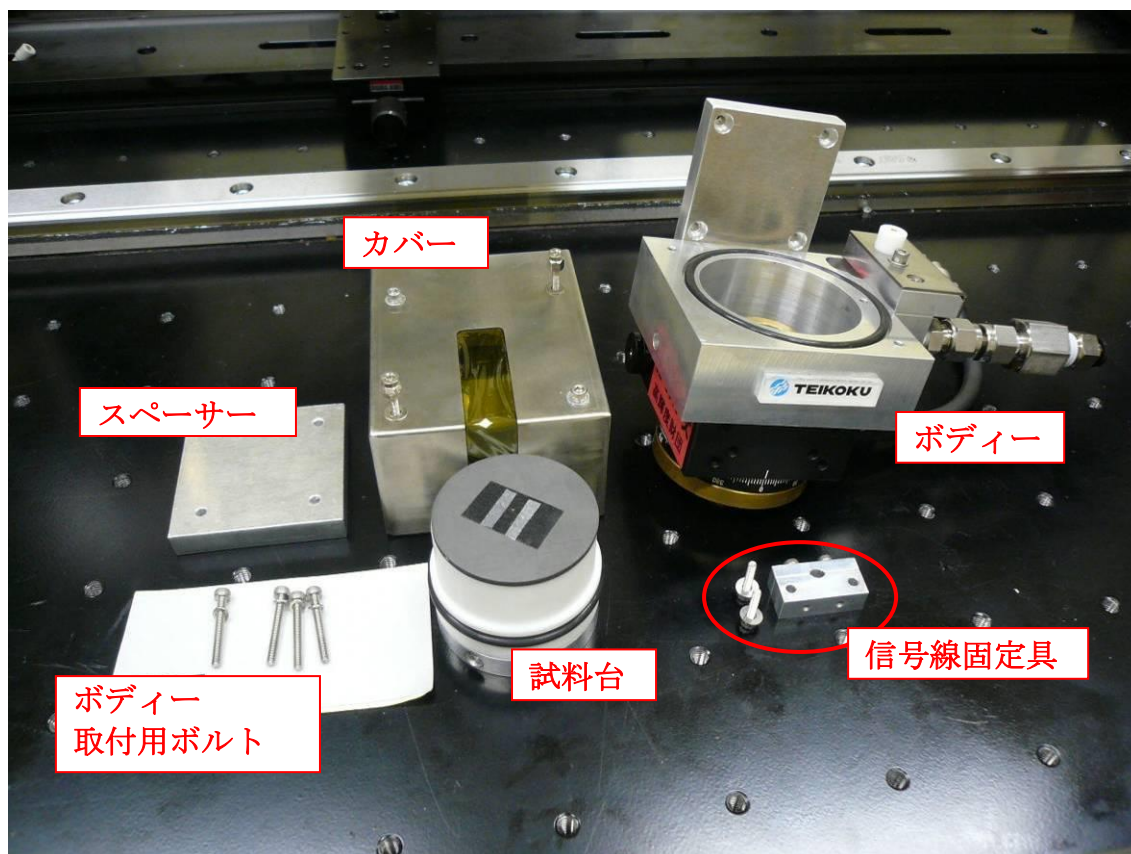


XAFS 計測手順 (転換電子収量法)

2023.09.27 改訂 大淵 博宣

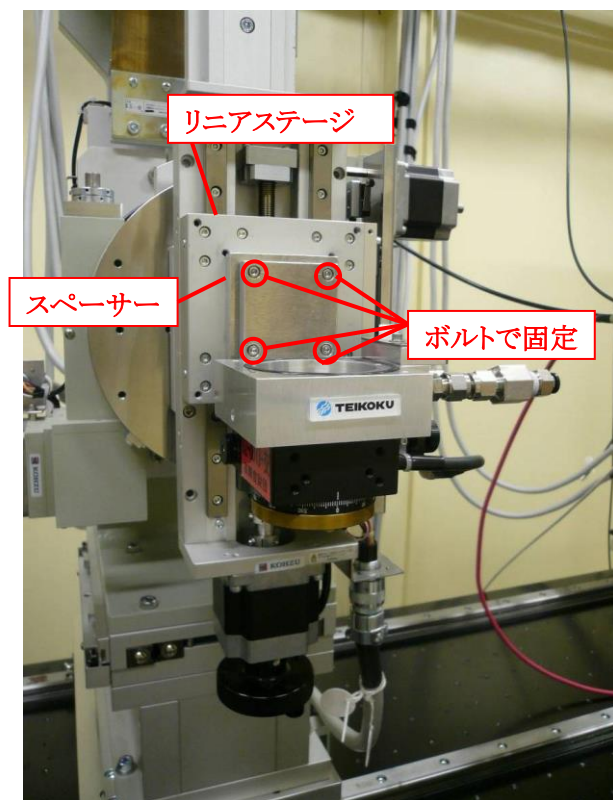
- 1 準備(通常は、ボディー、試料台、信号線が組みあがった状態になっている)
必要なものを用意する。



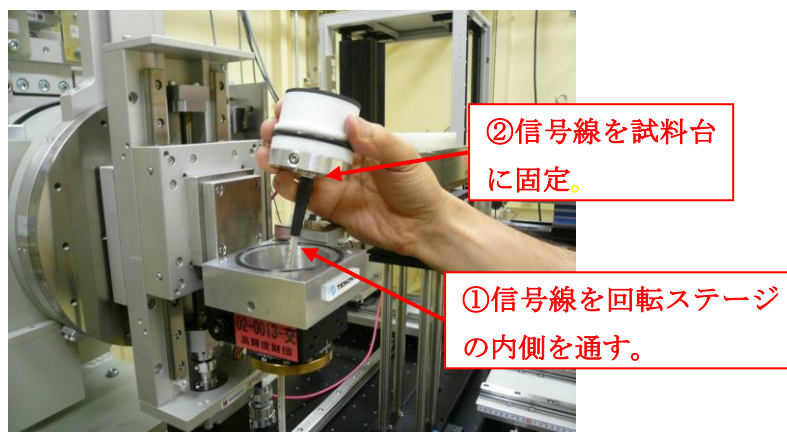
- 回転ステー (回転ステージ、シグ用 BNC 端子、ガス導入、取付ステー付)
- 試料台
- 回転ステー取付用ボルト+ワッシャー (4 組)
- 回転ステー取付用スペーサー
- カバー
- 信号線固定具一式

2 取り付け（カバーを外した状態で取り付ける）

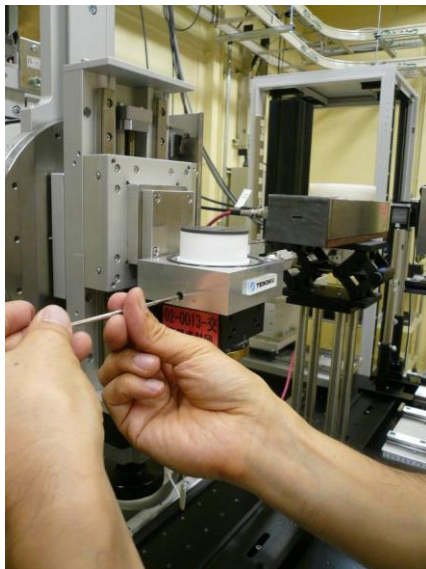
(1) ボディーを取り付け用ボルトでスペーサーを介して、リニアステージに取り付ける。



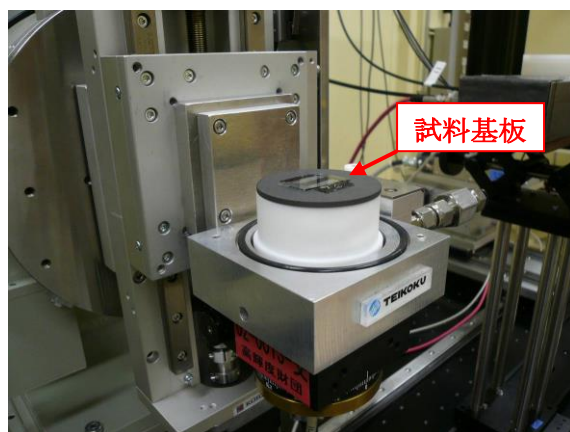
(2) 試料台に底にカレントアンプ (I1) からの信号線を接続する。このとき信号線は回転ステージの内側を通しておく。



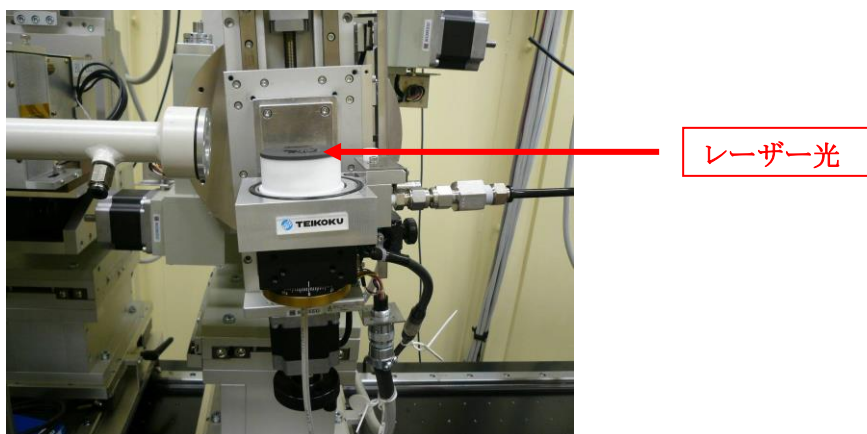
- (3) 試料台を回転ステージに固定する。試料入射角調整用の回転ステージの θ を 0° にする。試料台の上に水準器を載せて水平になるようにリニアステージへの取り付け部分で調整する。



- (4) 試料台の上に試料を取り付ける。
- 試料表面と試料台の間に導通が取れるようにする。(写真の試料の場合、基板がガラス製なので、試料表面と試料台を導電性テープで導通を取っている。)



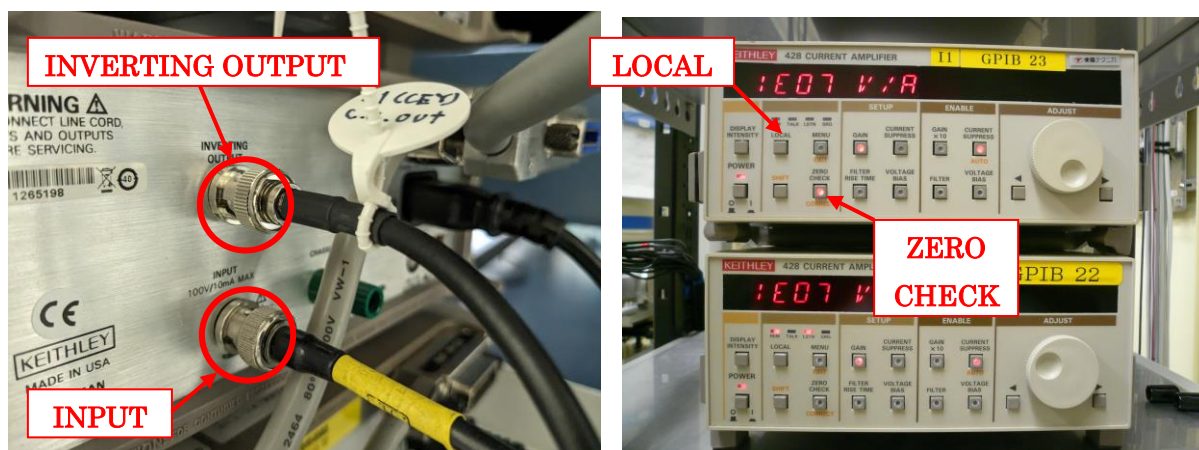
- (5) レーザーにより、おおよその位置あわせを行う。(試料表面にレーザーが当たるようにリニアステージで調整する。) 入射角(θ)を5～15°にする(通常10°にする。)



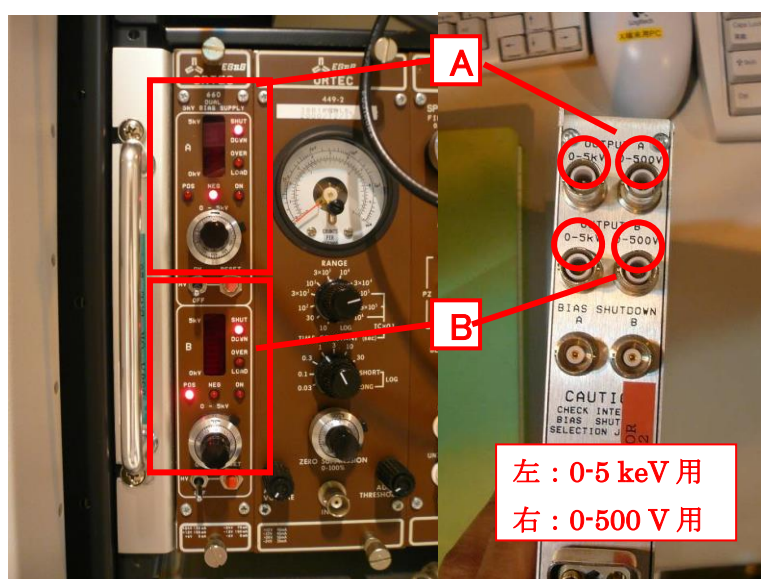
- (6) He ガス配管 (イオンチェンバーI1用の配管を繋ぎかえる)、HV ケーブルをボディーに取り付ける。



- (7) 信号ケーブルを I1 用カレントアンプ(Keithley 428)のリアパネルにある INPUT に接続する (通常、I1 用イオンチェンバーに繋がっているので繋ぎかえる)。また、転換電子出力側用の信号ケーブル(“I1(CEY) c.a out” とラベルされている)を INVERTING OUTPUT に接続する。注) 必ず、カレントアンプのフロントパネルで Local に切り替えて Zero check を押してから信号ケーブルの切り替えを行うこと。

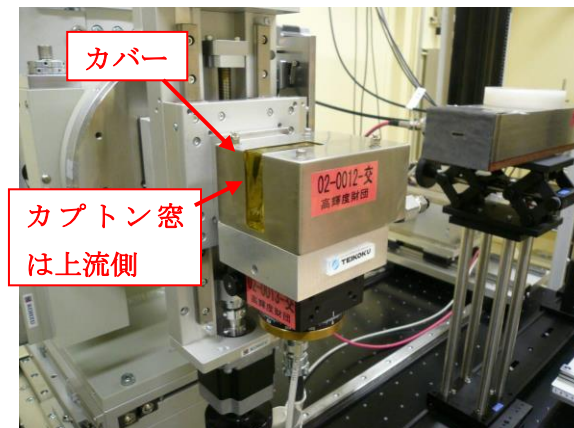


- (8) 高圧ケーブルを高圧電源 (ORTEC660) に接続の確認をする。普段、ORTEC660 の output A の極性はマイナス、output B の極性はプラスに設定している。通常 output A に接続されている。場合によっては B に付け替えて使用する。
- 印加する高圧の極性は-が良い場合と、+が良い場合がある。両方で試してみ、良いほうを選ぶ。
 - ORTEC660 の高圧出力 (SHV 端子) は、0-5 keV 用 (左側) と 0-500 V 用 (右側) の 2 種類がある。500 V より高い高圧を掛ける場合、0-5 keV 用を用いること。
 - 極性の設定は ORTEC660 のパネルを開けると変更することが出来る。



(9) He ガスを流す。300ccm で流す。※「ガス流量制御プログラム」参照

(10) カバーを取り付ける。中を He で置換するため、カバーを少し浮かした状態で 20 秒程度保持する。このとき、O リングが溝に正しく入っているかどうか注意すること。



(11) 印加電圧の調整

- ① 高圧電源(ORTEC660)のスイッチを ON にする。
 - ② つまみが0になっていることを確認する。
 - ③ RESET を押す。
 - ④ ポテンショメータを回すことにより高圧を徐々に掛けていき、CEY カウントが飽和する(頭打ちになる)電圧を調べる。飽和電圧より少し高い電圧を設定電圧とする。通常、-500V で良い。
- 印加する高圧の極性は-が良い場合と、+が良い場合がある。両方で試してみて、良いほうを選ぶ。



3 測定前調整

- (1) BL14B2 Control2.vi のメニュー窓から「Current Amp Set」を選択し起動し、実行する。

※ Appendix III 「Current Amp Set」参照。

- (2) BL14B2 Control2.vi のメニュー窓から「 θ Move」を選択し起動する。

- (3) 「 θ MOVE」で分光器のエネルギー(ブラッグ角)を測定範囲の midpoint 付近に移動する。

※ Appendix I 「 θ Move」参照。

- (4) 4DSlit を試料形状などに応じて適当な幅に設定する(初期値は 1 mm (height)×5 mm (width))。

※ Appendix IV 「4D Slit Move」参照。

- (5) DSS を open する。

- ① BL14B2 Control2.vi のメニュー窓から「DSS」を選択し、起動する。

- ② OPEN/CLOSE スイッチを OPEN 側にし、実行ボタンをクリックする。

- (6) (5) KEITHLEY DAQ6510 型 データ・ロガーで、カレントアンプの出力値を確認する。オーバーフローしている場合は(カレントアンプの出力は最大 10 V)、[Current Amp Set] 又は[Auto Amp Tune]を起動させてゲインを下げる。出力値が低い場合(目安として 0.5V 以下)は、ゲインを上げる。ただし、9 乗を上限として使用すること。

※Appendix III 「Current Amp Set」、Appendix X「Auto Amp Tune」参照。

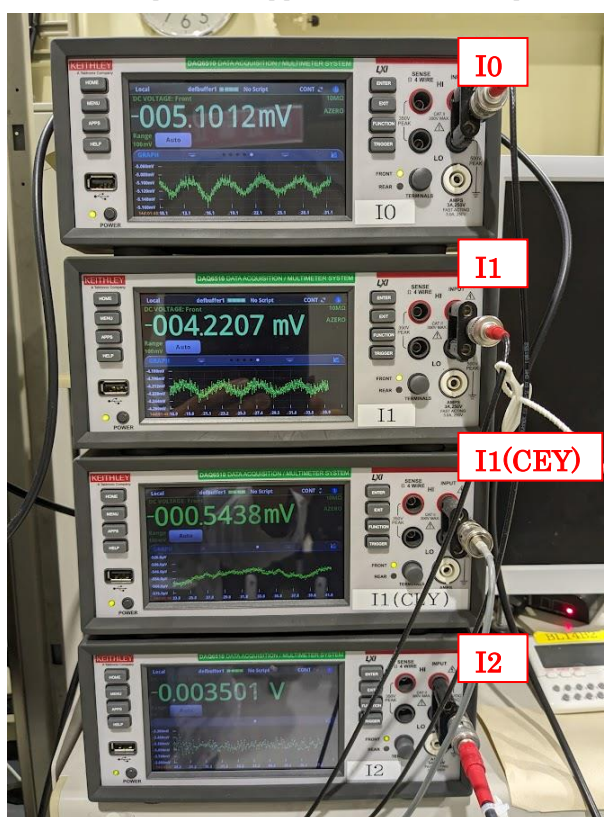


図 KEITHLEY DAQ6510 型 データ・ロガー

(7) I0 の強度を確認し、必要に応じてカレントアンプのゲインを調整する。

※ Appendix III 「Current Amp Set」参照。

(8) 試料位置の調整

「sample linear scan」と「sample theta scan」を繰り返し、「sample linear」と「sample theta」の位置を決定する。

※ 「斜入射蛍光法測定手順」の「2. サンプル位置調整」を参照

4 試料交換時の手順

(1) He ガスを止める。※ 「ガス流量制御プログラム」を参照

(2) **必須** 電圧を落とす。※ 2-(11)印加電圧の調整を参照

(3) **必須** I1 用カレントアンプのフロントパネルで LOCAL に切り替えて、ZERO CHECK を押す。※ 2-(7)参照

(4) カバーを外し、試料を交換する。

(5) 2-(9)以降を実行する。

5 XAFS スペクトルの測定

◆ ステップスキャンの場合

- ① BL14B2 Control2.vi のメニュー窓から「XAFS Measure」を選択し、実行ボタン  をクリックして起動する。(「XAFS Measure.vi」画面が表示される。)

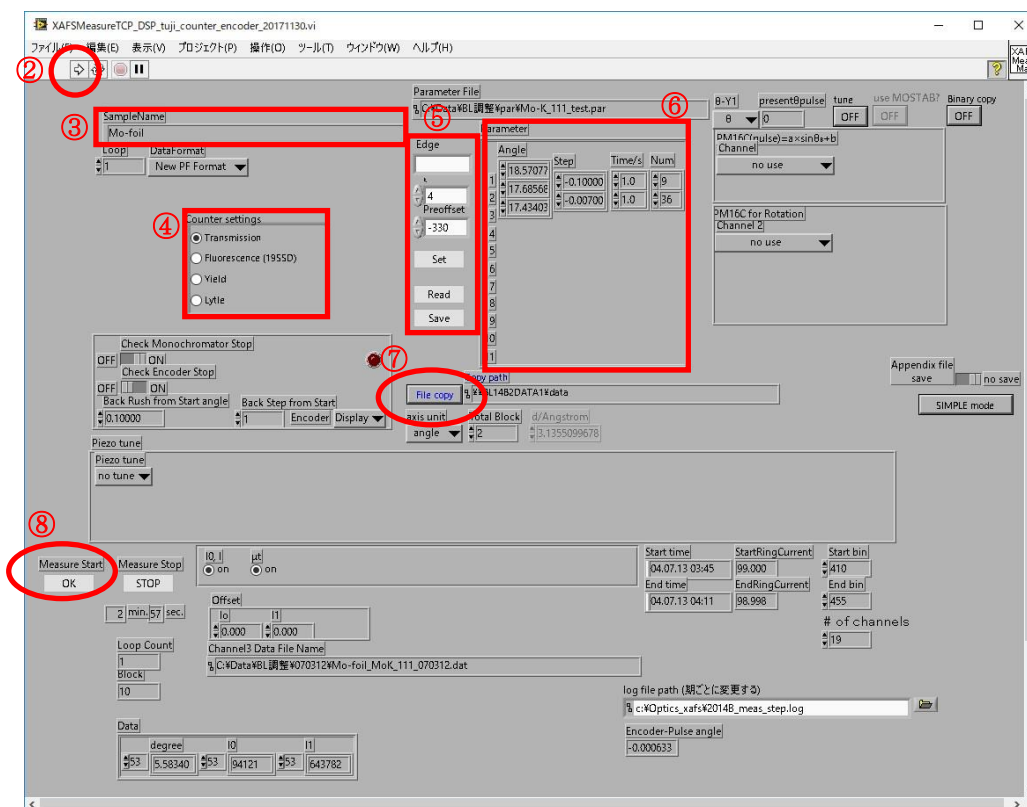



図 [XAFS MeasureTCP_DSP.vi]画面

- (2) 実行ボタン  をクリックする。(これで、ウィンドウがアクティブになり、入力を受け付ける状態になる。)
- (3) Sample Name を入力する。
- (4) Counter settings は Yield を選択する。
- (5) 測定に使うパラメーターファイルを設定する。
 - ・Edge(測定吸収端)、K(ポストエッジ測定範囲(波数 \AA^{-1} 単位で設定))、preoffset(プリエッジ測定範囲(eV 単位で設定))を入力し、[Set]ボタンを押すと測定パラメーターが表示される。
 - ・事前にパラメーターファイルを作成している場合は、[Read]ボタンをクリックして、測定に使うパラメーターファイルを選択する。

※パラメーターファイルは”¥¥BL14B2control¥デスクトップ¥XASparam.exe”を用いて作成する。
- (6) 必要に応じて測定パラメーターを修正する。(計測時間の目安が[Measure Stop]の[STOP]ボタンの下に表示される。)

※最初は、テスト測定として XANES を粗く測定したほうが良い(例:1ブロック目:約 5 点、2ブロック目:約 30 点)

- (7) 測定データファイルのコピー先(BL14B2 解析用 PC)を選択する。[File copy]ボタンを押すとダイアログが表示されるので、コピー先ディレクトリを指定して[現在のフォルダ]ボタンを押す。
- (8) Measure Start の[OK]ボタンをクリックする。
- (9) [Start]ボタンを押すと、下記のようなデータファイル名入力ダイアログが表示される。デフォルトでは(3)の Sample Name で入力されたコメントがデータファイル名となる。(拡張子 dat はデータファイル出力時に自動的につけられるので、ここで.dat をつける必要はなし)

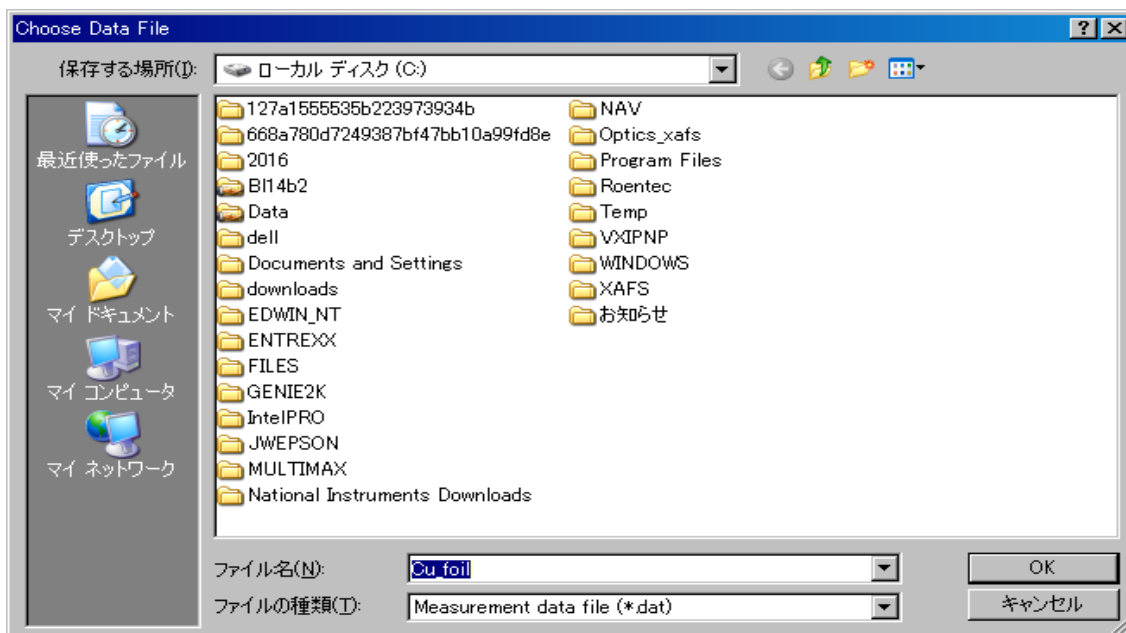


図 データファイル名入力ダイアログ

<測定終了後>

- (10) 測定終了後、分光器の最終位置(ブラッグ角)の入力を促すダイアログボックスが開く。ブラッグ角を入力して[OK]ボタンをクリックすると、指定ブラッグ角まで分光器が動いてプログラムが停止する。[キャンセル]ボタンをクリックすると、分光器は動かずにプログラムが終了する。



図 [BackRushStart_TCP]ダイアログ

◆ クイックスキャンの場合



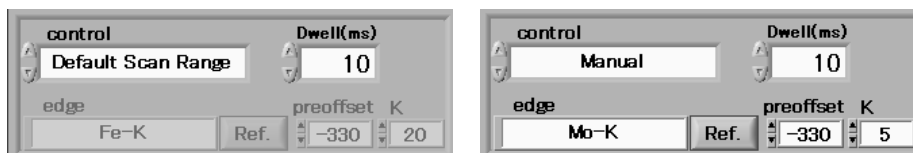
- (1) BL14B2 Control.vi のメニュー窓から「QXAFS MADOCA」を選択し、実行ボタンをクリックして起動する。([MADOCA2_QXAFS.vi] 画面が表示される。)

図 [MADOCA2_QXAFS]画面

- (2) 実行ボタンをクリックする。(これで、ウインドウがアクティブになり、入力を受け付ける状態になる。)
- (3) 測定データのコピー先(Data1 サーバー)を選択する。
- (4) File Name の欄にコメント文を入力する。
※ /@#, [] 2 バイト文字は使用できません。
- (5) Comment の欄にコメントを入力する。
※ /@# は使用できません。
- (6) Control タブでパラメーター設定方法を選択する。Default Scan Range を選択した場合、Auto-Optics プログラムで設定した edge(測定吸収端)が自動的に選択され、preoffset(プリエッジ測定範囲(eV 単位で設定))及び K(ポストエッジ測定範囲(波数Å⁻¹単位で設定))の値が固定値で設定される。Manual を選択すると、edge、preoffset、K が個々に設定可能となる。



図(左)Default Scan Range、(右)Manual を選択した場合

Ref.ボタンを押すと下図のような測定吸収端画面が表示される。測定したい吸収端の元素を選択すると下部の edge に測定吸収端が表示される。選択後、OK ボタンを押すと画面を閉じることができる。

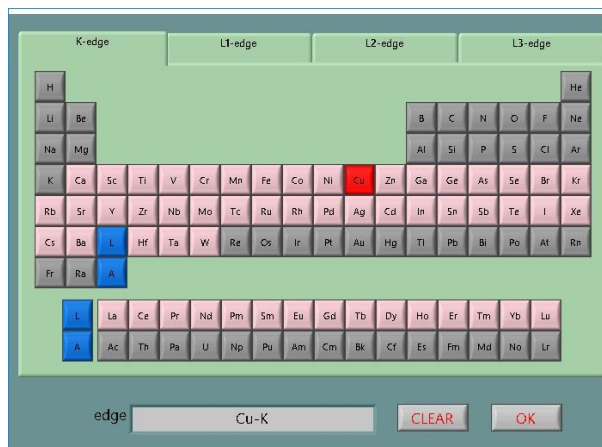


図 測定吸収端選択画面

- (7) Dwell time に1点あたりの積算時間を入力する。
 - スキャン時間は実際にトータル 60 秒程度のテスト測定を行い、例えば $\chi(k)$ スペクトルを見てから決定すること。
 - Total point は計測点の数であり、Scan start, End, Step を入力すると自動的に計算される値である。通常、2000-7000 点程度になる。

- 計測点数は、エンコーダーボードのメモリの容量により、最大 8191 点に制限されている。8191 点を超えると **start** ボタンが灰色表示となり、測定が開始出来なくなる。この場合、Scan 範囲(preoffset, K)を調整し、範囲内に収まるようにすること。
 - Theta Speed (pls/sec)は、分光器の θ 軸(結晶のブラッグ角を決める軸)の送り速度であり、Scan start, End, Total time を入力すると自動的に計算される。 θ 軸の最大送り速度は 1500 pls/sec、最小送り速度は 10 pls/sec である。この範囲を超えると **start** ボタンが灰色表示となり、測定が開始出来なくなる。この場合、Dwell time を調整し、範囲内に収まるようにすること。
- (8) 同じ計測条件で繰り返し測定を行う場合や時分割測定を行う場合は、**loop** にその回数を入力する。
- (9) カウンタの設定を **CEY** に選択する。
- (10) **cey** を選択する。
- (11) 自動的に **Dark Current** を測定したい場合は **ON** ボタンを押す。
- (12) 測定データを自動的に変換したい形式を選択する。
- for REX (.ex3) ... REX2000 形式で測定データを変換したい場合、
- for Athena (.txt) ... Athena 形式で測定データを変換したい場合、
- for REX & Athena (.ex3 & .txt) ... REX2000 形式、Athena 形式の両方で
測定データを変換したい場合、
- (13) **Auto** にチェックが入っていることを確認する。(一時的に自動変換を行わない場合は **[Unused]** ボタンにチェックを入れる。)
- (14) **[Start]** ボタンを押すと、下記のようなデータファイル名入力ダイアログが表示される。デフォルトでは(3)の **File Name** で入力されたファイル名に拡張子 **dat** がついたものがデータファイル名となる。

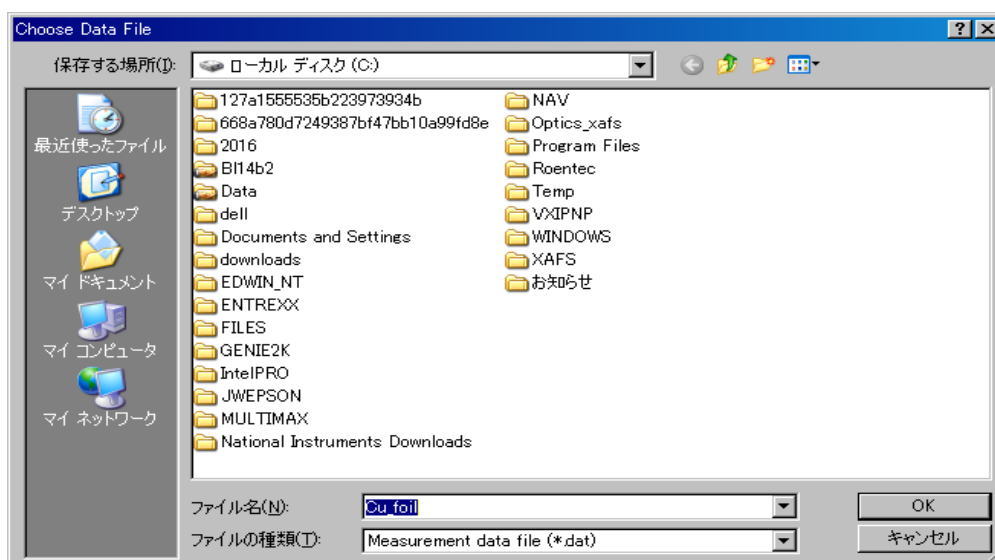


図 データファイル名入力ダイアログ

(15) Dark Current を入力するウィンドウが現れる。(12)で Measure Dark を ON にした場合は自動的に Dark Current が測定される。OFF にした場合、Input または Measure を選択する(Input: 前回測定した Dark Current 値を使う、Measure: 新たに Dark Current を測定する)。Dark Current 測定終了／入力後、測定開始点まで分光器が移動し、測定が始まる。

- 測定データのグラフには、1スキャンの測定終了するまでデータが表示されない。1スキャンが終了するまでは前回の測定結果が表示されている。(プログラムを起動して最初の測定時にはなにも表示されない。)上のグラフは I0、I1 データ、下のグラフは I1/I0 である。

(16) 測定を途中で中断したい場合は、[Loop stop]ボタンを押すとそのスキャンで測定が中断する。

以上

改訂履歴

改訂年月日	改訂者
2007.11.06	陰地 宏
2009.05.14	本間 徹生
2014.02.25	大淵 博宣
2023.09.27	大淵 博宣