

XAFS 測定手順【蛍光法・19 素子半導体検出器】

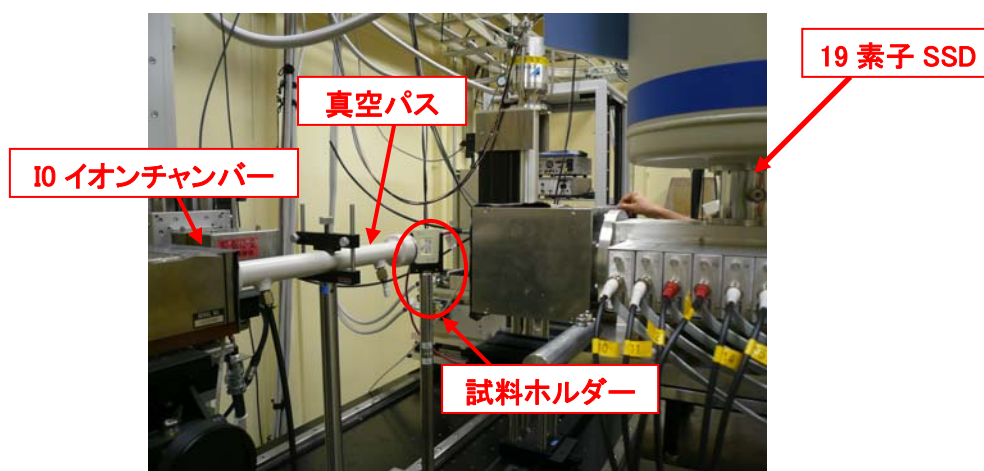
アナログ計測系 測定手順(45°入射)

2014.02.25 改定 大淵 博宣

19 素子半導体検出器(19SSD)を用いた蛍光収量 XAFS 測定を、アナログ計測系、試料配置が 45°入射で行う場合について説明する。ただし、光学調整、19 素子 SSD の立ち上げ、SCA ウィンドウ設定等は既に終了しているものとする。

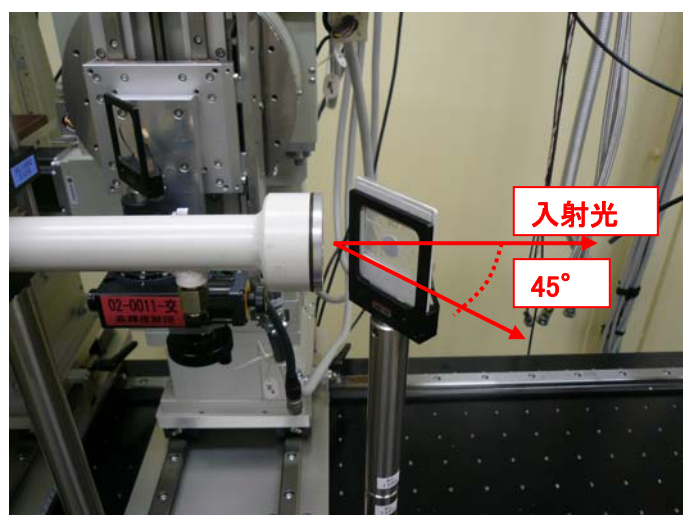
1 計測器の準備

- (1) 各機器を所定の位置に配置する。

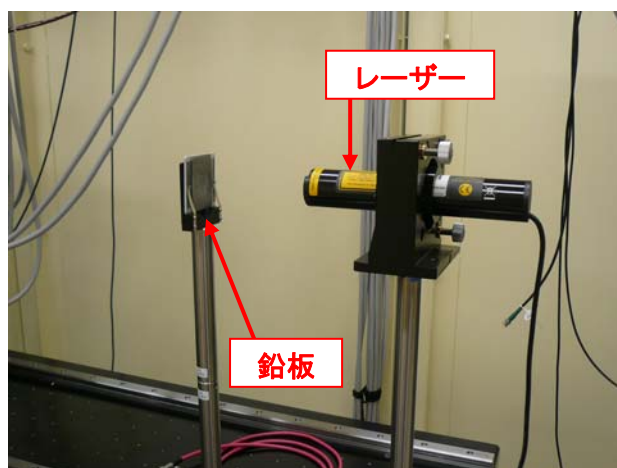


2 試料の取り付け

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



- (2) 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)。



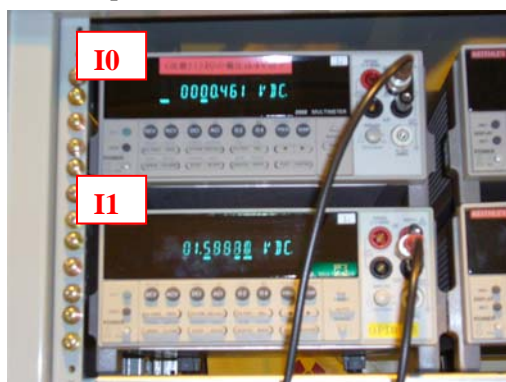
- (3) 実験ハッチから退出する。
- (4) LOCAL+REMOTE にする。
※これを忘れると測定プログラムが途中で止まるので要注意！

3 測定前調整

- (1) BL14B2 Control2.vi のメニュー窓から「 θ Move」を選択し起動する。
- (2) 「 θ Move」でエネルギーを吸収端後に位置に移動する。
※ Appendix I 「 θ Move」参照。
- (3) 蛍光 X 線が素子に入り過ぎないように、4D Slit のスリット横幅を 0.5 mm まで狭めておく。
※ Appendix IV 「4D Slit Move」参照。
- (4) 蛍光 X 線が素子に入り過ぎないように、「Detector X」(19SSD の x-stage)位置をホール側に目いっぱい(-50 mm) 下げしておく。
※Appendix V 「PM16C Move」参照。
※ステージ可動域は-50 mm \sim +50 mm。マイナスがホール側、プラスがリング側。
- (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) KEITHLEY 2000 MULTIMETER 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] を起動させてゲインを下げる。

※ Appendix III 「Current Amp Set」参照。



- (7) $\Delta\theta 1$ スキャンを行う。(光学調整時の θ からずれた角度で測定を行う場合のみ(通常は行う必要なし))

※ Appendix II 「Rocking Curve Measure」参照。

- $\Delta\theta 1$ スキャンを行う時、ピエゾモードは「PID off-output AI」にすること。

※ Appendix X 「PID モードの切替」参照

- (8) 各イオンチャンバーで検出される X 線の強度を確認し、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。

- (9) 「SSD count check」で SSD のカウント値をチェックする。

※ Appendix VI 「SSD Count Check」参照。

- (10) ICR が 10^5 cps 以下 (multi-bunch 時。several bunch 時は 6×10^4 cps 以下) であれば、ICR が 10^5 cps (6×10^4 cps) 程度になるまで、4D Slit の横幅を 0.5 mm から少しずつ広げていく。

※ Appendix IV 「4D Slit Move」参照。

※ この時点で既に ICR が 10^5 cps (6×10^4 cps) を超えている場合は、適当なフィルターを SSD の前に挿入し SSD に入射する蛍光 X 線量を抑えるなど、工夫が必要となるので、ビームライン担当者に相談すること。

- (11) 4Dslit を十分広げても ICR が 10^5 cps (6×10^4 cps) 以下であれば、ICR が 10^5 cps (6×10^4 cps) 程度になるまで、「Detector X」をホール側(検出器が試料から遠ざかる方向)からリング側(試料に近づく方向)に徐々に動かす。

※ Appendix V 「PM16C Move」参照。

※ 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 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。)

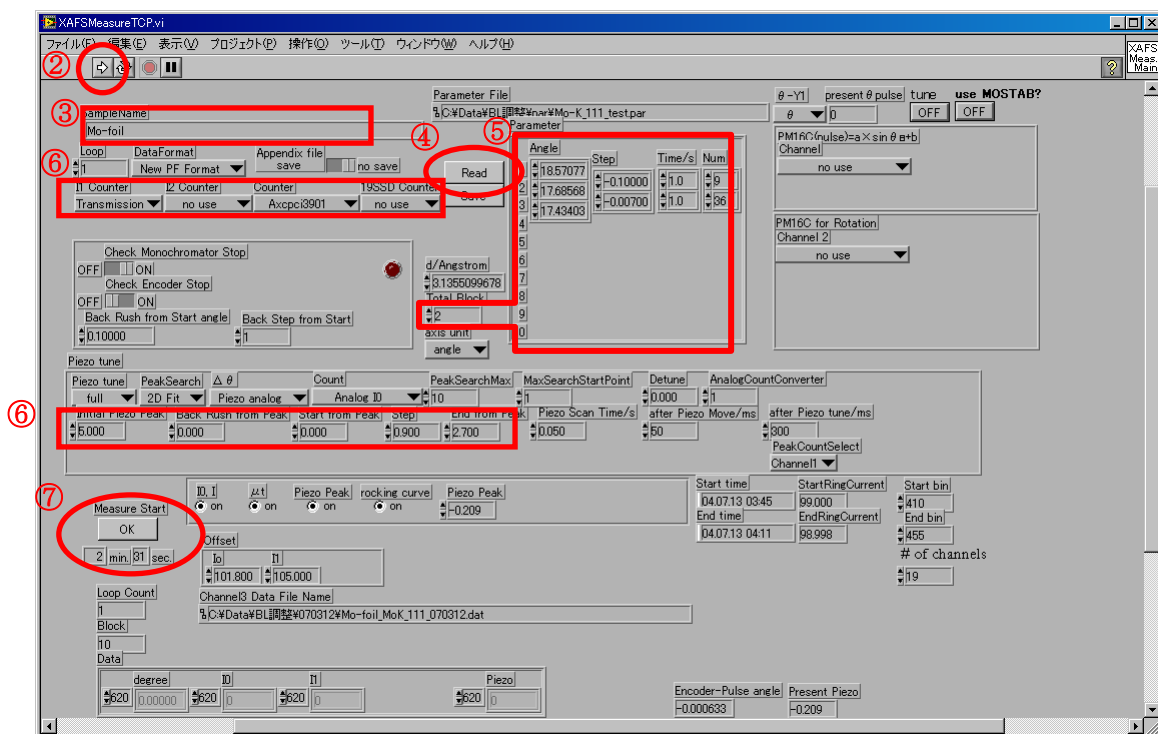



図 [XAFS Measure]画面

- (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) Sample Name を入力する。
- (4) 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。
※ 事前にパラメーターファイルを用意しておく。(“BL14B2Analysis/ デスクトップ /XASparam.exe”を用いて作成。)
- (5) 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 Start]の[OK]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)
- (6) I1 Counter→no use
I2 Counter→no use
Counter→Axcpci3901
19SSD Counter→Axcpci3901
となっていることを確認する(プログラム起動時の初期値と異なっているので注意)。

- (7) Measure Start の OK ボタンをクリックする。
- (8) データ保存のファイル名を聞かれるので「ファイル名.dat」を入力して次に進む。
([SetOffset14b2MESA.vi]ダイアログが表示される。)

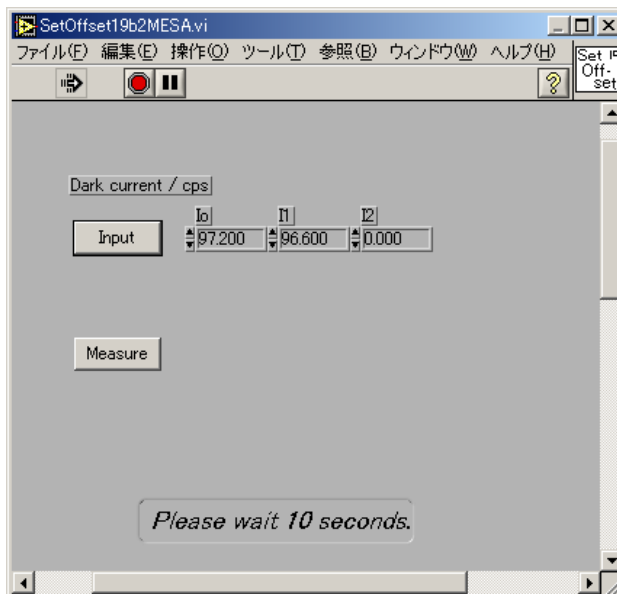


図 [SetOffset19b2MESA]ダイアログ

- (9) 最初の測定や Gain を変更した時等、ダークカレントを測定する必要がある場合は、[Measure]ボタンをクリックする。Gain を変更しない時等、前回測定したダークカレント値をそのまま使う場合は、[Input]をクリックし、測定を始める。
- (10) [Measure]ボタンを押すと、[MeasureOffset14b2MESA.vi]ダイアログが表示される。

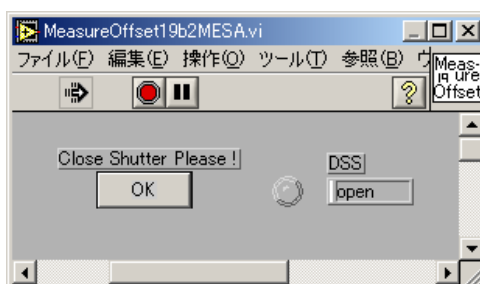
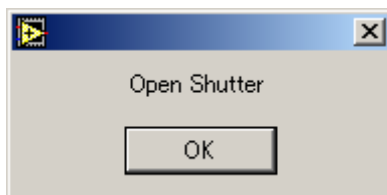


図 [MeasureOffset19b2MESA.vi]ダイアログ

- (11) [OK]ボタンをクリックすると、ダークカレントの計測が始まる。
- (12) ダークカレントの計測が終了し、以下のダイアログが表示される。



- (13) [OK]をクリックすると、DSS が開き、測定が始まる。

<測定終了後>

- (14) 測定が終了すると、分光器の最終位置(ブラッグ角)をどこにするかを尋ねるダイアログボックスが開く。所望の値を入力後、[OK]をクリックして分光器を動かすか、[キャンセル]ボタンをクリックして分光器を動かさずに終了する。

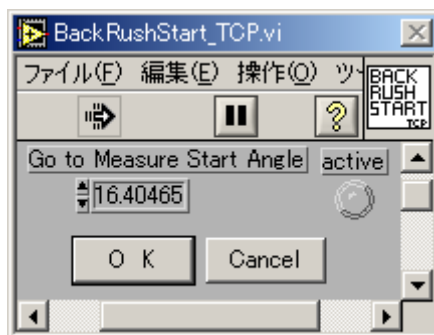
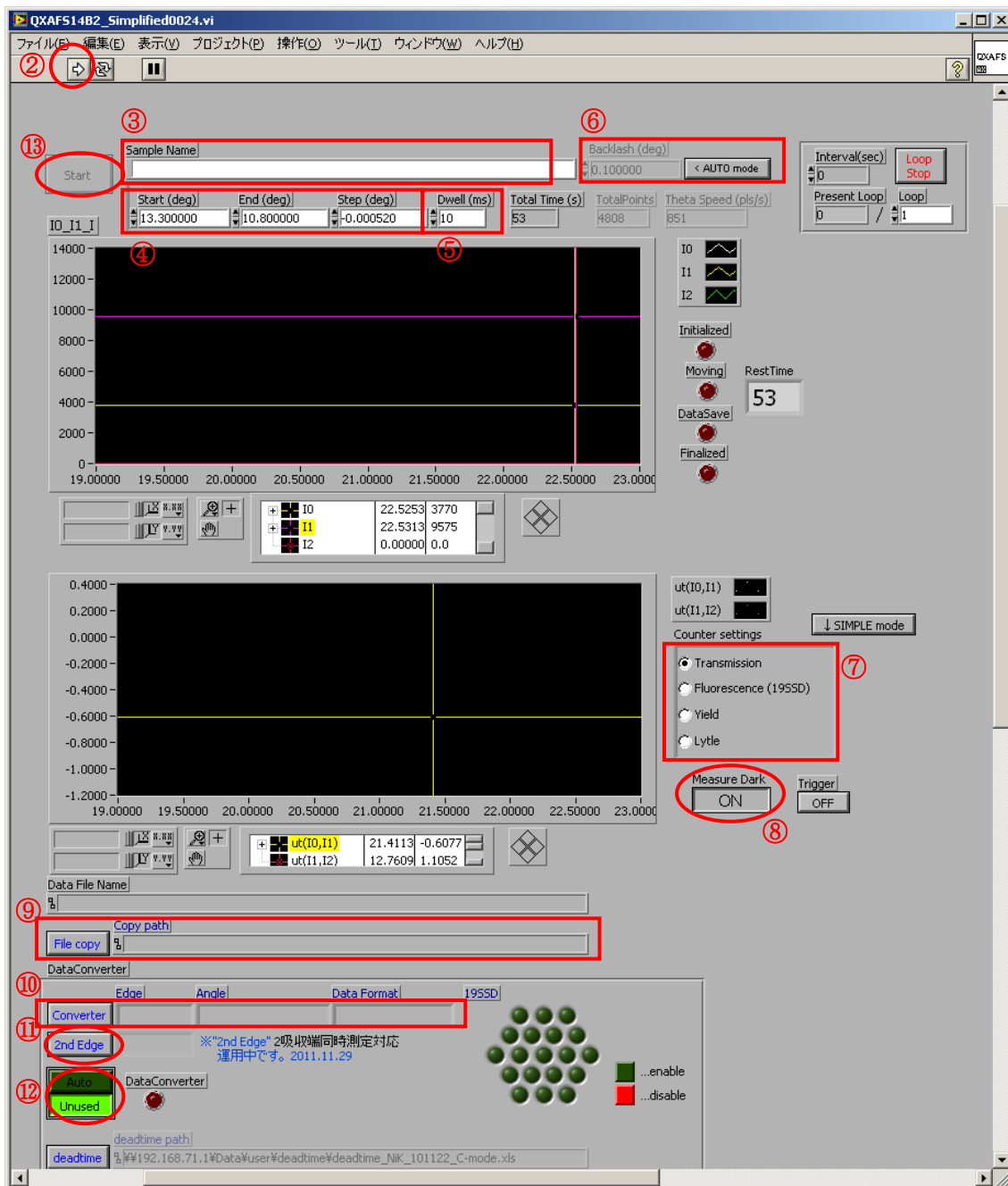


図 [BackRushStart_TCP]ダイアログ

◆ クイックスキャンの場合

(1) BL14B2 Control.vi のメニュー窓から「QXAFS」を選択し、起動する。下記ウインドウが開く。



(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) Sample Name の欄にコメント文を入力する。

(4) Scan start, End, Step に分光器のスキャンする角度範囲とステップを入力する。

- スキャン範囲は、Step scan XAFS のスキャン範囲よりも少し広い角度を入力する。また、ステップは XANES 領域の角度幅程度の値を入力する。
- スキャン方向は、大きい角度から小さな角度に向かうようにする。
- 例えば、Step scan XAFS のパラメーターファイルが下記の場合、

Absorption Edge	E / eV	θ / °	Step / °	Data Number	t / s
Cu, K	8979.89	12.71900			
Measure Start	8649.89	13.21285	0.00901	50	1
XANES Start	8949.89	12.76235	0.00052	251	1
XANES End	9040.85	12.63181	0.00268	40	1
Section 4	9117.05	12.52452	0.00368	40	1
Section 5	9223.73	12.37735	0.00460	40	1
Section 6	9360.89	12.19318	0.00544	40	1
Section 7	9528.52	11.97546	0.00619	40	1
Section 8	9726.64	11.72803	0.00682	40	1
Section 9	9955.24	11.45503	0.00736	40	1
Section 10	10214.32	11.16070	0.00778	41	1
Section 11	10503.89	10.84924			

Scan start = 13.5 (13.4 でもよい) ,

End = 10.5 (10.6 でもよい)

Step = -0.00052 (-0.0005 でもよい)

とする。

(5) Total time に1スキャンの計測時間を入力する。

- 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 点を超えると赤点滅で表示されるので、Scan 範囲や Step 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 であり、QXAFS 以外の操作においてはこのスピードで行われる。Scan start, End, Total time の設定によっては、1500 pls/sec を超えるケースがあるが、その場合、自動的に 1500 pls/sec になるように Total time が調整される。

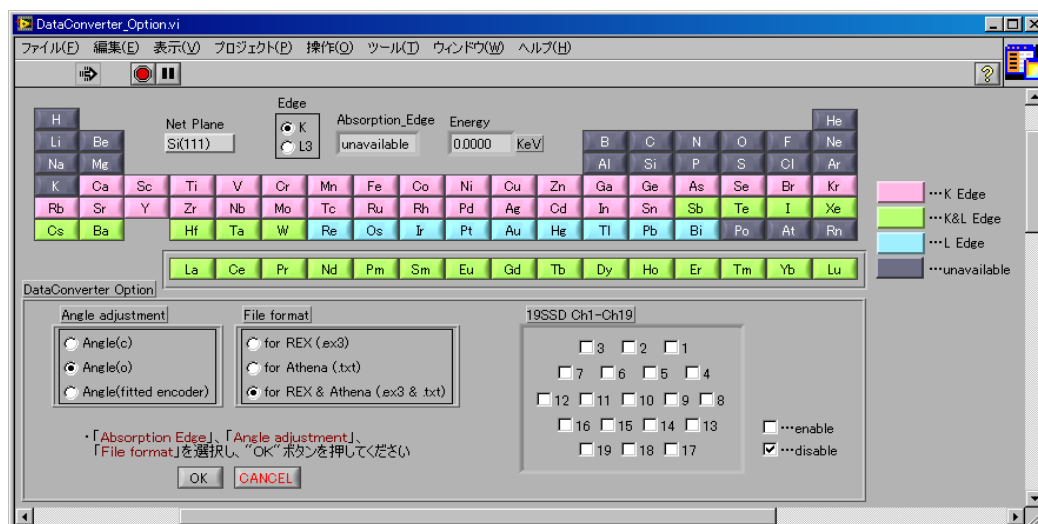
- 同じ計測条件で繰り返し測定を行う場合や時分割測定を行う場合は、**Loop** にその回数を入力する。繰り返し測定で、測定間にインターバルを設けたい場合は、**Interval** に最初の測定の開始時間から次の測定の開始時間までの時間を入力すること。1スキャンに **Interval** 時間以上の時間を要してしまった場合は、待ち時間なしに次の測定が開始される。LabView のバグで、最初のスキャンのみ **Interval** が短くなることがあるので注意すること。
- (6) Backlash 値を設定する。AUTO mode では Backlash 値が自動的に設定される。Backlash 値を変更したい場合は、MANUAL mode にして Backlash 値を入力する。
 - (7) カウンタの設定を行う。19SSD による蛍光収量測定の場合、Fluorescence(19DDS)を選択する。
 - (8) 自動的に Dark Current を測定をしたい場合は ON ボタンを押す。
 - (9) 測定データファイルのコピー先(制御用 PC)を選択する。File copy ボタンを押すと下記のような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。



- (10) 測定データを自動的に REX2000、Athena 形式に変換する場合、以下(11)までの設定を行う。

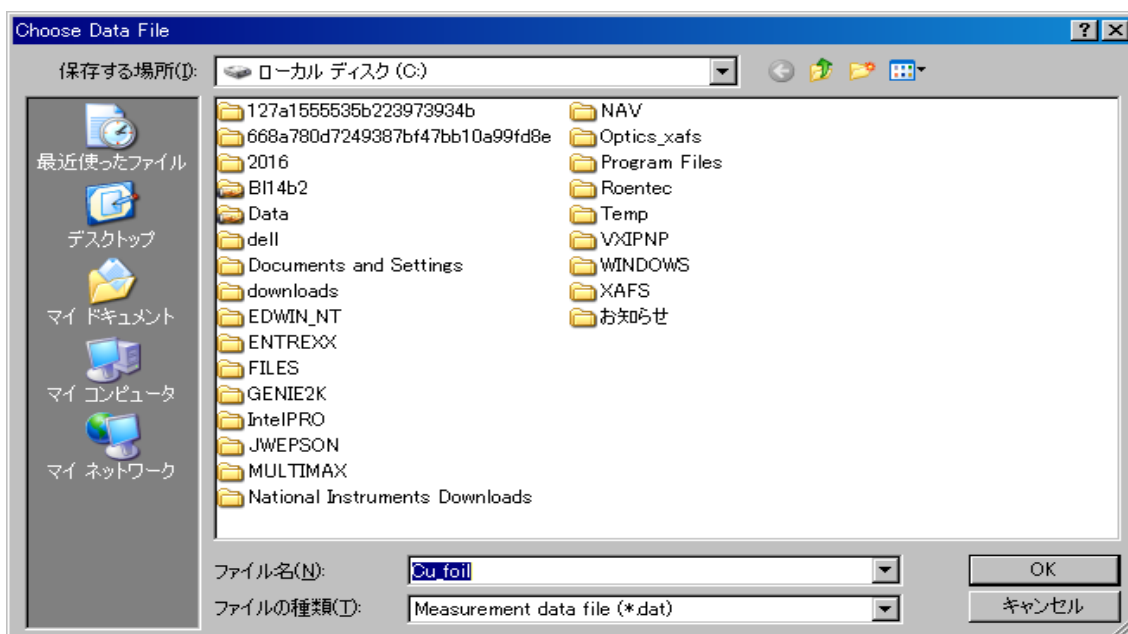
(データ自動変換を用いる場合、測定プログラム以外のソフトウェア(Excel 等)を必ず終了してください。)

Converter ボタンを押すと、下記のようなダイアログが表示される。



- Edge: 測定する吸収端を選択する(K or L3)
 - 周期律表: 測定する元素を選択する
 - Angle adjustment:
 - Angle(c) … PC の値を使用する
 - Angle(o) … エンコーダ値を使用する(デフォルト設定)
 - Angle(fitted encoder) … 数十 keV の高エネルギー領域での測定時、EXAFS スペクトルの高波数側で高周波の振動が観測される時、このチェックを入れるとスペクトルが改善される場合がある
 - File format
 - 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、
 - 19SSD Ch1-Ch19: 特定の素子をデータ変換に含めない場合、チェックを入れる
各条件を選択後、OK ボタンを押す。
- (11) 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)
- (12) 数え落とし補正データを読み込む。deadtime ボタンを押し、データファイル(過去のデータは制御用 PC の C:\user\deadtime フォルダにある)

- (13) Start button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)



- エンコーダーボードの角度リセットが行われていない場合、Encoder board preset を促すウインドウが表示されるので、リセットを行った後、再度 QXAFS プログラムを起動すること。

- (14) Dark Current を入力するウインドウが現れる。(8)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 と I1 データ、下のグラフは I1/I0 である。

以上

改訂履歴

改訂年月日	改訂者
2007.02.28	平山 明香
2007.09.16	陰地 宏
2007.10.25	大淵 博宣
2008.02.05	陰地 宏
2014.02.25	大淵 博宣