

XAFS 計測手順(Lytle 検出器使用の蛍光法)

2008.10.24 大淵博宣

2009.5.12 改訂 大淵博宣

1 準備

必要な物を用意する。



- Lytle 検出器
- ケーブル(T字ソケットで2本のシグナル線を接続)
- Lytle 検出器固定用リニアステージ(実験ハッチ下流側の棚に保管)

2 計測器の準備

- ① Lytle 検出器固定用リニアステージをレールに固定する。

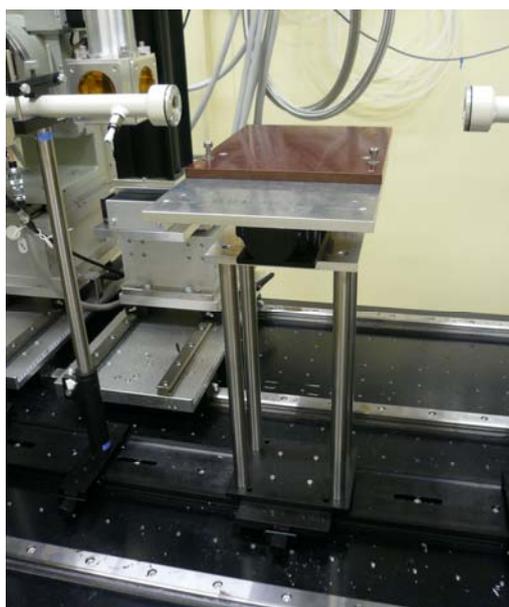


図 Lytle 検出器固定用リニアステージ

② Lytle 検出器をリニアステージに取り付ける。



図 Lytle 検出器の取り付け方

② Lytle 検出器にガス供給用のチューブ、シグナル線を接続する。

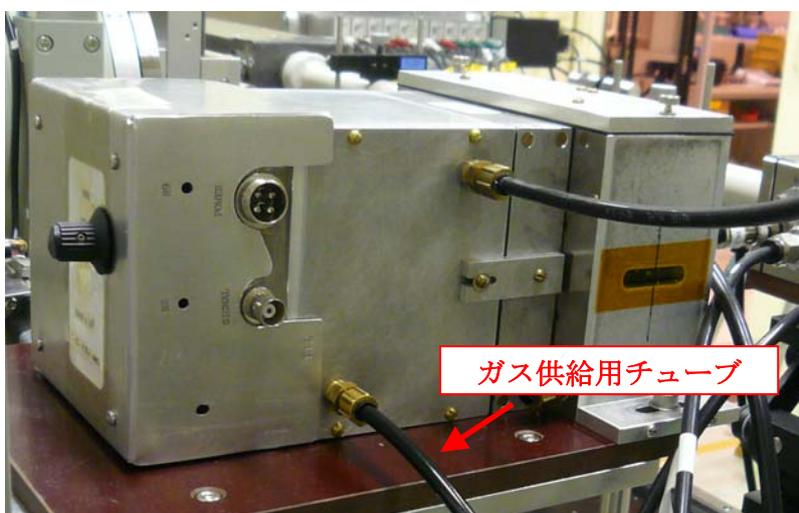


図 配線の仕方(検出器左側)

(ガス供給用チューブは I_1 イオンチャンバー用のチューブを付け替える。付け替え時はガスを止める。)

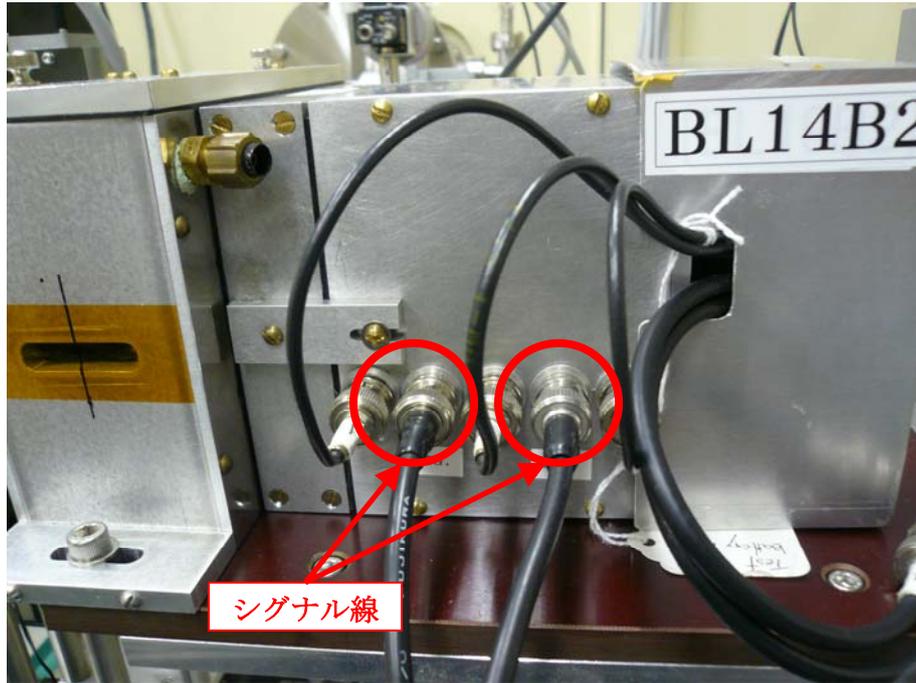


図 配線の仕方(検出器右側)

- ③ アンプ(KEITHLEY 製)にシグナル線を接続する。シグナル線を接続する前にアンプ前面の LOCAL ボタンを押して LED ランプを OFF にした後、ZERO CHECK ボタンを押して LED ランプを ON にしておくこと。



図 アンプ前面



図 アンプ後面

(シグナル線の接続はアンプ前面の LOCAL ボタンを OFF、
ZEROCHECK ボタンを ON に切り替えてから行うこと)

- ④ V-F コンバータ(ORTEC DS-VFC2)の下側の POLARITY を POS.に切り替える。

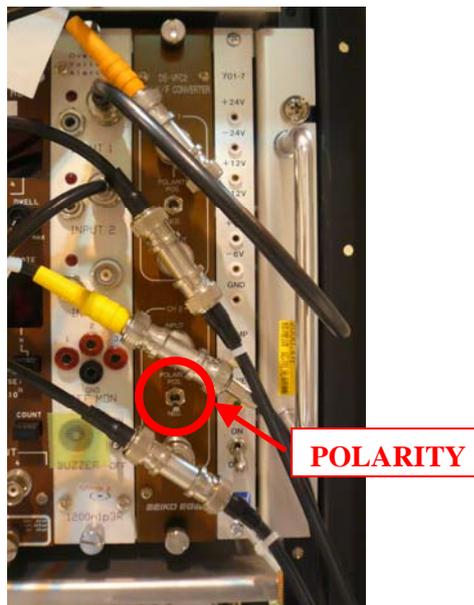


図 V-F コンバータ

3 試料の取り付け

- ① 試料取り付け位置(裏側)でリナグラフを焼く。
- ② 試料台の+の中心に当たるようにレーザー光でステージの位置を合わせた後、中点とリナグラフのビーム位置を測って、その分手動または自動で調整する。
- ③ 真空パスを設置し、盲栓と排気用チューブを接続したのち真空ポンプを起動する。
- ④ 試料ホルダーに試料を取り付け、ライトル検出器内にセットする。

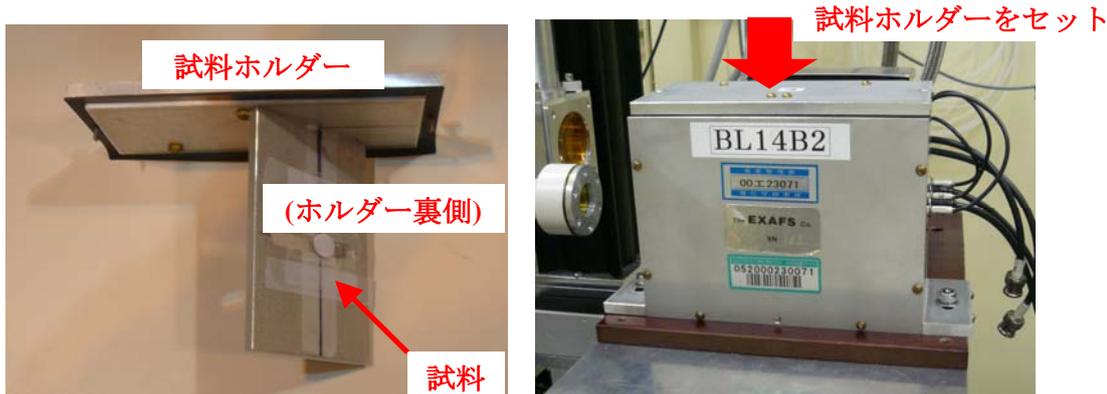


図 試料の取り付け方

- ⑤ BL14B2 Control2.vi のメニュー窓から「Gas mixture(CEY)」を選択し、起動する。イオンチャンバー用のガス(Kr 100%)を大流量(0.5L/min、Kr 50%を選択)で 30 分流し、その後小流量(5cc/min)にしておく。(Appendix「ガス混合装置使用手順」参照)



図 [Gas mixture(CEY)]起動画面

- ⑥ BL14B2 Control2.vi のメニュー窓から「Current Amp Set」を起動し、ダークカウントの調整

を行う。(ダークカウントは 500~1000cps 程度、Gain は 10 乗までがよい。)

4 測定前調整

- エンコーダーボードの初期化
PC を再起動した場合、エンコーダーボードの初期化(Initialize)を行う必要がある。
※Appendix IX エンコーダーボードの初期化とリセットを参照
- エンコーダーボードのリセット
エンコーダー表示器とエンコーダーボードの角度値が一致するように、エンコーダーボードのリセットを行う。
※Appendix IX エンコーダーボードの初期化とリセットを参照
※エネルギー較正(エンコーダー)を行う場合、Appendix VIを参照。
- BL14B2 Control2.vi のメニュー窓から「 θ Move」を選択し起動する。
- 「 θ Move」でエネルギーを I1 強度 (CEY 強度) が最大となる位置 (吸収端の後) に移動する。
※ Appendix I 「 θ Move」参照。
- 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。
- 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。
- 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。
- $\Delta \theta 1$ スキャンを行う。
 - $\Delta \theta 1$ スキャンを行う時、ピエゾモードは「PID off-output AI」になっていなければならない。
※ Appendix II 「Rocking Curve Measure」参照。
※ Appendix X 「ピエゾモードの変更」参照
- I0 と I1 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。
 - ① Appendix III 「Current Amp Set」参照。
- MOSTAB を使用する場合は、MOSTAB の調整を行う。
「 θ MOVE」で分光器のエネルギー(ブラッグ角)を測定範囲の midpoint 付近に移動してから MOSTAB 調整を行う。
 - 続けて同じエネルギー範囲で測定する場合は MOSTAB の再調整の必要はない

が、異なるエネルギー範囲の測定を行う場合、MOSTAB の再調整が必要。

※ 「 θ Move」 Appendix I を参照。

※ MOSTAB 調整 Appendix VIII を参照

- ・ 試料位置の調整

「斜入射蛍光法測定手順」の「2. サンプル位置調整」に準じて、「sample linear」と「sample theta」の位置を決める。

5 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すると、以下のパネルが開く。

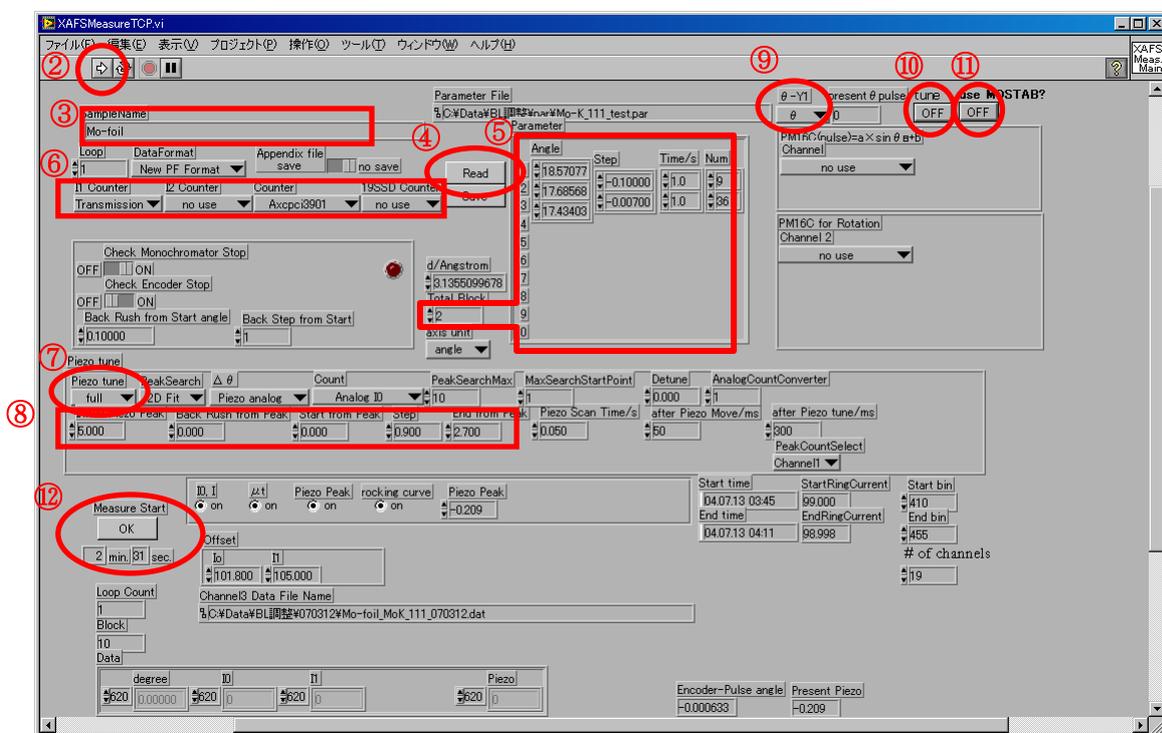


図 [XAFS MeasureTCP.vi]パネル

- (2) 実行ボタンをクリックする。
- (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) 必要があればパラメーターファイルの値を修正する。(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→Fluorescence、I2 Counter→no use、Counter→Axcpci3901、19SSD Counter→no use となっていることを確認。
- (7) Piezo tune を行わないときは piezo tune→no、piezo tune を行う場合は piezo tune→full に設定する。
- (8) Piezo tune を行う場合、Piezo tune の設定値を確認する。
 - Si(111)面の時、Initial Piezo Peak 0.0、Back Rush from Peak -2.1、Start from Peak -2.1、Step 0.7、End from Peak 2.1
 - Si(311)面の時、Initial Piezo Peak 0.0、Back Rush from Peak -0.3、Start from Peak -0.3、Step 0.1、End from Peak 0.3以上の初期値でテスト測定を行い、必要に応じて再設定する(Appendix V 参照)
- (9) θ モード、 θ -Y1 モードのいずれかを選択する。
- (10) 測定中点で $\Delta \theta$ 1 スキャンを行う場合、tune を ON にする。
- (11) MOSTAB を使用する場合、use MOSTAB? を ON にする(通常は使用しない)。
- (12) Measure Start の OK ボタンをクリックする。
- (13) 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]ダイアログが表示される。)

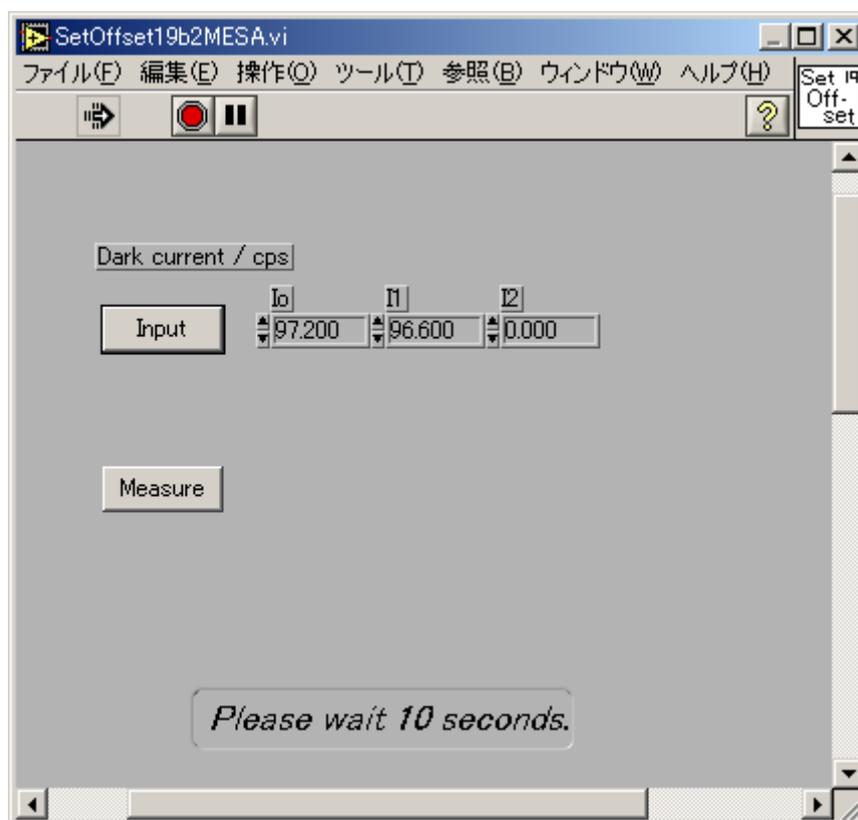


図 [SetOffset19b2MESA]ダイアログ

(14) Gain を変更した場合、[Measure]ボタンをクリックし、ダークカレントの計測をする。
([MeasureOffset14b2MESA]ダイアログが表示される。) この時、DSSが閉まっていることを確認する。開いていれば、中断してDSSを閉めてから⑧から再度始める(要確認)。

※ [Input]をクリックすると、前回のダークカレントがそのまま入力され、測定が開始される。(ゲインを変更しない場合は通常ダークカレントは一定である。)



図 [MeasureOffset19b2MESA]ダイアログ

(15) [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。

(16) 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。



(17) [OK]をクリックすると、DSSが開き、測定が始まる。

測定終了後

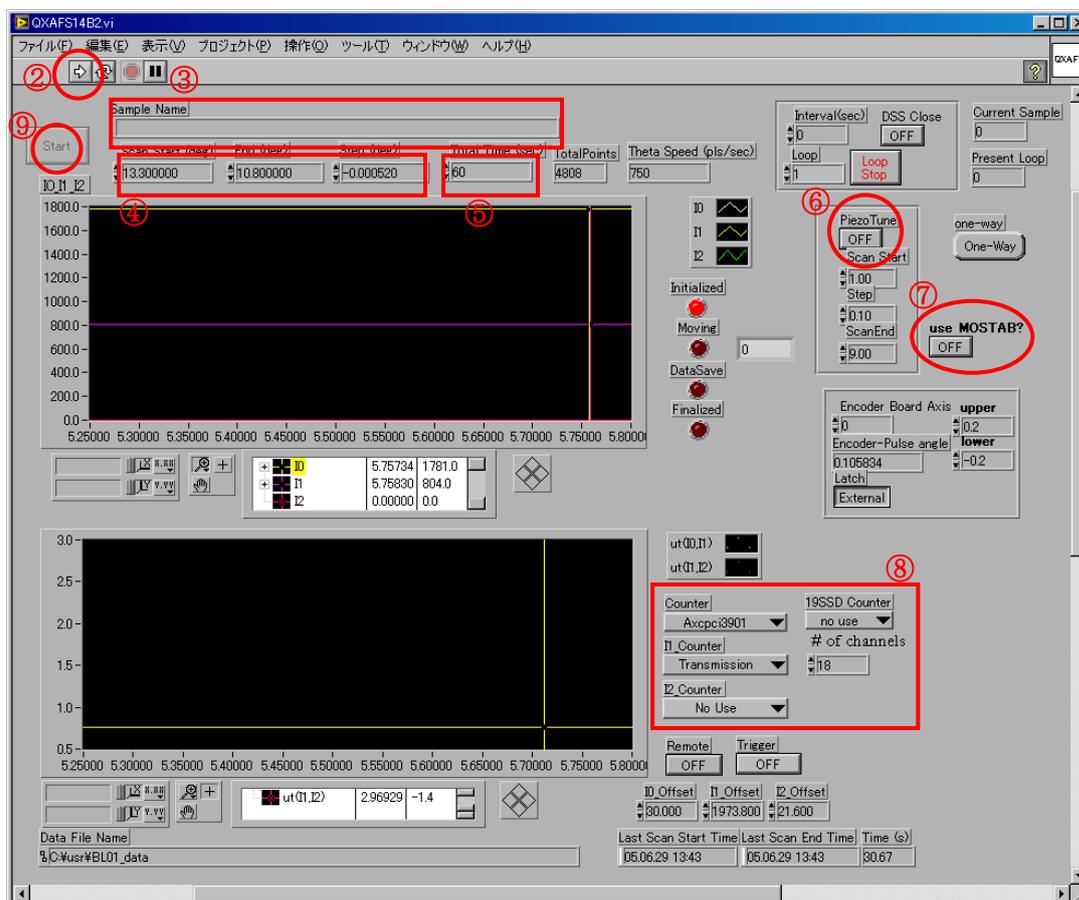
(18) 測定が終了すると、分光器の最終位置(ブラッグ角)をどこにするかを尋ねるダイアログボックスが開く。所望の値を入力後、[OK]をクリックして分光器を動かすか、[キャンセル]ボタンをクリックして分光器を動かさずに終了する。



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。

(5) Total time に1スキャンの計測時間を入力する。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。(10～20 分のため込み測定を行うを良い。)

(6) Piezo Tune を On にすると、測定開始時に分光器スキャン範囲の midpoint に分光器が移動し、Rocking curve を測定する。

(7) MOSTAB を利用するときは use MOSTAB? を ON にする(通常は使用しない)。

(8) カウンタの設定を行う。透過法による測定の場合、以下のように設定する。

- Counter Axcpci3901
- I1_counter Fluorescence
- I2_counter No Use
- SSD_counter No Use

- (9) Start button を押すと、データファイル名を聞いてくるので、入力する。
- (10) Dark Current を入力するウインドウが現れるので、Input または Measure を選択する。入力すると Piezo Tune を On にしている場合、測定の中点まで移動した後、Rocking curve を測定し、その後スキャンが始まる。

以上