

XAFS 測定手順 【蛍光法・19 素子半導体検出器】

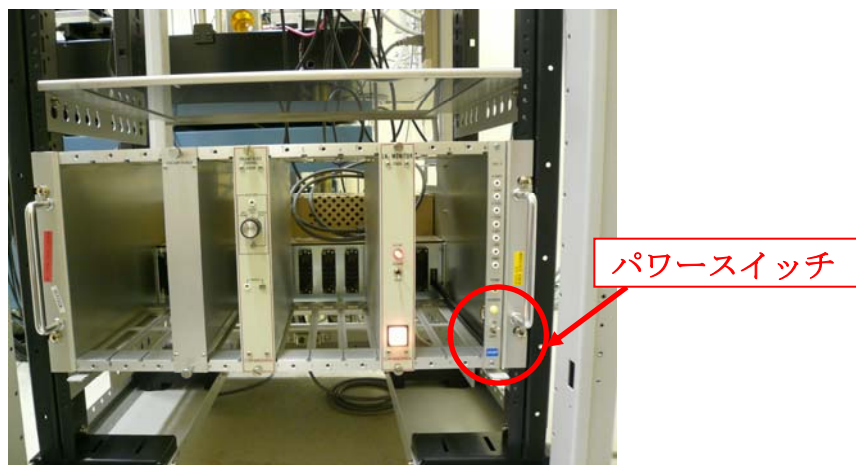
アナログ計測系 調整手順

2015.4.17 大淵 博宣

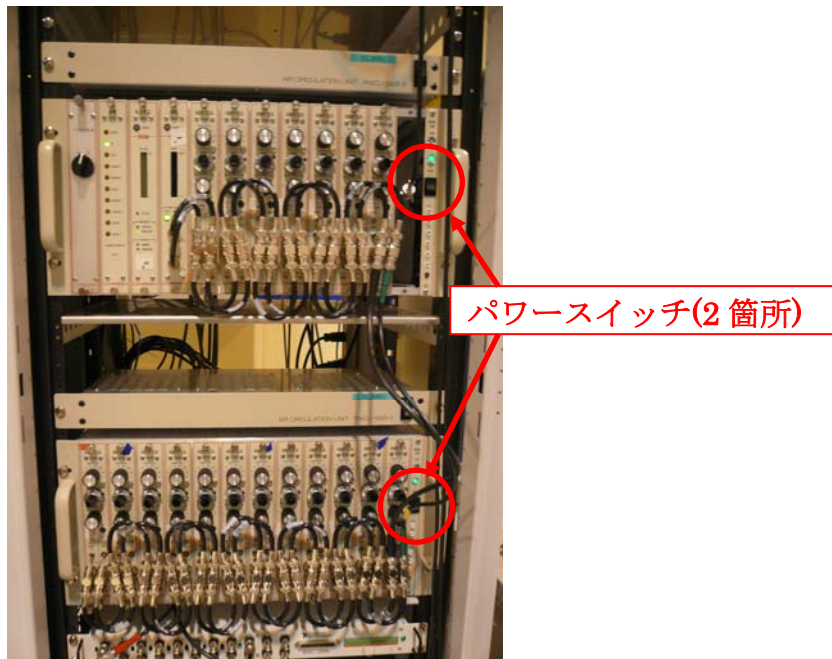
本マニュアルでは、CANBERRA社 19 素子ゲルマニウム半導体検出器(19SSD)をアナログ計測系で使用する時の、立ち上げ調整、SCA ウィンドウ設定、数え落とし補正測定、等について説明する。

1 パワー投入または、確認

- (1) コンテナ内の PRE-AMP のパワースイッチを ON にする。

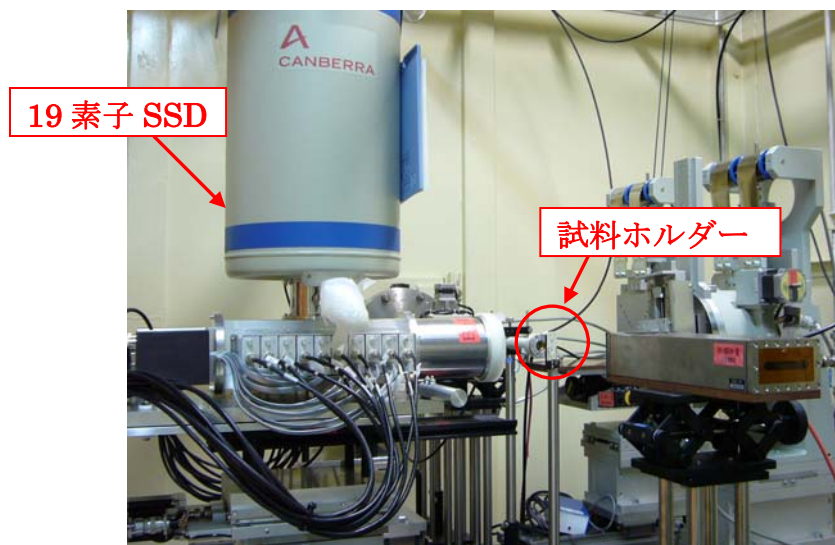
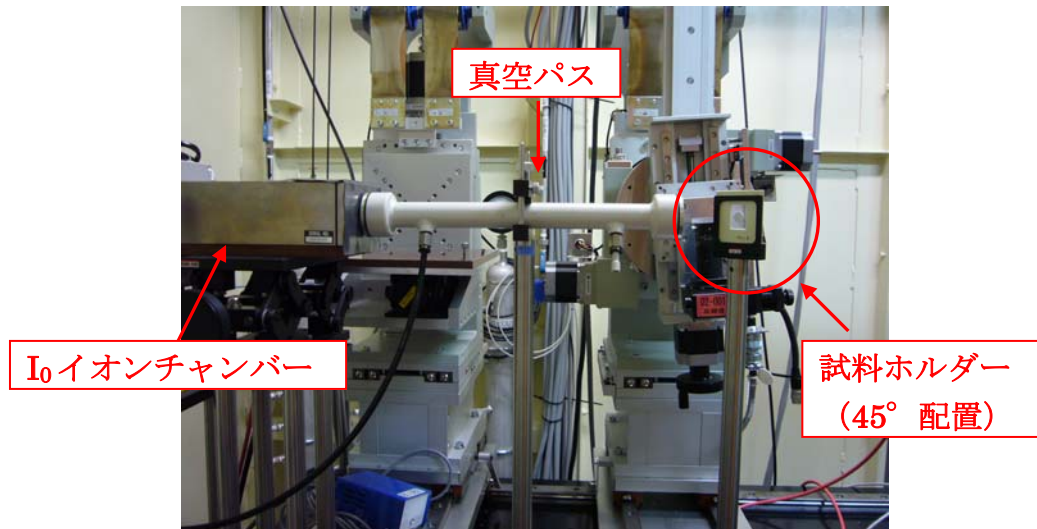


- (2) 制御 PC 横のラック内にある AMP のパワースイッチを ON にする。



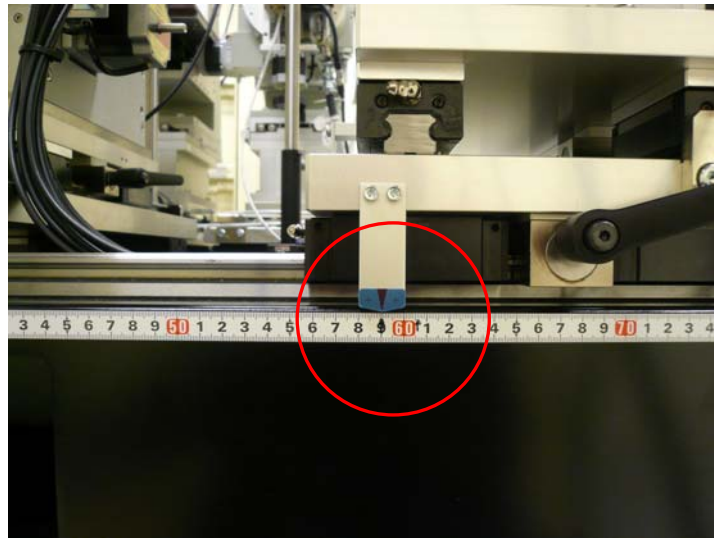
2 計測器と試料の設置 (45°配置の場合)

(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。)

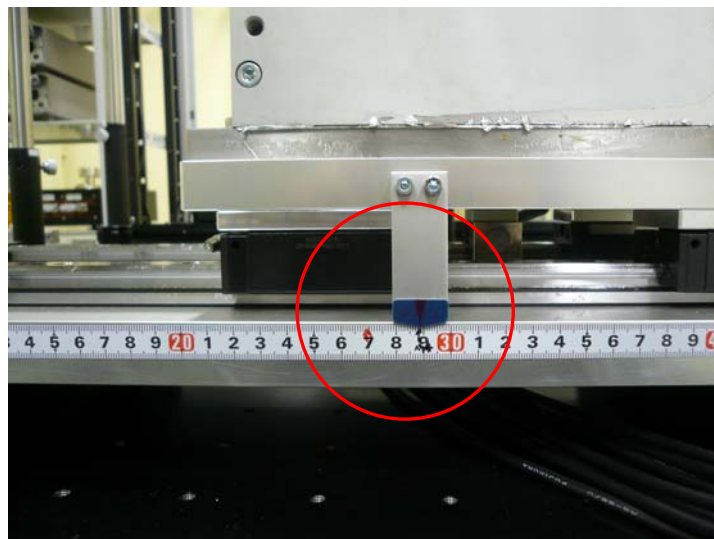


※ 19 素子 SSD の架台の位置

上流⇔下流 59cm(黒矢印)

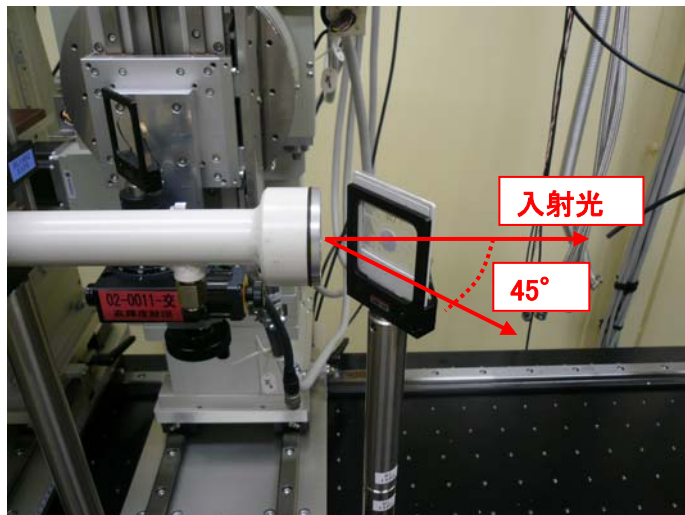


ホール⇔リング 27~29cmの間(黒矢印)

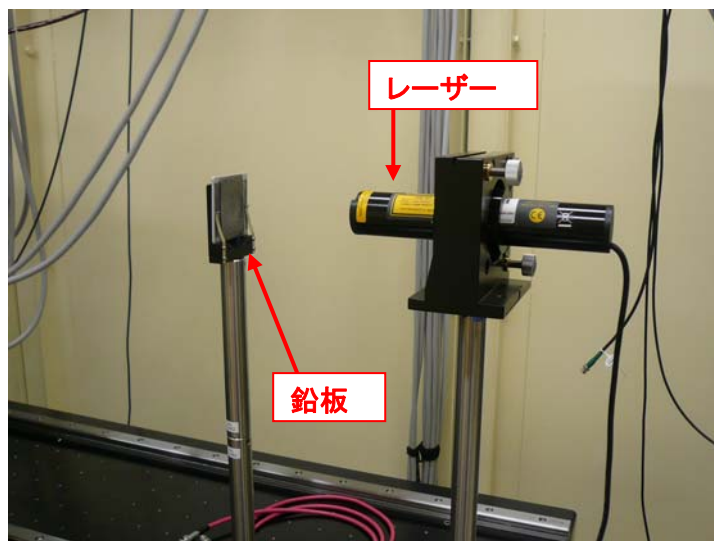


(2) 試料を取り付ける。

- 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 制御 PC に接続する。

- ① 「スタートメニュー」→「アクセサリ」から「リモートデスクトップ接続」プログラムを起動する。

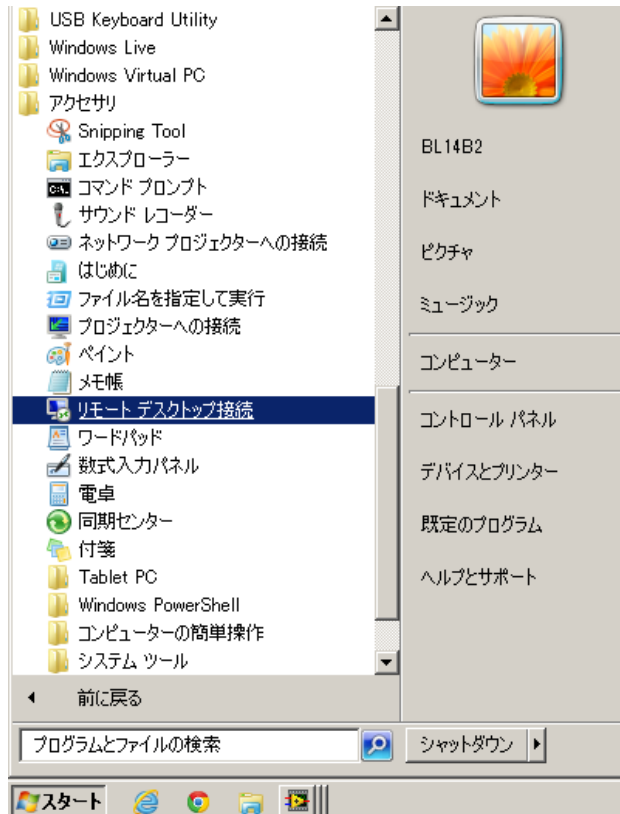


図 スタートメニュー

- ② コンピュータ名から「bl14b2-19ssd」を選択し、「接続」ボタンをクリックする。

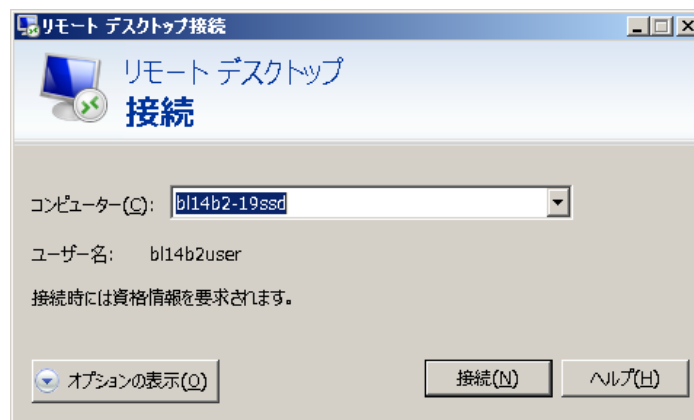


図 リモートデスクトップ接続画面

- ③ 「Windows へログオン」の画面が表示されたら、ユーザー名に「bl14b2user」と入力し、「OK」ボタンを押す(パスワードは入力しなくても良い)。
- #### (2) 19 素子 SSD に HV をかける。

- ① BL14B2 Control2.vi のメニュー窓から「19SSD Control」を選択し、実行ボタンをクリック

ックして起動する。([19SSD Control.vi]画面が表示される)

※コンピュータ「bl14b2-19ssd」では[19SSD Control.vi]以外の vi プログラムは使用できないので注意すること。

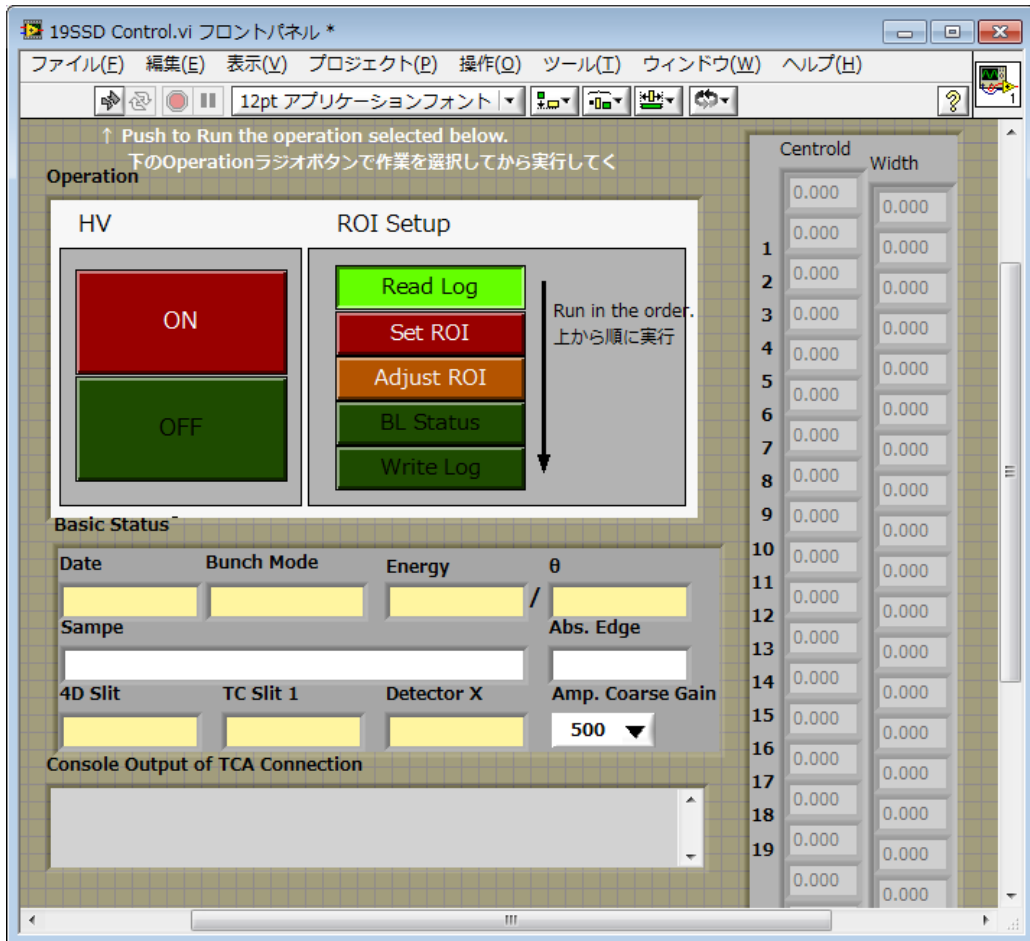




図 [19SSD Control]起動画面

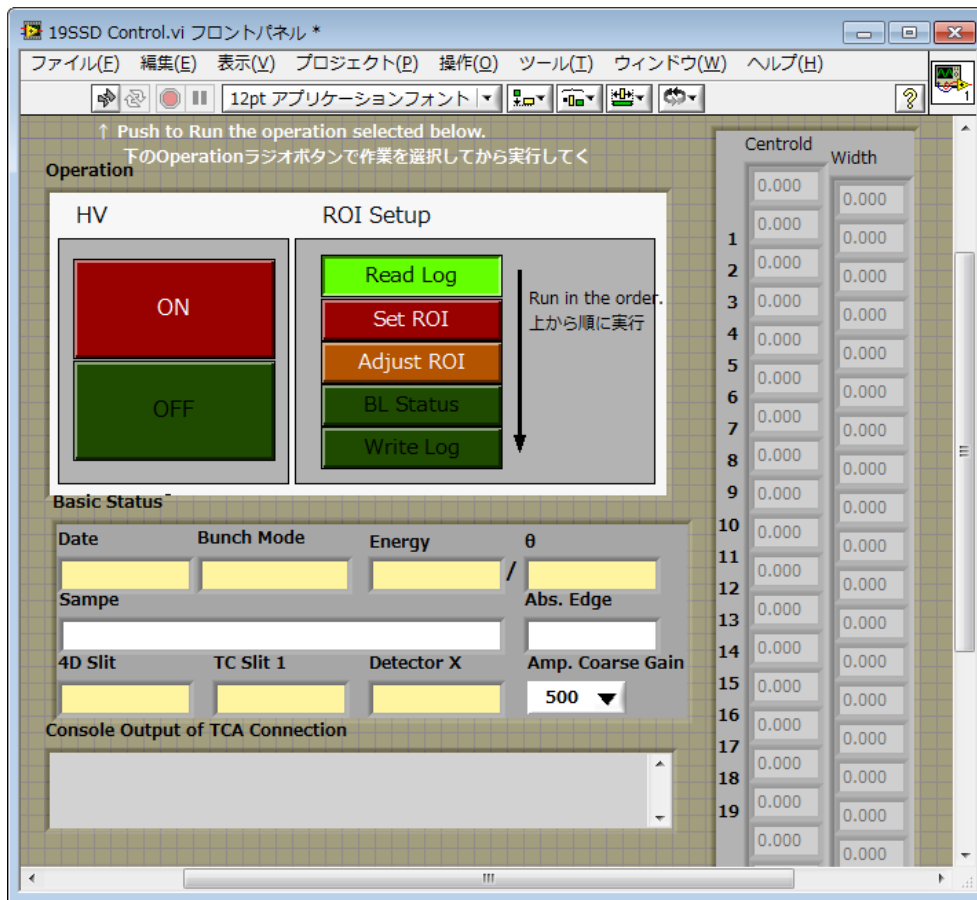
- ② HV の[ON]ボタンを押してから、実行ボタンをクリックする。実行後、1 min 待つ。測定機器ラック右側上から二段目の左の”H.V.PS.”のゲージが 500V(目盛り 5 個)になるのを確認する。



- (3) 入射蛍光 X 線強度の調整(※制御用 PC で作業を行うこと。)



- 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。

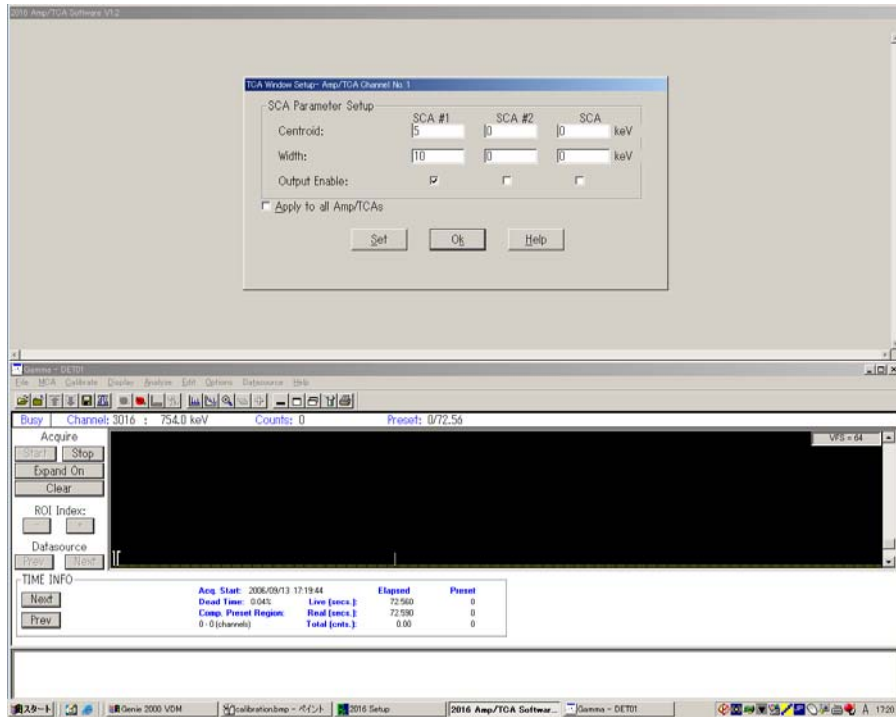
- 4D Slit のサイズを Width 0.5mm × Height 1.0 mm にする。
 - ※ Appendix IV 「4D Slit Move」参照。
 - 19 素子 SSD をホール側に 50 mm 下げる。
 - ※ Appendix V 「PM16C Move」参照。
 - ※ 動かすステージは「Detector X」。
 - ※ステージ可動域は-50 mm～+50 mm。マイナスがホール側、プラスがリング側。
 - ② 入射 X 線エネルギーを吸収端より高く(場合によっては、測定で最も高いエネルギー)にする。
 - ※ Appendix I 「 θ Move」参照。
 - ③ DSS を open する。
 - ※ Appendix X 「DSS」参照
 - ④ SSD で検出される X 線の強度を確認する。
 - ※ Appendix VI 「SSD Count Check」参照。
 - ⑤ ICR のカウント数が 10000 cps 以下であれば、4D Slit の Width 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 20000～30000 cps 程度にする。4Dslit を十分広げても ICR のカウント数が 10000cps 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 10000cps 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。
- (4) 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)。
- ※コンピュータ「bl14b2-19ssd」の[19SSD Control.vi]から操作すること
 - ※ 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 「19SSD Control」の ROI Setup にある[Read Log]ボタンを選択し、実行ボタンをクリックする。過去の測定 Log が出てくるので、新しいもの(下の方に表示されるデータ)からさかのぼって、測定したい各種のデータを読み込む。





- ② PC上の Amp. Coarse Gain の値を確認し、ラック右側の上から2・3段目の19素子全ての Amp の値を合わせる（ダイヤルを回す）。



- ③ [Set ROI]ボタンを押し、実行ボタンをクリックし、設定を Amp に読み込ませる。
- ④ [Adjust ROI]ボタンを押し、実行ボタンをクリックする。([TCA Window Setup- Amp/TCA Channel No.1]ダイアログが表示される。)




[TCA Window Setup- Amp/TCA Channel No.1]ダイアログ表示画面

- ⑤ 素子番号(#2)を選択して[OK]ボタンを押す。
※素子番号#20 以降は絶対に選択しないこと
※素子番号#1 は故障中のため絶対に選択しないこと(2015.4.17 現在)
- ⑥ Width の初期値 (0.2~0.3 程度) を覚えてから、Width を 5 に設定する ([set] ボタンを押す)。
- ⑦ スペクトルを確認し、Width を初期値にもどす ([Set]ボタンを押す)。
- ⑧ この時、スペクトルが歪んでないかチェックする。範囲の場所 (ピークトップが悪い場合は SCA の値を変える)。
- ⑨ 範囲が合えば、[OK]ボタンを押す。
- ⑩ ⑤~⑨を繰り返す、素子 2~19 全てを設定する。
- ⑪ [Read BL Info] ボタンを押してから実行ボタンをクリックし、現在の運転モード、モノクロの角度等の情報を読み込む。
- ⑫ [Write Excel Log] ボタンを押してから実行ボタンをクリックし、Log の保存を行う。(上書き保存する)
- ⑬ デスクトップにある Excel film(19 素子アナログ)を開き、印刷して、ログノートに張る。(初期設定終了)

19素子アナログSCA設定値					
作業日	2006/9/19				
sample	サンプル 元素・吸収端	MnOペレット Mn-K α			
ring	bunch mode	203 bunches			
BL	energy	7.5 keV			
XAFS stage	4D slit detector X	1 \times 0.5 mm -50 mm			
SSD	Amp.course gain shaping time HV	200 0.25 μ sec 500 V			
谷田ソフト	ラック	Gennie			SSD
ch		ch	center	width	ditector#
1	ICB1	1	3.025	0.25	1
2		2	2.700	0.25	2
3		3	3.100	0.28	3
4		4	3.275	0.28	4
5		5	3.240	0.25	5
6		6	3.085	0.25	6
7		7	3.130	0.25	7
8		8	3.215	0.25	8
9		9	2.760	0.25	9
10		ICB2	1	2.960	0.25
11	2		3.030	0.25	11
12	3		3.105	0.25	12
13	4		3.170	0.25	13
14	5		3.250	0.25	14
15	6		2.955	0.25	15
16	7		3.025	0.25	16
17	8		3.185	0.25	17
18	9		2.910	0.25	18
19	10		-	-	-

(5) サンプルをセットし、X線を入射してSSDのカウント数をチェックする。

SSD Count Check を起動し、入射後に実行ボタンを押す)

シングルバンチモードの場合：60,000cps 少し下の値

マルチバンチモードの場合：100,000cps 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 5.0mm \times Height 1.0mm）

(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、その度にカウンターチェックする（SSD Count Check）。

(6) 数え落とし補正用のパラメーターの決定

- ① BL 担当者に補正用パラメーターの測定が必要かどうか確認する。前のユーザーグループの測定値を使用すれば良いこともある。
- ② 測定が必要な場合は、数え落とし補正係数を求める。
- ③ 適当なアッテネータが設置されているか確認する。設置されていない場合は、BL 担当者に連絡する。
- ④ アッテネータ無しの際に、ICR が 100,000~200,000 cps になるようにカウント数を調整する。(Appendix IV~VI 参照)
 - i) SSD で検出される X 線の強度を確認する。([SSD Count Check] Appendix VI)
 - ii) 4DSlit を Width 0.5mm \times Height 1.0mm (初期値) から広げる。([4D Slit Move] Appendix IV)

- iii) Detector X を-50 mm から(初期値)近づける。(「PM16C Move」 Appendix V)
 - iv) i)~iii)を ICR が 100,000~200,000 cps になるまで繰り返す。
- ⑤ SSD 数え落とし補正プログラム([BL14B2 Control2.vi] -> [Dead Time Correction])により、数え落とし補正係数を求める。
- i) 実行ボタンをクリックする。
 - ii) [19SSD Counter]が[Axcpci3901]になっていることを確認する。
 - iii) [OK]ボタンを押すと、保存ファイル名の入力を促すウインドウが開く。ファイル名を入力すると、測定が自動的に開始される。

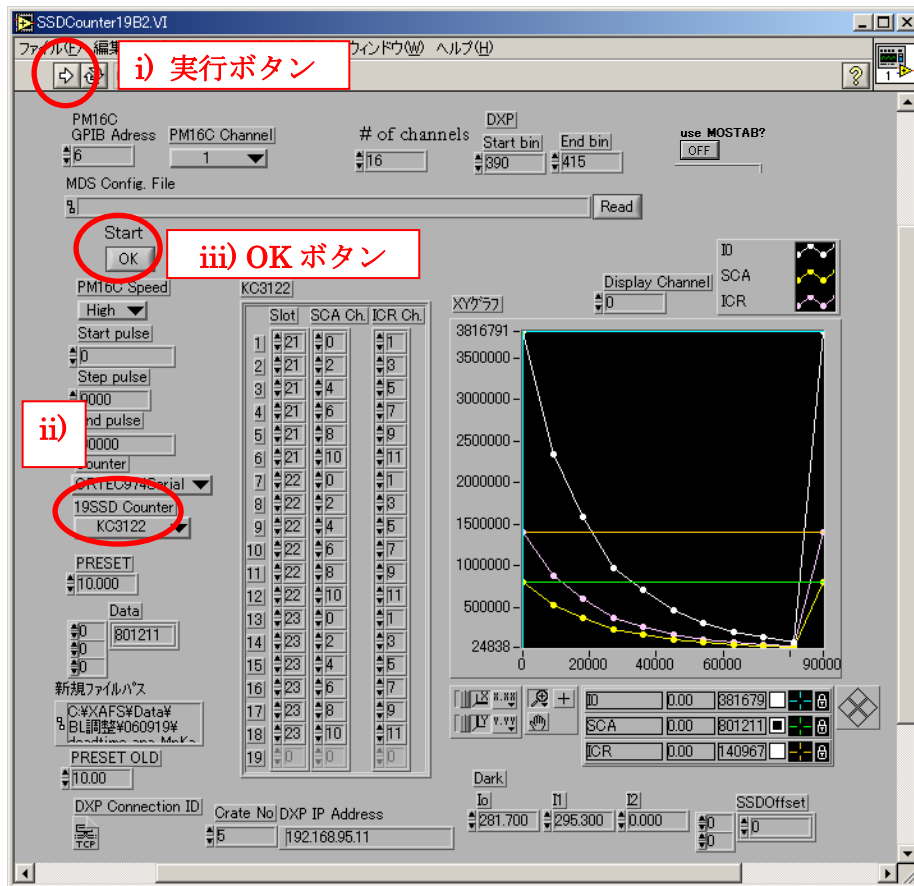


図 [Dead Time Correction]画面

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 19SSD Control を起動する。

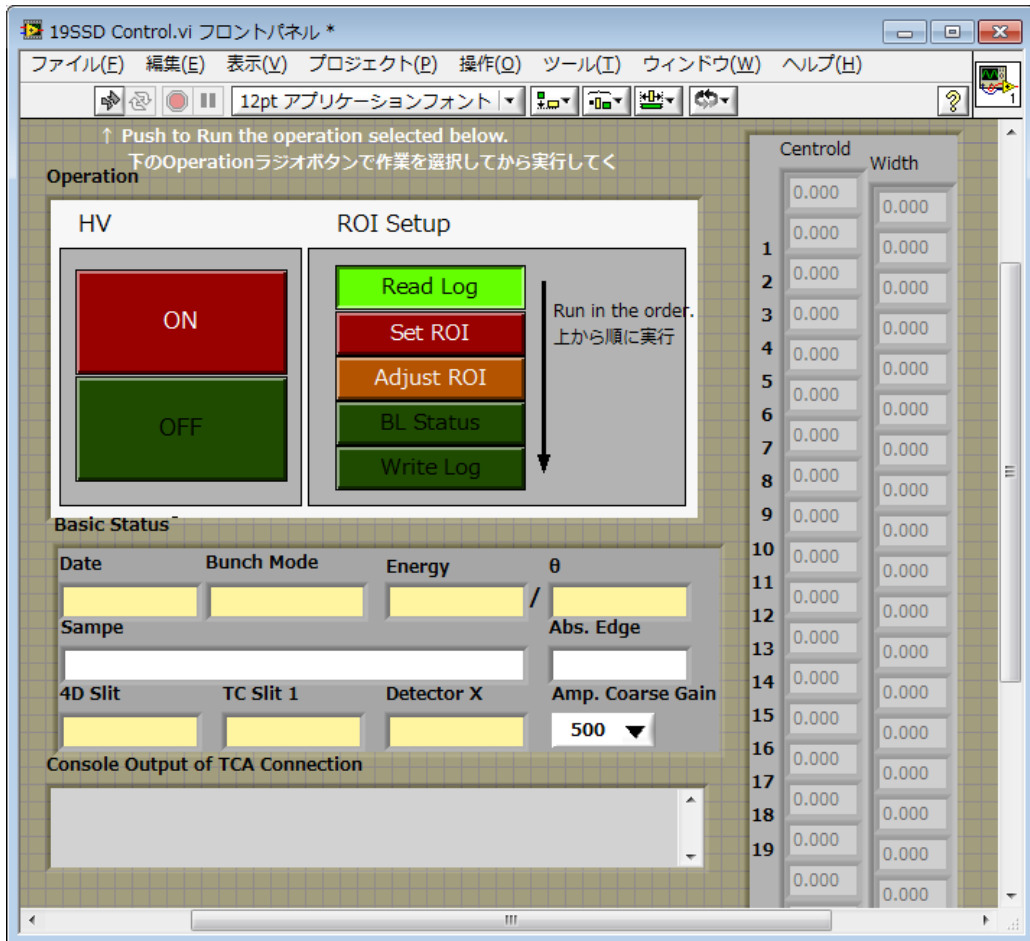



図 [19SSD Control]起動画面

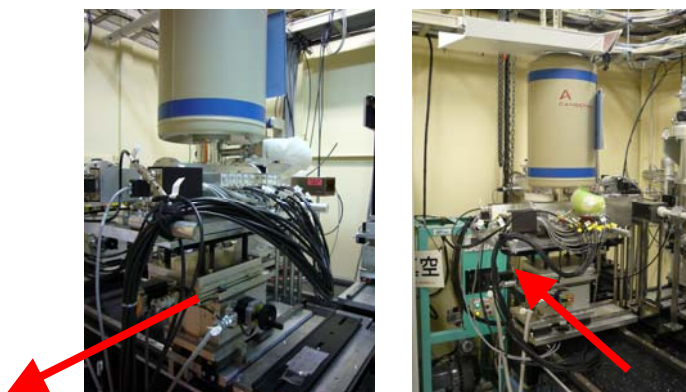
② HV の”OFF”を押してから実行ボタンをクリックする。実行後、測定機器ラック右側上から二段目の左の”H.V.PS.”のゲージが 0V(目盛り 0 個)になるのを確認する。

(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) 架台をホール側と上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
2007.11.1	大淵 博宣
2008.02.05	陰地 宏
2014.02.25	大淵 博宣
2015.04.17	大淵 博宣