

Quick XAFS 測定マニュアル
QXAFS version 8 対応版

2010 年 1 月 7 日

KEK-PF XAFS Group

目次

1. はじめに.....	2
2. Quick XAFS 測定の流れ	3
3. 通常サンプリングモードと独立サンプリングモード	4
4. Quick XAFS の測定.....	5
4-1. プログラムの起動.....	5
4-2. 測定条件の設定.....	6
4-3. 測定.....	9
4-4. プログラムの終了.....	12

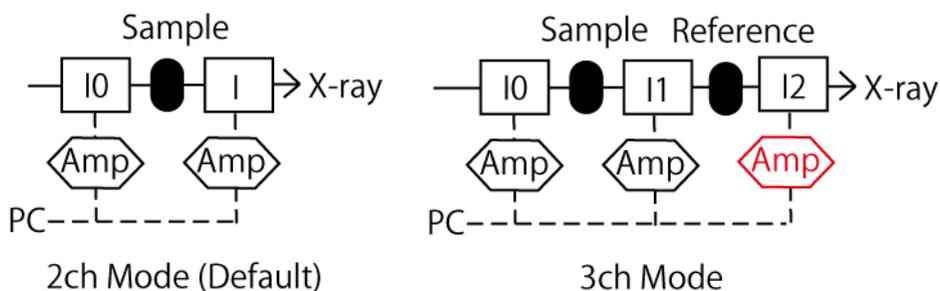
1. はじめに

Quick XAFS 測定法は従来の Step-Scan XAFS 測定とは違い、分光器を測定点ごとに止めずに連続掃引しながら X 線強度をサンプリングする手法です。ビームラインの光学系は Step-Scan 測定と同じなので、Quick 測定のために特別に光学系を調整する必要はなく、制御用 PC にインストールされている”QXAFS”プログラムを起動するだけで利用可能となります。Version7 までのプログラムでは、通常サンプリングモードの”QXAFSv7”と独立サンプリングモードの”QXAFS_ASYNCv6”の二種類のプログラムを状況によって使い分けていましたが、”QXAFSv8”よりこれらの二つプログラムは統合され、測定法はプログラム内のスイッチで切り替える方式となりました。通常サンプリングモードと独立サンプリングモードの違いに関しては後の章でくわしく説明しますが、特に問題がなければ通常サンプリングモードを使用してください。独立サンプリングモードの効果が現れる場合はかなり限定されており、一点当たりの積算時間が 3 ms を切ってくるような場合のみ通常サンプリングモードと独立サンプリングモードのデータ比較を行って良いほうを採用してください。

2. Quick XAFS 測定の流れ

通常の Step-Scan 測定と同様に電離箱、試料を設置し、X 線強度が測定可能な状態にします。Version 8 のプログラムより、電離箱 3 つ分のデータを同時サンプリングできるようになりました。これにより I0, I1, I2 の 3 つの電離箱と測定試料、参照試料を適切に設置することにより、すべての測定に対して試料と参照試料のスペクトルを比較してエネルギーキャリブレーションが行えるようになりました。これによりわずかな XANES スペクトルの変化でも精度よく抽出できるようになると期待されます。

※2010年1月現在、3電離箱による測定を行うためにはハッチ内に I2 用電流アンプを 1 台持ち込む必要があります。QXAFS が利用できるステーションの数だけ I2 用のアンプが用意できていないため全ステーション共用機器としています。利用したい場合はスタッフまでご連絡ください。その都度アンプを設置します。



ハッチ内の設置が終わりましたら、制御用 PC で”QXAFSv8”プログラムを立ち上げてください。

まずは Step-Scan 同様に測定条件を設定します。設定する必要があるパラメータは、測定開始エネルギー・測定終了エネルギー・スキャン時間・データ点数・一点当たりの積算時間です (Step-Scan で 1 ブロック分測定する感覚です)。追加設定として、繰り返し測定回数と測定のインターバル (測定開始から次の測定開始までの時間) の設定も行えます。

測定条件を入力すると、プログラムより「Set the RISE TIME of I0/I amp to xx ms!!」という指示が出ます。QXAFS 測定時のみ必要な作業として、電流アンプの”Rise Time”設定を手動で切り替える必要があります。プログラムで指示された時定数にセットしてください。

※Step-Scan 時には Rise Time は 100 ms に設定されています。この状態で Quick XAFS 測定を行うとスペクトルが潰れますので注意してください。

測定条件の設定が終われば、通常の測定と同じようにサンプル名・測定モードの選択・ファイル保存設定を行います。3 電離箱での測定を行う場合はここで I2 のカウントを Enable にします。その後はオフセットの測定を行い、本測定となります。

3. 通常サンプリングモードと独立サンプリングモード

Quick XAFS 測定法はモノクロメータを止めずに掃引しながら電離箱の出力(X線強度情報)とエンコーダの値(モノクロメータの角度情報)を連続的にサンプリングする手法です(on the fly 方式)。そのため、電離箱のからの出力とエンコーダの出力を同期させてサンプリングする必要があります。

このサンプリングタイミングを同期するために通常サンプリングモードでは、外部トリガ信号を用いて同期処理を行っています。この方法は一つの同期信号でスペクトル一点分の処理を行うため、原理的にすべての信号のサンプリングタイミングはずれません。しかしながら、各サンプリング点において、トリガ信号の認識処理が行われるため、一点当たり約 1.4 msec.の処理時間が必要となります。このため、一点当たりの積算時間が 3 msec.以下になるような測定条件では十分な積算時間が確保できない可能性があります。

一方で、独立サンプリングモードでは、測定の開始時のみ外部トリガによってサンプリングを開始し、二点目以降のサンプリング点はそれぞれの測定器の内部クロックにより測定を行います。この方式を採用することで、一点当たりの処理時間は約 0.2 sec.まで短縮され、早い測定においても通常サンプリングモードよりも長い積算時間が確保できる。ただし、スキヤンの後半に進むに従って電離箱信号とエンコーダ信号のサンプリングタイミングがずれる危険性があることを頭に入れておく必要がある(通常、早い測定においてタイミングのずれは問題ない範囲ではあるが)。

独立サンプリングモードを採用する基準としては、通常サンプリングモードでは積分時間が不十分で S/N 比が悪い測定条件で、独立サンプリングモードで測定すると S/N 比に改善がみられる場合のみに使用するモードであると考えるとよい。

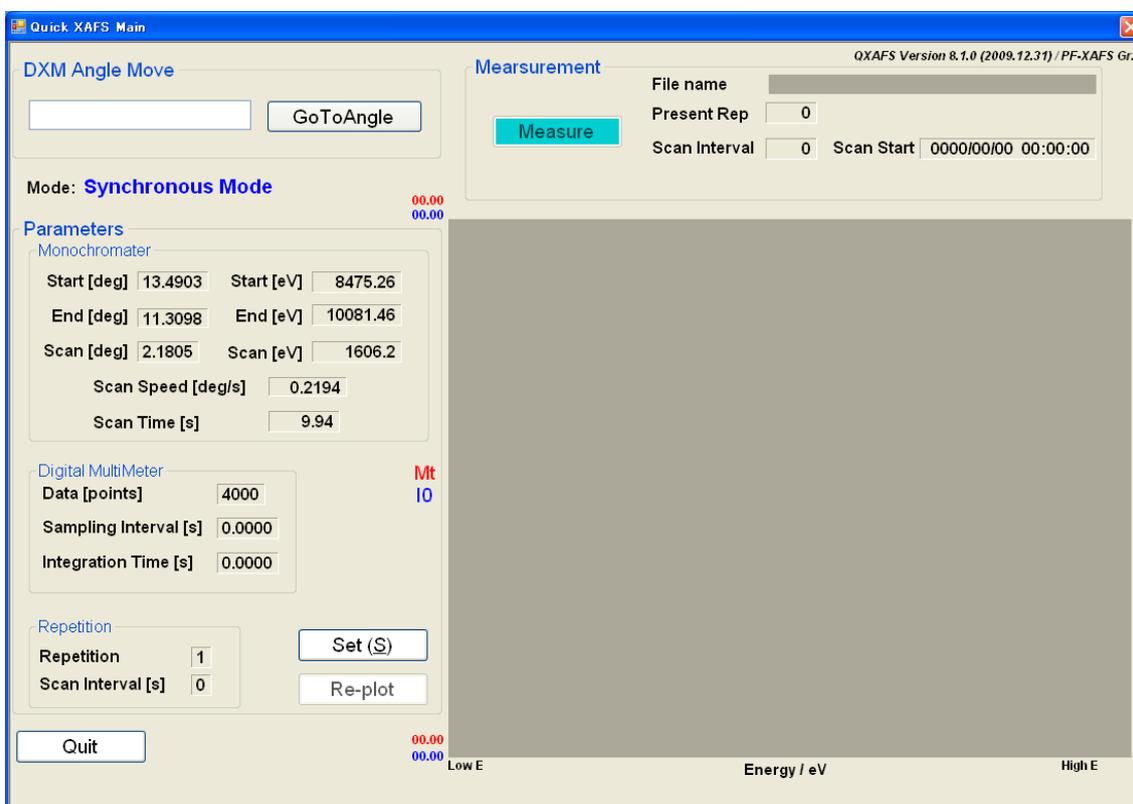
4. Quick XAFS の測定

4-1. プログラムの起動

デスクトップにあるショートカット”QXAFSv8”をダブルクリックして Quick XAFS 測定プログラムを起動します。通常サンプリングモード(QXAFSv7 互換モード)、独立サンプリングモード(QXAFS_ASYNCv6 互換モード)は起動後に設定しますので、どちらの場合でも起動するプログラムは同一です。

※Quick XAFS 測定プログラム(QXAFSv8)と Step-Scan XAFS 測定プログラム(PFXAFSvX)は同時に起動することはできません。警告画面の表示後プログラム自体は起動しますが測定機器との通信ができないため、測定はできません。

プログラムが起動するとメイン画面が表示されます。



左上の DXM Angle Move はモノクロメータを任意の角度へ動かす際に使用します。目的の角度を入力後、”GoToAngle”ボタンをクリックするとモノクロメータが動き出し、自動的にバックラッシュを取り除いた状態で指定角度で停止します。

Quick XAFS 測定を終了する際は、左下の”QUIT”ボタンをクリックしてプログラムを終了してください。

※プログラムを終了させようとする時、電流アンプの Rise Time を Step-Scan 用の 100 msec.に戻すように警告が出ますので、Rise Time を変更した場合は必ず 100 msec.に戻してください。

4-2. 測定条件の設定

メイン画面の Set ボタンをクリックすると測定条件設定画面が開きます。

Quick XAFS Parameter

Measurement Mode

- Synchronous mode (Default)
- Asynchronous mode (QXAFS_ASYNCv6 compatible)

Monochromater

Start Energy (Low) [eV]	<input type="text" value="8475.26"/>	Start Angle [deg]	<input type="text" value="13.4903"/>
End Energy (High) [eV]	<input type="text" value="10081.46"/>	End Angle [deg]	<input type="text" value="11.3098"/>
Scan Energy [eV]	<input type="text" value="1606.2"/>	Scan Angle [deg]	<input type="text" value="2.1805"/>
Scan Time [s]	<input type="text" value="10.01"/>	Scan Speed [deg/s]	<input type="text" value="0.2194"/>

Digital Multimeter

Data Points (max 8191)

Sampling Interval [s]

Maximum Integration time is 0.0011 s

Integration Time [s]

Repetition

Repetition

Scan Interval [s] Estimated Mimimum Scan Interval is 23 s

本プログラムでは最低限以下の5つのパラメータを指定しないと測定が実行できません。

- ①測定(サンプリング)モード(通常 or 独立)
- ②測定範囲(eV 単位で入力)
- ③掃引時間(秒単位で入力)
- ④データ点数(最大 8191 点、エネルギー分解能を決定するため、通常は測定範

囲を考慮して XANES 領域に必要なエネルギー分解能を確保する)

⑤測定点あたりの積分時間(秒単位で入力)

これらのパラメータの他に繰り返し回数と繰り返し測定時のインターバルを設定することができる。(1回のスキャンで終了する場合は設定不要)

※Scan Interval は測定時間も含めた値(start-to-start)です。測定終了から測定開始までの時間ではありませんので注意してください。

Read ボタンを押すと過去の測定条件データファイル(*.qc: 測定実行時に自動生成される)から測定条件を読み出すことができます。

測定条件設定手順

①測定範囲を入力する。単位は eV。測定は必ず低エネルギー側からスタートする必要がある。

②1 スペクトルの測定時間を入力する。単位は秒。

③check ボタンをクリックする。自動的にモノクロメータの掃引条件が計算される。なお、設定可能な最短測定時間はモノクロメータの最大掃引速度で制限されており、測定範囲によって変化する。最短測定時間以下の値が入力された場合は自動的に最短時間に修正される。

④1 スキャンの間にサンプリングするデータ点数を入力する。最大 8191 点まで入力可能。XANES に必要なエネルギー分解能が得られるように設定すると良い。※データ点数が多くなると DMM からのデータ転送時間長くなり、繰り返し測定時のインターバルが制限される場合がある。

⑤check ボタンをクリックするとサンプリングの都合上データ点数が若干修正される。(通常サンプリングモード時のみ。独立サンプリングモードでは修正されない。)これと同時に、データサンプリング間隔が計算され、設定可能な積分時間が表示される。

⑥積分時間を入力し、check をクリックすれば画面下方の OK ボタンが有効となり、測定に必要な条件がすべて入力されたと見なされる。比較的遅い測定では積分時間が長くなりすぎて XANES の分解能が悪くなる可能性があるため、最大積分時間の 2/3 程度の値を入力して測定したスペクトルとの比較を行った方がよい。

※ここで表示されている設定可能最大積分時間(Maximum integration time)は、

最大積分時間＝サンプリング間隔－(測定以外の)信号処理時間
である。信号処理時間は通常サンプリングモードで約 1.4msec.、独立サンプリングモードで約 0.2msec.である。したがって、独立サンプリングモードの法が最大積分時間は長くなるが、十分な積分時間があれば両者の S/N 比に大きな差はなく、むしろサンプリング同期ずれの可能性のある独立サンプリングモードは避けるべきである。先にも記述したが、独立サンプリングモードを検討する場合の目安は積分時間が 3 msec.以下の場合である。

⑦ (繰り返し測定をする場合)

OK ボタンが有効になると同時に最小スキャンインターバルの見積もりが表示される。Scan Interval の項にはこれよりも大きな値が入力可能となる。Repetition と Scan Interval を設定することにより繰り返し測定が実行される。

⑧OK ボタンをクリックすると電流アンプの Rise Time 変更を促す画面が表示される。

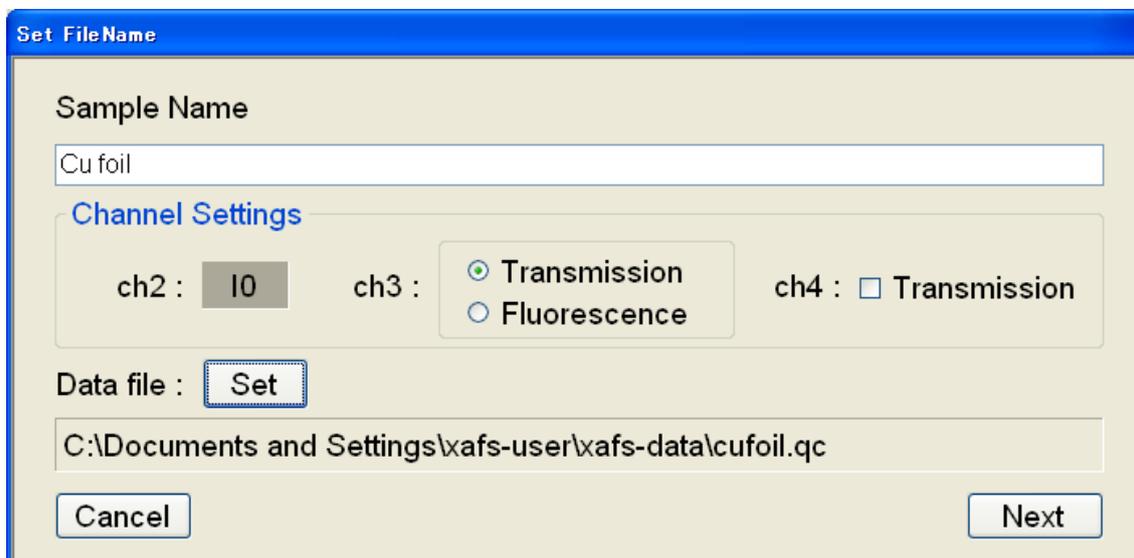


この画面の指示に従い、指定された Rise Time を実験ハッチ内の電流アンプ(I_0 、 I_1 ともに、3ch 測定の場合は I_2 も)に設定する。

⑨Rise Time 変更後、OK をクリックすると測定条件設定画面が閉じ、メイン画面へ戻る。

4-3. 測定

条件設定後、メイン画面上部の Measure ボタンをクリックすると測定ファイルの設定画面が表示される。



① Sample Name 欄にコメントを記入する。ここで入力された文字列はデータファイルにも記録される。空欄でもかまわない。

② Set ボタンを押すとファイル名選択画面が出るので、保存したいファイル名を入力後 OK をクリックするとデータファイル名が確定される。

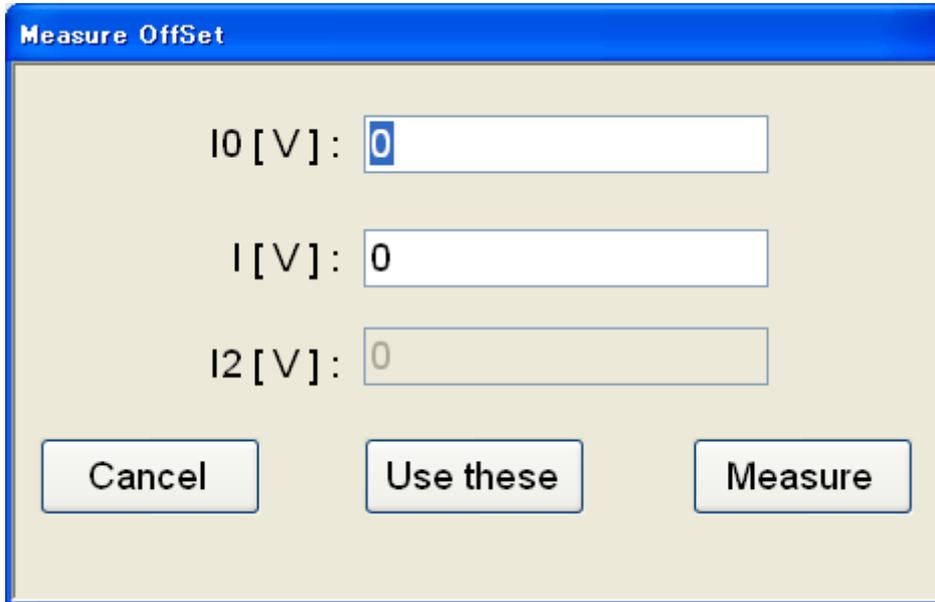
③ Channel Settings 欄は、ch3(I₁)のデータを透過法、蛍光法どちらでとるかの選択と 3 つめの電離箱 ch4(I₂)を使用するかどうかの選択ができる。

ch3(I₁)の透過、蛍光に関しては画面上でのプロットの計算式に用いられるだけであり、どちらを選んでもファイルに記録されるデータに違いはない。

ch4(I₂)に関しては、オフ(2ch モード)の状態が通常であり、3 つめの電離箱を追加したときのみオンに設定する。オンにした場合、通常データフォーマットに ch4 の列が追加されたフォーマットとなる。

④ Next ボタンをクリックするとモノクロメータを測定開始角度に設定するかどうか聞いてくるので OK をクリックしてモノクロメータを準備する。

⑤モノクロメータが開始位置に移動するとオフセット測定モードに移行する。



⑥通常の XAFS 測定と同様にアンプの設定を変更した場合は **Measure** をクリックしてオフセットの測定を行う。前回の値(画面に表示されている)を使用する場合は **Use these** をクリックする。

⑦オフセットの測定が終われば **Ready** というダイアログが開くので、ここで **OK** をクリックすると測定が開始される。

※測定中は基本的に中断することができない。繰り返し測定中は、メイン画面の **Break** ボタンをクリックする(見た目は反応しない)かキーボードのスペースキーを叩いておくと、繰り返し測定のインターバルで測定ルーチンが強制終了される。

⑧測定が完了すると **Data Saved** という画面が表示され、データがファイルに保存されます。また、同時にメイン画面にスペクトルが描画されます。



※ウインドウを動かしたり、他のプログラムでウインドウが隠れてしまうと、

メイン画面のスペクトルが表示されなくなります。その際は、メイン画面内にある **Re-plot** ボタンをクリックすると、最後に測定したスペクトルをメイン画面内に再描画します。

4-4. プログラムの終了

メイン画面の **Quit** もしくは右上の **X** ボタンをクリックすると、**Rise Time** を標準値である 100 msec.に戻すよう警告が出る。



Rise Time の設定を戻したあと、**OK** をクリックするとプログラムが終了する。

※かならずハッチ内の電流アンプの **Rise Time** を 100 msec.に戻してください。戻し忘れるとそれ以降の **Step-scan** の測定がうまくいかなくなり、他のユーザーに迷惑をかけることになります。

以上