

XAFS実験の基礎

KEK 高エネルギー加速器研究機構 

物質構造科学研究所

放射光科学研究施設(Photon Factory) 

物質化学G 助教 仁谷浩明



OUT LINE

- **測定の前に…理論のおさらい**
- XAFS測定の手順（透過法）
 - 試料の準備
 - ビームラインの準備
 - スペクトルの測定
 - データの処理
- よりよいデータ取得のために（測定の注意点）
- 高度な測定法（蛍光法、電子収量法）

- PFで利用できるXAFSステーション

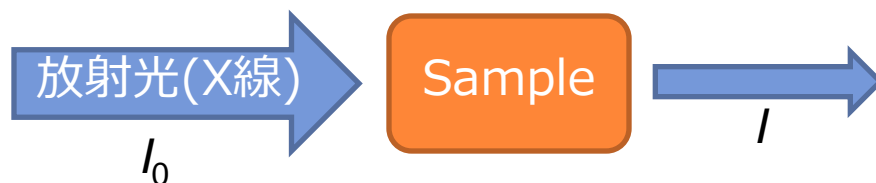
- 実際の測定手順（明日の実習内容）

測定の前に…理論のおさらい

○ XAFSとは

X-ray **Absorption** Fine Structure (X線**吸収**微細構造)

→ 測定するのは物質の吸光度



$$I = I_0 \exp(-\mu t)$$

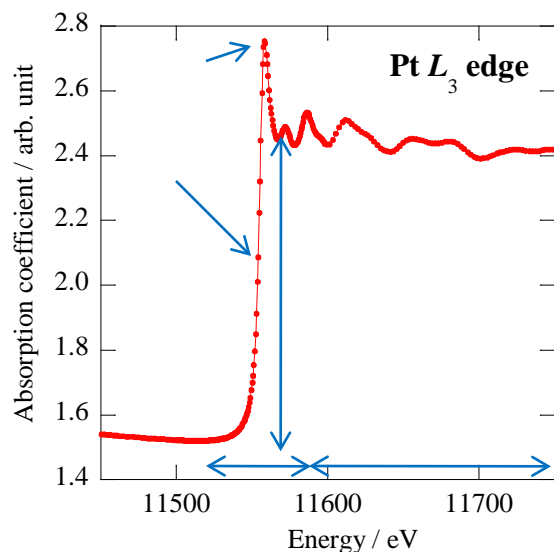
I_0 : 入射X線強度

I : 透過X線強度

t : 試料厚さ

μ : 線吸収係数

○ 入射X線のエネルギーを変えて測定すると



→ X線吸収スペクトルが得られる

- 吸収端 (edge)
K吸収端、 $L_{3,2,1}$ 吸収端、...
- XANES
- EXAFS
- エッジジャンプ (edge jump)
- ホワイトライン (white line)



OUT LINE

- 測定の前に…理論のおさらい
- **XAFS測定の手順（透過法）**
 - **試料の準備**
 - ビームラインの準備
 - スペクトルの測定
 - データの処理
- よりよいデータ取得のために（測定の注意点）
- 高度な測定法（蛍光法、電子収量法）

- PFで利用できるXAFSステーション

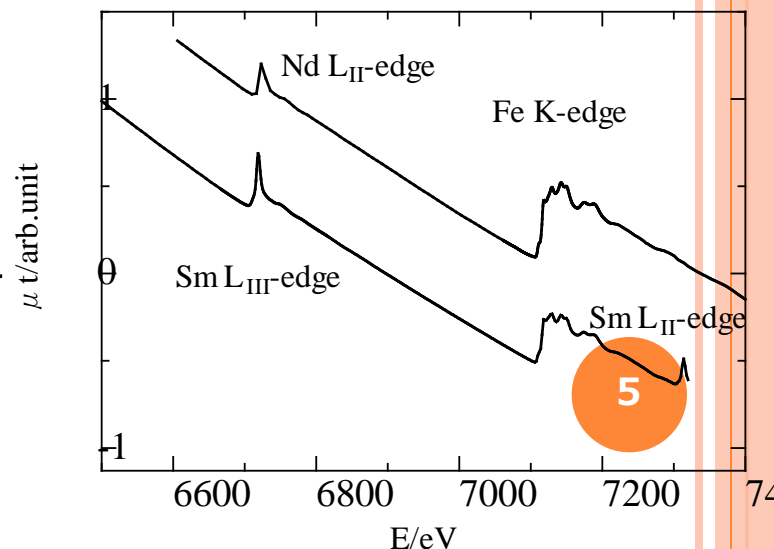
- 実際の測定手順（明日の実習内容）

XAFS測定の手順(透過法) - 試料の準備① -

- 透過法で測定可能な試料であるか？
 - XAFSの特徴①…X線が透過可能ならば試料の状態を選ばない
固体・ナノ粒子・溶液・ガス → 測定可能
 - XAFSの特徴②…試料中に複数の元素が存在してもよい
目的原子の内殻電子のみを励起する → 元素選択性

- 透過法の限界(測定不可能な試料)

- (目的元素が)低濃度な試料
- 吸収端がかぶる元素が共存する試料
- 試料の表面のみの情報が知りたい
→ 測定法を工夫すれば可能



XAFS測定の手順(透過法) - 試料の準備② -

○ 最適な試料の厚さ(量)はいくらか？

※詳細は「XAFS実験ステーションの手引き(KEK Internal2001-5)」

<http://pfwww.kek.jp/nomura/pfxafs/references/handbook.html>

- X線の吸収： $I / I_0 = \exp(-\mu t) = \exp(-\mu_M \rho t)$
 μ_M ：質量吸収係数(cm^2/g)
 ρ ：試料の密度(g/cm^3)

- 質量吸収係数：表になっている文献値を探す
or Victoreenの式から求める
 $\mu_M = C\lambda^3 - D\lambda^4$
 λ ：X線の波長
“International Tables for X-ray Crystallography, Vol.3”

○ 計算方法

- 吸収端の前後で試料全体の質量吸収係数を算出する
- エッジジャンプが1となるような試料厚さを決める
- 吸収端後の μt が4を超えていないかを確認する

→超えていれば吸収端後の μt が4になるように計算し直す

XAFS測定の手順(透過法) - 試料の準備③ -

- 実際の計算例：0.1 mol/l Cu²⁺水溶液でCuのK端(8980 eV)を測定する

- Victoreen式の係数は

元素	C ₁	D ₁	C ₂	D ₂
Cu	176	48.3	15.6	0.779
H	0.0127	0.466x10 ⁻⁵		
O	3.18	0.0654		

- 質量吸収係数は(重量分率で足しあわせる)

吸収端の前では： $\mu t = 7.42t \text{ cm}^{-1}$

吸収端の後では： $\mu t = 9.00t \text{ cm}^{-1}$ ※ $\rho = 1 \text{ g/cm}^3$ とした

- エッジジャンプを1にするには

$9.00t - 7.42t = 1$ より $t = 0.63 \text{ cm}$

このとき 吸収端の前では： $\mu t = 4.67 \text{ cm}^{-1}$

吸収端の後では： $\mu t = 5.67 \text{ cm}^{-1}$ となり、 μt が4を超えている → NG

- 吸収端後の吸収を4にするには

$\mu t = 9.00t = 4$ より $t = 0.44 \text{ cm}$ このときエッジジャンプは0.70となる

→この程度であれば測定可能

- 0.01 mol/l では？

- エッジジャンプ1では厚さ6.25 cm, 最大 μt が45.3となってしまう → NG

- 最大吸収を4とすると厚さ0.54 cm, エッジジャンプが0.10となる → かなり厳しい

XAFS測定の手順(透過法) - 試料の準備④ -

○ 簡単な計算方法

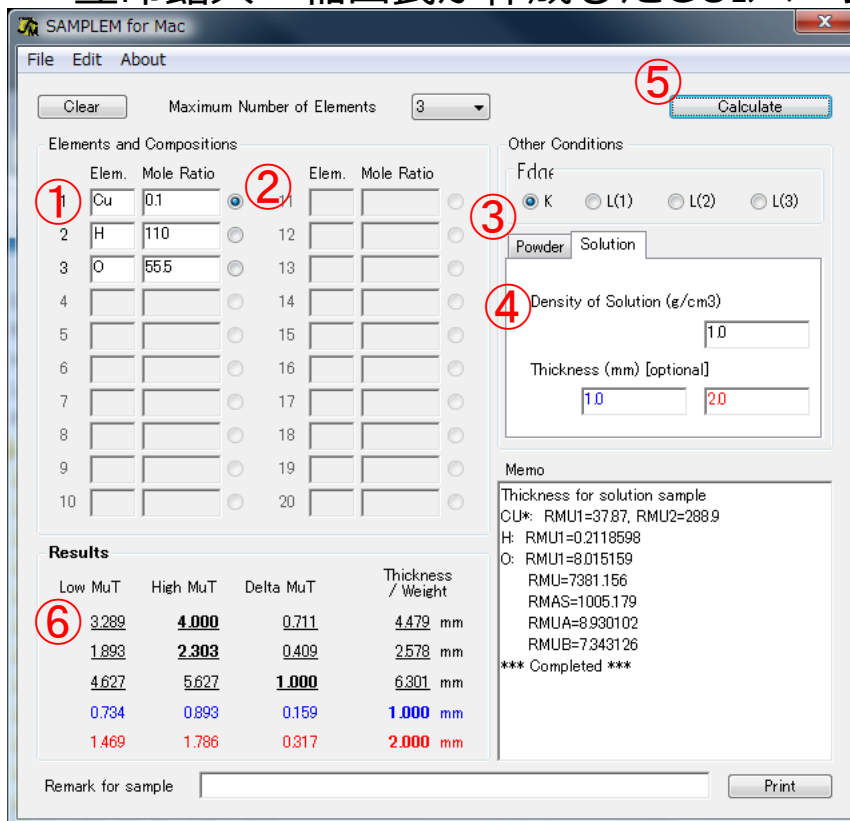
- 試料厚さ計算ソフトウェアを利用する

PFではSAMPLEMというソフトウェアを公開しています

立命館大・稲田氏が作成したGUIバージョンのSAMPLEM4Mもあります

http://pfwww.kek.jp/inada/software_j.html

※sitファイルの展開はこのソフトでできます
<http://www.vector.co.jp/download/file/win95/util/fh192222.html>



Elements and Compositions		Other Conditions	
Elem.	Mole Ratio	Elem.	Mole Ratio
1 Cu	0.1		
2 H	110		
3 O	55.5		
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			

Low MuT	High MuT	Delta MuT	Thickness / Weight
3.289	4.000	0.711	4.479 mm
1.893	2.303	0.409	2.578 mm
4.627	5.627	1.000	6.301 mm
0.734	0.893	0.159	1.000 mm
1.469	1.786	0.317	2.000 mm

① 試料中の組成をモル比で入力

② 測定したい元素を選択

③ 粉体か溶液かを選択

④ 粉体の場合はペレットの直径
 溶液の場合は密度を入力

⑤ Calculateボタンを押す

⑥ 結果が表示される

- そのほかにはSPring-8で公開されている「XAFS試料調製ガイドプログラム」も利用可能 <http://support.spring8.or.jp/xafs.html>



XAFS測定の手順(透過法) - 試料の準備⑤ -

- 試料の形状
 - 粉体の場合
 - 計算で得られた分量をペレットに整形
 - 量が少ない場合はBN（窒化ホウ素）を混合して整形する
 - 少量の場合はスコッチテープにハケで塗る方法もある
この場合は複数枚を重ねて試料の均一化を図る
 - できるだけ細かく砕くことが重要
 - 溶液の場合
 - 計算で得られた光路長となるようにセルを作成する
 - セルはアクリル等で作成しX線が透過する部分に穴を開けカプトンを貼ると良い
 - 薄膜の場合
 - 基板上に成膜されている場合、X線が透過するか検討する必要あり
 - サブミクロンの厚さであれば複数枚を重ねて測定する
 - バルク（塊）の場合
 - 薄く切り出す(およそ数～数十ミクロン)ことができればカットする
- 透過法では試料形状の制限により測定できないものがある
→ 他の測定手法を検討



OUT LINE

- 測定の前に…理論のおさらい
- **XAFS測定の手順（透過法）**
 - 試料の準備
 - **ビームラインの準備**
 - スペクトルの測定
 - データの処理
- よりよいデータ取得のために（測定の注意点）
- 高度な測定法（蛍光法、電子収量法）

- PFで利用できるXAFSステーション

- 実際の測定手順（明日の実習内容）



XAFS測定の手順(透過法) - ビームラインの準備①

- 通常、ビームラインは施設スタッフの調整により、公表されているスペックが出るように維持されている
- ビームラインのシャッターを開けば実験ハッチ内に放射光が導かれるが、測定を行うエネルギーによって**若干の調整**が必要である
- ユーザーが操作する機器（透過法の場合）
 - 分光器（モノクロメータ）
 - 高次光除去ミラー（必要なときのみ）
 - X線検出用電離箱（イオンチャンバー）
 - 実験ハッチ内定盤とスリット（軸あわせ）
 - 電流アンプ
 - データ測定用PC

ソフトウェアのマニュアルは各ステーションの冊子もしくは
PFXAFS <http://pfwww.kek.jp/nomura/pfxafs/> を参照



XAFS測定の手順(透過法) - ビームラインの準備②

- X線検出用電離箱（イオンチャンバー）の設定
 - 電離箱はガスで満たされており、入射したX線により電離した電子とイオンを高電圧を印加した2枚の電極を用いて検出する
 - 電圧は通常1500～2000V程度でハッチ内にある電池ボックスからとる
 - 電離箱に使用するガスは使用するX線のエネルギーによって異なる
 - 資料を参照し、 I_0 用電離箱で10～20%、I用電離箱で90%程度の吸収となるようにする
 - 通常、 I_0 用は17cmのS型（電極長14cm）
I用は31cmのL型（電極長28cm）が設置されている
 - ガスには不活性ガス(He, N₂, Ar, Kr)を用い、酸素が混入してはいけない
- 例：CuのK吸収端（8980 eV）測定の場合、
 - I_0 用にはN₂(100%)、I用にはN₂(50%)+Ar(50%)が妥当
※混合ガスの種類には限りがある



XAFS測定の手順(透過法) - ビームラインの準備③

- 入射X線の最適化 (I_0 強度を最大にする)
 - モノクロメータを操作して測定しようとするエネルギー付近にあわせる
 - ピエゾ素子を操作して2結晶の平行度を最適化する
 - I_0 前スリットのサイズを合わせる
(標準 BL9A,9C,12C:1x1 mm, NW10A:2x1 mm, BL7C:5x1 mm)
 - ハッチ内ステージの高さを調節して最適化を行う
 - I_0 前スリットのX軸を操作して最適化を行う
 - ピエゾ素子・ステージ高さ・スリットX軸を再度調整し、それぞれの値が収束するまで2～3度繰り返す
- 高調波除去ミラーの挿入
 - エネルギーによっては高調波除去ミラーを挿入して高調波をカットする必要がある
 - Si(111), Si(311)では3倍波に注意する
 - 初めてのミラー操作はスタッフに確認してから
 - ミラーを用いない場合はDetuneで対処する



OUT LINE

- 測定の前に…理論のおさらい
- **XAFS測定の手順（透過法）**
 - 試料の準備
 - ビームラインの準備
 - **スペクトルの測定**
 - データの処理
- よりよいデータ取得のために（測定の注意点）
- 高度な測定法（蛍光法、電子収量法）

- PFで利用できるXAFSステーション

- 実際の測定手順（明日の実習内容）



XAFS測定の手順(透過法) - スペクトルの測定 -

○ 測定プログラムの立ち上げ



- 現行バージョンはPFXAFS V3.0.0
- 測定に入る前にシャッターを開けてみてシグナルがオーバーフローしているようであれば電流アンプのゲインを下げる
- 逆に弱ければゲインを上げる

○ エネルギーキャリブレーション

- 通常は標準物質のXANES測定を行い、得られたスペクトルから吸収端のエネルギーを決定し、エンコーダをリセットする
- ユーザーによって吸収端エネルギーの基準が異なるため、エンコーダの読み値は毎回変更されている
- ビームラインに用意してある金属フォイル、もしくは毎回同じ標準試料を持ち込んで基準としないと過去のデータとの整合性がなくなる

○ 本番スペクトルの測定

- 電離箱はX線が入射しなくてもある程度のシグナルを出すので、あらかじめアンプのオフセットを測定する必要がある
- 測定はソフトウェアの指示に従えば問題なく完了するはずである



OUT LINE

- 測定の前に…理論のおさらい
- **XAFS測定の手順（透過法）**
 - 試料の準備
 - ビームラインの準備
 - スペクトルの測定
 - **データの処理**
- よりよいデータ取得のために（測定の注意点）
- 高度な測定法（蛍光法、電子収量法）

- PFで利用できるXAFSステーション

- 実際の測定手順（明日の実習内容）

XAFS測定の手順(透過法) - データの処理① -

○ データフォーマット

- 9809フォーマット…PF・SPring-8での標準フォーマット

```
ptfoil.std - メモ帳
ファイル(F) 編集(E) 書式(O) 表示(V) ヘルプ(H)
9809      KEK-PF  BL12C
ptfoil.std  07.10.13 10:35 - 07.10.13 11:03
ptfoil
Ring :      2.5 GeV  430.7 mA - 429.2 mA
Mono :      Si(111)      D= 3.13551 A  Initial angle= 9.90030 deg
BL12C      Transmission( 2)  Repetition= 1  Points= 625
Param file : pt13.par      angle axis (1)  Block = 5

Block      Init-ang  Final-ang  Step/deg      Time/s      Num
  1         10.12300  9.89980  -1.800000E-3  1.00        124
  2         9.89980  9.81430  -5.000000E-4  1.00        171
  3         9.81430  9.64690  -1.800000E-3  2.00         93
  4         9.64690  9.56410  -1.800000E-3  2.00         46
  5         9.56410  8.95610  -3.200000E-3  2.00        191

Ortec(-1)  NDCH = 3
Angle(c)   Angle(o)   time/s      2          3
Mode       0          0          1          2
Offset     0          0          834.500   2483.600
① 10.12300 ② 10.12300 ③ 1.00     ④ 497177 ⑤ 97527
10.12120 10.12120 1.00     495547 97299
10.11940 10.11930 1.00     496635 97603
10.11760 10.11770 1.00     495649 97496
10.11500 10.11500 1.00     495217 97524
```

測定場所・日時→

蓄積リング運転状況→
モノクロメータの結晶→

測定パラメータ→

- ① Calc. Angle
- ② Obs. Angle
- ③ 1点あたりの測定時間
- ④ I_0 電離箱の強度
- ⑤ I電離箱の強度



XAFS測定の手順(透過法) - データの処理② -

○ XAFSデータ処理ソフトウェア

- よく利用されるソフトウェア

- Athena & Artemis [IFEFFITパッケージ] (Win/Mac/UNIX、フリー)

<http://cars9.uchicago.edu/ifeffit/Downloads>

XAFSのデータ処理(XANES、EXAFS解析)は、ほぼこれだけで行える

→Spring-8産業利用推進室の講習会テキストが役に立つ

http://support.spring8.or.jp/Doc_lecture/Text_090127.html

- REX2000 (Win、有料)

リガクが開発しているソフトウェア

PFの共用PCにはインストールしてある

○ 詳細なXANES解析を行いたい人向け

- FEFF [Version 8, 9] (Win/Mac/UNIX、有料)

<http://leonardo.phys.washington.edu/feff/>

XAFS理論計算プログラム

Version6はフリーでIFEFFITパッケージに含まれている

(EXAFS解析はVersion6で十分)

日本語ドキュメント <http://msmd.ims.ac.jp/jxs/feff82j.pdf>



OUT LINE

- 測定の前に…理論のおさらい
- XAFS測定の手順（透過法）
 - 試料の準備
 - ビームラインの準備
 - スペクトルの測定
 - データの処理
- **よりよいデータ取得のために（測定の注意点）**
- 高度な測定法（蛍光法、電子収量法）

- PFで利用できるXAFSステーション

- 実際の測定手順（明日の実習内容）

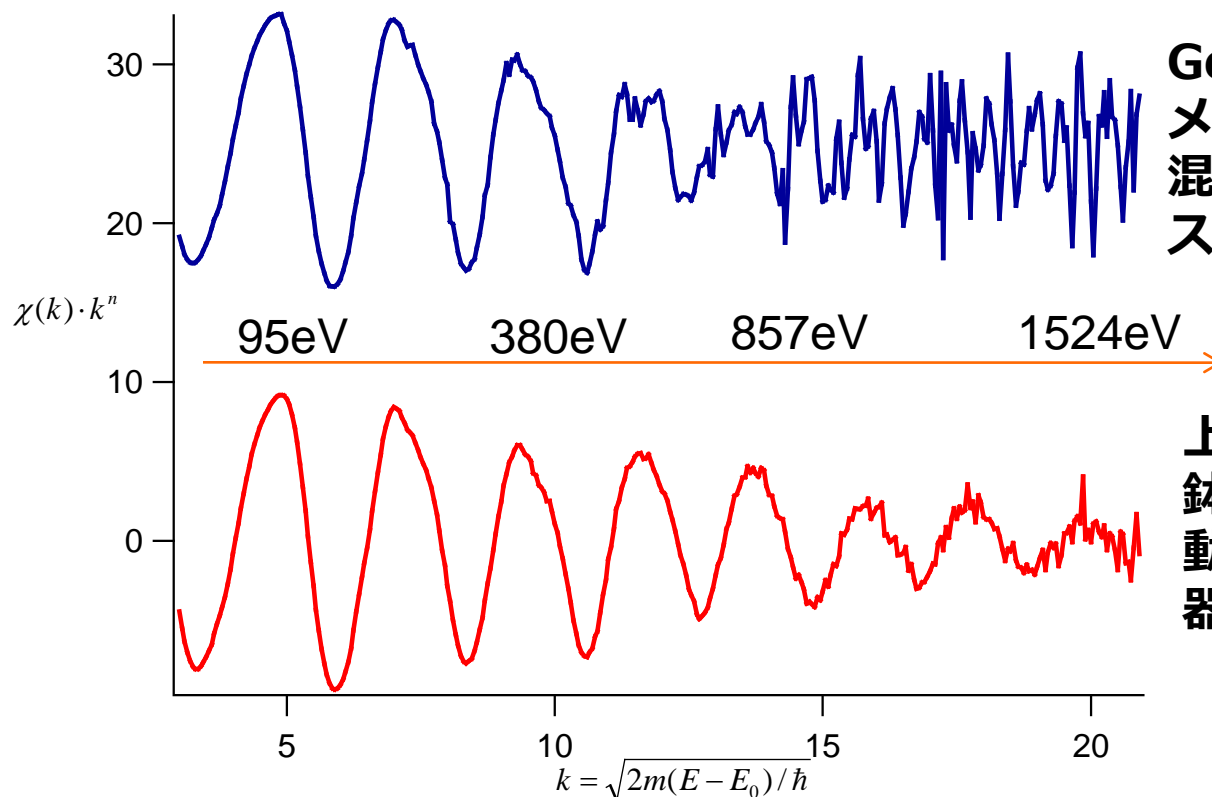
よりよいデータ取得のために①

○ 試料の均一さの重要性

- 試料に厚さむらがあると

透過X線強度が薄い部分を透過したX線に支配される

→正しいXAFSスペクトルが得られない



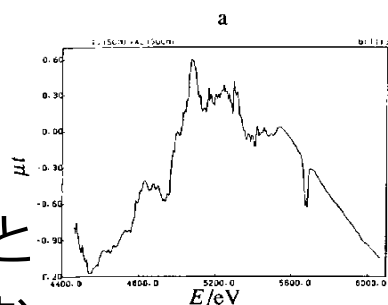
GeサンプルとBNを混ぜ、
メノウ乳鉢ですり潰し、
混合した後、油圧式プレス
で成型した試料

上記の試料をメノウ乳
鉢で20分すり潰し、手
動加圧のペレット成型
器でディスク成型

よりよいデータ取得のために②

○ 高次光の影響

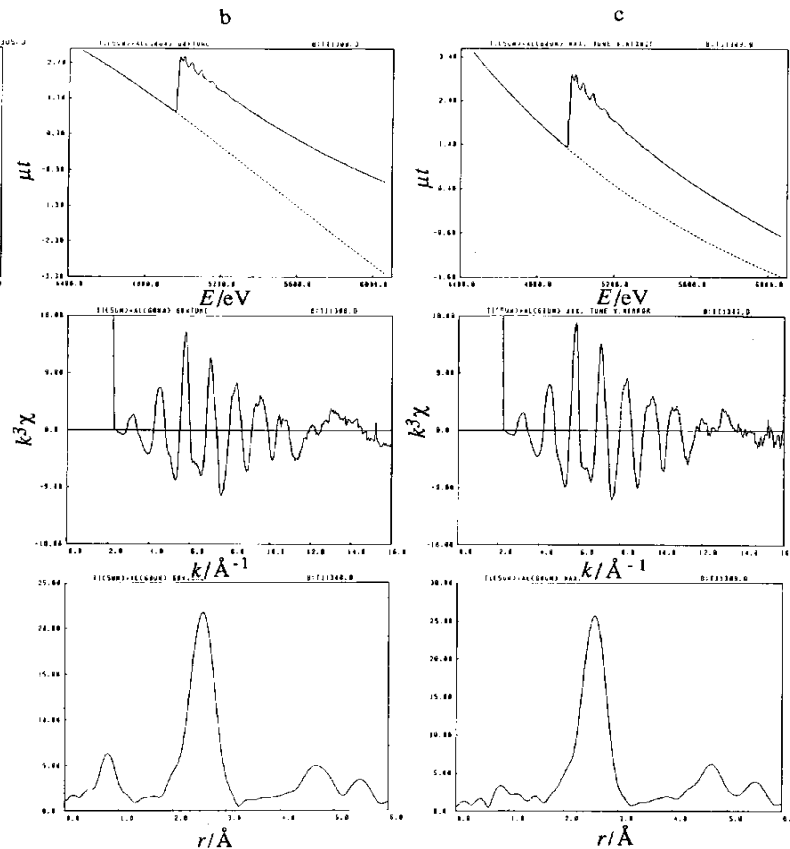
電離箱に入射する
高次光割合が増加すると
スペクトルが大きく歪む



Ti-K 5 keV
3rd → 15 keV

○ 高次光の影響を抑えるには

- 最適な電離箱ガスの選択
- デチューンによる方法
 - モノクロメータの2結晶の平行性を
ずらす~60%
- 高次光除去ミラーによる方法
 - ミラーによるX線の反射率の
エネルギー依存性を利用する



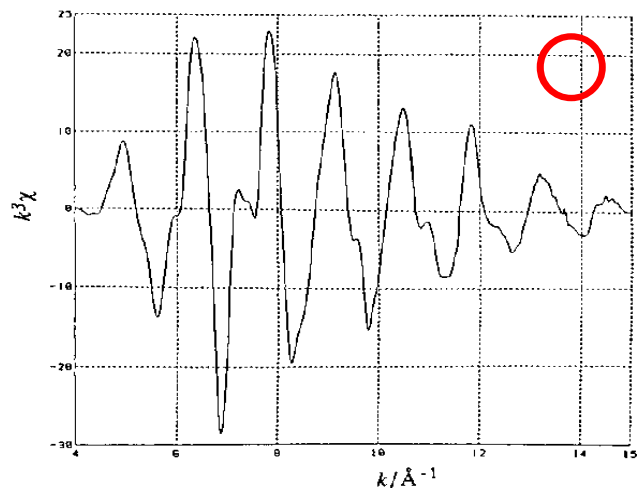
b.1.1 種々の条件下でのTi箔のXAFSスペクトル

- a : Ti(5 μm) + Al(30 μm) 最大tune、ミラーなし
- b : Ti(5 μm) + Al(60 μm) 60% tune、ミラーなし
- c : Ti(5 μm) + Al(60 μm) 最大tune、ミラーあり

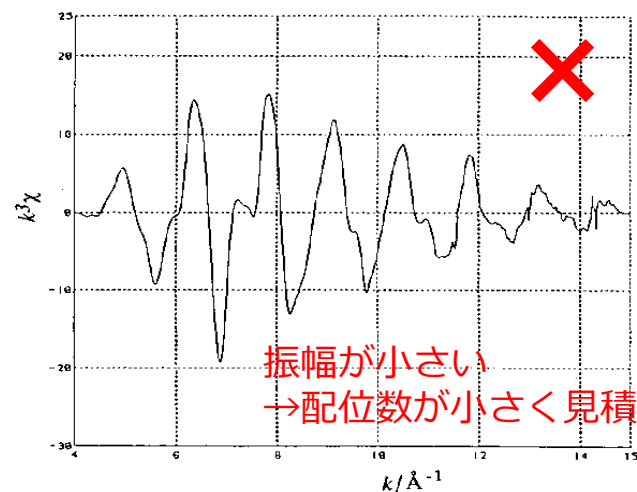
よりよいデータ取得のために③

○ 失敗例 1

不均一な試料



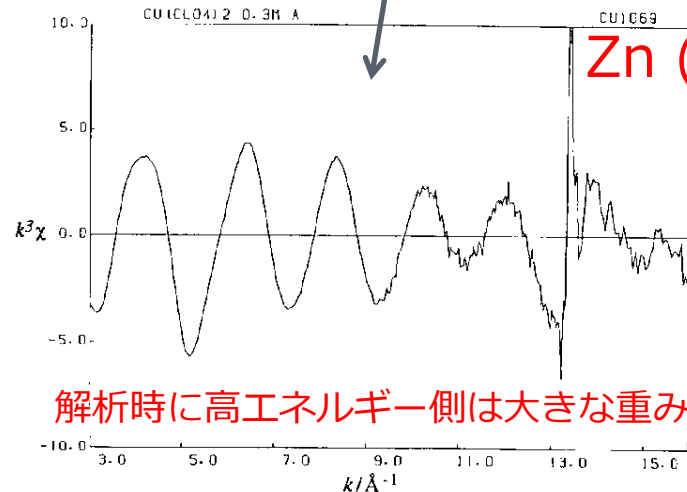
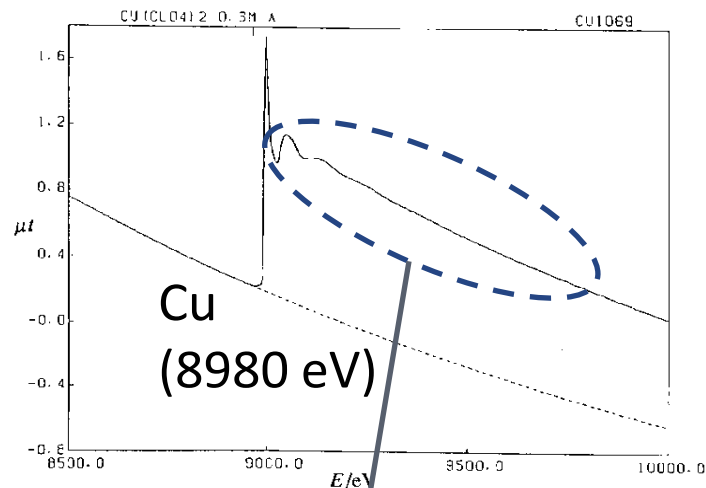
a



b

振幅が小さい
→配位数が小さく見積られる

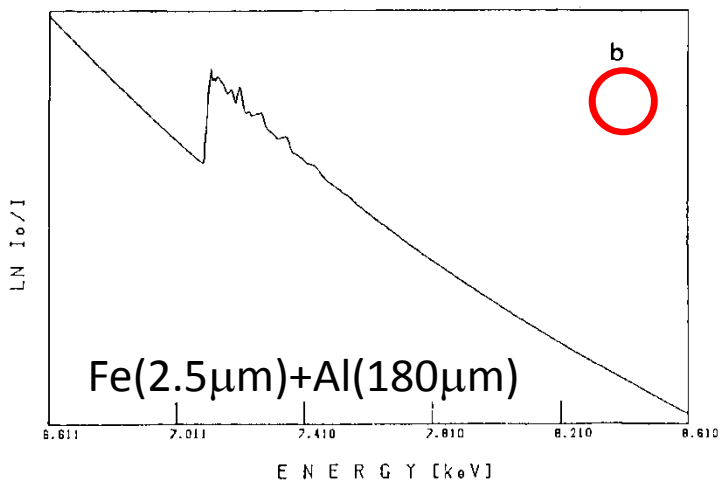
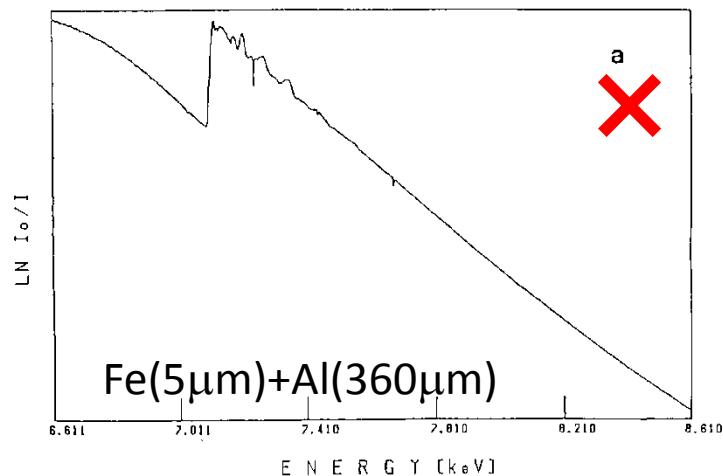
試料中の不純物



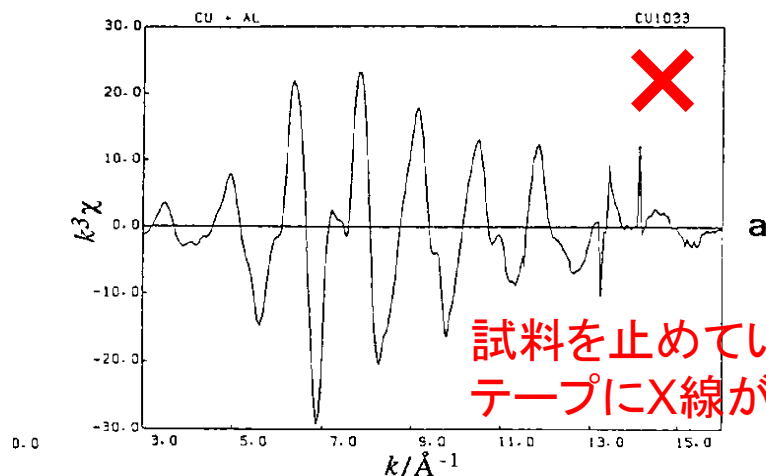
よりよいデータ取得のために④

失敗例 2

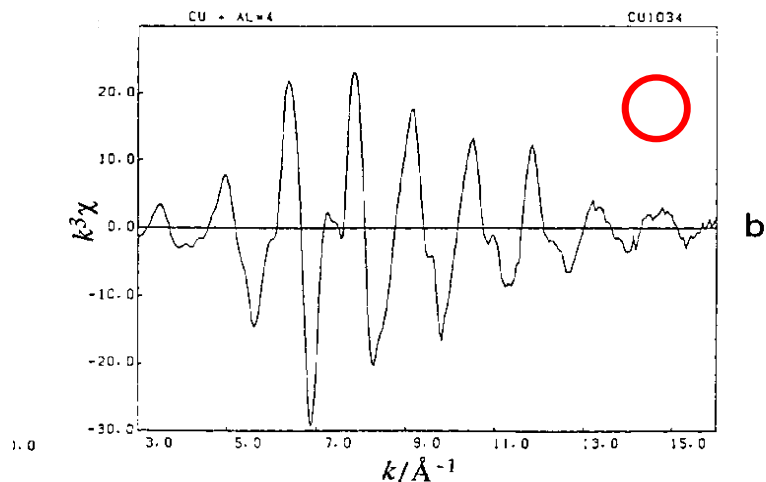
厚すぎる試料



妨害物



試料を止めていた
テープにX線が当たった



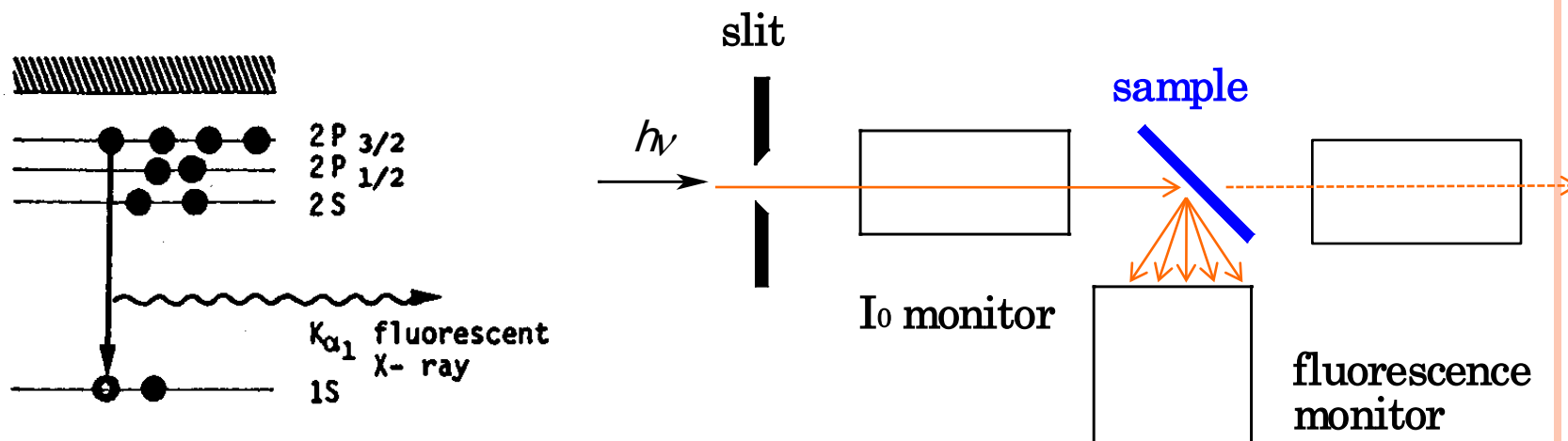


OUT LINE

- 測定の前に…理論のおさらい
- XAFS測定の手順（透過法）
 - 試料の準備
 - ビームラインの準備
 - スペクトルの測定
 - データの処理
- よりよいデータ取得のために（測定の注意点）
- **高度な測定法（蛍光法、電子収量法）**
- PFで利用できるXAFSステーション
- 実際の測定手順（明日の実習内容）

高度な測定法 蛍光法①

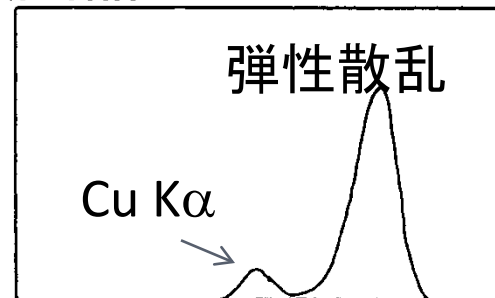
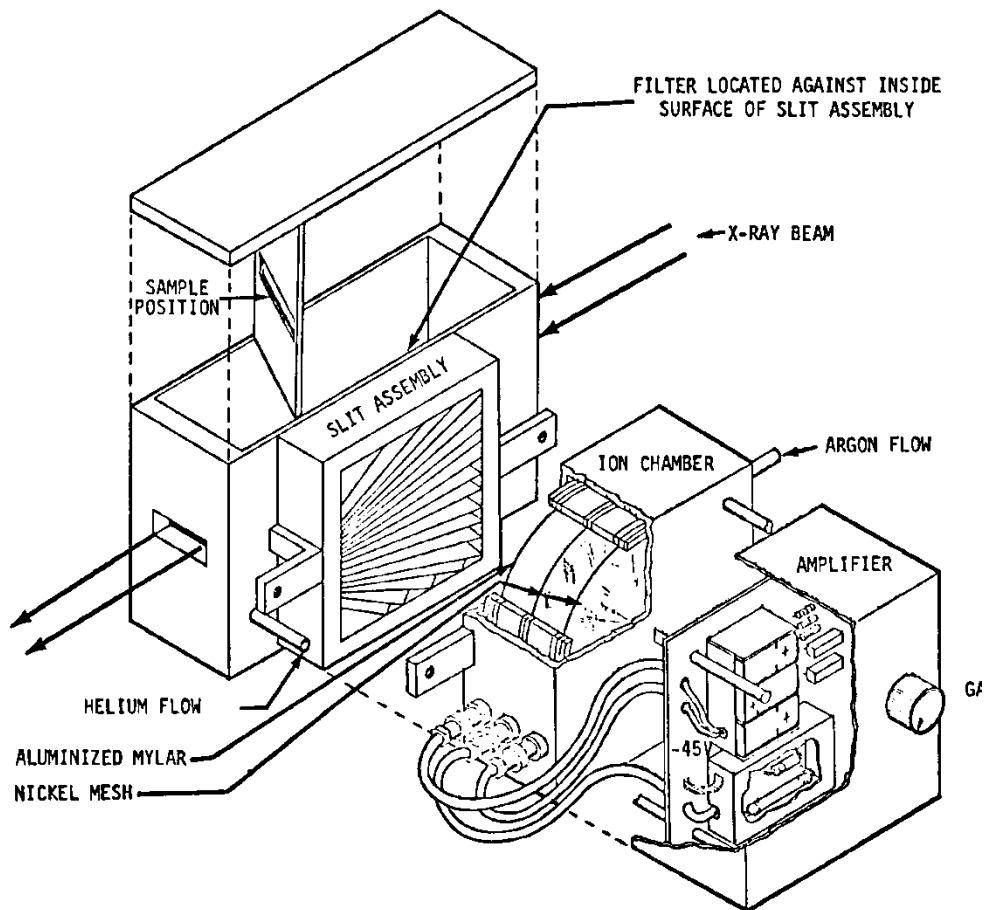
- X線を吸収して励起した原子から放出される蛍光X線を測定
 - X線吸収と蛍光放出が比例することを利用する
 - 透過法に比べて高感度
 - 低濃度試料に有効、厚い試料でも測定できる



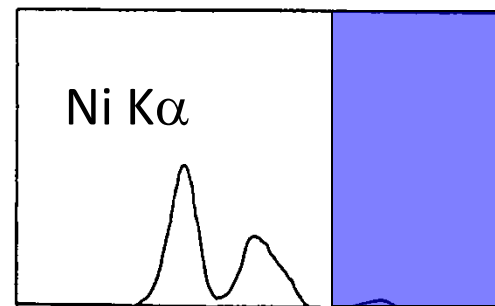
高度な測定法 蛍光法②

○ 蛍光法で用いる検出器…ライトル検出器

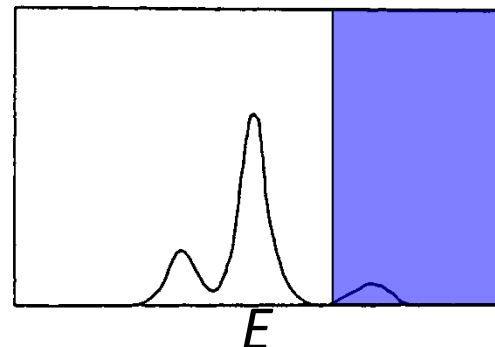
- 安価、大立体角、手作り可能



(a) 生データ



(b) Ni filter 使用



(c) Slit assembly 使用

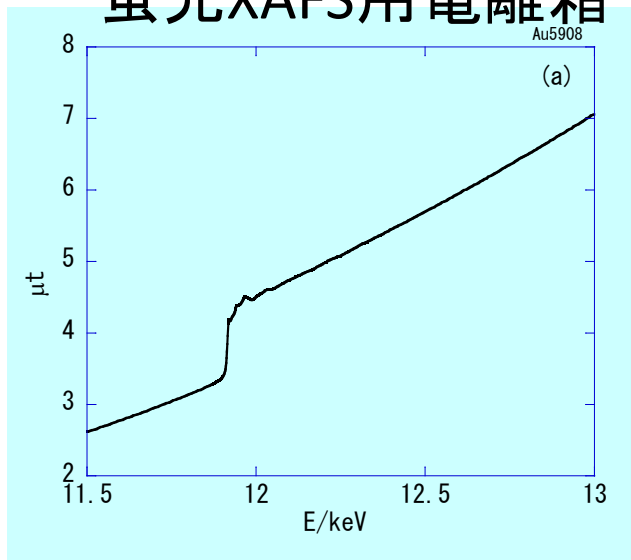
高度な測定法 蛍光法③

- 蛍光法で用いる検出器…半導体検出器（SSD）
 - MCAにより電氣的な波高分析が可能
 - 分析、調整、保守に手間がかかるがそれを上回るメリット

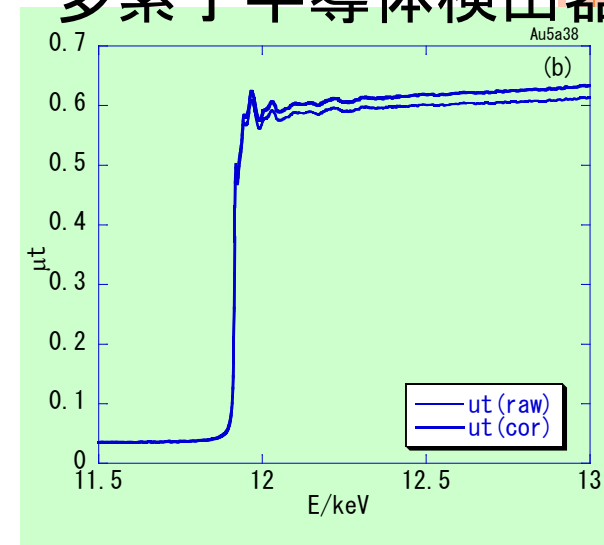


19素子SSD

蛍光XAFS用電離箱



多素子半導体検出器



※非常に高価であるため
使用前にはスタッフから講習を受けること



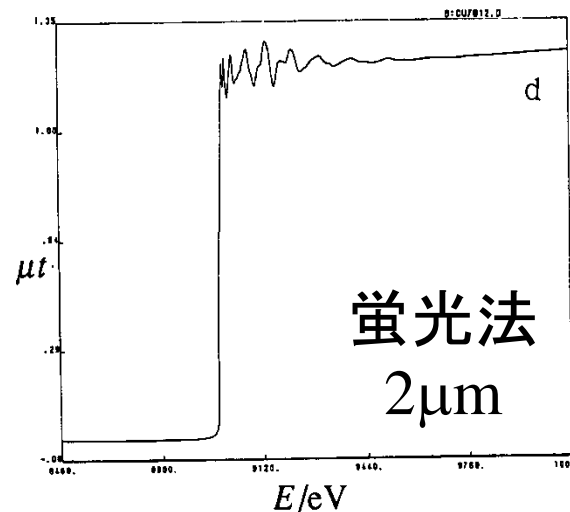
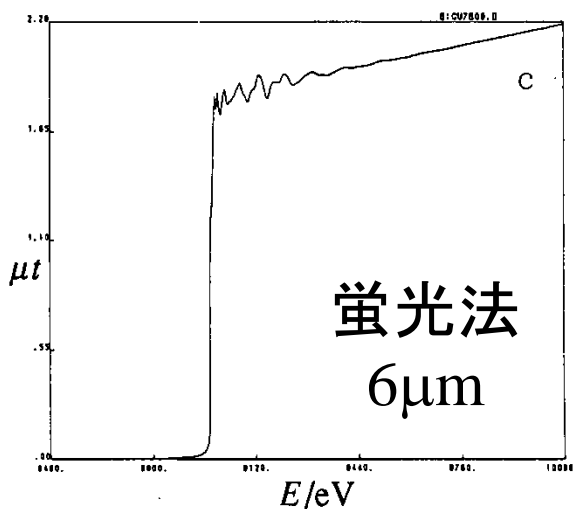
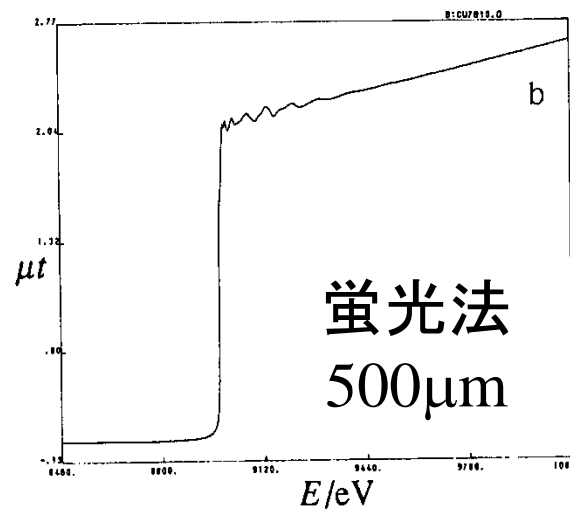
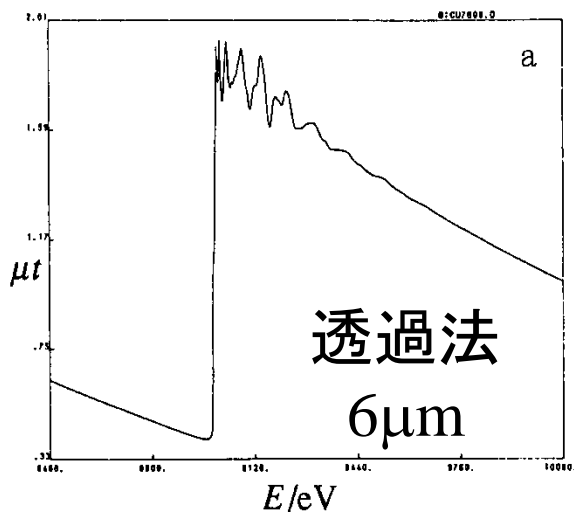
高度な測定法 蛍光法④

- 透過法？ 蛍光法？
 - 蛍光法が適用できる試料
 - Thick and Dilute (希薄試料)
ex. 0.01mol/l aq.
 - Thin and Concentrated (箔膜、吸着層)
ex. 100 Å の薄膜
 - 高濃度試料では蛍光測定において自己吸収によりスペクトルが歪む
- 測定の基本は透過法
 - どうしても透過法で測定できない場合のみ蛍光法を用いる

高度な測定法 蛍光法⑤

- 厚すぎる試料を蛍光法で測定すると…

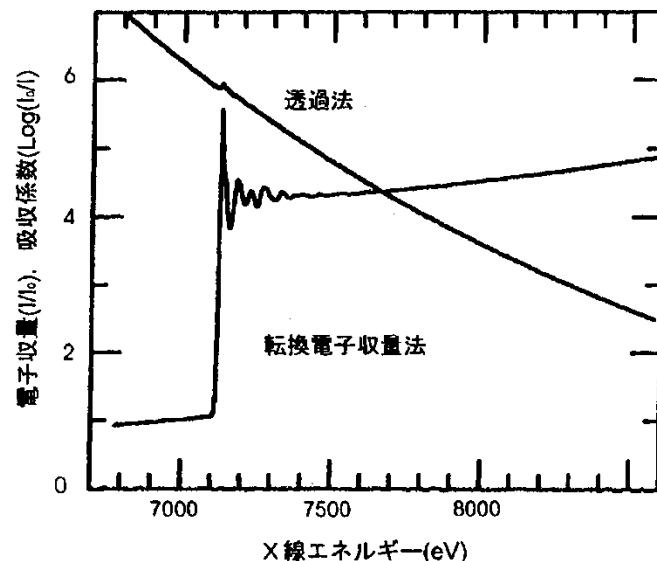
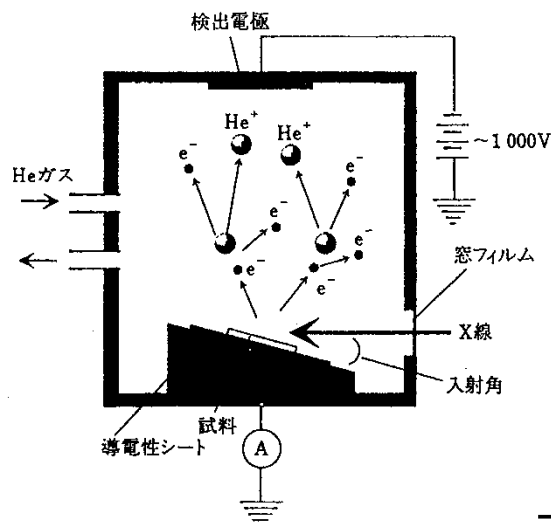
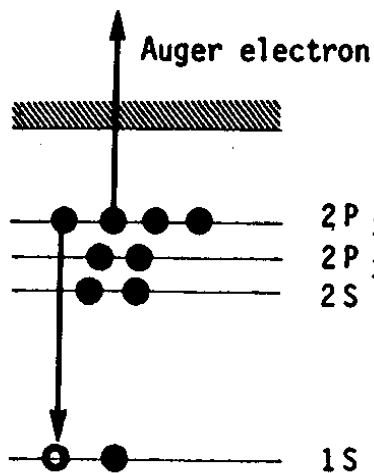
Cu箔で
測定



透過法以外は正しいスペクトルではない

高度な測定法 転換電子収量法

- X線を吸収して励起した原子から放出されるオージェ電子を測定
 - X線吸収とオージェ電子放出が比例することを利用する
 - 蛍光とオージェ電子放出は裏表の関係
軽元素ほどオージェ電子放出確率が高い
 - **表面敏感**



ガラス基板上の Fe_3O_4 ($t < 1\mu\text{m}$)

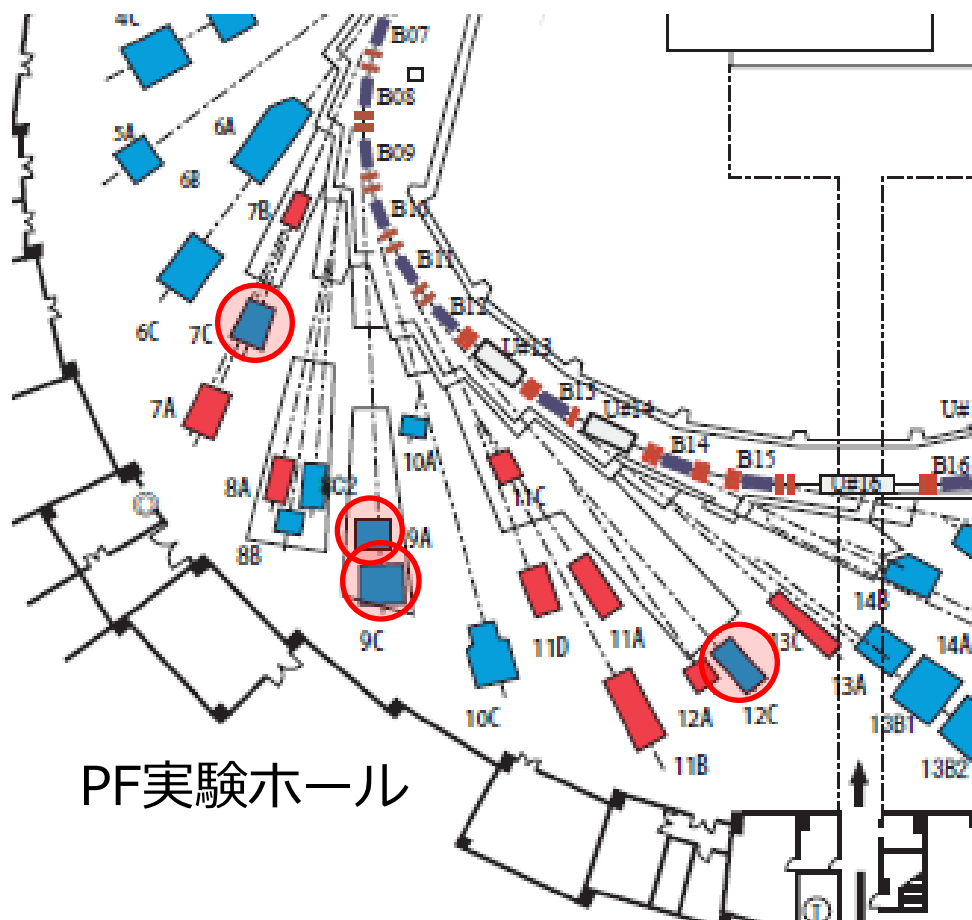


OUT LINE

- 測定の前に…理論のおさらい
- XAFS測定の手順（透過法）
 - 試料の準備
 - ビームラインの準備
 - スペクトルの測定
 - データの処理
- よりよいデータ取得のために（測定の注意点）
- 高度な測定法（蛍光法、電子収量法）
- **PFで利用できるXAFSステーション**
- 実際の測定手順（明日の実習内容）

PFで利用できるXAFSステーション

- XAFS測定は硬X線～軟X線まで様々なステーションで実施できるが、慣れないうちはXAFS専用ステーションの利用を



XAFS測定がメインで運用されている**硬X線BL**

◆ PF

- BL-7C
- BL-9A
- BL-9C
- BL-12C

◆ PF-AR

- NW-2A
- NW-10A



特殊環境下でのXAFS測定

- 高温・低温測定（10K～1000K）
- In-situ測定（触媒反応、電池充放電反応）
- 蛍光法測定（ライトル検出器、SSD）
- 転換電子収量測定
- 全反射XAFS測定
- 時間分解測定（高速度測定）
 - QuickScan ～数秒
 - DXAFS ～数ミリ秒

- 軟X線XAFS（BL-7A, BL-11A,B, BL-16A）
- マイクロビームXAFS（BL-4A）
- 放射性物質のXAFS測定（BL-27A,B）

これらの測定は実績が多く、比較的容易に対応できる



OUT LINE

- 測定の前に…理論のおさらい
- XAFS測定の手順（透過法）
 - 試料の準備
 - ビームラインの準備
 - スペクトルの測定
 - データの処理
- よりよいデータ取得のために（測定の注意点）
- 高度な測定法（蛍光法、電子収量法）

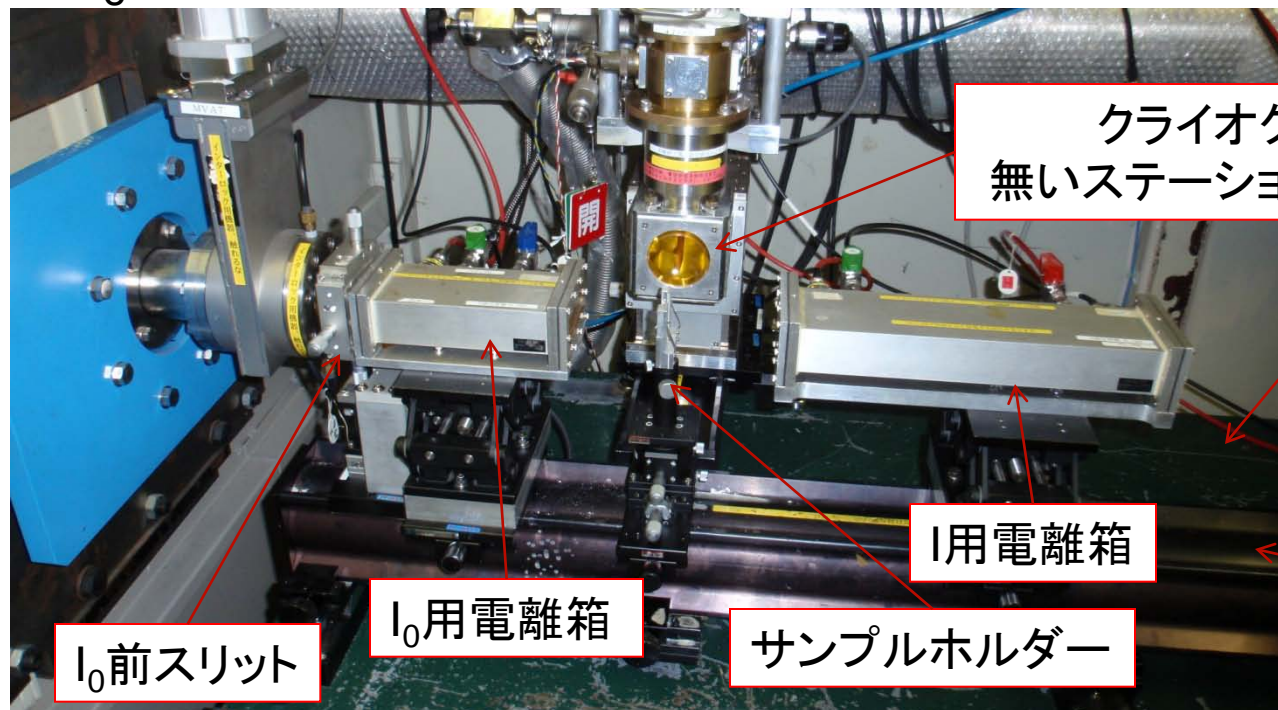
- PFで利用できるXAFSステーション

- **実際の測定手順（明日の実習内容）**

XAFS測定マニュアル（透過法編）

- ①ハッチ内を確認して、透過法用XAFSセットアップになっていることを確認する。もし、セットアップがおかしければスタッフに連絡する。
- ② I_0 前スリットを希望するサイズに設定する

- BL-9A,9C,12C: 1x1 mm
- AR-NW10A: 2x1 mm
- BL-7C: 5x1 mm



- サンプルホルダーはハッチ内の棚に置いてあることもあります

XAFS測定マニュアル（透過法編）

バイパスバルブ

- ③電離箱のガスを選択し、ガスの元栓を開きます。
 - ガスの選択は「利用の手引き」を参照。

表 6.2.6 Ar-N₂系ガスの検出効率(L型電離箱)
電極長 280mm、全ガス長 310mm

電離箱のサイズ

混合ガスの種類

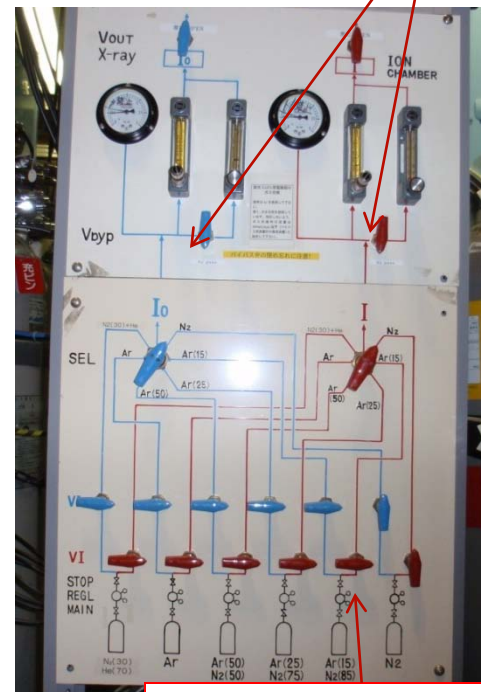
4000	N2		N2(85)+Ar(15)		N2(75)+Ar(25)	
	0.895		1.000		1.000	
5000		0.280		0.722		0.856
		0.092		0.330		0.456
		0.040		0.159		0.232
		0.991		0.999		
		0.201		0.496		0.643
	0.063		0.190		0.273	
	0.027					

エネルギー

検出効率

高次光に対する検出効率、上から
1次VS2次、1次VS3次、1次VS4次

- 検出効率は I_0 : 10~20%、 I : ~90%
- Si(111)モノクロでは2次光は出ませんが3次光は出ます。
- ガスボンベの元栓は通常開いたままです。
- ガス置換の際は5分ほどバイパスを開く。
(電離箱からの強度が安定するまで待つ)
- Krガスは高価なので無駄遣いしないこと。



混合ガスセレクター



電離箱の
ガス栓

XAFS測定マニュアル（透過法編）

- ④ サンプルを**セットせず**に一旦ハッチを閉めて放射光をハッチ内に導く。
 - ¹ 退出ボタン押す → ² ハッチ閉める → (音が止まる) → ³ 鍵を回す



- ステーションコントローラにキーを挿してシャッターを開ける
- MBSはOpenのみ
- ハッチを開ける時はDSSのみ閉じればよい
- 長時間DSSが閉じているとBBSも自動で閉じる
- ハッチ・シャッターの開閉状態は状況表示盤で確認できる

XAFS測定マニュアル（透過法編）

⑤制御PCにおいてPFXAFSプログラムを立ち上げる

- モノクロメータを目的のエネルギーにセットする
- 入力は角度で行う

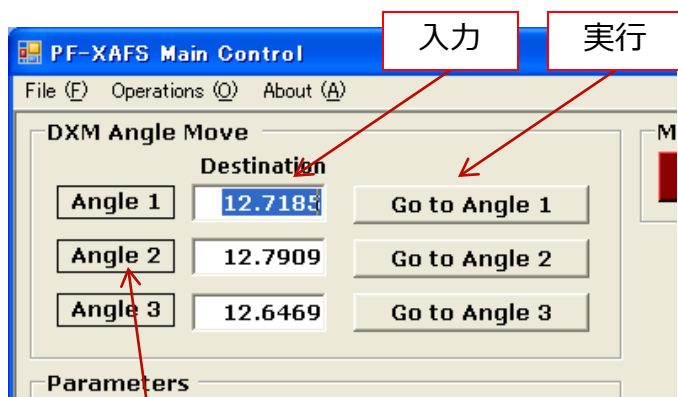
（ブラッグの法則 $2d\sin\theta = n\lambda$ 、光のエネルギー $E = h\nu = hc/\lambda$ ）

$d = 3.13551$ @Si(111), 1.63747 @Si(311)

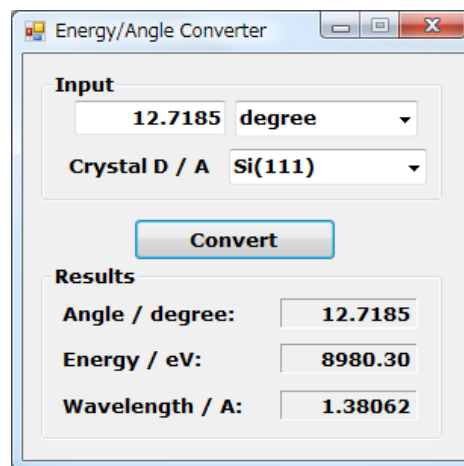
$n = 1$ (基本波)、 h プランク定数、 c 光速

- 実際には $E = 12398.52/(2*d*\sin\theta)$ で計算している
- E2Aコンバータというソフトも準備している

※継続性を考慮して
物理定数の更新はしていない



1~3のどこでもよい



XAFS測定マニュアル（透過法編）

- ⑥電離箱の強度表示盤を確認し、 I_0 シグナル強度が適切かどうかを判断する。
 - 最適な測定環境は1~10V
 - 10V以上では測定不可能、1V以下では測定可能だがS/Nが落ちる
 - 最適範囲になればハッチに内にある電流増幅アンプのゲインを変更する
 - ゲインは1ノッチ回すと出力が10倍変化する



ゲイン調節
つまみ



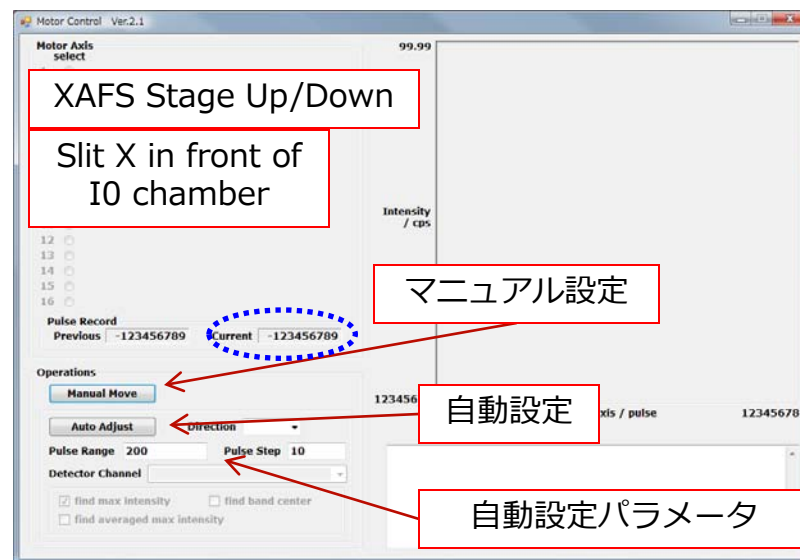
XAFS測定マニュアル（透過法編）

- ⑦ I_0 強度が最大になるように光学系の調整を行う
 - ピエゾ素子は直接つまみを操作する
 - XAFS定盤上下(z)と I_0 前スリット左右(x)はPC上のMotorControlソフトウェアから行う



調節つまみ

ピエゾコントローラはステーションによって形式が異なる「 $\Delta\theta 1$ 」もしくは「PZT」の表記がしてある



XAFS Stage Up/Down

Slit X in front of I_0 chamber

マニュアル設定

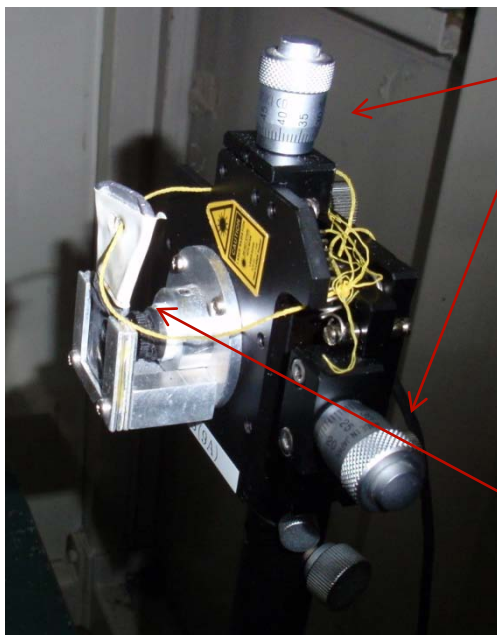
自動設定

自動設定パラメータ

- MotorControlでは自動設定をおすすめする
推奨 Range 3000/1000, Step 300/100 (for Stage/Slit)
- 最大値になるには数回繰り返す必要がある
- 終わったらログブックに数値を記入しておく

XAFS測定マニュアル（透過法編）

- ⑧ サンプルホルダーにリナグラフ(感光紙)をセットしてサンプル位置に置き、放射光を照射する。
 - エネルギー & ステーションによって異なるが十数秒～1分程度
 - 感光後位置決めレーザーとリナグラフの感光した部分が一致しているかを確認する
 - ずれていれば位置決めレーザーの軸を微調整する



軸調整つまみ

- レーザーのOn/OffはACアダプタの抜き差しで行う
- 放射光を出すときは保護用の鉛版を差し込んでおく

鉛版

XAFS測定マニュアル（透過法編）

⑩標準サンプルをセットし、エネルギーキャリブレーション用のスペクトル測定を行う。

- このときI電離箱の強度を確認してアンプのゲインを調整する
- PFXAFSソフトウェアからXANES測定用のパラメータを読み出す

The image shows two screenshots from the PF-XAFS software. The left screenshot is the 'PF-XAFS Main Control' window, with a red box around the 'Set Standard [XANES]' button and a red arrow pointing to the 'Measure' button. The right screenshot is the 'Edge Select' dialog box, with red boxes around the 'Cu' element and edge selection, the 'Block 1' time field, and the 'Set' button. A red arrow points from the 'Set' button to the 'Std XANES Cu' entry in the table below.

Separation	Step	Points	Time/s
8945.30	0.35	301	1.0
9050.30			
Total	301 points		15 m 3 s

- 元素と吸収端を選択
- 積算時間は金属箔の場合0.1秒程度(試料によって異なる)
- 最後にSetボタンを押す

セットした測定パラメータはここに表示される

- Measureボタンを押すと測定画面になる
- 指示通りにファイル名の設定、オフセットの測定、本測定と続く

The screenshot shows the 'Set Measurement Conditions for ORTEC 974' dialog box. The 'Channel Settings' section has 'ch 3' set to 'Transmission', which is circled in red. Other channels are set to 'ignore'.

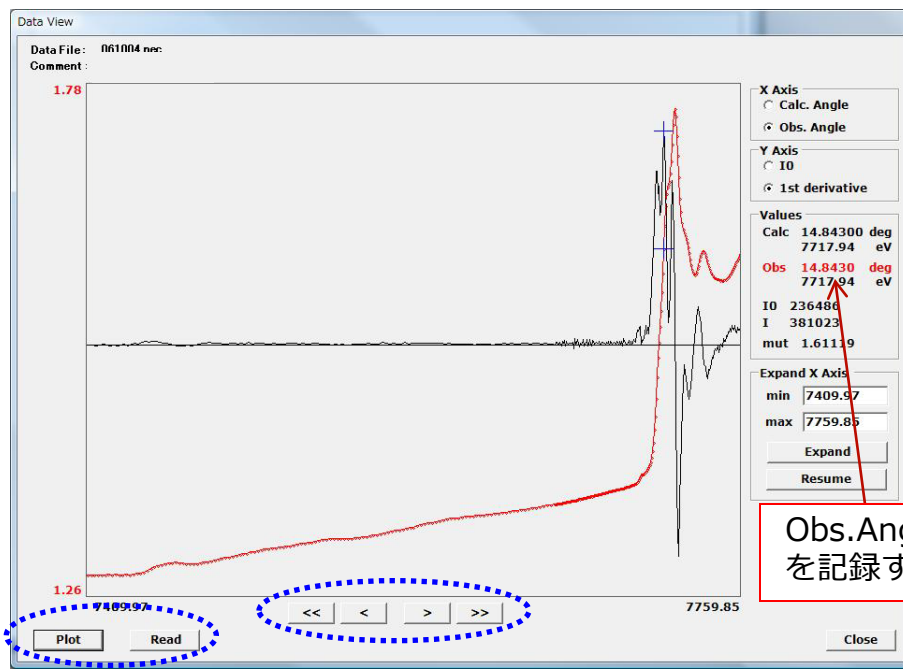
- ch3はTransmissionを選択

The screenshot shows the 'Offset Data' dialog box. The 'mode' is set to 'Transmission', and the 'ch 3' value is 0. The 'Measure' button is circled in red.

- 暗電流の測定時はシャッターを閉じる

XAFS測定マニュアル（透過法編）

- ⑪取得したスペクトルを分析し、エネルギーキャリブレーションを行う。（前編）
 - PF XAFSのOperationsメニューからDataViewを起動する
 - 測定直後であればPlotボタンを押せばスペクトルが表示される
 - 一旦閉じてしまった場合or過去のデータが見たい場合はReadボタンを押すと測定済みデータが読み出せる



- 画面をクリックor矢印ボタンでカーソルを移動させて吸収端としたい場所に持って行く
- 吸収端の定義は様々であるがホワイトラインのトップや立ち上がりの一次微分の最大値をとる人が多い
- 場所を決めたらその場所のObs.Angleをノートに記録する

XAFS測定マニュアル（透過法編）

- ⑫取得したスペクトルを分析し、エネルギーキャリブレーションを行う。（後編）
 - 先ほど記録したObs.AngleをPFXAFSに入力してモノクロメータをその角度に持って行く
 - エンコーダーが入力した角度を指していることを確認する（ただし、最後の一桁は ± 1 程度の誤差は出る）
 - 数字キーを押して修正したい数値を入力後、ENTボタンで確定する
 - 吸収端のエネルギーは文献から探してくると良い
 - 利用の手引きにも掲載されている

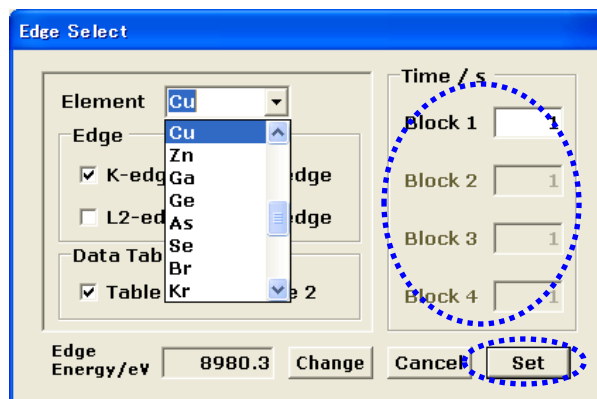
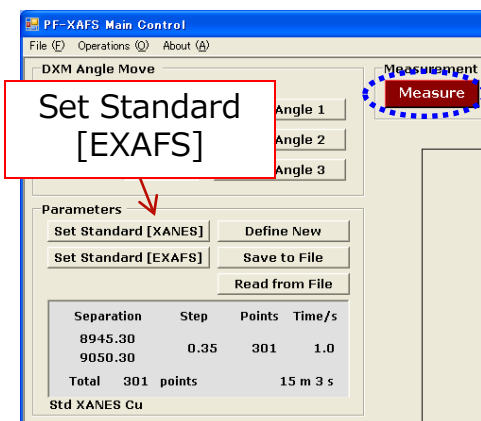


※文献によって多少数値が異なるので注意

XAFS測定マニュアル（透過法編）

⑬本測定を行う。（前編）

- サンプルホルダーに実サンプルをセットしてハッチを閉じる。
- I_0 およびIの強度を確認して必要であればアンプのゲイン調整。
- PFXAFSソフトウェア上で測定パラメータを設定する。



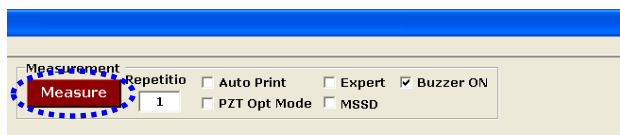
- 自分でパラメータを1から作成することもできる
詳しくはPFXAFSのマニュアルを参照

- キャリブレーションの時と同様だが、EXAFSの場合は測定ブロックが4つに分割されている。
- 積算時間は1～3秒程度、後ろのブロックほど長くとる

XAFS測定マニュアル（透過法編）

⑭ 本測定を行う。（中編）

- オプションを設定しMeasureボタンを押す。
- コメントの入力、ファイル名の指定、Ch.3 Transmissionを選択。



「Repetition」

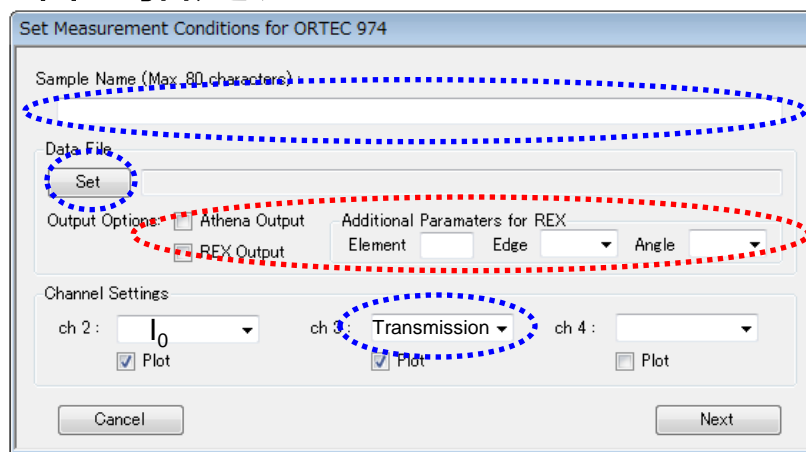
測定の繰り返し回数を設定。

「Auto Print」

測定終了時にスペクトルを印刷。

「Buzzer ON」

測定終了時にブザーが鳴る。

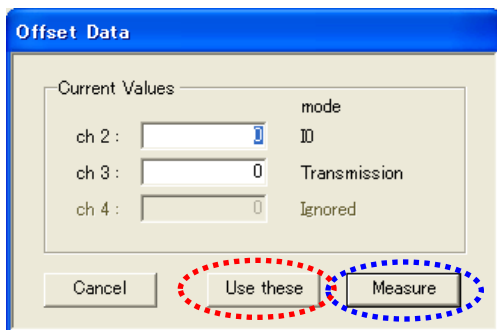


- 解析ソフトにAthenaもしくははREX2000を利用する場合は Athena Output、 REX Outputを選択しておけばフォーマットの変換なしにこれらのソフトで読み込める形式のファイル”も”出力される

XAFS測定マニュアル（透過法編）

⑮本測定を行う。（後編）

- シャッターを閉じてオフセットを測定する。



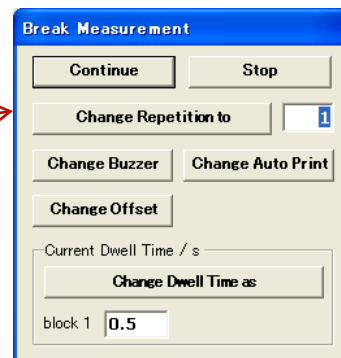
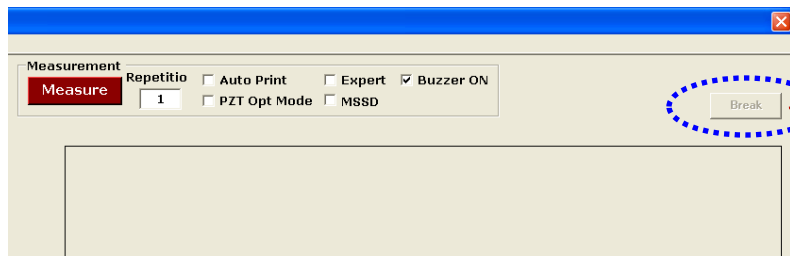
オフセットの再測定が必要となる場合

- アンプのGain、RiseTimeのいずれかを変更した
- 電離箱のガス、高圧電源のいずれかを変更した

- 前回の測定からアンプと電離箱の設定を変更していなければ測定ごとに再計測する必要はない。

→ Use Theseを押してスキップする

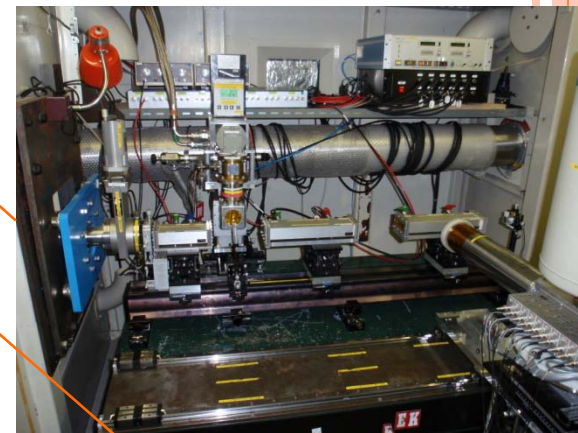
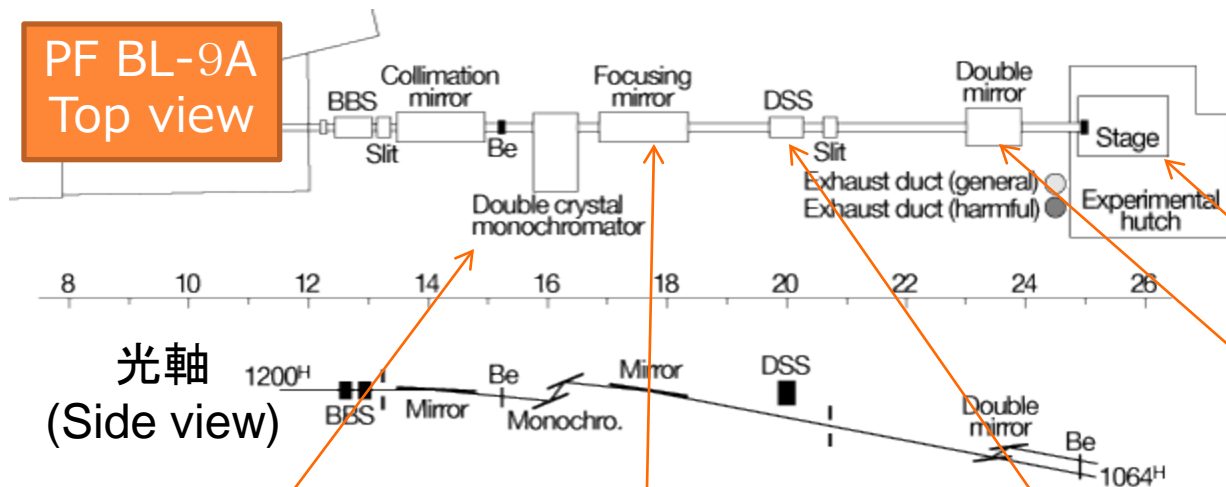
- 測定を途中でやめたい場合は右上のBreakボタンを押す



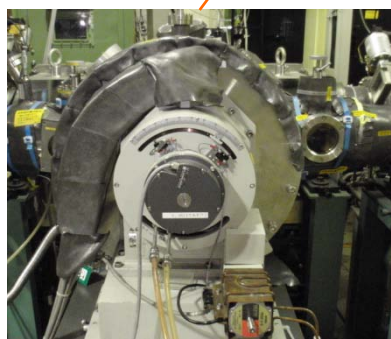
- 測定中断
 - 測定オプションの変更
 - 積算時間の変更
 - 積算回数の変更
- が行える



参考資料 XAFS実験ステーションの全体図



実験ハッチ内部



モノクロメータ



集光ミラー



DSS



高次光除去ミラー