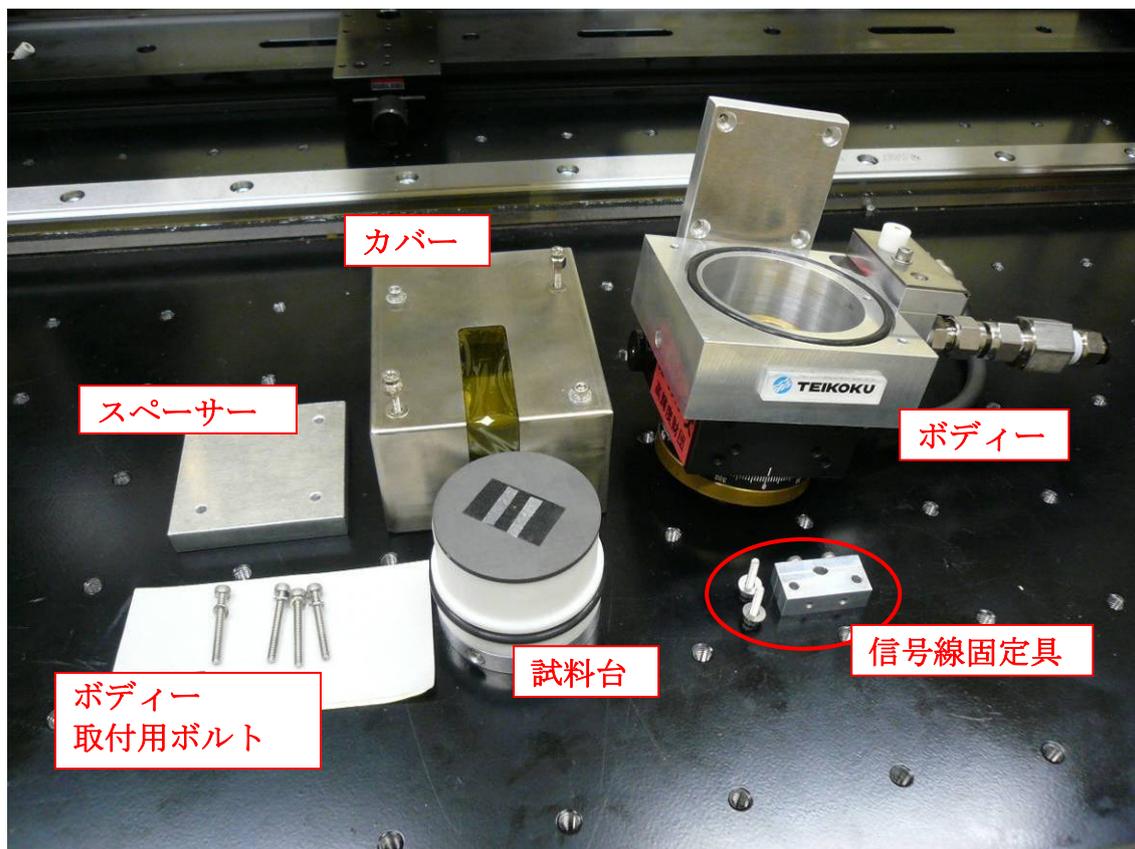


## XAFS 計測手順 (転換電子収量法)

2007.11.06 陰地 宏

2014.02.25 改訂 大淵 博宣

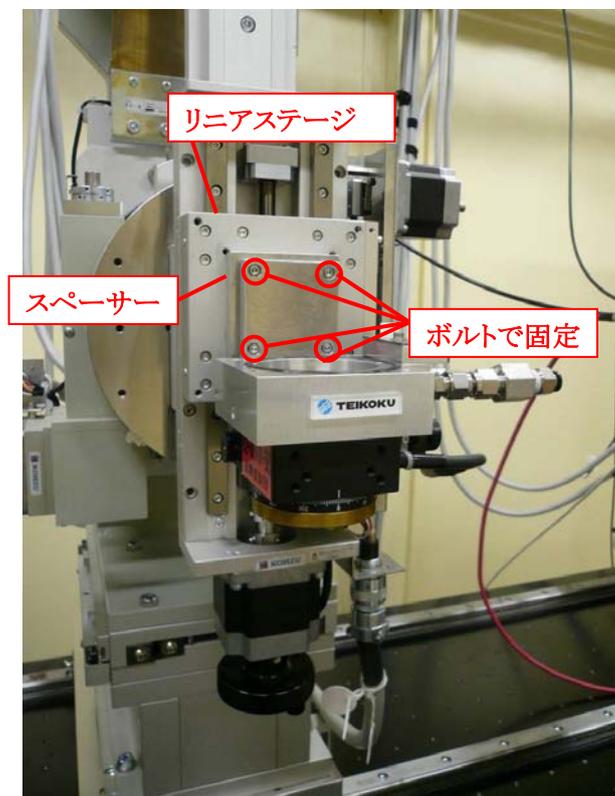
- 1 準備(通常は、ボディー、試料台、信号線が組みあがった状態になっている)  
必要なものを用意する。



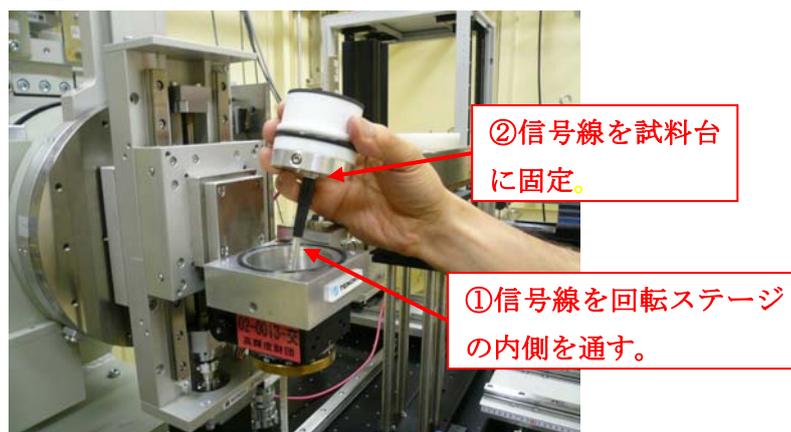
- 回転ステージ (回転ステージ、シグ用 BNC 端子、ガス導入、取付ステー付)
- 試料台
- 回転ステージ取付用ボルト+ワッシャー (4組)
- 回転ステージ取付用スペーサー
- カバー
- 信号線固定具一式

## 2 取り付け（カバーを外した状態で取り付ける）

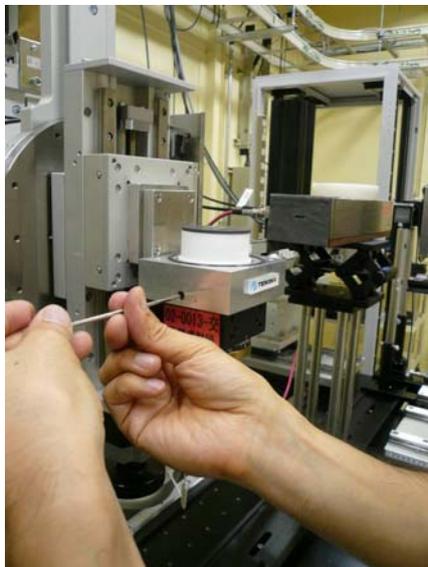
(1) ボディーを取り付け用ボルトでスペーサーを介して、リニアステージに取り付ける。



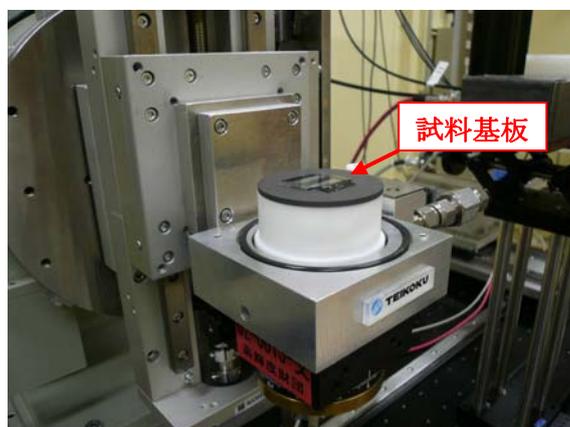
(2) 試料台に底にカレントアンプ (I1) からの信号線を接続する。このとき信号線は回転ステージの内側を通しておく。



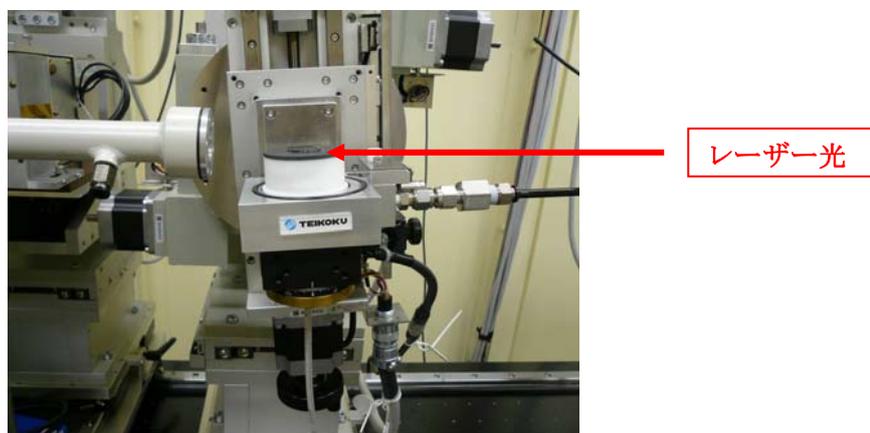
- (3) 試料台を回転ステージに固定する。試料入射角調整用の回転ステージの $\theta$ を $0^\circ$ にする。試料台の上に水準器を載せて水平になるようにリニアステージへの取り付け部分で調整する。



- (4) 試料台の上に試料を取り付ける。
- 試料表面と試料台の間に導通が取れるようにする。(写真の試料の場合、基板がガラス製なので、試料表面と試料台を導電性テープで導通を取っている。)



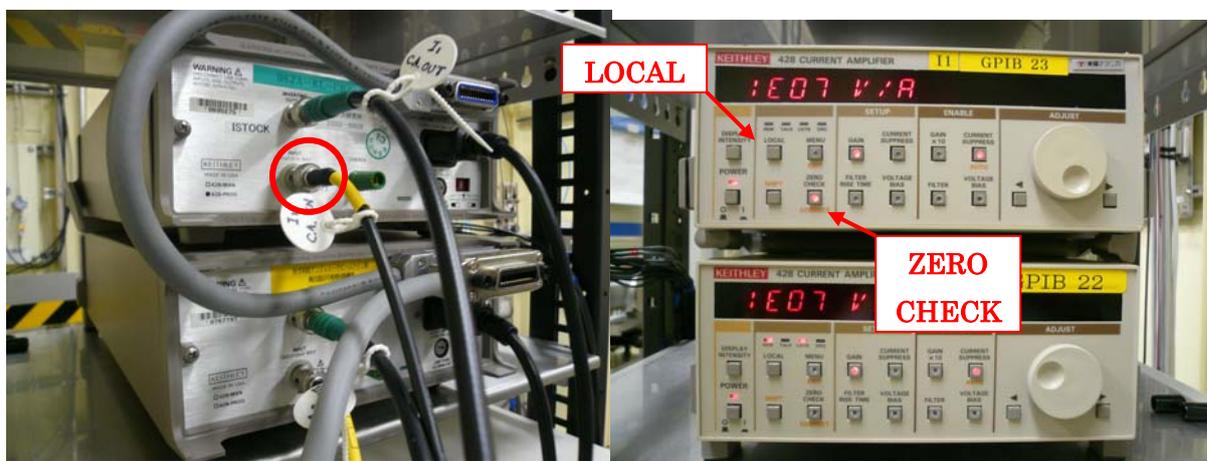
- (5) レーザーにより、おおよその位置あわせを行う。(試料表面にレーザーが当たるようにリニアステージで調整する。) 入射角( $\theta$ )を5～15°にする(通常10°にする。)



- (6) He ガス配管 (イオンチェンバーI1用の配管を繋ぎかえる)、HV ケーブルをボディに取り付ける。

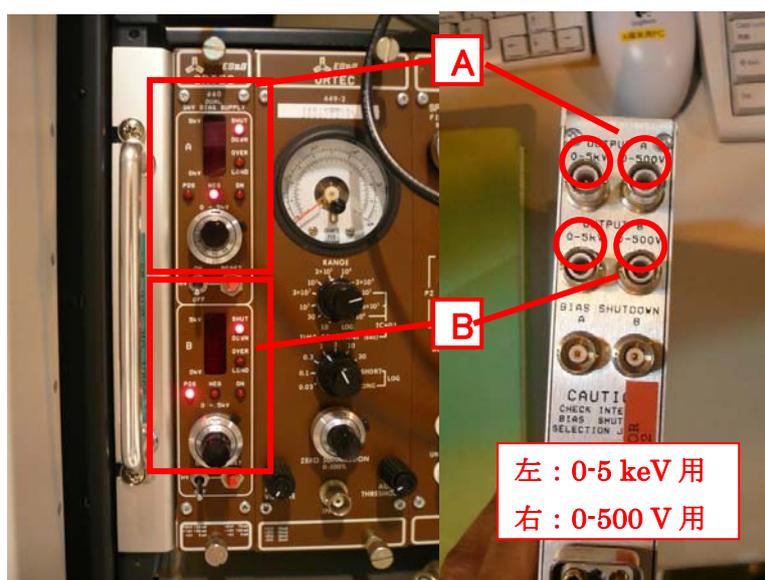


- (7) 信号ケーブルを I1 用カレントアンプ(Keithley 428)のリアパネルにある input に接続する。(通常、I1 用イオンチェンバーに繋がっているのが繋ぎかえる。) 注) 必ず、カレントアンプのフロントパネルで Local に切り替えて Zero check を押してから信号ケーブルの切り替えを行うこと。



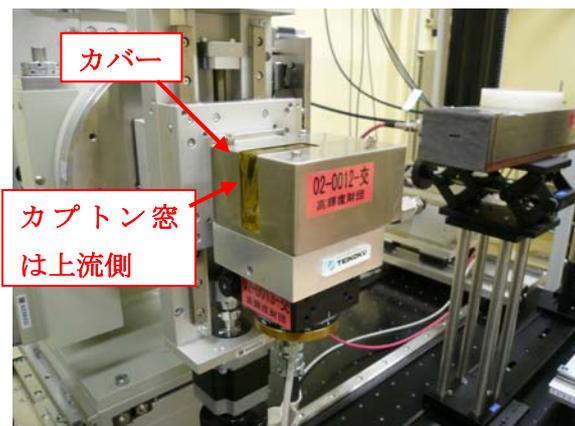
- (8) 高圧ケーブルを高圧電源 (ORTEC660) に接続の確認をする。普段、ORTEC660 の output A の極性はマイナス、output B の極性はプラスに設定している。通常 output A に接続されている。場合によっては B に付け替えて使用する。

- 印加する高圧の極性は-が良い場合と、+が良い場合がある。両方で試してみて、良いほうを選ぶ。
- ORTEC660 の高圧出力 (SHV 端子) は、0-5 keV 用 (左側) と 0-500 V 用 (右側) の 2 種類がある。500 V より高い高圧を掛ける場合、0-5 keV 用を用いること。
- 極性の設定は ORTEC660 のパネルを開けると変更することが出来る。



(9) He ガスを流す。0.3 ℓ/min.で流す。※Appendix XII 「ガス混合装置」を参照

(10) カバーを取り付ける。中を He で置換するため、カバーを少し浮かした状態で 20 秒程度保持する。このとき、O リングが溝に正しく入っているかどうか注意すること。



(11) 印加電圧の調整

- ① 高圧電源(ORTEC660)のスイッチを ON にする。
  - ② つまみが0になっていることを確認する。
  - ③ RESET を押す。
  - ④ ポテンショメータを回すことにより高圧を徐々に掛けていき、CEY カウントが飽和する(頭打ちになる)電圧を調べる。飽和電圧より少し高い電圧を設定電圧とする。通常、-500V で良い。
- 印加する高圧の極性は-が良い場合と、+が良い場合がある。両方で試してみて、良いほうを選ぶ。



### 3 測定前調整

- (1) BL14B2 Control2.vi のメニュー窓から「Current Amp Set」を選択し起動し、実行する。  
※ Appendix III 「Current Amp Set」参照。
- (2) BL14B2 Control2.vi のメニュー窓から「 $\theta$  Move」を選択し起動する。
- (3) 「 $\theta$  MOVE」で分光器のエネルギー(ブラッグ角)を測定範囲の midpoint 付近に移動する。  
※ Appendix I 「 $\theta$  Move」参照。
- (4) 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。
- (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。出力値が低い場合(目安として 0.5V 以下)は、ゲインを上げる。ただし、9 乗を上限として使用すること。  
※ Appendix III 「Current Amp Set」参照。
- (7) I0 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。
- (8) 試料位置の調整  
「sample linear scan」と「sample theta scan」を繰り返し、「sample linear」と「sample theta」の位置を決定する。  
※ 「斜入射蛍光法測定手順」の「2. サンプル位置調整」を参照

### 4 試料交換時の手順

- (1) He ガスを止める。※Appendix XII 「ガス混合装置」を参照
- (2) **必須** 電圧を落とす。※ 2-(11)印加電圧の調整を参照
- (3) **必須** I1 用カレントアンプのフロントパネルで LOCAL に切り替えて、ZERO CHECK を押す。※ 2-(7)参照
- (4) カバーを外し、試料を交換する。
- (5) 2-(9)以降を実行する。

### 5 XAFS スペクトルの測定

XAFS測定プログラムの使用方法については45°入射配置の時と同様であるので、別紙

「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）」の「4. XAFSスペクトルの測定」を参照のこと。

以上

## 改訂履歴

改訂年月日	改訂者
2007.11.06	陰地 宏
2009.05.14	本間 徹生
2014.02.25	大淵 博宣