

# KEK-PF BL-15A1 XAFS/XRF マッピング測定データ解析マニュアル

2016年04月22日

KEK-PF 武市 泰男

## 目次

[はじめに](#)

[gen2Dmap: 生データ→2D ASCII](#)

[ImageJ: Single map 読み込み](#)

[ImageJ: 相関解析](#)

[ImageJ: イメージスタック読み込み](#)

[TXM XANES Wizard: ノーマライズ、エッジエネルギー解析](#)

[TXM XANES Wizard: 線形結合フィッティング](#)

[参考文献](#)

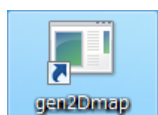
## はじめに

このマニュアルでできること：

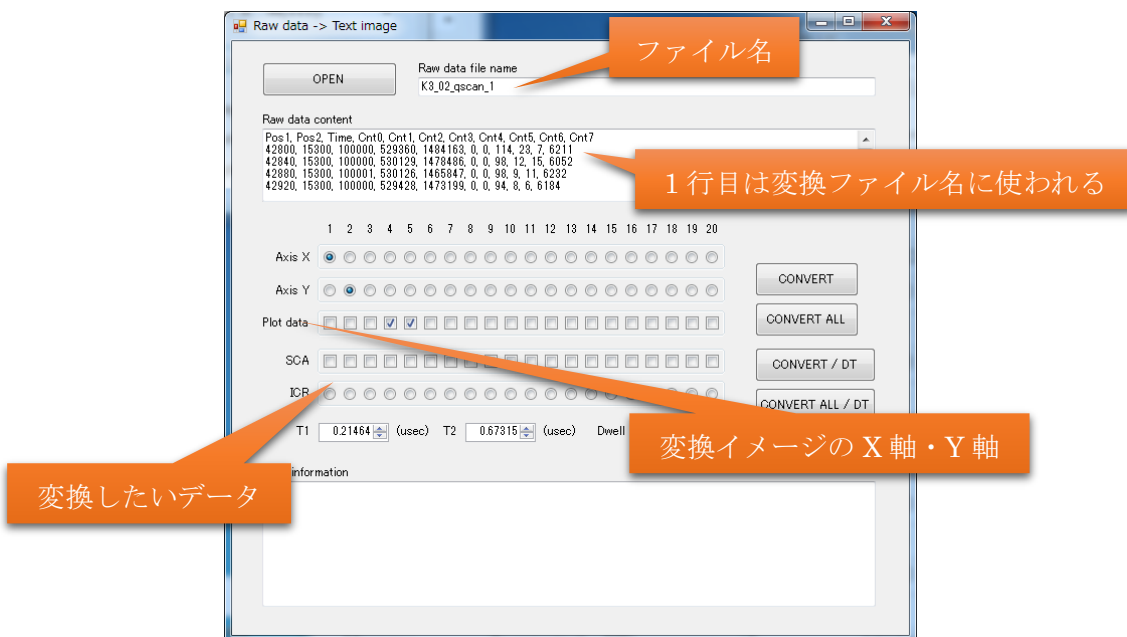
- ✓ BL-15A1 XAFS/XRF マッピング測定の生データ読み込み
- ✓ 任意のチャンネルの 2D ASCII データ化、DT 補正
- ✓ 2D ASCII データ画像の読み込み、 $\ln(I_0/I_1)$  または  $I_1/I_0$  計算
- ✓ 任意のチャンネルの相関プロットとその書き出し
- ✓ 相関マスク生成
- ✓ イメージスタックの読み込み
- ✓ イメージスタックのドリフト補正
- ✓ バルクあるいは局所スペクトルの表示
- ✓ 2D-XANES イメージスタックのノーマライズ
- ✓ 2D-XANES イメージスタックのエッジジャンプおよびエッジエネルギー解析
- ✓ 2D-XANES イメージスタックの線形結合フィッティング

## gen2Dmap: 生データ→2D ASCII

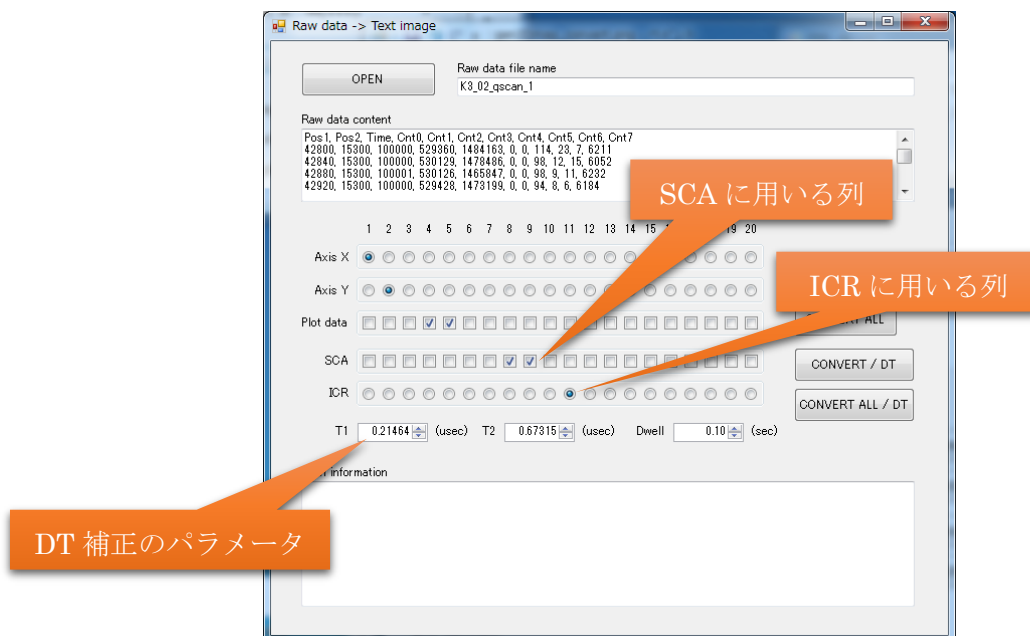
マッピング測定が終わったら、測定用 PC のデスクトップにあるショートカットから gen2Dmap.exe を起動する。



OPEN をクリックして、あるエネルギー一点でのステージスキャン生データを読み込むと、Raw data content の欄にデータの中身が表示される。生データは全 Ch データの 1D ASCII で、1 行目は変換後のファイル名のサフィックスとして使われる。



データ列はカンマ区切りで認識される。2D データの X 軸・Y 軸に該当するデータ列を選択し、プロットさせたいデータ列にチェックを入れて CONVERT をクリックすると、読み込んでいたデータが変換される。CONVERT ALL をクリックすると、同じフォルダ内において同じプレフィックスを持つファイルを一連の 2D-XANES データと見なして、すべて同条件で変換する。生成されたファイルはタブ区切り ASCII (.txt) ファイルで、解析用 PC の ImageJ、Igor、Excel 等のソフトウェアで取り込むことができる。



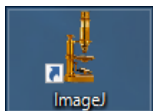
SDD 信号のデッドタイム (DT) 補正<sup>1</sup> が必要な場合は、変換したい SCA データ列にチェック、ICR に使いたいデータ列を選択する。DT 補正のパラメータのうち、T1 と T2 はデフォルトで現在の BL-15A1 のシステムの標準値が入力されているが、Dwell は正しい値を入力する必要がある。CONVERT/DT ま

<sup>1</sup> ここでの DT 補正には、いわゆる野村式 [1] を採用している。

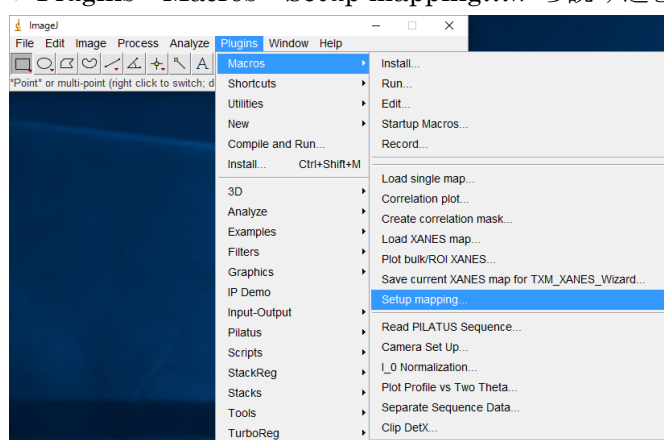
たは CONVERT ALL / DT をクリックすると、DT 補正したファイルが出力される。

## ImageJ: Single map 読み込み

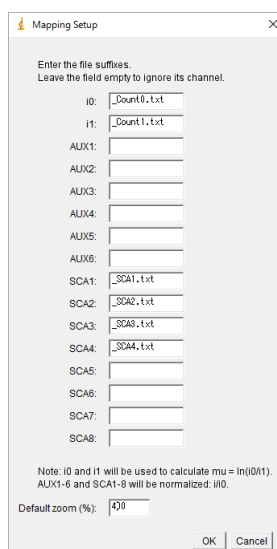
これ以降の作業は解析用 PC で行う。デスクトップショートカットあるいはスタートメニューから ImageJ を起動する。



ImageJ で任意の 2D ASCII データを画像表示するには、メニューバーの File→Import→Text Image... とする。gen2Dmap で生成した一連のマッピングデータは、マクロを使って一度に読み込むことができる。まず、メニューバーの Plugins→Macros→Setup mapping...から読み込むファイルを指定する。

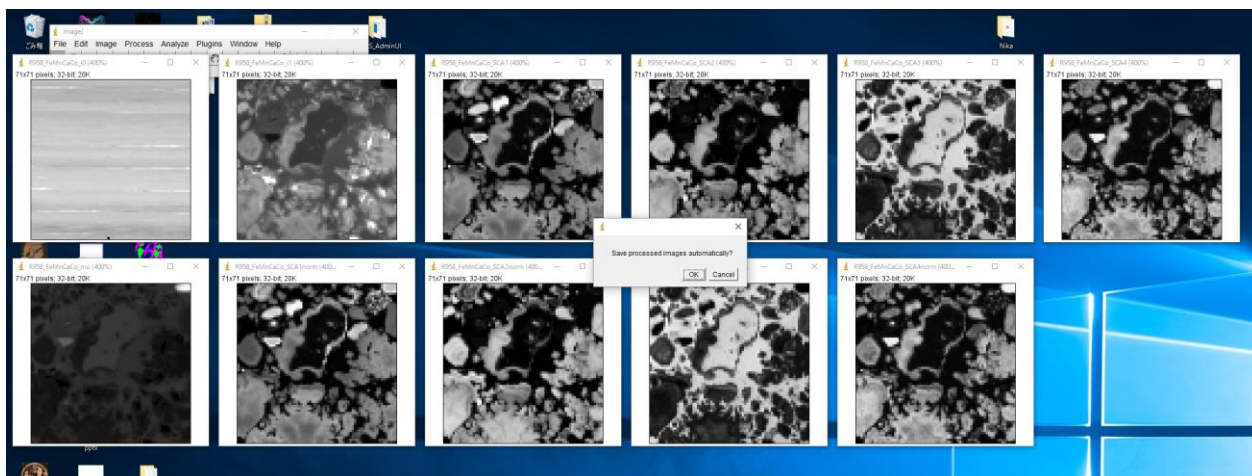


取り込みたいチャンネルのファイル名サフィックスを入力する。空欄にしていると取り込みは実行されない。i0 および i1 が揃っていれば、取り込み時に線吸収係数  $\ln(I_0/I_1)$  が計算される。SCA1~8 および AUX1~6 は i0 を使ってノーマライズ ( $I_1/I_0$ ) される。

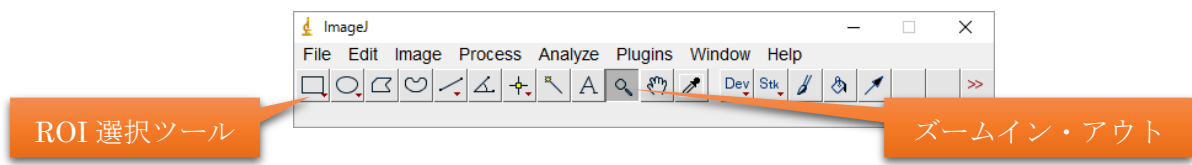


メニューバーの Plugins→Macros→Load single map... をクリックして、1 度の測定で得られた複数チャンネルのマッピングデータを取り込む。取り込みたいファイルのうちひとつ（どれでもよい）を選択し、短い名前（保存時のファイル名に使用される）を入力すると、取り込みが実行される。I<sub>0</sub> や各種チャンネル

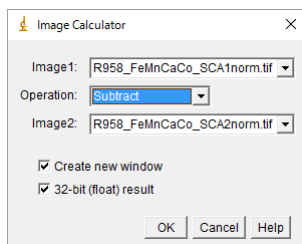
ルの生データに加えて、線吸収係数 (\*\_mu) およびノーマライズされた画像 (\*\_SCA1norm など) が生成される<sup>2</sup>。Save processed images automatically? に対して OK をクリックすると、すべての画像が 32-bit TIFF として保存される。



$I_0$  の変動などが割り切れていて正しく測定できていることが確かめられれば、これ以降の解析には線吸収係数 (\*\_mu.tif) やノーマライズされた画像 (\*\_SCA1norm.tif など) のみを使う。必要な画像以外のウィンドウは閉じてもよい。ImageJ の詳細な使用方法はヘルプや各種 Web を参照してほしい。ここでは最低限、ROI 選択ツール (矩形、楕円、ポリゴン、フリーハンド) とズームイン・アウト (左クリックでズームイン、右クリックでズームアウト) を使用する。

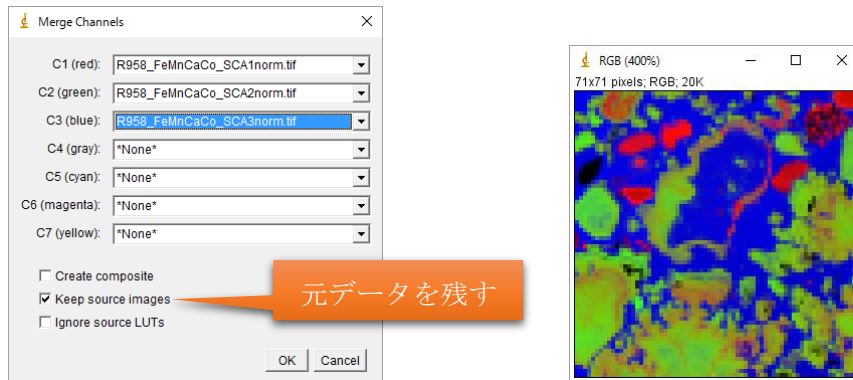


また、2つのチャンネル画像データの差分を見るには、メニューバーの Process→Image Calculator... を使用する。対象画像を選び、Operation に Subtract を指定すれば差分画像が生成される。



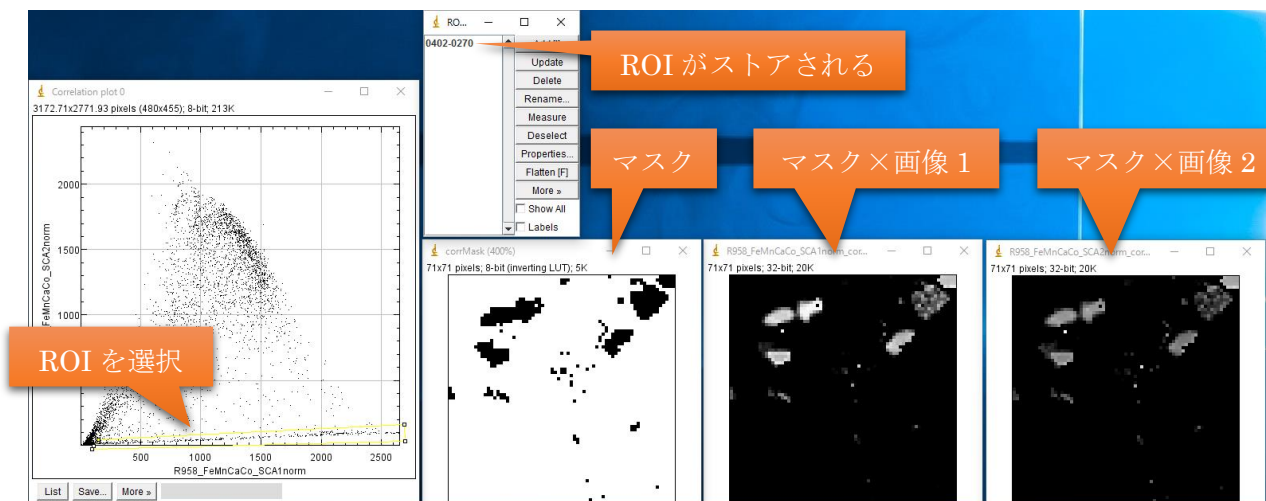
また、いくつかのチャンネルの RGB プロットを表示するには、メニューバーの Image→Color→Merge Channels...を開き、各カラーチャンネルに使用する画像データを指定する。これらのメニューで生成した画像を保存するには、画像ウィンドウがアクティブになっている状態でメニューバーの File→Save あるいは Save As からファイル名を指定する。

<sup>2</sup> ここで例として用いる画像データは、JAMSTEC 柏原氏のご厚意により提供された。



## ImageJ: 相関解析

ここでは、同じ測定で得られた (=同じサイズの) 2 つの画像の相関を解析する。メニューバーの Plugins→Macros→Correlation plot...を選択し、画像 1 および 2 を選択すると、相関プロットが生成される。Save XY-data text file? にたいして OK をクリックし、ファイル名 (\*.txt を推奨する) を指定すると、相関プロットがタブ区切り ASCII として保存される。このファイルは Excel や Igor などで読み込むことができる。



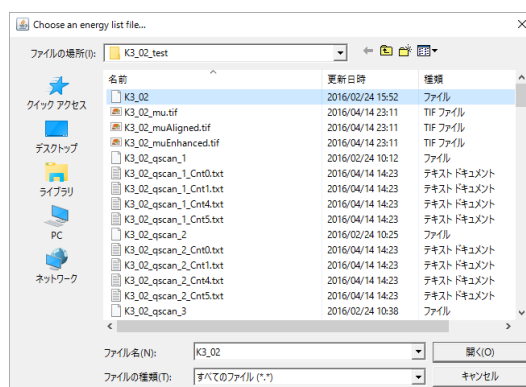
相関プロット内に特徴的な相関を示すクラスタがあれば、その部分のみを表示するマスクを生成することができる。相関プロットウィンドウで各種選択ツールを用いて ROI を選択し、メニューバーの Plugins→Macros→Create correlation mask...を選択すると、ROI Manager、マスク、マスクを適用した画像 1 および 2 が生成される。これにより、特徴的な相関を示すクラスタの分布を確認できる。一度マスクを生成した ROI は ROI Manager にストアされるので、別の ROI を生成したあとでも元の ROI に戻ることができる。なお、ここで生成したマスク等の画像は自動保存されないため、必要に応じて保存すること。

## ImageJ: イメージスタック読み込み

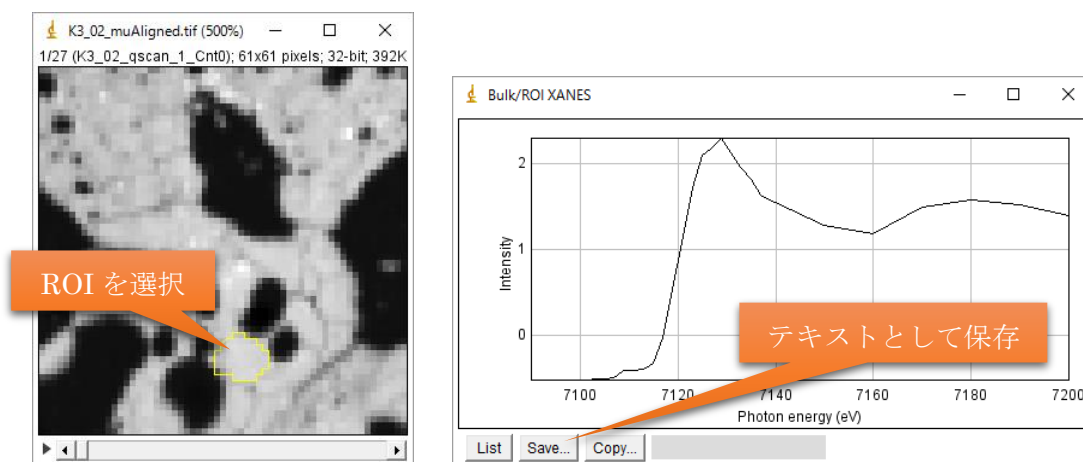
メニューバーの Plugins→Macros→Load XANES map...をクリックすると、イメージスタック測定で得られたフォルダ内のマッピングデータをすべて取り込む。まず、すべての画像ウィンドウが閉じられる。データファイルが保存されたフォルダを選択し、短い名前 (保存時のファイル名に使用される) を入

力すると、取り込みが実行される。Save processed image stacks automatically? に対して OK をクリックすると、生の線吸収係数 (\*\_mu.tif)、ドリフト補正<sup>3</sup> がかけられた線吸収係数 (\*\_muAligned.tif)、ドリフト補正後に見やすいようにコントラスト調整<sup>4</sup>した線吸収係数 (\*\_muEnhanced.tif) およびノーマライズされたイメージスタック (\*\_SCA1norm.tif など) がマルチページ 32-bit TIFF として保存される。これらのファイルは、Igor でも 3 次元ウェーブとして読み込むことができる。

イメージスタックの任意の領域からスペクトルを切り出すことができる。ImageJ メニューの選択ツールで適当な ROI を指定し、メニューバーの Plugins→Macros→Plot bulk/ROI XANES を選択する。エネルギー軸の数値は測定時に保存されたデータの 1 列目に書き込まれており、ファイルダイアログでファイルを選択する。



ROI を指定していなければ、画像全体のスペクトルが生成される。得られたスペクトルは、Save をクリックすることでテキストファイルとして保存できる。



この後の XANES 解析を行うには、TXM XANES Wizard で読み込むためのファイルを ImageJ マクロで出力しておく。変換したいデータ (ここでは \*\_muAligned.tif) ウィンドウを選択してアクティブにし、メニューバーの Plugins→Macros→Save current XANES map for TXM\_XANES\_Wizard... を選択する。スペクトル抽出の際と同様にエネルギー軸のデータファイルを選択すると、\*\_TIFFs フォルダが生成され、エネルギー軸の数値を付加したファイル名の 32-bit TIFF が保存される。

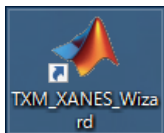
<sup>3</sup> ここでは StackReg というプラグインを使用している。詳しくは下記 Web を参照のこと。

<http://bigwww.epfl.ch/thevenaz/stackreg/>

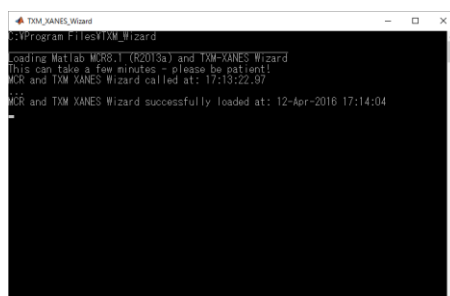
<sup>4</sup> 視覚的に確認するために生成している。各スライスで個別にコントラスト調整が施されるため、この画像からは正しいスペクトルは得られないことに注意。

## TXM XANES Wizard: ノーマライズ、エッジエネルギー解析

TXM XANES Wizardは、SSRL 6-2c ビームラインのデータ解析のため Yijin Liu および Florian Meirer らによって開発されたソフトウェア TXM Wizard [2] のうち、2D-XANES 解析を行う部分である。TXM XANES Wizard には英語ヘルプも備わっているため、そちらも参照のこと。TXM XANES Wizard は、解析用 PC のデスクトップアイコンから起動する。

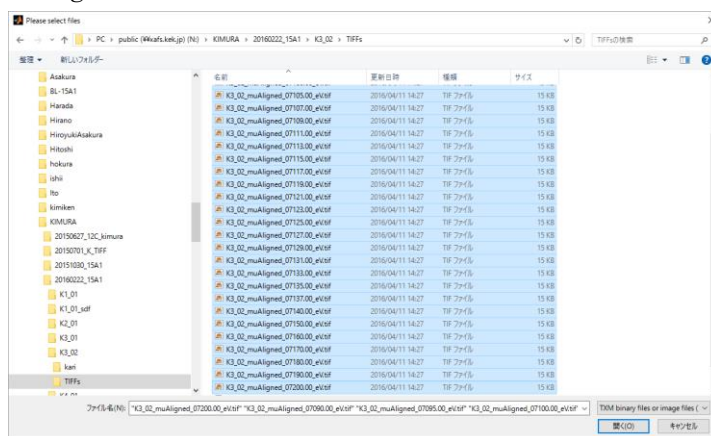


下のようなコマンドプロンプトウィンドウが表示され、しばらくするとメインウィンドウが表示される。ベースとなっている MATLAB Compiler Runtime の起動に時間がかかるため、1分少々時間を要する。起動後下のウィンドウは最小化しておいても問題ないが、並列処理のログが逐次表示されるため「フリーズしたかな?」という時には参考になる。

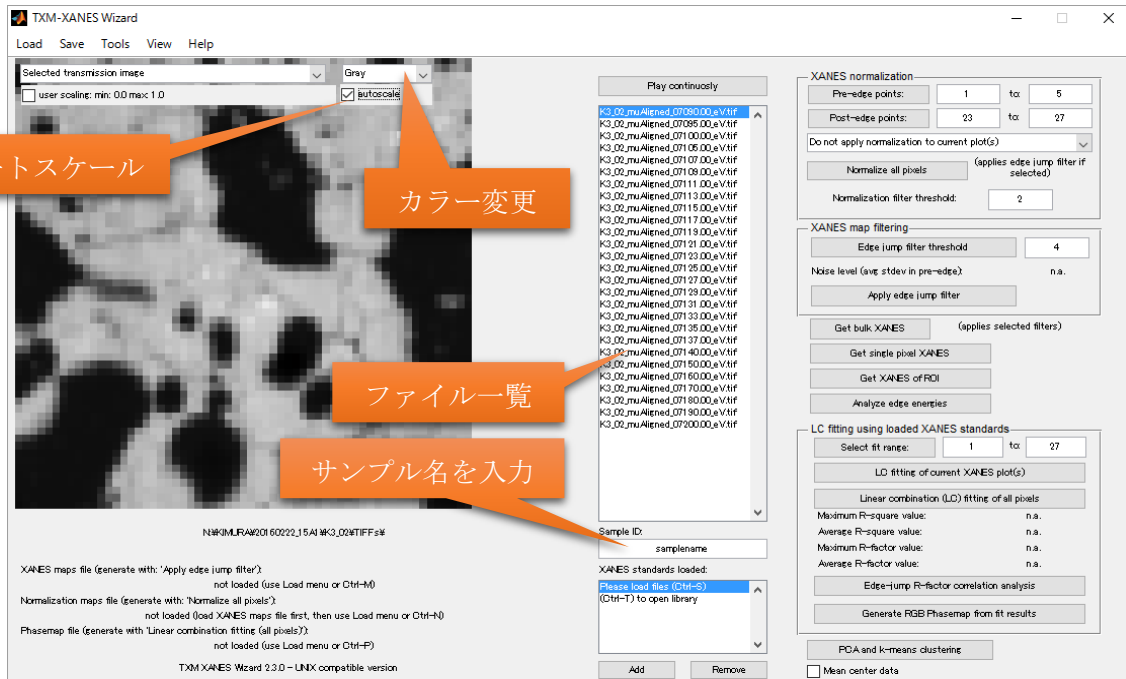
A screenshot of a Windows command prompt window titled 'TXM\_XANES\_Wizard'. The text inside shows the loading process of MATLAB R2013a and TXM XANES Wizard, with timestamps for when the software was called and successfully loaded.

```
TXM_XANES_Wizard
C:\Program Files\TXM_Wizard
Loading Matlab R2013a and TXM XANES Wizard
This can take a few minutes - please be patient!
MCR and TXM XANES Wizard called at: 17:13:22.97
MCR and TXM XANES Wizard successfully loaded at: 12-Apr-2016 17:14:04
```

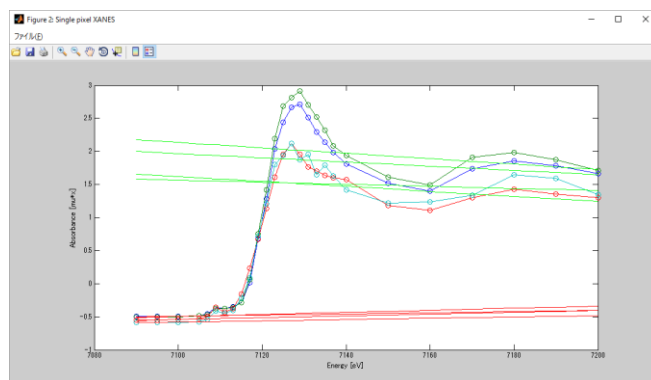
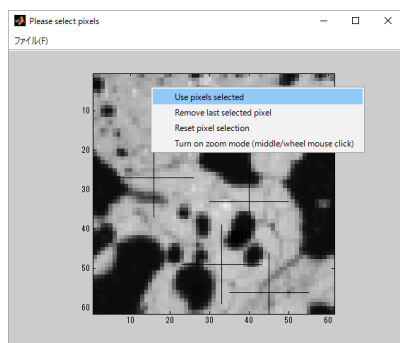
まず、メニューバーの Load→Load image stack (Ctrl+L) でファイルをロードする。一連の TIFF 保存先 (〜¥TIFFs¥) から ImageJ で保存した TIFF を一括選択する。



読み込まれたイメージスタックが一覧として表示される。ここで、Sample ID の欄にサンプル名を入力しておくとい。この文字列は解析結果出力の際にファイル名として使われる。



Get bulk XANES をクリックすると全体の積分スペクトルが表示される。Get single pixel XANES をクリックすると、複数個所でのスペクトルが得られる。欲しいピクセルを数点クリックし、右クリック→Use pixels selected を選ぶと、選択されたピクセル位置の画像ログとスペクトルが表示される。



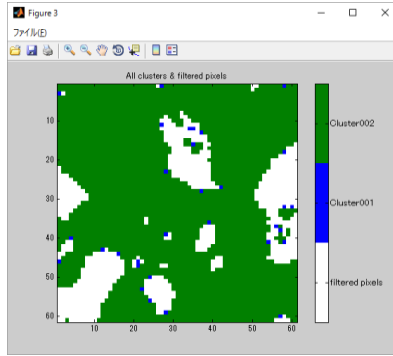
次にノーマライズのためのプリエッジ、ポストエッジ範囲を指定する。この例ではエネルギー点は 27 点あり、プリエッジを 1~4 点目、ポストエッジを 19~27 点目としている。XAFS normalization 欄の Test normalization with current plot(s) でプリエッジおよびポストエッジのフィッティング線を表示できる。Apply normalization to current plot(s) で正しくノーマライズされているか確認する。

測定吸収端の元素が希薄な領域がある試料では、エッジジャンプのほとんどないピクセルで各種フィッティング結果が発散して解析が進まなくなる。エッジジャンプフィルタ<sup>5</sup> を使うとこれを防ぐことができる。XANES map filtering 欄に値 (EJFT、デフォルトは 4) を入力する。Edge jump filter threshold をクリックすると、フィルターされる予定のピクセルが表示される。

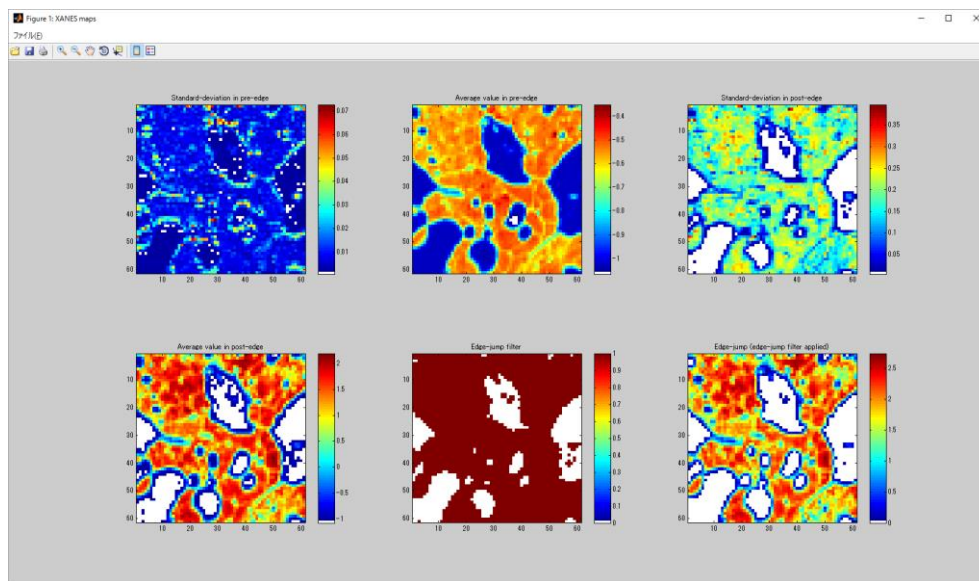
<sup>5</sup> エッジジャンプの大きさがプリエッジ領域でのノイズ (標準偏差) の EJFT 倍に満たないピクセル (エッジジャンプ) < (プリエッジ領域のノイズ) × (EJFT 値)

をフィルターする。詳しくは TXM XANES Wizard ヘルプの Analysis step 1: The Edge-Jump Filter の項を参照。



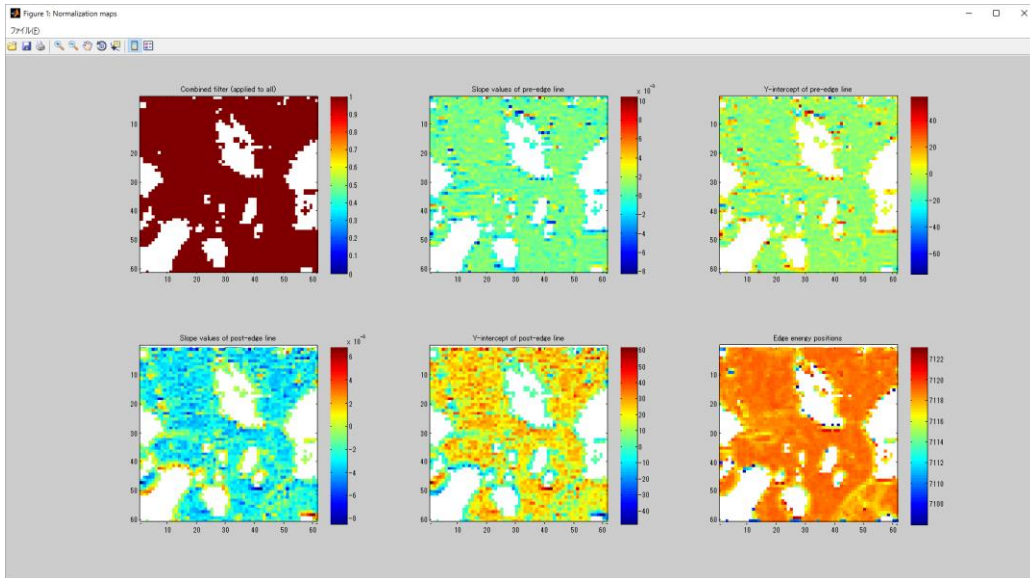


Apply edge jump filter をクリックすると、フィルタリングされた 2D-XANES データが保存できる。デフォルト名称は XANESmaps.mat。6 面ウィンドウにプリエッジ領域でのノイズと平均値、ポストエッジ領域でのノイズと平均値、フィルター情報が表示される。

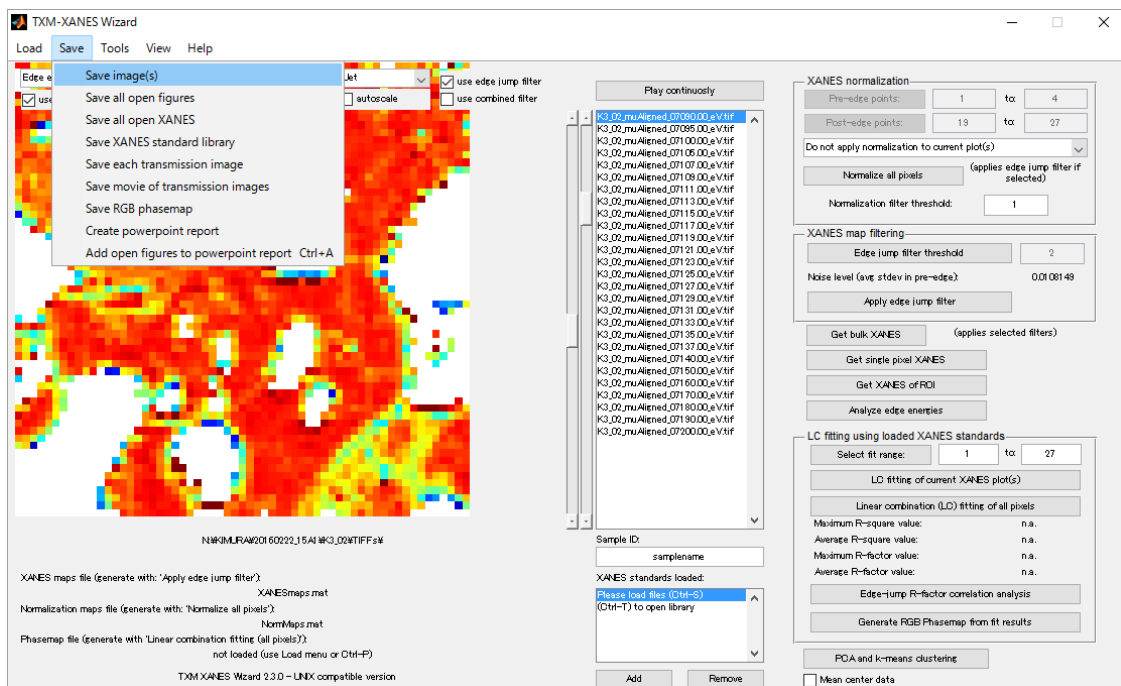


この時点でメインウィンドウ画像表示右上の use edge jump filter オプションが使用可能になり、ここをチェックして XAFS normalization 欄の Normalize all pixels をクリックするとノーマライズできる。エッジジャンプフィルタが必要ない場合は、警告が表示されるが無視してノーマライズしてもよい。このとき、Normalization filter threshold で入力した値（デフォルトは 2）を用いたノーマライゼーションフィルタ処理<sup>6</sup>が行われる。6 面ウィンドウはフィルタやプリエッジ・ポストエッジ線の情報、エッジエネルギー。

<sup>6</sup> ノーマライゼーションフィルタは、プリエッジラインとポストエッジラインの傾きが大きく異なるピクセルを除去する。具体的にはプリエッジライン+(プリエッジ領域のノイズ)×(NTF 値) とポストエッジラインの交点がスペクトルの範囲内にあるピクセルをフィルターする。これ以降の解析ではエッジジャンプフィルタにノーマライゼーションフィルタを加えたコンバインドフィルタが使われる。詳しくは TXM XANES Wizard ヘルプの Analysis step 2: Normalizing the Data の項を参照。



エッジエネルギー解析まででよい場合は、解析はここまで。メインウィンドウで表示内容を Edge energy とし、適当なカラースケールとレンジを選択して、メニューバーの Save→Save image(s) から出力できる。出力ファイルは読み込みデータと同じフォルダ内に、Sample ID 文字列にサフィックスを付加した TIFF ファイルとして保存される。

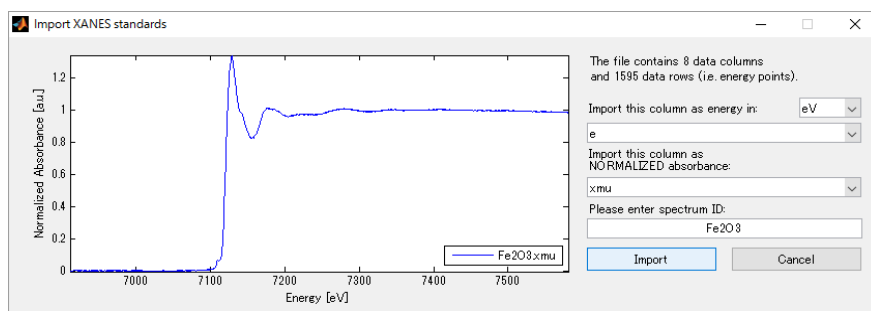


## TXM XANES Wizard: 線形結合フィッティング

標準スペクトルがあれば、ピクセルごとに線形結合フィッティングを行って化学成分マップを得ることができる。標準スペクトルのデータには、Athena で出力した.xmu ファイルを使う<sup>7</sup>。メニューバーの Load→Load XANES standards (Ctrl+S) または XANES standards loaded 欄の Add ボタンから標準ス

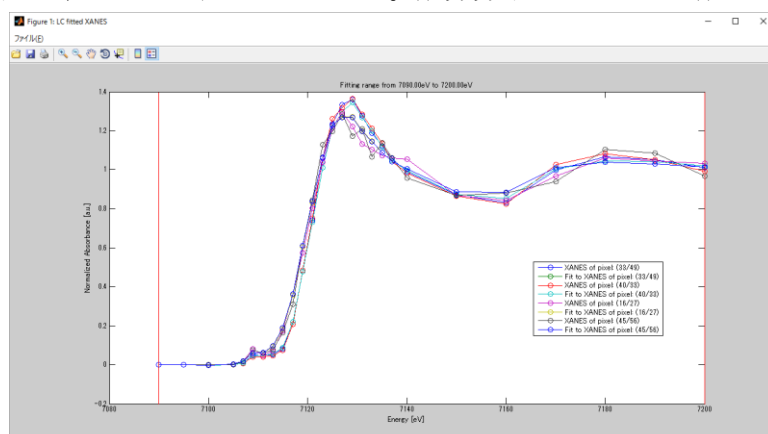
<sup>7</sup> 1 列目がエネルギー (eV 単位)、2 列目が線吸収係数 ( $\mu$ ) であるスペース区切り ASCII。3 列目以降は無視される。コメントアウトには#を使用する。拡張子は何でもよい。各種エラーを防ぐためには、Athena で任意のデータを読み込んで.xmu として保存したものを使うのが最も簡単である。

ペクトルをロードする（複数ファイル選択可）。



Please enter spectrum ID の部分にはファイル名が表示されているが、適当な名前をつけて Import をクリックする。複数ファイルを選択した場合は、これを繰り返す。取り込みが完了すると、XANES standards loaded 欄に一覧が表示される。

先に Get bulk XANES や Get single pixel XANES で取得したスペクトルのグラフウィンドウを閉じずに残しておけば、LC fitting using loaded XANES standards 欄の LC fitting of current XANES plot(s) をクリックしてフィッティングを試すことができる。成分分率のリストも生成される。

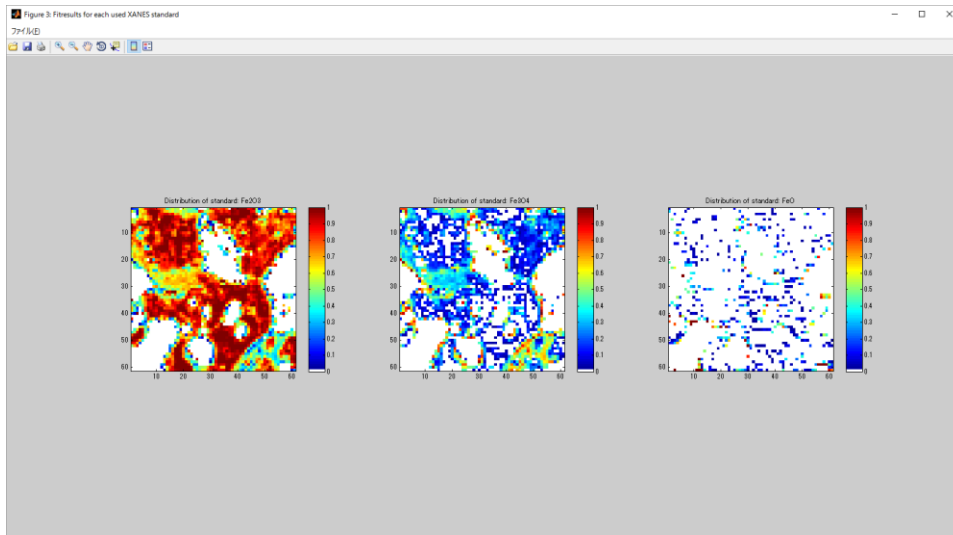


	Fe2O3	+/-	Fe3O4	+/-	FeO	+/-	R-square	R-factor	Reduced ch...
XANES of pixel: (33/49)	1	0.0784	4.0246e-16	0.1717	0	0.0944	0.0065	3.4030e-04	2.6184e-04
XANES of pixel: (40/33)	1	0.0987	3.8858e-16	0.2163	0	0.1190	0.0104	5.3699e-04	4.1578e-04
XANES of pixel: (16/27)	0.6115	0.1422	0.3885	0.3115	0	0.1713	0.0216	0.0012	6.6238e-04
XANES of pixel: (45/56)	0.5907	0.2054	0.4093	0.4499	0	0.2474	0.0450	0.0024	0.0018

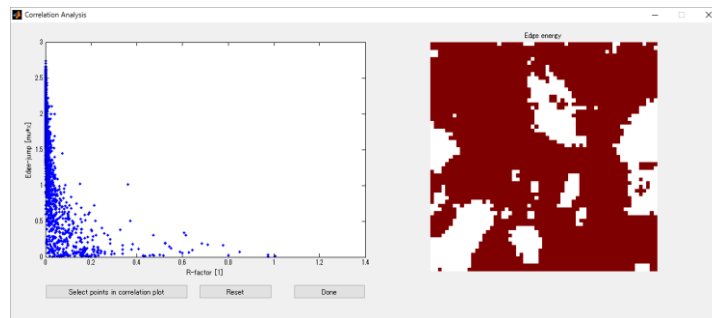
Save table

Fit range: 7090.00eV to 7200.00eV

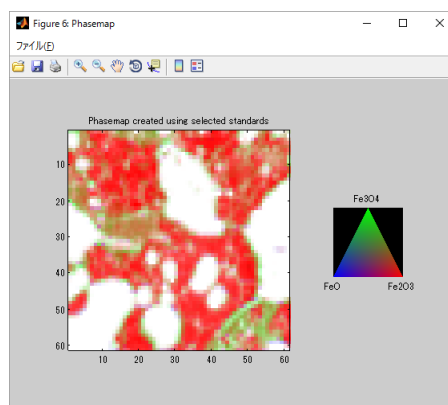
うまくフィッティングできているようであれば、Linear combination (LC) fitting of all pixels をクリックして全ピクセルに対し線形結合フィッティング処理を行う。コンバインドフィルタに関するダイアログは Yes をクリックして進む。線形結合フィッティングのデータ保存先（デフォルトは LCFitMaps.mat）を指定すると、処理が始まる。処理が終わると、フィッティングにおける R ファクターや各標準の分布などが表示される。



Edge-jump R-factor correlation analysis をクリックすると、エッジジャンプとフィッティング精度の相関をチェックできる。正しく解析できていれば、エッジジャンプと R ファクターは逆相関する<sup>8</sup>。



Generate RGB Phasemap from fit results をクリックすると、標準スペクトルのうち 3 相を選んで RGB マップを閲覧できる。RGB マップ画像の保存にはこのボタンではなく、メニューバーの Save → Save RGB phasemap から行うとよい。適当な名前を付けると、各色がどの相を表すかのプレフィックスが自動でつき、別途カラーバー画像とともに保存される。



<sup>8</sup> エッジジャンプが十分であれば、ノーマライズされたスペクトルの S/N 比が良くなるためフィッティング精度が上がり、R ファクターは小さくなる。逆相関が良くない場合は、S/N 比にかかわらずフィッティングできない=実測を再現する標準スペクトルが足りない可能性がある。

## 参考文献

- [1] M. Nomura, [KEK Report 98-4 \(1998\)](#).
- [2] Y. Liu *et al.*, [J. Synchrotron Rad.](#) **19**, 281 (2012).