

XAFS 計測手順 (透過法)

2014.2.25 改定 大淵 博宣

1 計測器の準備

- (1) 各機器を所定の位置に配置する。

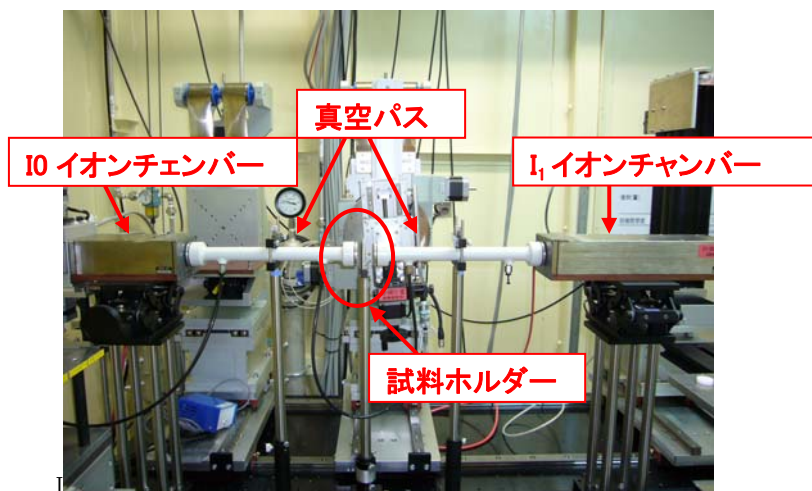


図 実験ハッチ内の各機器配置(透過法)

- (2) 真空パスに盲栓と排気用チューブを接続し、真空ポンプを起動する。
- (3) イオンチェンバーにガス供給用のチューブが正しく接続されているか確認する。
- (4) イオンチェンバー用のガスを大流量(1L/min)で 10 分間流し、その後小流量(5mL/min)に切替える(光学調整で測定吸収端に対応したガスの切り替えが終了している場合は行う必要はない)。

※ Appendix IX 「ガス混合装置」参照。

※ ガスの混合比は“¥¥BL14B2analysis¥デスクトップ¥I0gas2.xls”を参照。



図 ガス混合装置

- (5) 各イオンチャンバーの HV 端子に HV 電源からの高圧ケーブルが接続され、電圧が印可されていることを確認する(印可電圧 1000V)。
- (6) 各イオンチャンバーの SIGNAL 端子に、カレントアンプからの信号ケーブルが接続されていること、カレントアンプの電源が入っていることを確認する。
- (7) ハッチ外の配線を確認し、必要に応じて繋ぎかえておく。
- (8) XAFS 制御用パソコン (BL14B2control) が起動していることを確認する。

2 試料の取り付け

- (1) ホルダーに試料(エネルギー軸較正を行う場合は標準試料)を取り付ける。

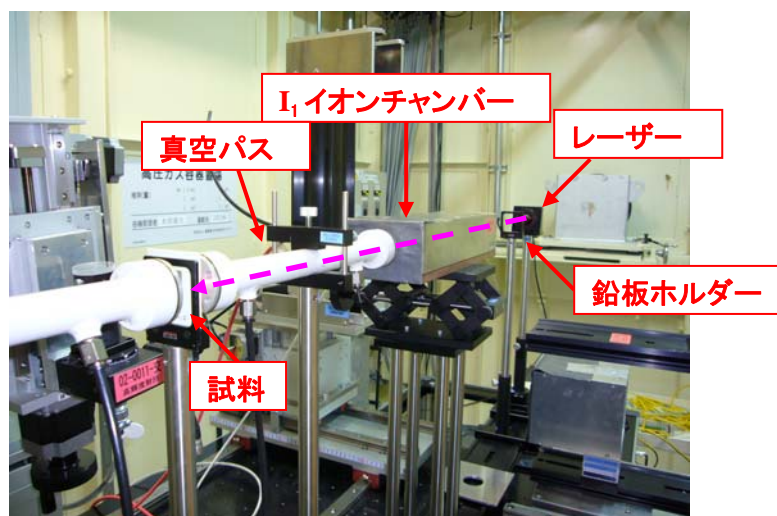


図 試料配置(透過法)

- (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)。

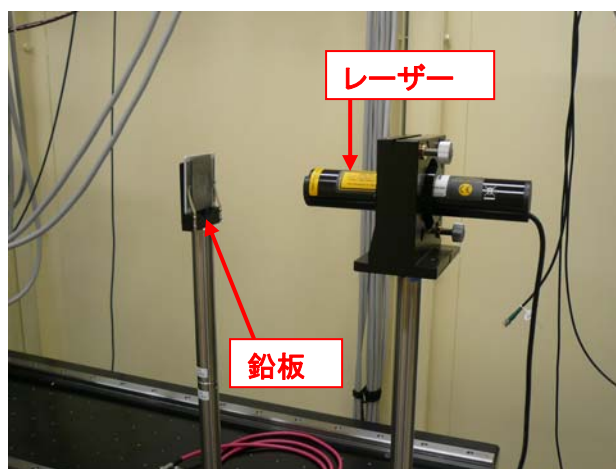


図 レーザー及び鉛板の配置

- (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

手順(1)は PC を再起動した場合、手順(2)はエネルギー軸較正を行う場合のみ、それぞれ行う。手順(4), (7), (8)は、測定ブラッグ角範囲の midpoint 付近で光学調整を行った直後であれば、通常必要ない。

- (1) エンコーダーボードの初期化とリセットを行う(PC 再起動時のみ)。
 - PC を再起動した場合、エンコーダーボードの初期化とリセット(エンコーダー表示器とエンコーダーボードの角度値を一致させる)を行う必要がある。
 - ※ Appendix VIII 「エンコーダーボードの初期化とリセット」参照。
- (2) エネルギー軸較正を行う場合、下記の手順に従い行う。
 - 1. 標準試料を用いてエンコーダー表示器のエネルギー軸較正を行う。
 - ※ Appendix VII 「エネルギー軸較正」参照。
 - 2. エンコーダー表示器とエンコーダーボードの角度値が一致するように、エンコーダーボードをリセットする。
 - ※ Appendix VIII 「エンコーダーボードの初期化とリセット」参照。
- (3) 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。
- (4) 「 θ MOVE」で分光器の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。
- (5) DSS を open する。
 - ※ Appendix X 「DSS」(2)参照。
- (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。

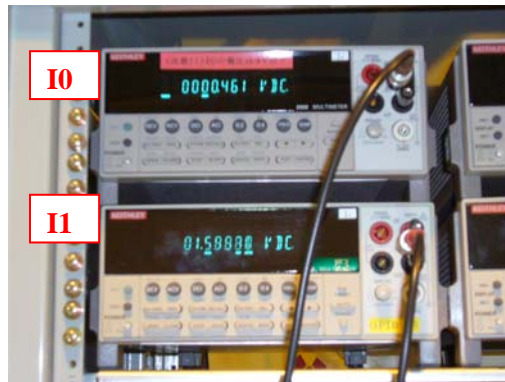


図 KEITHLEY 2000 MULTIMETER

- (7) $\Delta \theta 1$ スキャンを行う。
 - この操作により、分光器第一結晶が回折強度の最大の位置に調節される。
※ Appendix II 「Rocking Curve Measure」参照。
- (8) カレントアンプの出力値(入射 X 線の強度)を再度確認し、必要に応じて[Current Amp Set]を起動し、ゲイン調整を行う。
※ Appendix III 「Current Amp Set」参照。
- (9) 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。

2 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。)

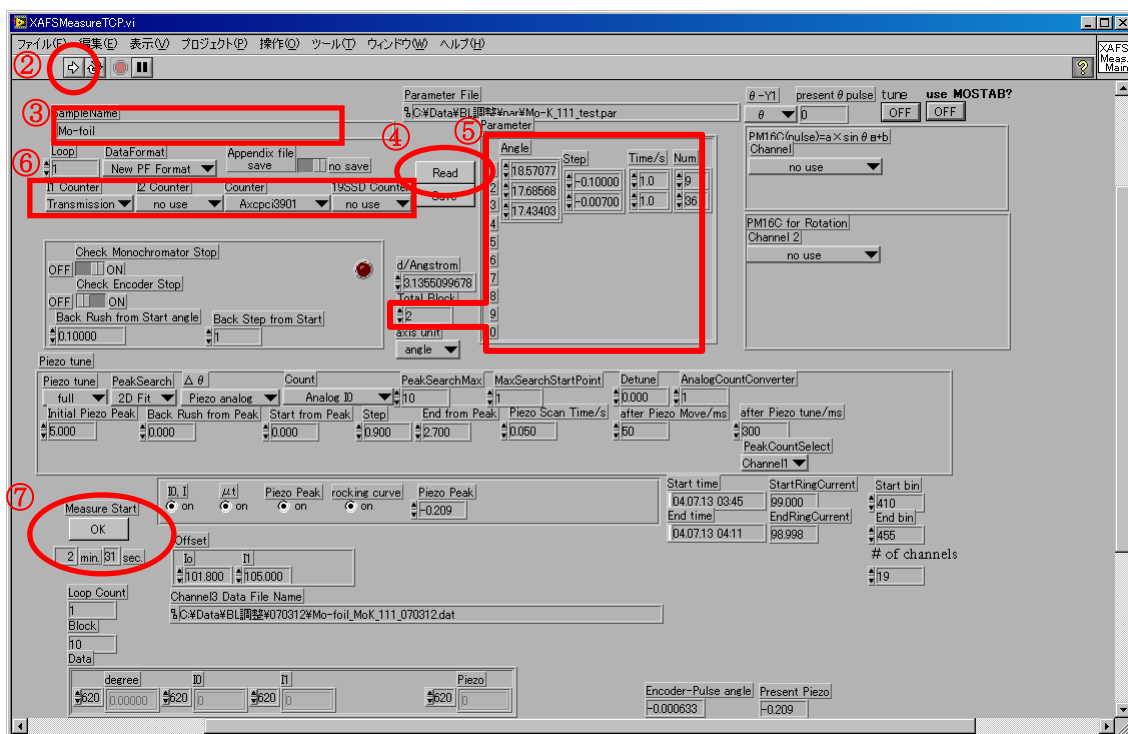



図 [XAFS Measure]画面

- (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。(“¥¥BL14B2control¥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→Transmission
I2 Counter→no use
Counter→Axcpci3901
19SSD Counter→no use
(それぞれプログラム起動時の初期値)

となっていることを確認。

- (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。)

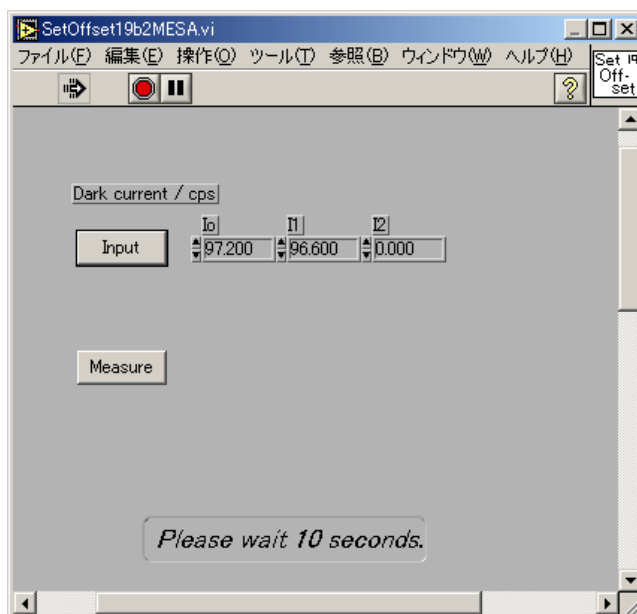


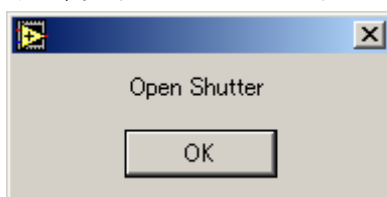
図 [SetOffset14b2MESA]ダイアログ

- (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。[OK]ボタンをクリックし、ダークカレントの計測を始める。



図 [MeasureOffset19b2MESA.vi]ダイアログ

- (11) 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。



- (12) [OK]をクリックすると、DSS が開き、測定が始まる。

<測定終了後>

- (13) 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。

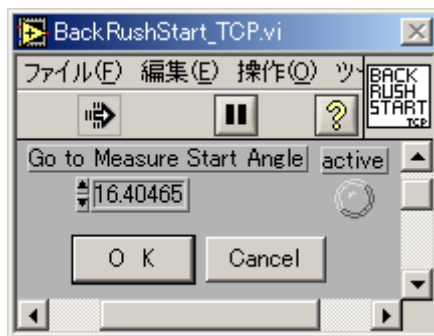



図 [BackRushStart_TCP]ダイアログ

◆ クイックスキャンの場合

- (1) BL14B2 Control.vi のメニュー窓から「QXAFS」を選択し、実行ボタンをクリックして起動する。([QXAFS14B2.vi]画面が表示される。)

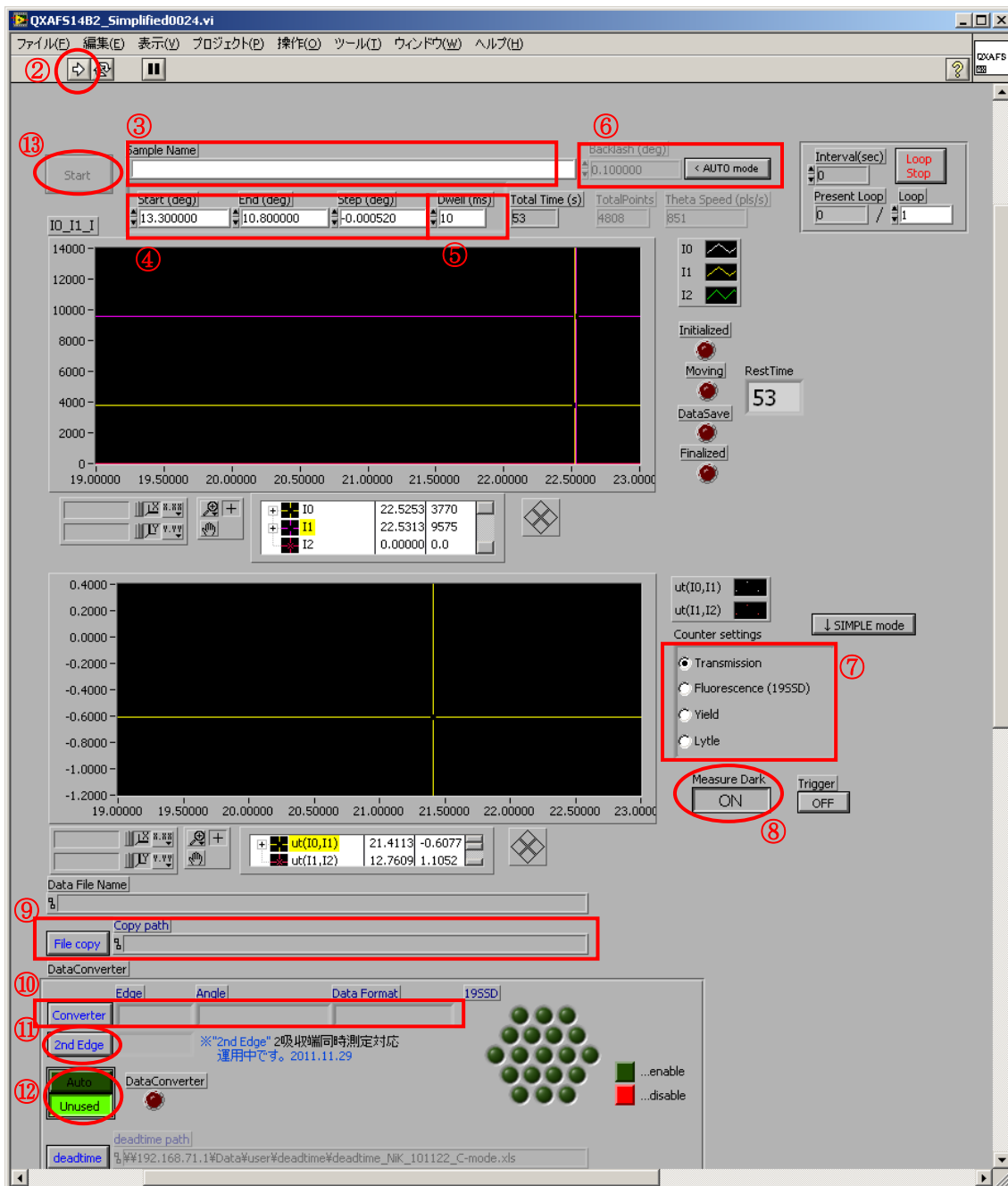



図 [QXAFS14B2]画面

- (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 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)

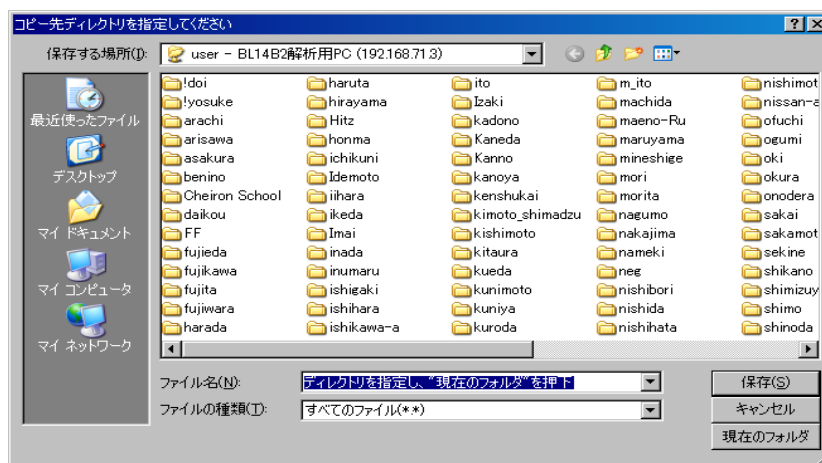
Step = -0.00052 (-0.0005 でもよい)

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。

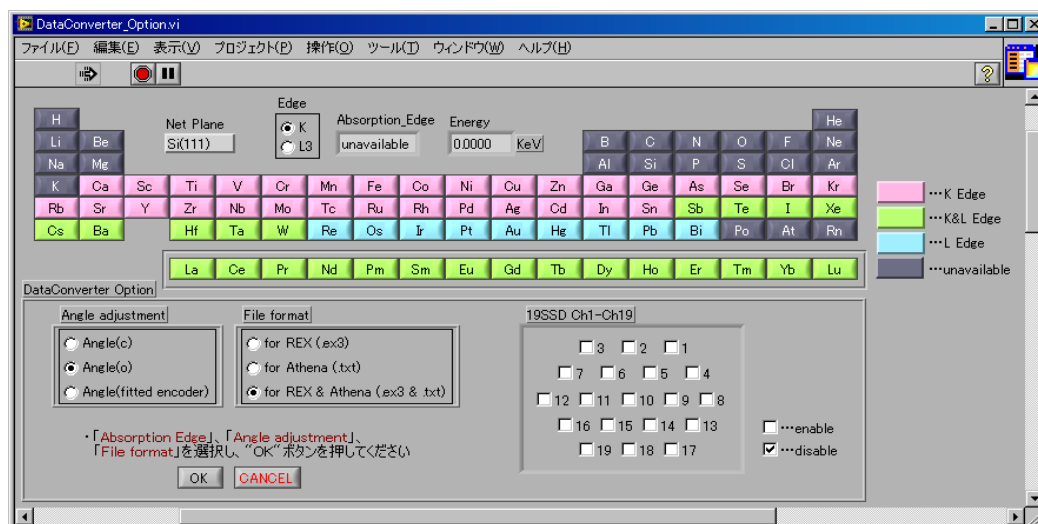
- 同じ計測条件で繰り返し測定を行う場合や時分割測定を行う場合は、**Loop** にその回数を入力する。繰り返し測定で、測定間にインターバルを設けたい場合は、**Interval** に最初の測定の開始時間から次の測定の開始時間までの時間を入力すること。1スキャンに **Interval** 時間以上の時間を要してしまった場合は、待ち時間なしに次の測定が開始される。LabView のバグで、最初のスキャンのみ **Interval** が短くなることがあるので注意すること。
- (6) Backlash 値を設定する。AUTO mode では Backlash 値が自動的に設定される。Backlash 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 Transmission に選択する。
 - (8) 自動的に Dark Current を測定したい場合は ON ボタンを押す。
 - (9) 測定データファイルのコピー先(BL14B2 解析用 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。

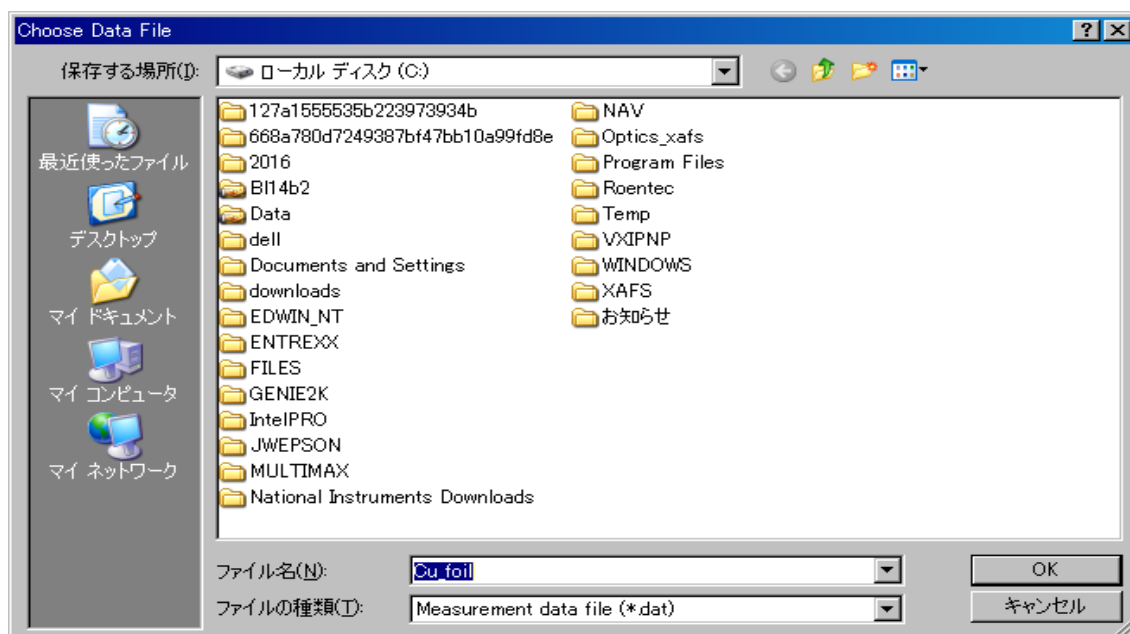
(データ自動変換を用いる場合、測定プログラム以外のソフトウェア(Excel 等)を必ず終了してください。)

[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]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)



- 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 |
|------------|-------|
| 2007.11.06 | 平山 明香 |
| 2008.02.05 | 陰地 宏 |
| 2009.05.14 | 陰地 宏 |
| 2014.02.25 | 大淵 博宣 |