

XAFS 測定手順 【蛍光法・19 素子半導体検出器】

DSP 計測系 調整手順

2018.6.8 大淵 博宣

本マニュアルでは、CANBERRA社 19 素子ゲルマニウム半導体検出器(19SSD)を DSP(digital signal processor)計測系で使用する時の、立ち上げ調整、SCAウインドウ設定、数え落とし補正測定、等について説明する。

1 DSP の立ち上げ、又は確認

- (1) DSP の電源を ON にする (図 1 左図参照)。既に ON ならば次に進む。
- (2) DSP の電源を ON にしてから 1 分程度待ってプリアンプの電源を ON にする (図 1 左図参照)。
- (3) TTL の FANOUT モジュール(図 1 右図参照)が ON になっているか確認する。
- (4) 30 分程度待って HV を印加する(「3.測定前調整の(1)参照」)。

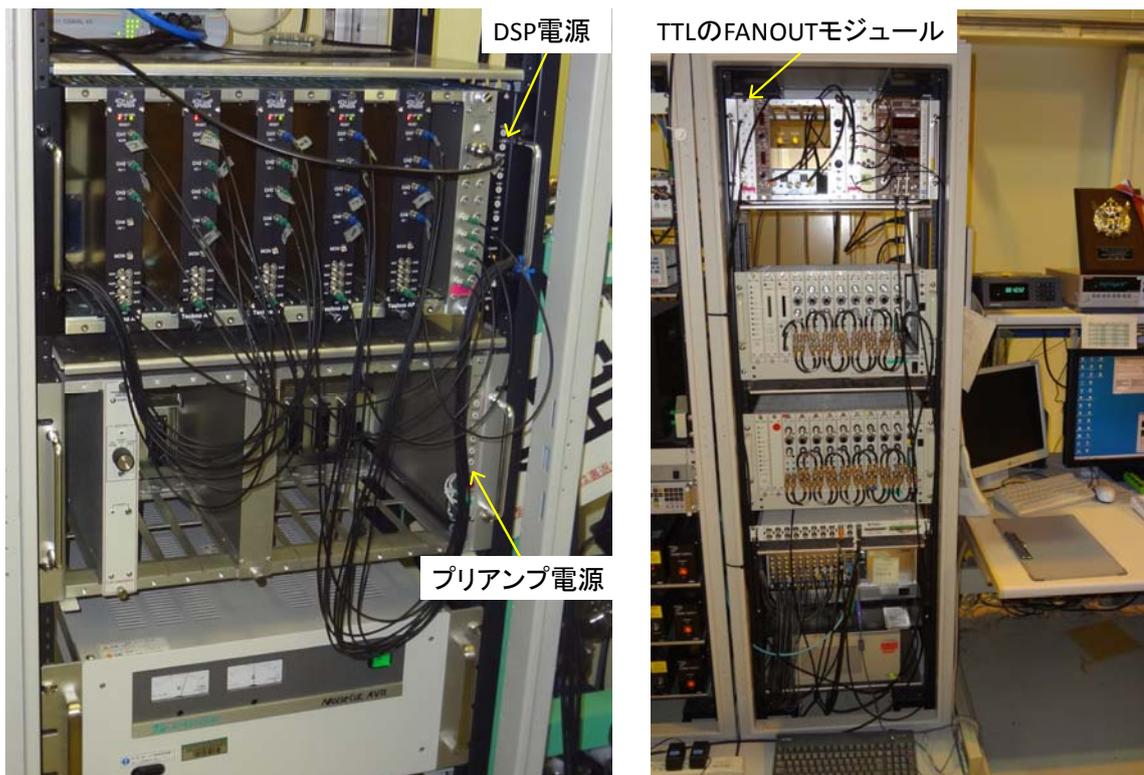
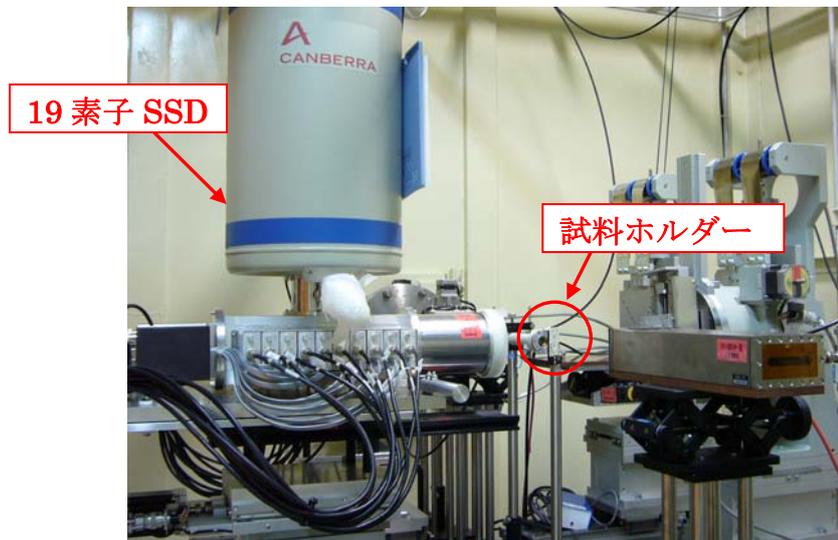
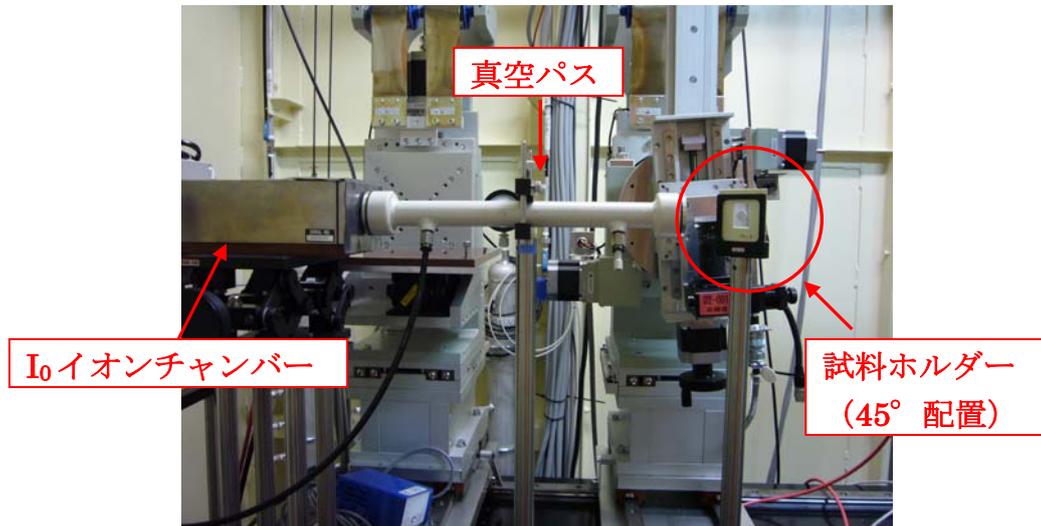


図 1

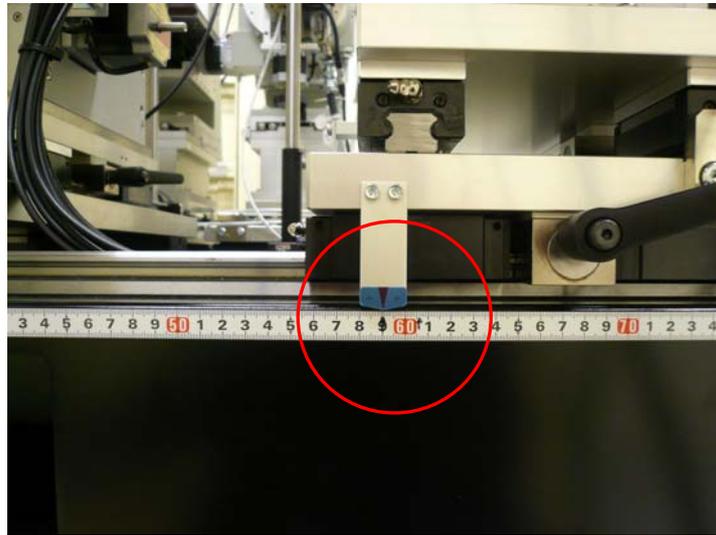
2 計測器と試料の設置 (45°配置の場合)

(1) 各機器を所定の位置に配置する。(鉛シールドは測定前に上げる。)

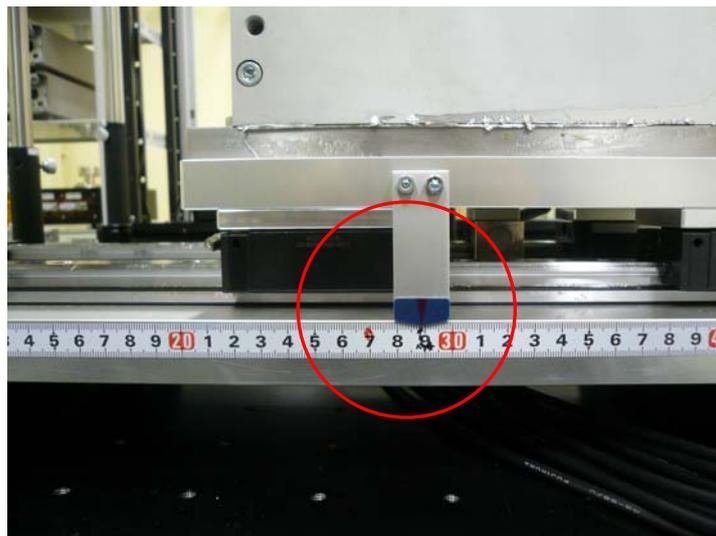


※ 19 素子 SSD の架台の位置

上流⇔下流 59cm(黒矢印)

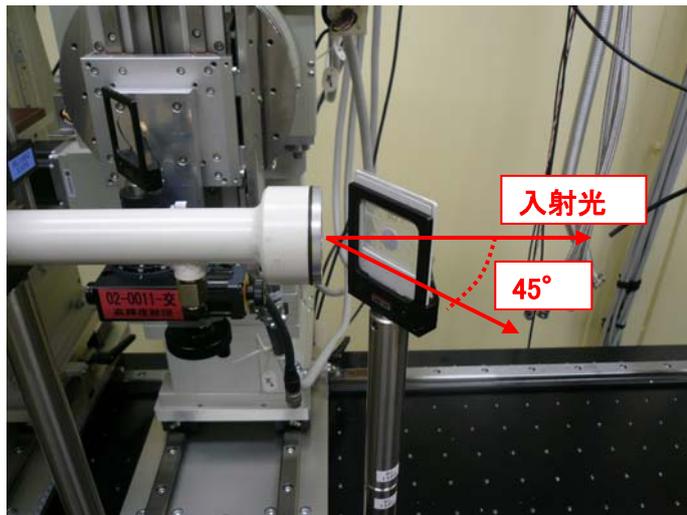


ホール⇔リング 27~29cmの間(黒矢印)

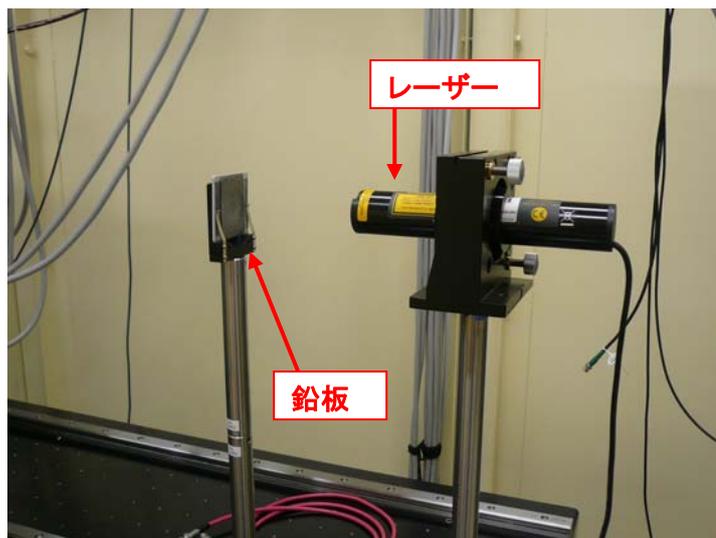


(2) 試料を取り付ける。

- ① 試料ホルダーに試料を取り付ける。
- ② 入射光に対し 45°の角度に設置する。



- ③ 検出器部分の中心を見込むように 19 素子 SSD の位置を調整する。
- ④ レーザービーム(入射 X 線の光軸と一致する様に調整してある)を目安にし、試料位置を調整する。最後に必ず鉛板(ビームストッパー)を付けて、レーザーの電源を OFF にする(下図)。



- ⑤ 実験ハッチから退出する。
- ⑥ 制御パネルの LOCAL を LOCAL+REMOTE に切り替える。
 ※これを忘れると測定プログラムが途中で止まるので要注意！
 ※制御パネルから DSS を開けずに、PC から操作して開けること。

3 測定前調整

(1) 19 素子 SSD に HV をかける。

- ① 測定機器ラック右側最上段の左の”H.V.POWER SUPPLY”モジュールの電源スイッチを ON にする。
- ② “RESET”スイッチを押す。
- ③ “VOLTAGE”ダイヤルを 2 回転半分左に回して HV を 500V 印可する (“KILOVOLTS”の値は 0.50)。



図 H.V. POWER SUPPLY モジュール

(2) 入射蛍光 X 線強度の調整

- ① 調整を始める前に SSD に蛍光 X 線が入り過ぎないようにする。
 - 4D Slit のサイズを Width 0.5 × Height 1.0 mm にする。
 - ※ Appendix IV 「4D Slit Move」参照。
 - 19 素子 SSD をホール側に 50 mm 下げる。
 - ※ Appendix V 「PM16C Move」参照。
 - ※ 動かすステージは「Detector X」。
 - ※ステージ可動域は-50 mm～+50 mm。マイナスがホール側、プラスがリング側。
- ② 入射 X 線エネルギーを吸収端より高く(場合によっては、測定で最も高いエネルギー)にする。
 - ※ Appendix I 「θ Move」参照。
- ③ DSS を open する。
 - ※ Appendix VIII 「DSS」参照。
- ④ SSD で検出される X 線の強度を確認する。
 - ※ Appendix VI 「DSP Tools」参照。
- ⑤ ICR のカウント数が 10000cps 以下であれば、4D Slit の横幅を 0.5 mm から少し広げる。

※ Appendix IV 「4D Slit Move」参照。

⑥ ④、⑤を繰り返し、ICR のカウント数が 10^5 cps (multi-bunch 時。several bunch 時は、 6×10^4 cps 以下)程度にする。

⑦ 4Dslit を十分広げても ICR のカウント数が 10^5 cps (several bunch 時は 6×10^4 cps) 以下であれば、19 素子 SSD をホール側から徐々に近づけ、ICR を 10^5 cps (several bunch 時は 6×10^4 cps)程度にする。

※ Appendix V 「PM16C Move」参照。

※ 動かすステージは「Detector X」

※ ステージ可動域は-50 mm～+50 mm。マイナスがホール側、プラスがリング側。

(3) 目的元素の蛍光 X 線ピークを切り出す(SCA ウィンドウ設定)。

※ 目的元素を含む標準試料を用いて行う。(例、Zn-K 端→ZnO)

※ 組成が単純な方が、ウィンドウ設定が簡単。

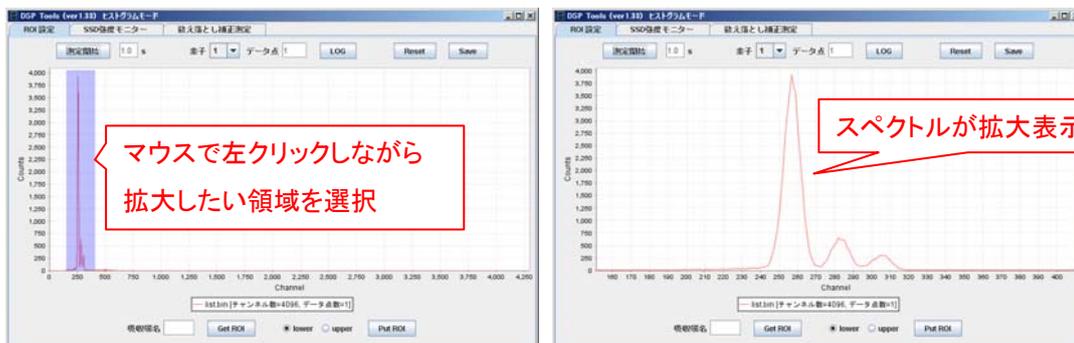
※ 素子に入れられる蛍光量に限界があるので、目的元素の濃度はある程度薄い方が良い。金属フォイルは目的元素からの蛍光が強すぎ、蛍光測定には不向き。

①「DSP Tools」の「ROI 設定」にある「計測開始」 ボタンをクリックすると、蛍光 X 線スペクトルが表示される。



図 蛍光 X 線スペクトルを表示した場合

② スペクトルを拡大したい場合は、マウスで左クリックしながら拡大したい領域を選択する。拡大を解除したい場合は、マウスを左クリックし、左向きにドラッグ&リリースする。また、表示範囲を移動したい場合は、Ctrl キーを押しながらマウスを左クリック&ドラッグする。



- ③ 吸収端名(Fe-K、Pt-L3 など)を入力して「Get ROI」ボタンを押すと、過去に計測された ROI 設定がデータベースから読み込まれ、ROI 領域が表示される。但し、ROI 設定が読み込まれなかった場合、ROI 設定は読み込まれない。

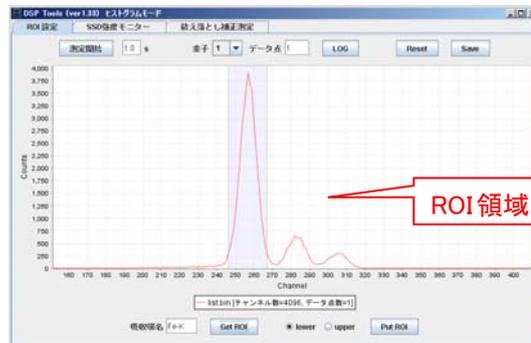
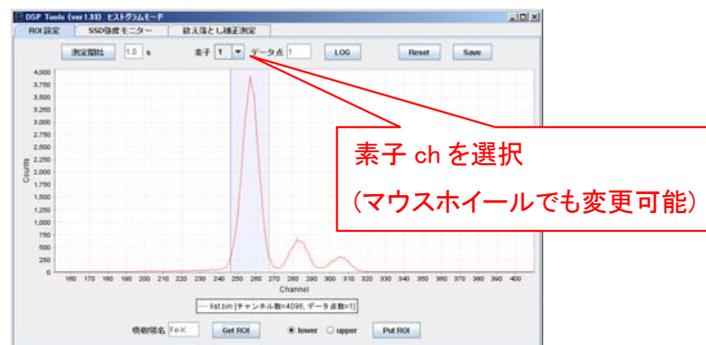


図 ROI 設定が正常に読み込まれた場合

- ④ 各素子の ROI を ch1 から順番に確認する。



- ⑤ ROI 領域の Lower 側の指定したい場合は、「lower」を選択し、マウスの**左ダブルクリック**で位置を指定する。同様に、ROI 領域の Upper 側の指定したい場合は、「upper」を選択し、マウスの**左ダブルクリック**で位置を指定する。



- ⑥ 19 素子すべての ROI 領域が正常に設定されていることが確認できれば、「吸収端名」を確認の上、「Put ROI」ボタンを押してデータベースを更新する。

- (4) サンプルをセットし、X 線を入射して、「DSP Tools」の「SSD 強度モニター」を用いて SSD のカウント数をチェックする。

シングルバンチモードの場合：60,000 カウント少し下の値

マルチバンチモードの場合 : 100,000 カウント少し下の値
カウントが少ない場合は、

- (i) スリットを広げて調整する (最大 Width 5mm×Height 1mm)
- (ii) スリットだけでは少ない場合は SSD を試料側に移動する。移動方法は PM16C Move を起動し, channel "2b. Detector X" を選択. その後, 値を -40, -30 と少しずつ試料側に近づけ, その度に SSD のカウント数をチェックする。

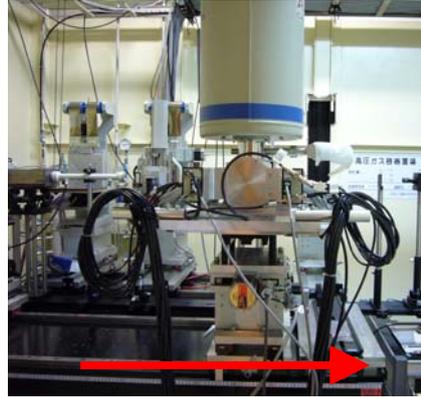
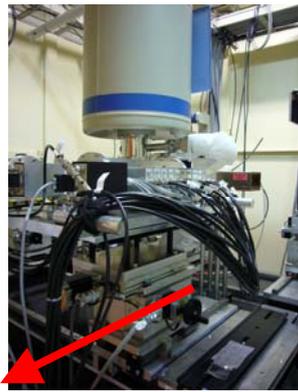
4 19 素子 SSD の退避方法

- (1) 測定が終了したら、HV を落とす。
 - ① 測定機器ラック右側最上段の左の "H.V.POWER SUPPLY" モジュールの "VOLTAGE" ダイアルを左に回して HV を 0V にする ("KILOVOLTS" の値は 0.00)。
 - ② "電源スイッチを OFF にする。



図 H.V. POWER SUPPLY モジュール

- (2) 19 素子 SSD の x ステージをホール側に下げる。
 - ① [Detector X] を「0」mm にする。(Appendix V 「PM16C Move」参照。)
- (3) 架台をホール側と下流にいっぱい下げる。



(4) 鉛シールドを下ろす。



以上

改訂履歴

改訂年月日	改訂者
2018.06.8	大淵 博宣