

XAFS 測定用プログラム使用マニュアル

2009 年 10 月改訂

KEK-PF XAFS Group

目次

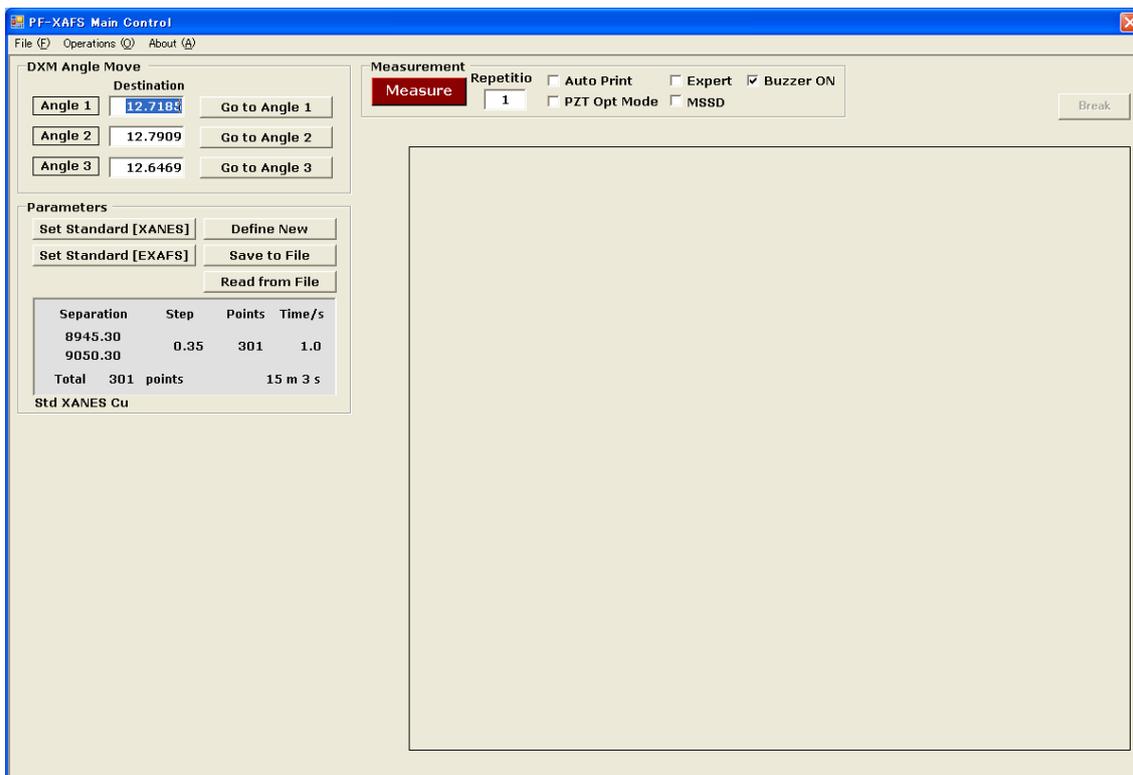
1. 測定プログラム起動.....	2
2. モノクロメーターの角度変更.....	2
3. 測定パラメーターの設定.....	3
3-1. 標準パラメーターを使用する場合.....	3
3-2. 新たにパラメーターを設定する場合.....	4
3-3. 保存したパラメーターファイルを読み出し設定する場合.....	6
4. 測定.....	7
4-1. 測定モード等の設定.....	7
4-2. 実際の測定.....	8
4-2-1. 通常測定モード.....	8
4-2-2. オフセットの測定と入力.....	9
4-2-3. 測定開始.....	9
4-2-4. 測定中の操作.....	10
4-2-5. 測定終了.....	11
4-3. エキスパートモードでの測定.....	12
4-3-1. ORTEC 974 の 4ch を使用する場合.....	12
4-3-2. MSSD による蛍光 XAFS 測定.....	13
4-4. PZT Optimization モードでの測定.....	15
5.測定データの確認.....	16
6.その他.....	17

この Windows 版 XAFS 測定プログラムは、従来の DOS 版に基づいて作られています。

1. 測定プログラム起動

「PF-XAFSvXX」をダブルクリックし、測定プログラムを起動する。(XXには数字が入る。測定プログラムは随時バージョンアップされるため、最新のプログラムを使用する。)

「PF-XAFS Main Control」ウィンドウが開く。



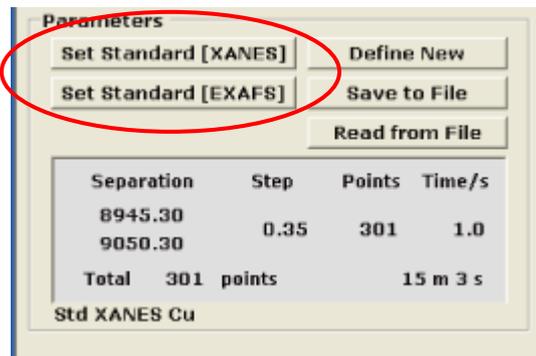
2. モノクロメーターの角度変更

目的の角度を「DXM Angle Move」の Angle 1～3「Destination」に入力し「Go to Angle 1 or 2 or 3」をクリック。Angle 1～3 は三種類の角度入力が可能なだけで、いずれのボタンも同じ機能である。

3. 測定パラメーターの設定

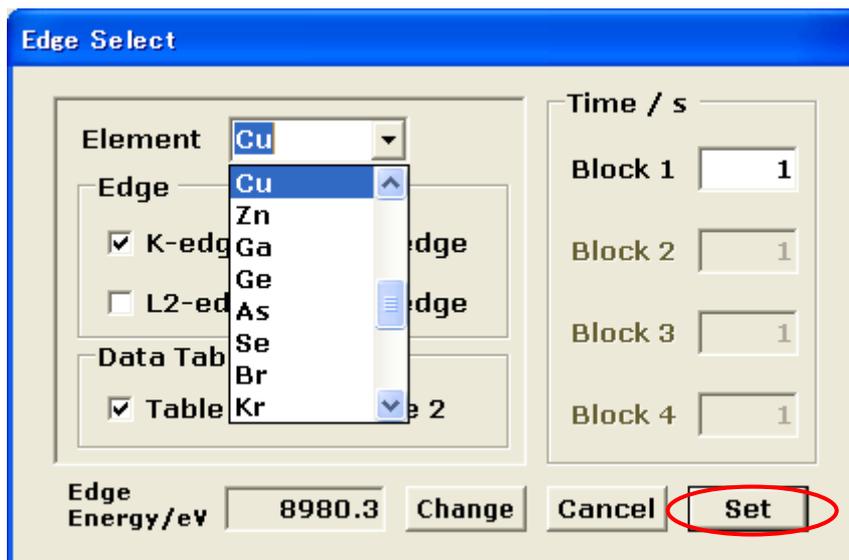
3-1. 標準パラメーターを使用する場合

「Set Standard [XANES]」もしくは「Set Standard [EXAFS]」をクリック。



「Edge Select」ウィンドウ内から吸収元素、吸収端を選択、Dwell Time を入力し「Set」をクリック。（下図は「Set Standard [XANES]」を選択したときのもの。）

Table 1 は「XAFS 実験ステーション利用の手引き」に記載、Table 2 は「太田俊明編 X線吸収分光法」に記載の吸収端エネルギーを採用する。



「PF-XAFS Main Control」ウィンドウ上に設定された標準パラメーターが表示される。
(下図は 銅 K 吸収端の XANES 標準パラメーター)

Parameters

Set Standard [XANES] Define New

Set Standard [EXAFS] **Save to File**

Read from File

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

Std XANES Cu

表示されているパラメーターを保存する場合は「Save to File」をクリックし、ファイル名を付けて適切なフォルダに保存する。(保存先フォルダは P. 8「4-2-1. 通常測定モード」中に記載)

3-2. 新たにパラメーターを設定する場合

「Define New」をクリックする。

Parameters

Set Standard [XANES] **Define New**

Set Standard [EXAFS] Save to File

Read from File

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

Std XANES Cu

パラメーターを入力する際の単位(角度もしくはエネルギー)、測定ブロックの数(最大10ブロックまで)、吸収端エネルギーを設定し「OK」をクリック。

Define New Parameter

Unit

Energy Angle

Number of Blocks

4

maximum 10 blocks

Temporal E0

8980.3 eV

min. 2181.50 eV

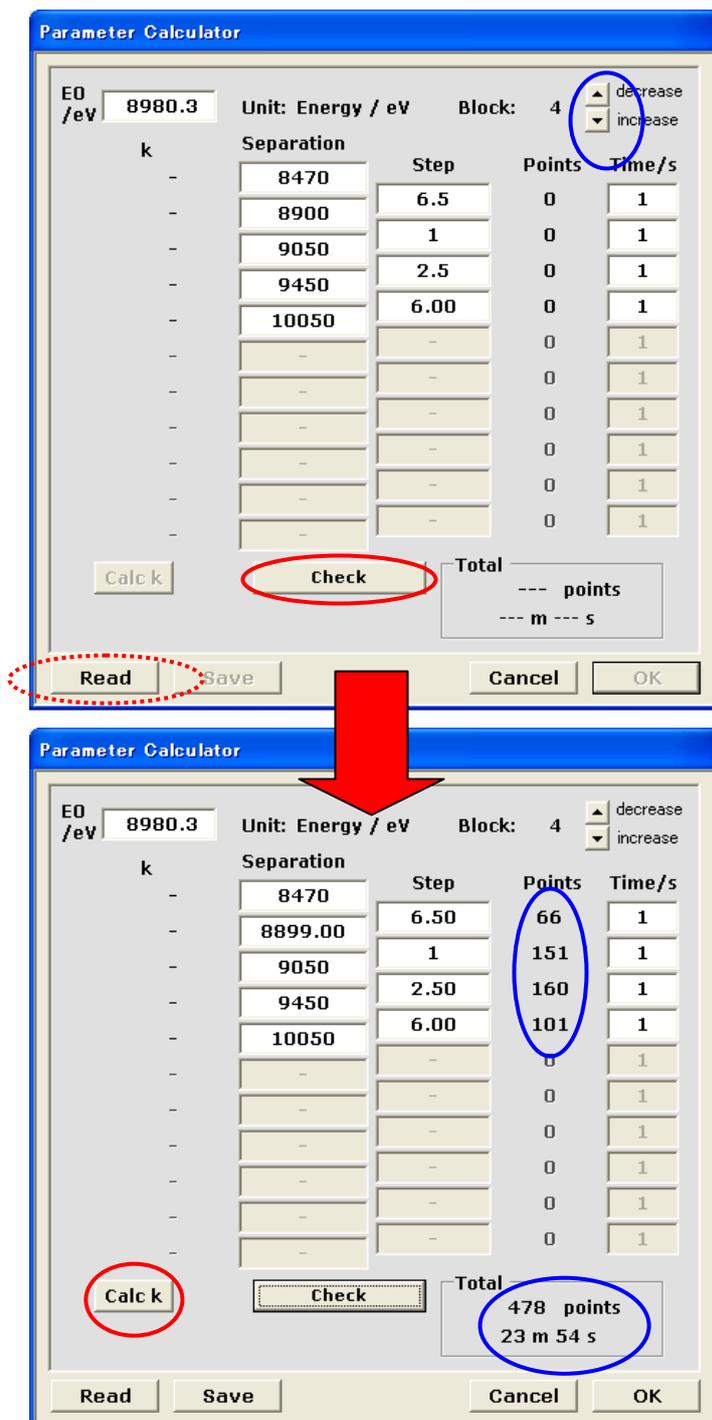
max. 25199.29 eV

OK Cancel

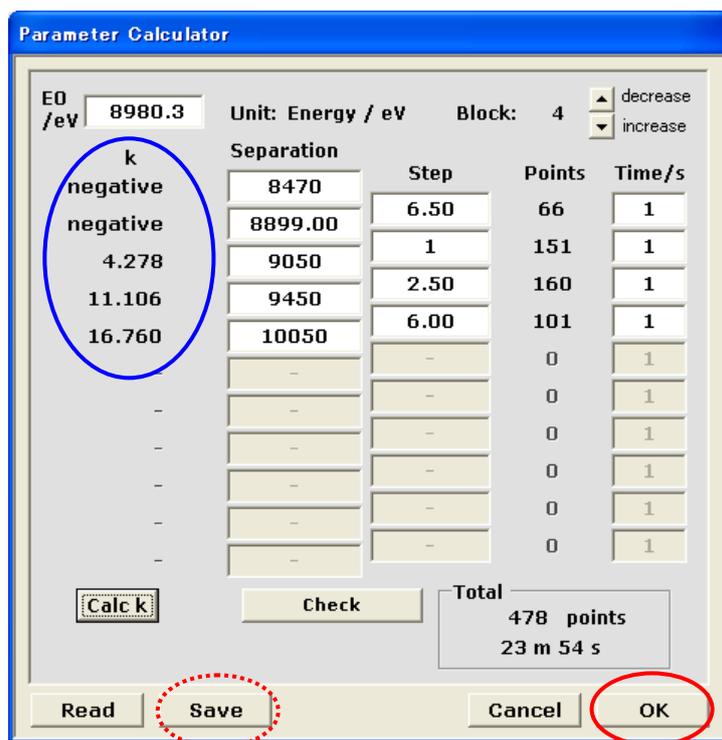
「Parameter Calculator」ウィンドウにおいて各ブロックの測定開始エネルギー（「Define New Parameter」画面の「Unit」で「Angle」にチェックした場合は角度）と測定終了エネルギー（もしくは角度）、測定ステップ（エネルギーもしくは角度間隔）、Dwell Timeを入力した後、「Check」をクリックすると測定点数と測定時間が表示される。

注）「Check」をクリックしないと「OK」ボタンはアクティブになりません。

「Check」をすると入力パラメーターの整合性をチェックし、不整合がある場合には上から順に自動補正を行う。なお「decrease」「increase」でブロック数の変更も可能。またここで「Read」をクリックすると既存のパラメーターを読み込むことができる。



「Calc k」をクリックすると入力した E_0 の値を用いて対応する波数ベクトル $k/\text{\AA}^{-1}$ が表示される。

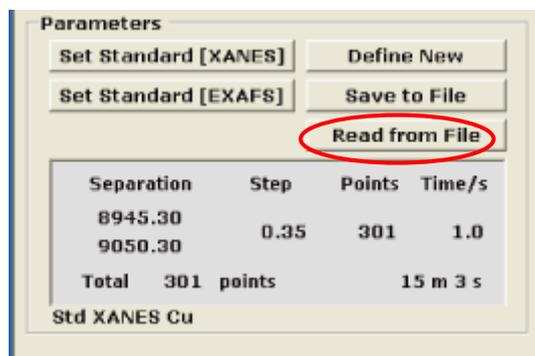


設定したパラメーターでよければ「OK」をクリック。

「Save」をクリックするとここで設定したパラメーターを保存することもできる。

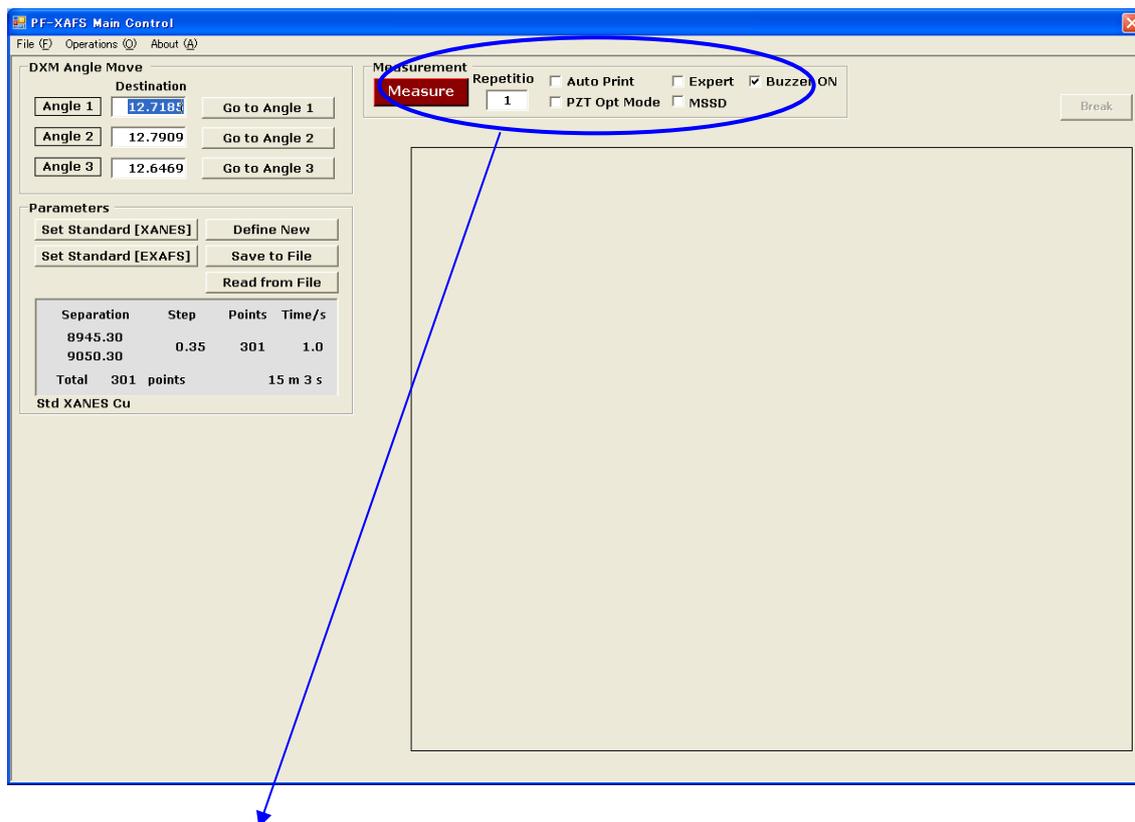
3-3. 保存したパラメーターファイルを読み出し設定する場合

「PF-XAFS Main Control」ウィンドウで「Read from File」をクリックしパラメーターを読み出すとそのパラメーターが測定パラメーターとして設定される。



4. 測定

4-1. 測定モード等の設定



- | | |
|----------------|---|
| 「Repetition」 | 測定の繰り返し回数を設定。 |
| 「Auto Print」 | チェックが入っている場合、測定終了時にスペクトルを印刷。 |
| 「Expert」 | チェックが入っている場合、ORTEC974 スケーラーの 4ch にシグナルを入れての測定が可能。 |
| 「Buzzer ON」 | チェックが入っている場合、測定終了時やオフセット測定終了時にブザーが鳴る。 |
| 「PZT Opt Mode」 | チェックが入っている場合、二結晶モノクロメーターの平行性を最適化しながら測定。 |
| 「MSSD」 | チェックが入っている場合、MSSD 測定モード。 |

これらの設定をした後、「Measure」をクリックで測定条件等入力画面へ。

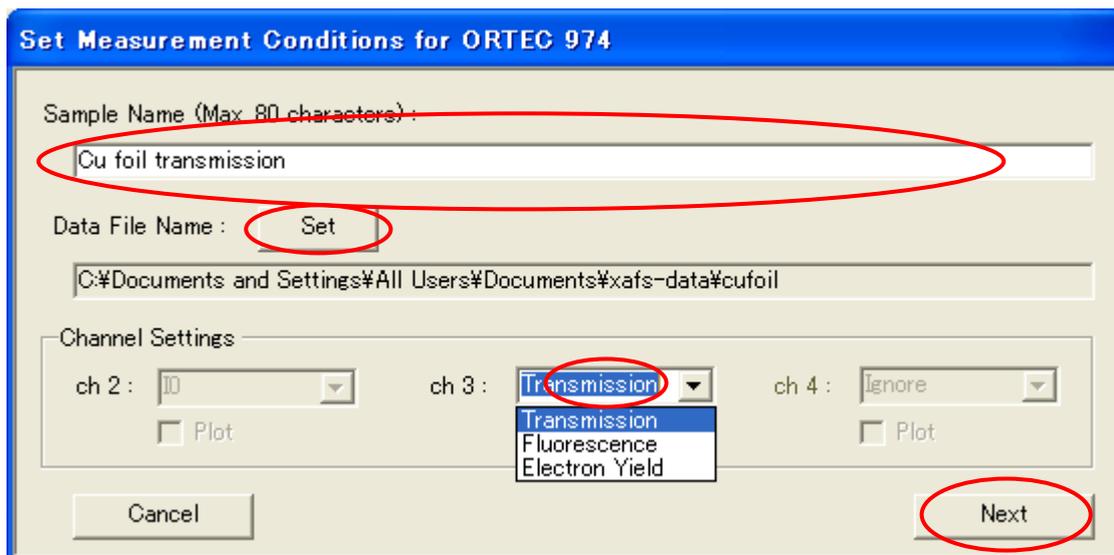
4-2. 実際の測定

4-2-1. 通常測定モード

「Measure」をクリックすると「Set Measurement Conditions for ORTEC 974」が表示されるので「Sample Name」に試料名などのコメントを入力。最大半角 80 文字。

「Set」をクリックし、保存するデータファイル名と保存先を設定する。

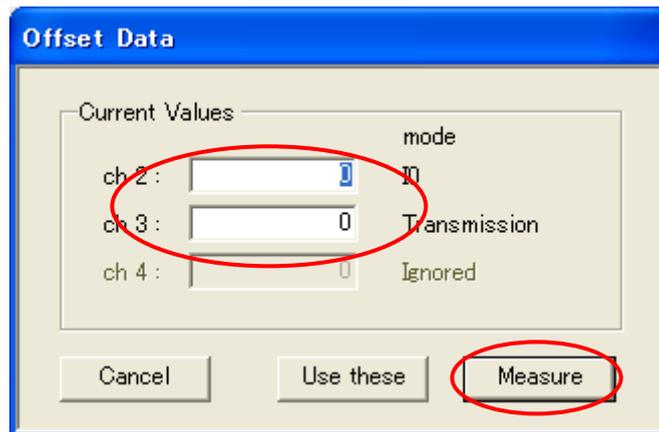
参考)データ保存先を「マイドキュメント」中の「xafs-data」エイリアスの中(C:\Documents and Settings\%xafs-user%\xafs-data) に設定すると、User 端末 PC の「マイコンピュータ」中の「Z:\BI \xafs\share Docs'の xafs-data」から呼び出せる。



「Channel Settings」のプルダウンメニューから検出するチャンネルの測定モードを設定する。

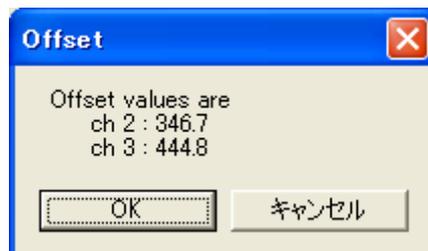
「Plot」にチェックが入っているチャンネルのスペクトルが測定画面に表示される。設定終了後「Next」をクリックするとオフセット設定ウィンドウが表示される。

4-2-2. オフセットの測定と入力



検出器のオフセットの値を測定もしくは入力する。

- ・手動で入力する場合は対応するテキストボックスに値を入力する。
 - ・新たにオフセットを測定する場合「Measure」をクリック。シャッターを閉じることを要求してくるのでシャッターを閉じて「OK」をクリック。
- オフセット測定が終わると以下のウィンドウが表示されるので、よければ「OK」。



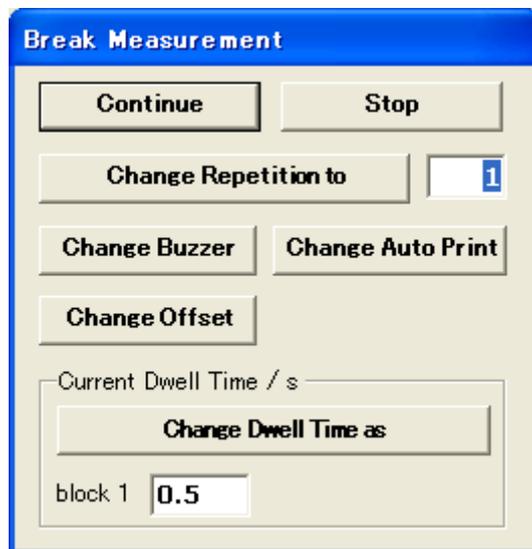
4-2-3. 測定開始

オフセット測定終了後、シャッターを開くことを要求してくるのでシャッターを開いて「OK」、引き続き「Measurement」ウィンドウが表示されるので「OK」で測定開始。



4-2-4. 測定中の操作

測定中「PF-XAFS Main Control」ウィンドウ右上の「Break」をクリックすると「Break Measurement」画面が表示され、一時測定を中断しいくつかの設定を変更することができる。（「Break Measurement」画面は「Break」ボタンをクリックした時点の次の点の測定開始直前に表示される。）



測定中にできる操作として以下の項目がある。「Break Measurement」ウィンドウから適宜設定の変更を行う。

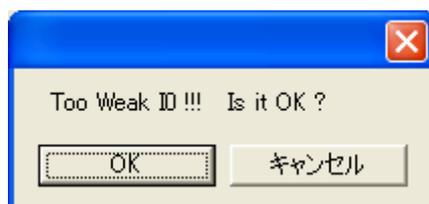
- ・ 「Change Repetition to」 繰り返し回数の変更
- ・ 「Change Buzzer」 ブザーの ON、OFF の変更
- ・ 「Change Auto Print」 オートプリントモードの変更
- ・ 「Change Offset」 オフセットの変更
- ・ 「Change Dwell Time as」 Dwell Time の変更

各ボタンをクリックすると変更が有効となり、測定が再開される。

変更せずに測定に戻る場合は「Continue」をクリック。そのまま測定を中止する場合は「Stop」をクリックする。

測定中の異常

測定中に X 線強度が著しく減少するなどの異常が発生すると「Too weak ID」と表記された警告ウィンドウが表示される。そのまま測定を継続する場合は「OK」をクリック。測定を中断する場合は「キャンセル」をクリックする。この際、異常が発生するまでのデータは保存される（ただし、1 点目の測定で異常が発生した場合は保存されない）。



4-2-5. 測定終了

測定が終了すると「Measurement finished」ウィンドウが表示され、モノクロメーターの角度を何処へ移動するかを尋ねてくる。



- 「Stop here」 測定終了時の角度にとどまる。
- 「Return to initial angle」 測定開始時にいた角度へ戻る。
- 「Go to another angle」 テキストボックス内に入力された角度へ移動する。

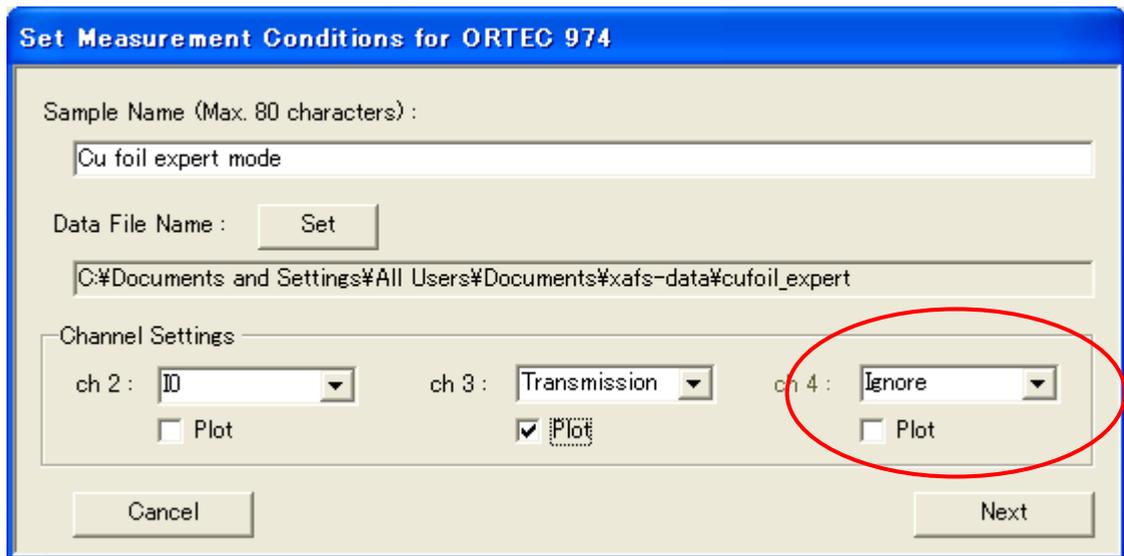
4-3. エキスパートモードでの測定

エキスパートモードは以下の場合に使用する。

- ・スケーラー「ORTEC 974」の4ch にシグナルを入力して行う測定
- ・MSSD による蛍光 XAFS 測定

4-3-1. ORTEC 974 の4ch を使用する場合

基本的な操作は「4-2-1. 通常測定モード」と同様である。エキスパートモードでは「Set Measurement Conditions for ORTEC 974」画面中「Channel Setting」で4ch の測定モードを選択できる。以降は通常モードと同様の手順で測定する。



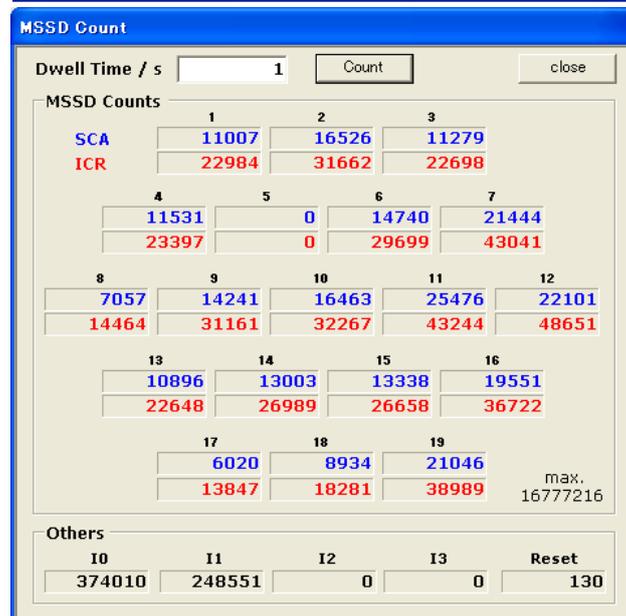
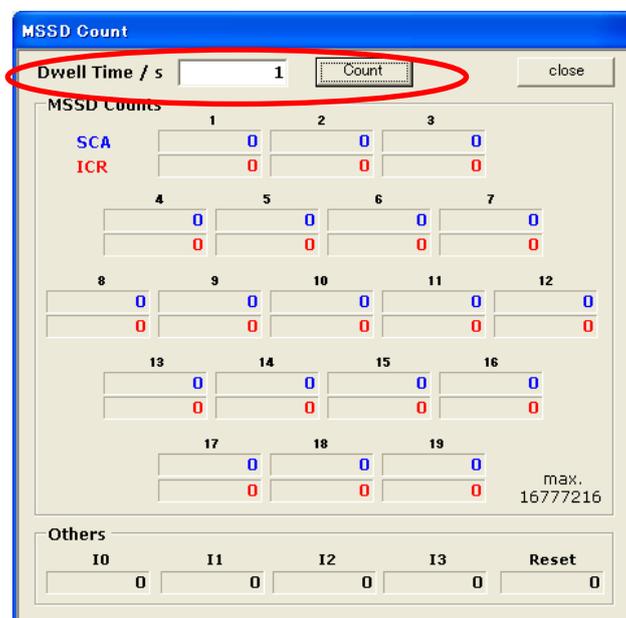
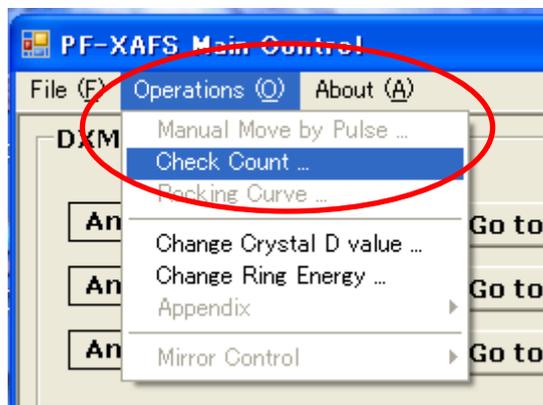
The screenshot shows a dialog box titled "Set Measurement Conditions for ORTEC 974". It contains the following fields and controls:

- Sample Name (Max. 80 characters): Cu foil expert mode
- Data File Name: Set (button)
- Data File Name: C:\Documents and Settings\All Users\Documents\xafs-data\cufoil_expert
- Channel Settings:
 - ch 2: ID (dropdown), Plot
 - ch 3: Transmission (dropdown), Plot
 - ch 4: Ignore (dropdown), Plot
- Cancel (button)
- Next (button)

The "ch 4" dropdown menu is circled in red.

4-3-2. MSSD による蛍光 XAFS 測定

「MSSD」にチェックを入れると MSSD による蛍光 XAFS 測定モードとなる。
 メイン画面「Operations」より「Check Count」をクリックすると「MSSD Count」画面が表示される。「Dwell Time / s」を入力し「Count」をクリックすると全計数値と SCA 出力の計数値がそれぞれ「ICR」と「SCA」に表示される。



「MSSD Count」画面を閉じ、「Measure」をクリックすると「Set Measurement Conditions for MSSD」画面が表示される。通常モード測定と同様に「Sample Name」とファイル名を設定した後、測定中に画面表示するチャンネルと無効にするチャンネルを選択し、「Next」をクリック。以降の操作は通常測定モードと同様である。

参考) 「Load Default Conditions」をクリックすると、そのビームラインのMSSDの機能しない素子を「Ignore」とし、残りのチャンネルからの出力の総和によるスペクトルを画面表示する設定になる。

なお、通常 ch20 には I_0 が、ch21 には I がそれぞれ接続されている。

Set Measurement Conditions for MSSD

Sample Name (Max. 80 characters):
Cu fluo. XANES MSSD

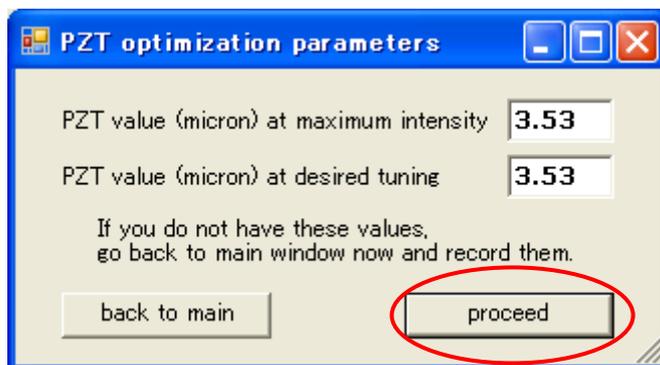
Data File Name:
C:\Documents and Settings\All Users\Documents\xafs-data\cumssd

Channel Settings

Channel	Mode	Ignore	Disp	Channel	Mode	Ignore	Disp	Channel	Mode	Ignore	Disp
ch 1	Fluorescence	<input type="checkbox"/>	<input type="radio"/>	ch 11	Fluorescence	<input type="checkbox"/>	<input type="radio"/>	ch 20	ID	<input type="checkbox"/>	<input type="radio"/>
ch 2	Fluorescence	<input type="checkbox"/>	<input type="radio"/>	ch 12	Fluorescence	<input type="checkbox"/>	<input type="radio"/>	ch 21	Transmission	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="radio"/>
ch 3	Fluorescence	<input type="checkbox"/>	<input type="radio"/>	ch 13	Fluorescence	<input type="checkbox"/>	<input type="radio"/>	ch 22	Fluorescence	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="radio"/>
ch 4	Fluorescence	<input type="checkbox"/>	<input type="radio"/>	ch 14	Fluorescence	<input type="checkbox"/>	<input type="radio"/>	ch 23	Electron Yield	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="radio"/>
ch 5	Fluorescence	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="radio"/>	ch 15	Fluorescence	<input type="checkbox"/>	<input type="radio"/>	sum data of ch 1-19 (only selected) <input checked="" type="checkbox"/>			
ch 6	Fluorescence	<input type="checkbox"/>	<input type="radio"/>	ch 16	Fluorescence	<input type="checkbox"/>	<input type="radio"/>	<input type="button" value="Load Default Conditions"/>			
ch 7	Fluorescence	<input type="checkbox"/>	<input type="radio"/>	ch 17	Fluorescence	<input type="checkbox"/>	<input type="radio"/>				
ch 8	Fluorescence	<input type="checkbox"/>	<input type="radio"/>	ch 18	Fluorescence	<input type="checkbox"/>	<input type="radio"/>				
ch 9	Fluorescence	<input type="checkbox"/>	<input type="radio"/>	ch 19	Fluorescence	<input type="checkbox"/>	<input type="radio"/>				
ch 10	Fluorescence	<input type="checkbox"/>	<input type="radio"/>								

4-4. PZT Optimization モードでの測定

「PZT OPT Mode」にチェックが入っている場合、 piezo素子を用いて二結晶の平行性を最適化しながらの測定が可能になる。「PZT OPT Mode」にチェックを入れて「Measure」をクリックすると「PZT optimization parameters」画面が表示されるので、X線強度が最大となる piezoコントローラーのミクロン単位での読みと、目的の tune (detune) に設定した時の読みを入力し「proceed」をクリック。detune なしで測定する場合は同じ値を入力する。以降の操作は通常操作と同様である。



5. 測定データの確認

測定したデータを確認するには、メイン画面「Operations」より「Data View」をクリックします。「Data View」画面が表示され、測定直後であれば左下の「Plot」ボタンを押すことで最後に測定したデータが表示されます。過去に測定したデータを表示させるには「Read」ボタンを押してファイルを選択し、「Plot」ボタンを押すことで表示できます。（現在のバージョンでは 19 素子 MSSD を用いて測定されたデータの表示には対応していません。エキスパートモードで測定された 3ch 同時測定のデータには対応しています。）下部の矢印ボタンを押すか、プロット画面をクリックすることで十字のカーソルが移動します。また、カーソル位置の情報が右側の「Values」ウィンドウに表示されます。

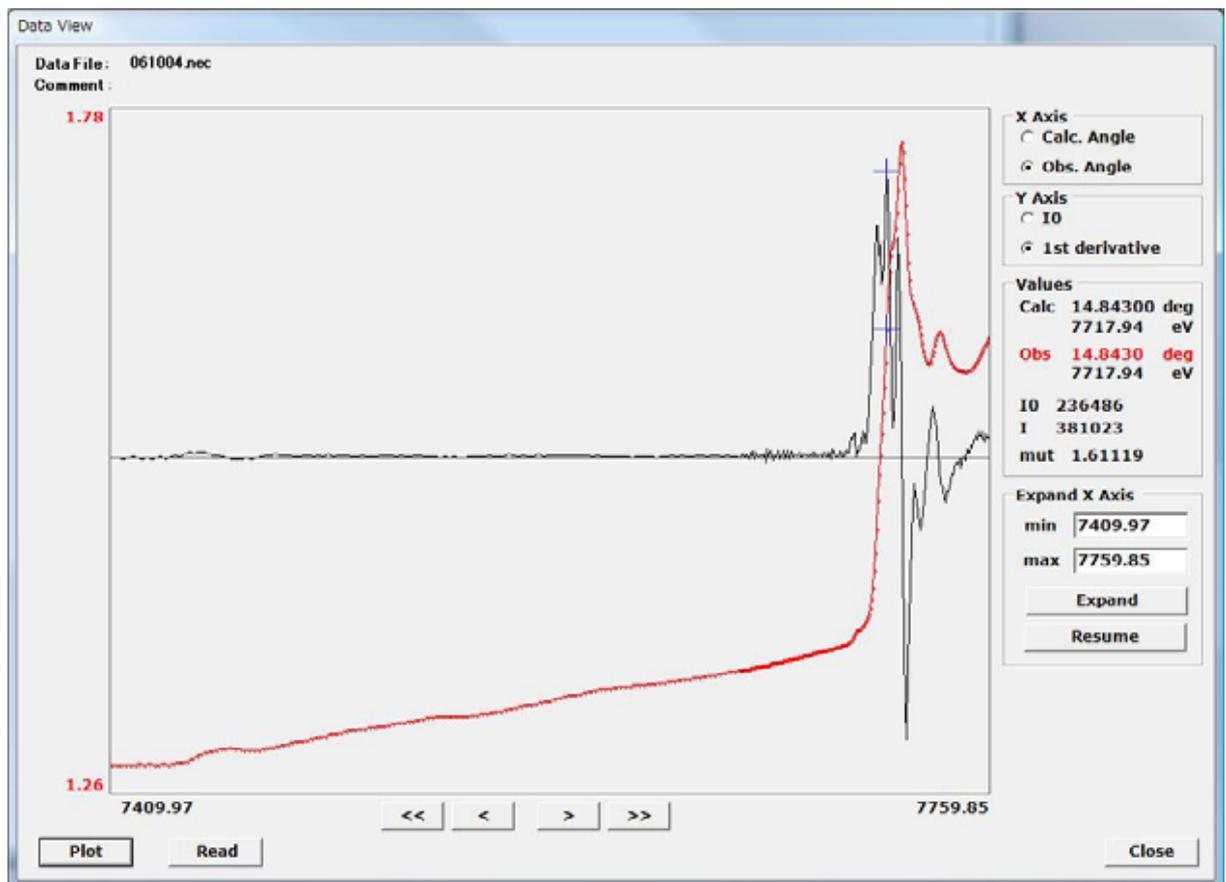
「X Axis」ボタンではそれぞれ横軸の設定ができます。

- Calc. Angle – パラメータファイルから計算された角度
- Obs. Angle – モノクロメータのエンコーダから得られた角度（デフォルト）

「Y Axis」ボタンでは画面上の黒色のプロットの選択ができます。

- I0 – I0 イオンチャンバーの強度にする
- 1st derivative – I イオンチャンバーの一次微分強度にする（デフォルト）

「Expand X Axis」ウィンドウの「min」「max」に数値を入力し、「Expand」ボタンを押すことで拡大表示ができます。「Resume」ボタンを押すと拡大表示が終了し、スペクトル全体が表示されます。



6. その他

PFXAFS 測定プログラムには外部機器との連携を想定したトリガー出力機能などを装備しています。使用の際には外部機器との調整が必要になりますのでスタッフまでお問い合わせください。また、本プログラムに関して機能拡張などのご要望がありましたらスタッフまでご連絡ください。できる限り対応いたします。