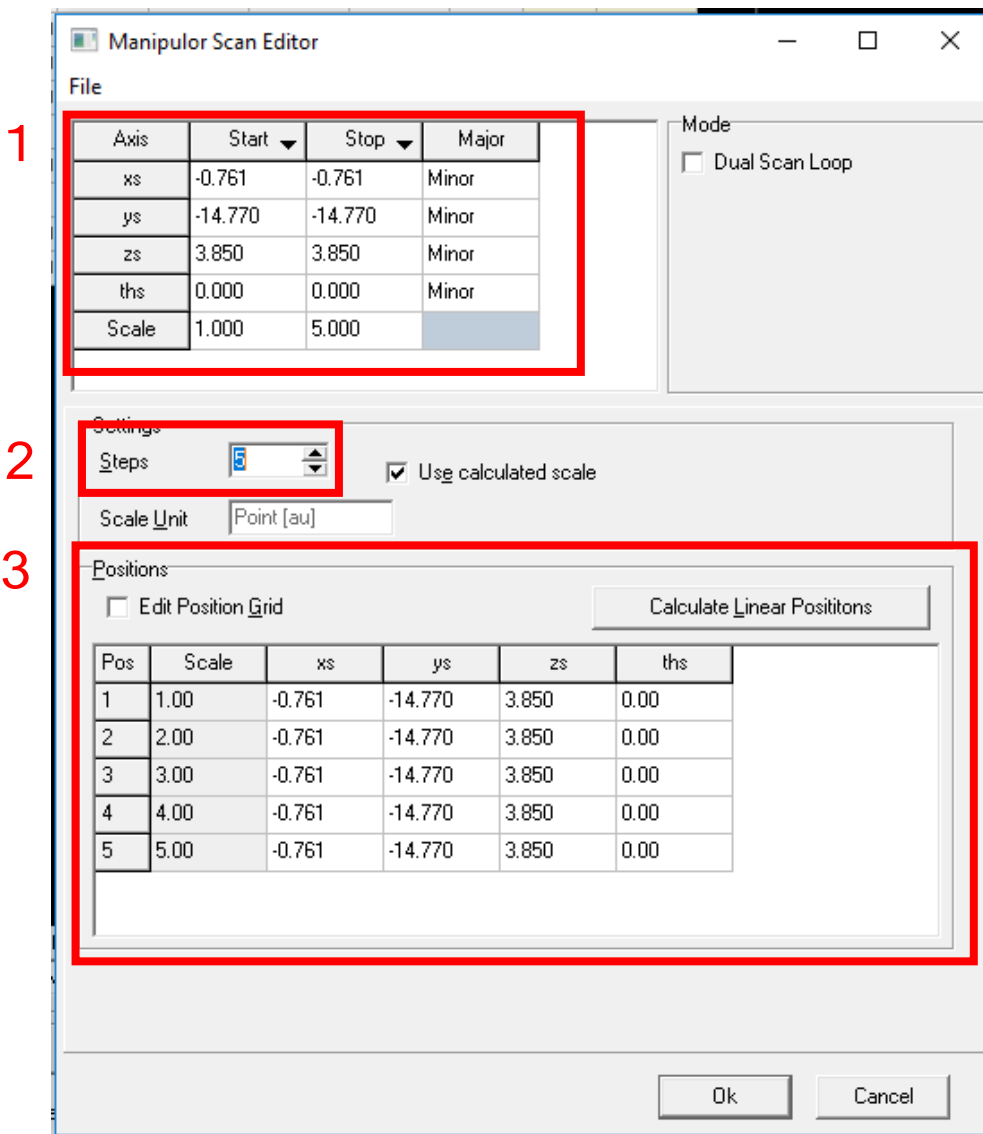
設定が終わったら
Close を押してウイ
ンドウを閉じる

4-3) 条件の設定

●Manipulator Scan

1. スキャンしたい軸の測定範囲を入力 (Start-Stop)
2. スキャンしたい軸の測定点数を "Step" で選択
3. 測定予定のポジションが表示される

→ 設定した各点で選択中のRegionが測定される



5) 測定

	Region Name	Lens Mode	Pass Energy	Excitation Energy	Energy Mode	Energy [eV]		Energy Step	Step Time	Steps	Total Time
						Low	High				
✗	New User Reg...	Move Manipulator									
✓	Au_4f	Transmission	200.0	1486.6000	Kinetic	1392.0000	1402.0000	50.00	0.200	599	199.7m
✗	Test_01	Transmission	200.0	1486.6000	Kinetic	1392.0000	1402.0000	50.00	0.200	599	2m
✗	Test_02	Transmission	200.0	1486.6000	Kinetic	1392.0000	1402.0000	50.00	0.200	599	2m
✗	Au_4f_2	Transmission	200.0	1486.6000	Kinetic	1387.0000	1402.0000	50.00	0.200	699	2.3m
✗	Au_EF	Transmission	200.0	1486.6000	Kinetic	1474.0000	1495.0000	100.00	0.200	410	1.4m
✗	New User Reg...	Move Manipulator									
✗	Ag_3d	Transmission	200.0	1486.6000	Kinetic	1102.0000	1119.0000	50.00	0.200	739	12.4m
✗	New User Reg...	Move Manipulator									
✗	Cu_2p3	Transmission	200.0	1486.6000	Kinetic	542.0000	554.0000	50.00	0.200	639	10.6m
✗	Cu_lv	Transmission	200.0	1486.6000	Kinetic	900.0000	920.0000	50.00	0.200	799	26.8m

Region: New.. Edit.. Copy Delete Active Regions: 1 Special Region: Move Manipulator New.. Sequence Run Mode: Normal Edit..

Info: Location: SPring-8 Comments: User: JASRI Sample: Au_plate File Name: Au_plate

Setup Detector.. File Options.. Start Ok Cancel

1. 測定したいRegionの ✗ をクリックし ✓ に変える
2. Info 測定データのヘッダーに記録される必要に応じて記入
ファイルネーム = “File Name” + 連番
※複数Regionを選択して測定すると同一ファイルに
各Regionのデータが保存される
3. Start をクリックし測定開始

測定が開始されるとMain画面にスペクトルが表示される

・測定終了

Regionで設定した規定回数に到達すれば終了

・強制的に測定終了

Sequenceメニューの中から

◆「Stop after Sweep」 → そのsweepが終了後に測定ストップ

◆「Force Stop」 → sweepの途中で測定ストップ

(完了しているsweep分のデータは save される)

◆「Number of Sweeps」 →測定中RegionのSweep回数を変更できる

The screenshot shows the SES software interface. The 'Sequence' menu is open, and the 'Number of Sweeps...' option is highlighted with a red box. A red arrow points from this option to the 'Number of Sweeps' dialog box. The dialog box has a table with the following data:

	Sweeps	
	Curr	Tot
D:\SES_1.7.1_Win64\sequences\AI_K.s...	/	1
Test_region	/	4

A red arrow points to the '4' in the 'Tot' column for 'Test_region'. A text box next to the arrow says: この数値を変更することで Sweep回数を変更できる

(5) 降圧&測定系立ち下げの手順

♣ 下記作業と平行して、試料ホルダのths, xs, zs 軸を試料交換位置に戻す

Calibration → voltage から

1) Element = MCP を選択 → Element Voltage

◆ 1450 V → 1000 V

◆ 1000 V → 100 V

2) Element = Screen を選択 → Element Voltage

◆ 3600 V → 3000 V

◆ 3000 V → 100 V

3) Element = UP を選択 → Kinetic Energy

◆ 8000 V → 6000 V

◆ 6000 V → 500 V

4) Programから「OK」→「save」

5) Analyzer Control Box のHV(ハイボルテージ)のスイッチを OFF にする。



HVスイッチをOFFにする前にSESプログラムを終了しないこと。

6) SES プログラムを終了する。 File → exit