

## XAFS 測定手順【蛍光法・19 素子半導体検出器】

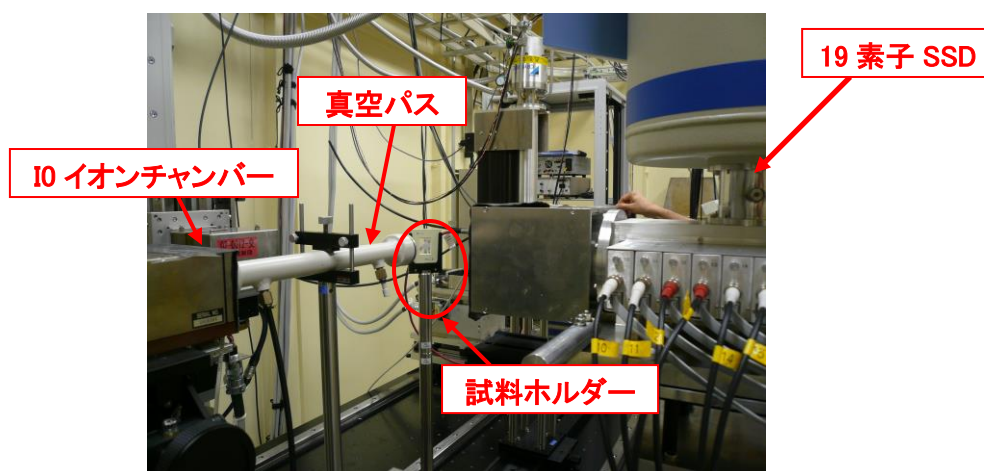
### DSP 計測系 測定手順(45°入射)

2023.09.27 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、DSP 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。

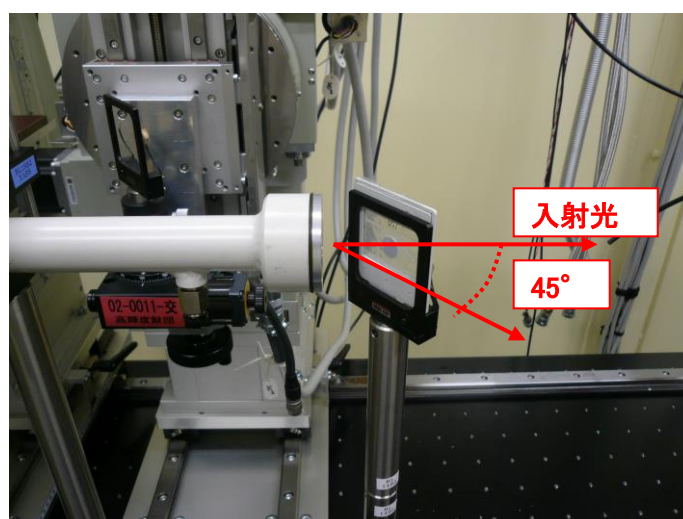
#### 1 計測器の準備

- (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。

- (3) 参照試料(金属箔など)を同時に測定する場合(クイックスキャン測定のみ対応)は参照試料ホルダーに参照試料を取付け、レーザービームで試料位置を調整する。
- (4) 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)。

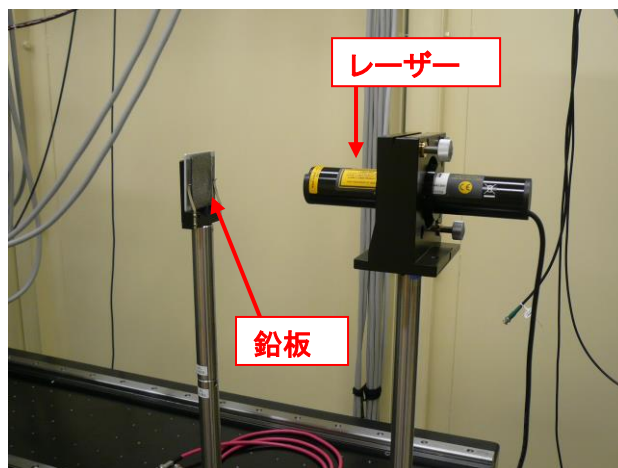


図 レーザー及び鉛板の配置

- (5) 実験ハッチから退出する。

### 3 測定前調整

- (1) BL14B2 Control2.vi のメニュー窓から「 $\theta$  Move」を選択し起動する。
- (2) 「 $\theta$  Move」でエネルギーを吸収端後に位置に移動する。  
※ Appendix I 「 $\theta$  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)下げておく。  
※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。
- (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 DAQ6510 型 データ・ロガーで、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] 又は [Auto Amp Tune]を起動させてゲインを下げる。  
※Appendix III 「Current Amp Set」、Appendix X「Auto Amp Tune」参照。

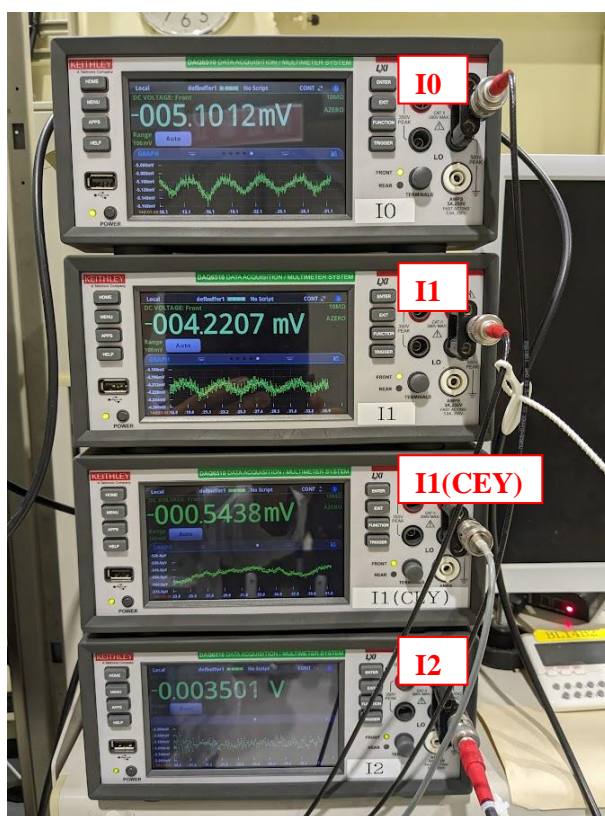


図 KEITHLEY DAQ6510 型 データ・ロガー

- (7)  $\Delta\theta 1$  スキャンを行う。(光学調整時の  $\theta$  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。

- (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」、Appendix X「Auto Amp Tune」参照。

- (9) 「DSP Tools」の「SSD 強度モニター」で SSD のカウント値をチェックする。

※ Appendix IX 「DSP Tools」参照。

- (10) ICR が  $10^5$  cps 以下 (multi-bunch 時。several bunch 時は  $6 \times 10^4$  cps 以下) であれば、ICR が  $10^5$  cps ( $6 \times 10^4$  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 ( $6 \times 10^4$  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 ( $6 \times 10^4$  cps) 以下であれば、ICR が  $10^5$  cps ( $6 \times 10^4$  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。)

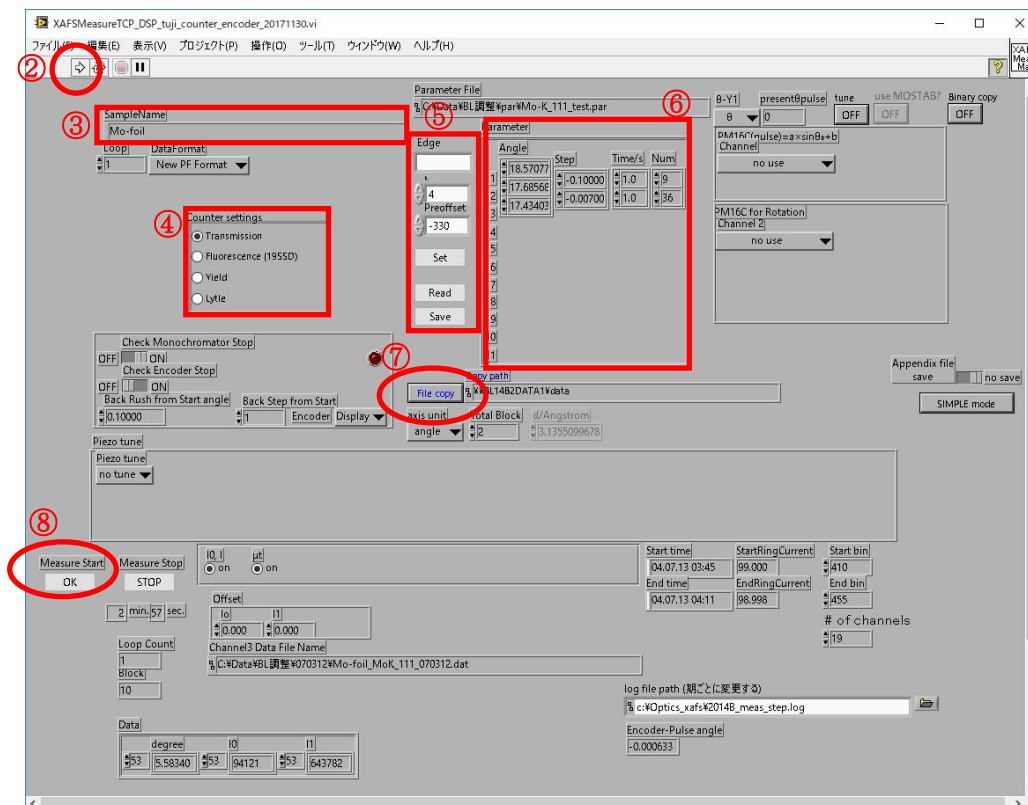



図 [XAFS MeasureTCP\_DSP.vi]画面

- (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) Counter settings は Fluorescence(19SSD)を選択する。
- (5) 測定に使うパラメーターファイルを設定する。

・Edge(測定吸収端)、K(ポストエッジ測定範囲(波数  $\text{\AA}^{-1}$  単位で設定))、preoffset(プリエッジ測定範囲(eV 単位で設定))を入力し、[Set]ボタンを押すと測定パラメーターが表示される。

・事前にパラメーターファイルを作成している場合は、[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。

※パラメーターファイルは”¥¥BL14B2control¥¥デスクトップ¥¥XASparam.exe”を用いて作成

する。

- (6) 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 Stop]の[STOP]ボタンの下に表示される。)

※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)

- (7) 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。

- (8) Measure Start の[OK]ボタンをクリックする。

- (9) [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)

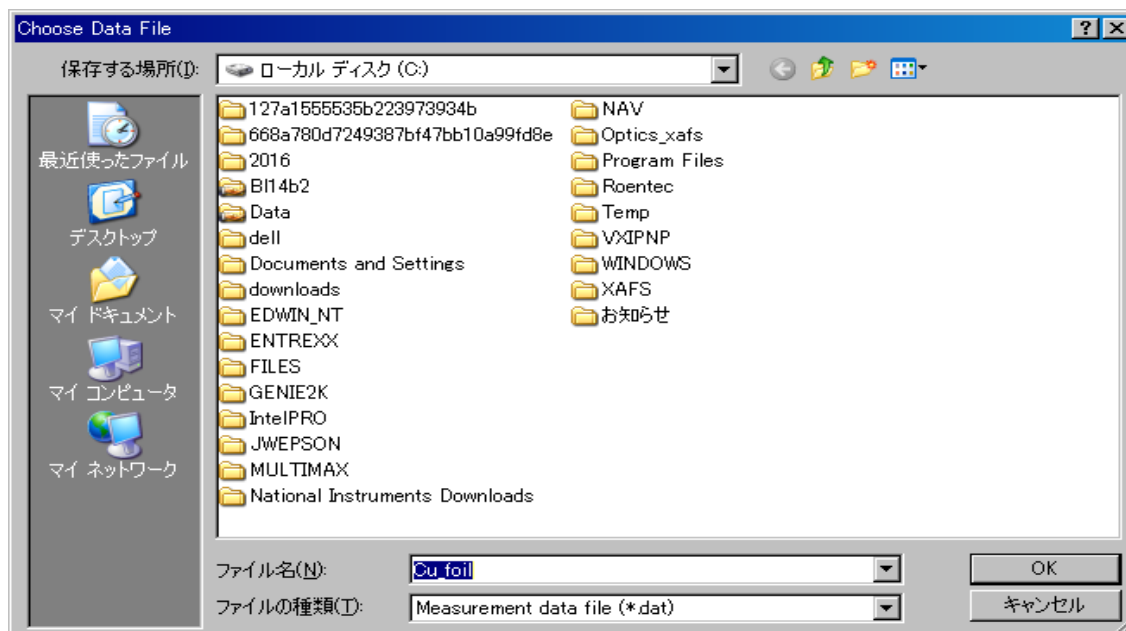


図 データファイル名入力ダイアログ

<測定終了後>

- (10) 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。

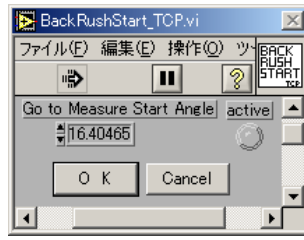



図 [BackRushStart\_TCP]ダイアログ

◆ クイックスキャンの場合

- (1) BL14B2 Control.vi のメニュー窓から「QXAFS MADOCA」を選択し、実行ボタンをクリックして起動する。(MADOCA2\_QXAFS.vi)画面が表示される。)

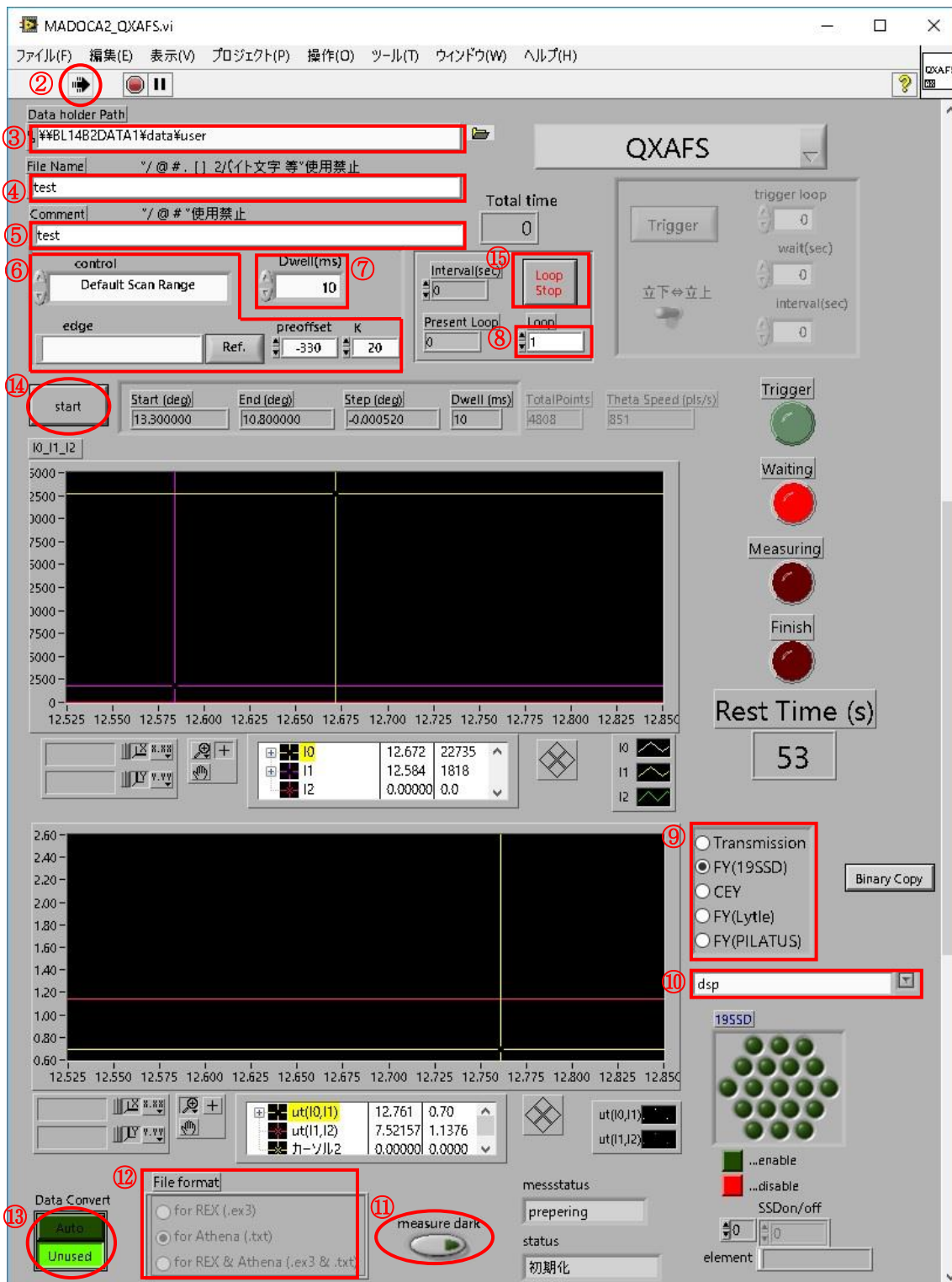



図 [MADOCA2\_QXAFS]画面

- (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) 測定データのコピー先(Data1 サーバー)を選択する。
- (4) File Name の欄にコメント文を入力する。  
※ / @ # , [ ] 2 バイト文字は使用できません。
- (5) Comment の欄にコメントを入力する。  
※ / @ # は使用できません。
- (6) Control タブでパラメーター設定方法を選択する。Default Scan Range を選択した場合、Auto-Optics プログラムで設定した edge(測定吸収端)が自動的に選択され、preoffset(プリエッジ測定範囲(eV 単位で設定))及び K(ポストエッジ測定範囲(波数Å<sup>-1</sup> 単位で設定))の値が固定値で設定される。Manual を選択すると、edge、preoffset、K が個々に設定可能となる。



図(左)Default Scan Range、(右)Manual を選択した場合

Ref.ボタンを押すと下図のような測定吸収端画面が表示される。測定したい吸収端の元素を選択すると下部の edge に測定吸収端が表示される。選択後、OK ボタンを押すと画面を閉じることができる。

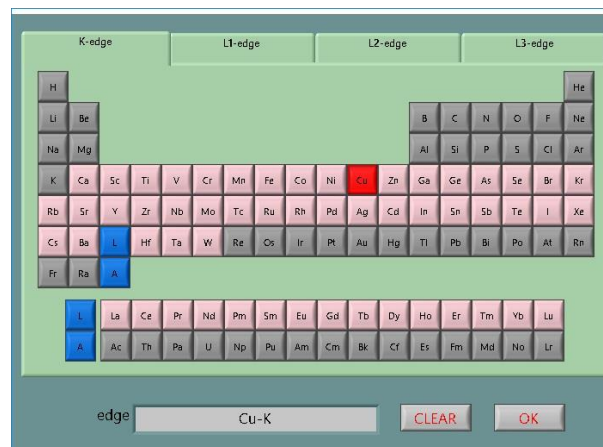


図 測定吸収端選択画面

- (7) Dwell time に1点あたりの積算時間を入力する。
  - 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 start ボタンが灰色表示となり、測定が開始出来なくなる。この場合、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  $\theta$  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。 $\theta$  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。
- (8) 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。
- (9) カウンタの設定を FY(19SSD)に選択する。
- (10) dsp を選択する。I1 カウンターの計測も同時に行う場合は dsp\_trans、参照試料も同時に測定する場合は dsp\_trans\_std を選択する。
- (11) 自動的に Dark Current を測定したい場合は ON ボタンを押す。
- (12) 測定データを自動的に変換したい形式を選択する。
- 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、
- (13) 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。)

(14) [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 File Name で入力されたファイル名に拡張子 **dat** がついたものがデータファイル名となる。

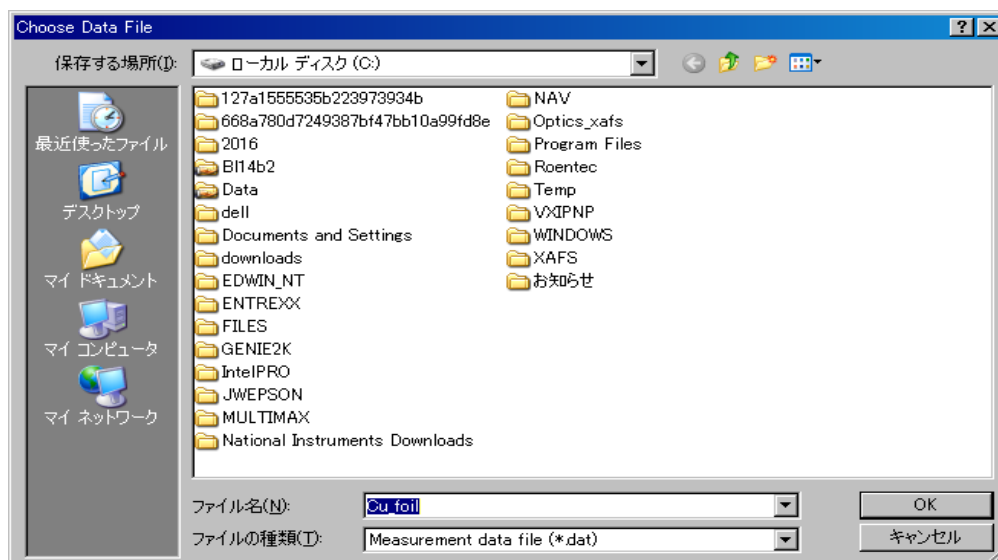


図 データファイル名入力ダイアログ

(15) Dark Current を入力するウインドウが現れる。(12)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、I1、I2、dsp データ、下のグラフは dsp/I0、I1/I0、I2/I1 である(I2 及び I2/I1 は(10)で dsp\_trans\_std を選択した場合のみ表示)。

(16) 測定を途中で中断したい場合は、[Loop stop]ボタンを押すとそのスキャンで測定が中断する。

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
2018.03.29	大淵 博宣
2023.09.27	大淵 博宣