

XAFS 用試料自動交換システムと 複数条件連続測定ソフトウェアの開発

河本 正秀

九州シンクロトロン光研究センター ビームライングループ

近年のシンクロトロン光施設における XAFS 測定では、エネルギー掃引と強度計測を同時におこなう “QuickXAFS” を用いることで、限られたビームタイムで大量の試料を測定することに対するニーズが増加している。こうした中で、全測定時間のうちの「(ハッチ入退室を含む) 試料交換」に要する時間が、測定効率向上の阻害要因の 1 つとして着目されるようになってきた。そこで、ハッチ内に多数の試料を保管し、ハッチ外から自動遠隔操作で選択と光路への挿抜をおこなう試料自動交換装置と、それを用いた試料自動交換を伴う連続 XAFS 測定ソフトウェアを開発した。

試料自動交換装置には、高精度加工された試料ホルダーを採用することで、試料の選択・挿抜に必要な軸数を削減し、X 線光軸直下に設置して既存ステージや装置架台と干渉しないコンパクトなサイズに収めることができた。

連続測定ソフトウェアは、複数の測定条件を管理する部分と実際の測定をおこなう部分を疎結合なモジュールとして分離するアーキテクチャを採用し、改造や拡張が容易な構造となっている。試料交換に伴うイオンチャンバーのガス交換や計測系レンジ設定等ユーザー応答を要する未だ自動化されていない部分のためのポーズ・再測定機能を有し、様々なユーザー実験のスタイルに柔軟に対応することが可能となっている。

XAFS用試料自動交換システムと 複数条件連続測定ソフトウェアの開発

河本 正秀

(九州シンクロトロン光研究センター・ビームライングループ)

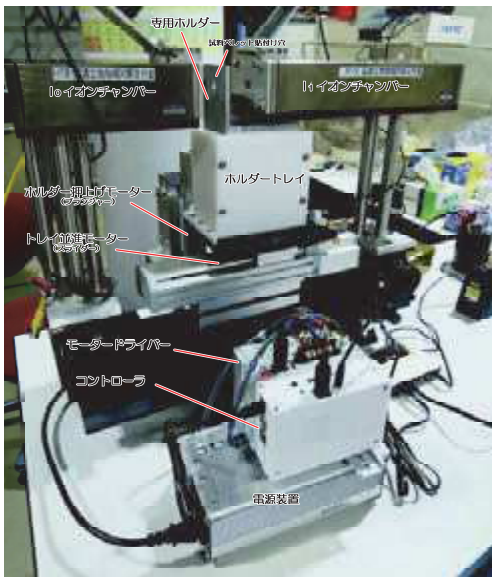
シンクロトロン光施設でのX線吸収微細構造(XAFS)測定実験では、エネルギー掃引とX線強度測定を同時におこなう「クイックスキャン法」の普及以降、「限られたビームタイムで多品種の試料を測定したい」というコンビナトリアルな測定に対するニーズが高まってきている。しかしその実施においては、試料交換やそれに伴うハッチ入

退室といった「試料にX線が照射されていない時間」の蓄積が実験時間トータルに対して無視できなくなり、利用効率向上の妨げとなっている。その解決策として「ハッチ内に試料を多数ストレージし、そこからの試料選抜と測定位置への設置をマニピュレータ等を用いてハッチ閉鎖・X線照射下でおこなう」自動試料交換システムの

開発がいくつかの施設で進められている。

ここでは、当センターにおいて開発された透過XAFS測定用の自動試料交換システム“DominoBox”と、それを用いる複数条件連続測定ソフトウェアを紹介する。

透過XAFS用試料自動交換システム“DominoBox”



透過XAFS用自動試料交換システム“DominoBox”では、試料ペレットを高い寸法精度と平行・平滑度(数十マイクロン以下)で加工された専用ホルダーに貼り付けてトレイにストレージする点に特徴がある。ホルダー表面はテフロン処理が施されており、ホルダー同士を密着させて重ねた状態から中の1枚だけを滑らかに取り出すことが可能である。これによりホルダー自体が隣のホルダーのガイドとして機能し、ガイドレールや精密位置決め機能が不要で、非常にコンパクトなサイズ(~150mm)に21枚の試料ペレットをストレージすることが可能となっている。また、ホルダーが滑らかに動くため、「ホルダーをプランジャーで押し上げて測定位置へセット」「プランジャーを戻すとホルダーが自重だけで元位置まで落ちて退避」することが可能であり、他の同等システムで用いられている「試料を掴む」機構が不要となっている。

複数条件連続測定ソフトウェア

NI LabVIEWで書かれた複数条件連続測定ソフトウェアは、[試料番号/エネルギー掃引条件/繰り返し回数]からなる「測定セット」を管理する「スケジューラ」を本体とし、そこから測定セットごとに「試料操作モジュール」と「スペクトル測定モジュール」を繰り返し呼び出すことで連続測定を自動でおこなう仕組みとなっている。

「試料操作モジュール」の呼び出しはAPI化されており、「DominoBox用モジュール」以外に、1枚のプレートに複数個のペレットを貼り付けて用いる「多連試料プレート用モジュール」も実装されている。また、このAPIとモジュール構造は抽象化されており、試料交換のためだけでなく、試料温調システムの温度遷移各ステップを[試料番号]と見做して操作するようなモジュールの実装も可能である。

