

## 概要

### 1 19 素子 SSD が必要となる実験系

蛍光法による測定が必要で、かつライトル検出器で計測することが出来ない系

#### (1) エネルギー分解能が必要な測定

目的の蛍光量に比べ、弾性散乱 (Thomson 散乱) や非弾性散乱 (Compton 散乱) が多く、  
適当なフィルターで除去することが出来ない系 (Compton 散乱は高エネルギー領域でより  
顕著になる)

濃度が極希薄な系 (目安: 0.1%未満)、薄膜 (目安: 100nm)

目的元素以外の試料内元素の蛍光エネルギー成分が多く、かつ目的元素のエネルギーと  
近接しているため適当なフィルターで除去することができない系

#### (2) 蛍光量が微少なため、フォトンカウンティングによる計測が必要な系

濃度希薄 (目安: 0.1%未満)、薄膜 (目安: 100nm 未満)、試料サイズ微小

ライトル検出器での吸収端ジャンプ量: 0.1 V (@カレントアンプレンジ:  $10^{10}$ ) 未満

### 2 19 素子の SSD が必要な理由

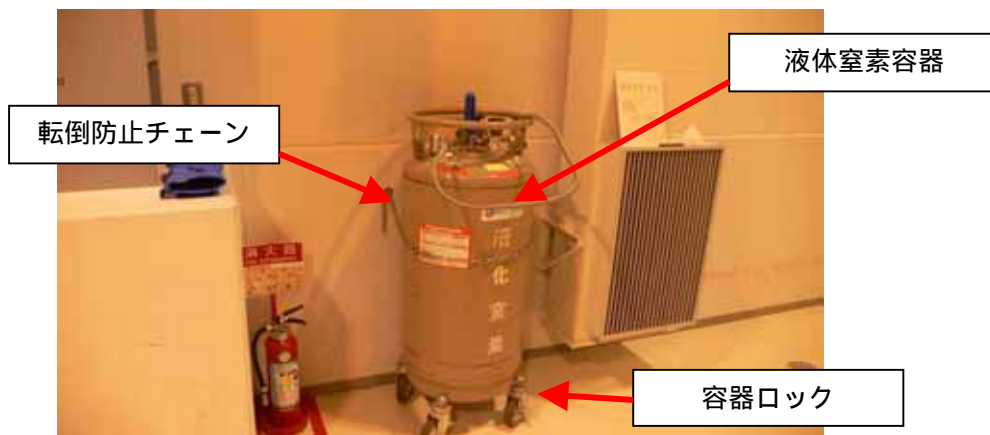
- ・SSD はプリアンプ、アンプの波形整形の過程で、処理速度よりも早い間隔で入力される信号パルスは数え落とす。数え落としは、 $10^5$  cps 程度までであれば補正可能であるが、それを超えると補正困難になってくる。従って、試料からの蛍光が強い場合でも、SSD1 素子当りの入射フォトン数の上限が  $10^5$  cps 程度に制限されてしまうことになる。
- ・理想的な XAFS の測定では  $4 \times 10^6$  counts 程度のフォトン数の計測が必要である。SSD の素子を増やすことにより、SSD1 素子当りの計数率の制限を高くする目的で、多素子の SSD が利用される。

## セッティング手順

- 1 使用機器リスト ORTEC 社 19 素子 SSD (appendix)参照の事
- 2 使用機器の設置 ORTEC 社 19 素子 SSD (appendix)参照の事
- 3 各計測器の初期設定 ORTEC 社 19 素子 SSD (appendix)参照の事
- 4 SSD の定盤への据付 ORTEC 社 19 素子 SSD (appendix)参照の事

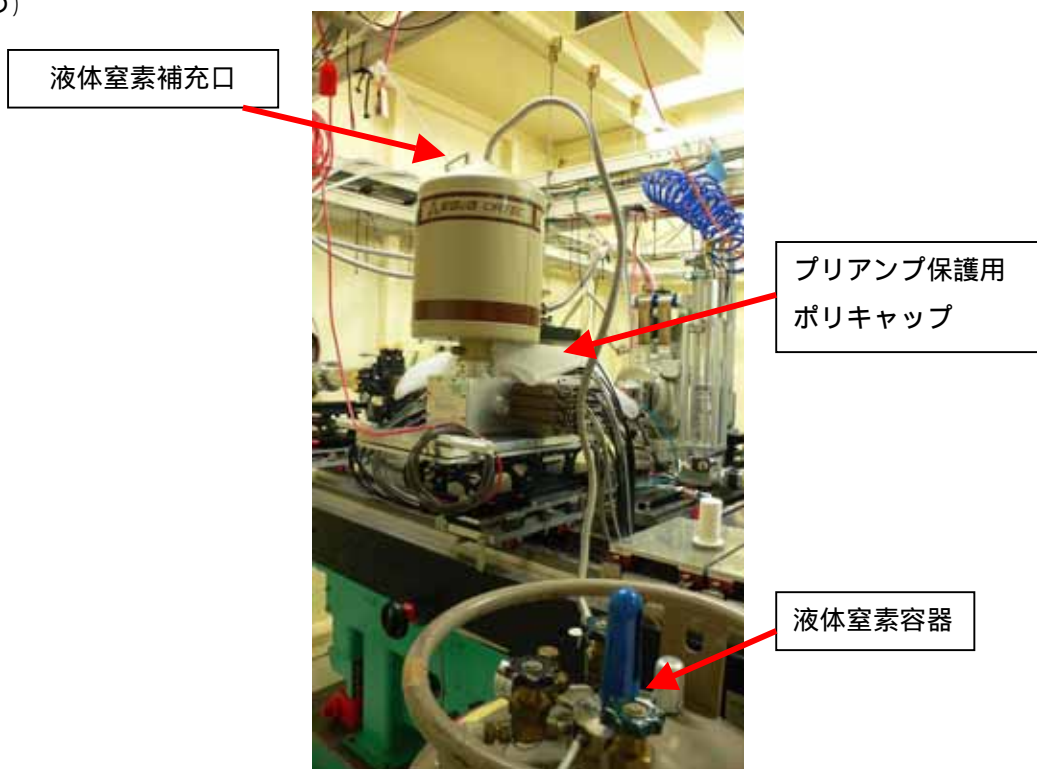
## 5 液体窒素の補充

- (1) 実験ホール壁側にある液体窒素容器を実験ハッチ内に運ぶ。



図\_液体窒素容器

- (2) SSD のプリアンプ部分をエアキャップでカバーする。(液体窒素が直接かかるとダメージがあるため)



図\_SSD への液体窒素供給の様子

- (3) SSD の液体窒素補充口に供給ホースを入れ、補充する。その際、低温用手袋を使用のこと。



図\_低温用手袋

- (4) SSD の使用開始 16 時間以上前にデュアーに液体窒素を充填する。補充方法は BL 担当者に問い合わせる。

\*(注意点)

使用前に SSD の使用状況を BL 担当者に確認する。

大型液体液体窒素汲み出しは前もって BL 担当者から講習を受けること。

- (5) 4-5 時間後、蒸発分の液体窒素をデュアーに補充する。
- (6) その後は 48 時間以内に補充を続ける。
- (7) 48 時間以内に補充するのを怠った場合、SSD 素子の温度が室温に戻るまで、液体窒素の補充を行ってはならない。液体窒素温度もしくは室温以外の温度で補充を行うと素子に損傷を与える。室温に戻るには前回補充後 96 時間以上要する。

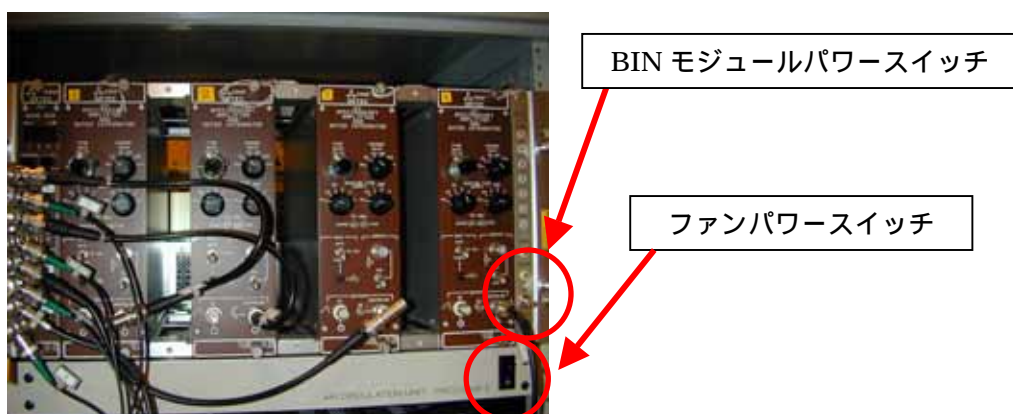
## 6 計測器のパワー投入

- (1) 計測系が安定するまでには、電源を投入してから 30 分程度要するので、まず電源を投入すること。その後、他の作業をすすめること。



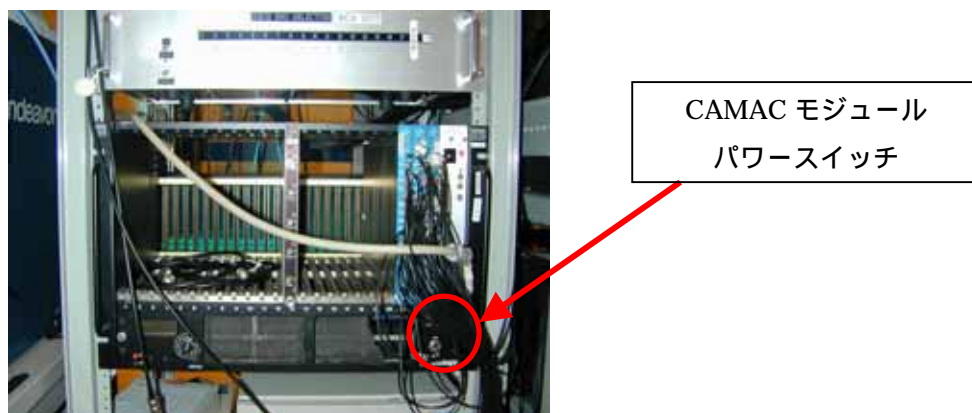
図\_.計測装置外観

- (2) 計測機器の BIN モジュールとその下に設置されたファンのパワースイッチを ON にする。



図\_.BIN モジュール、ファン

- (3) CAMAC モジュールのパワースイッチを ON にする。(通常は ON になっている)

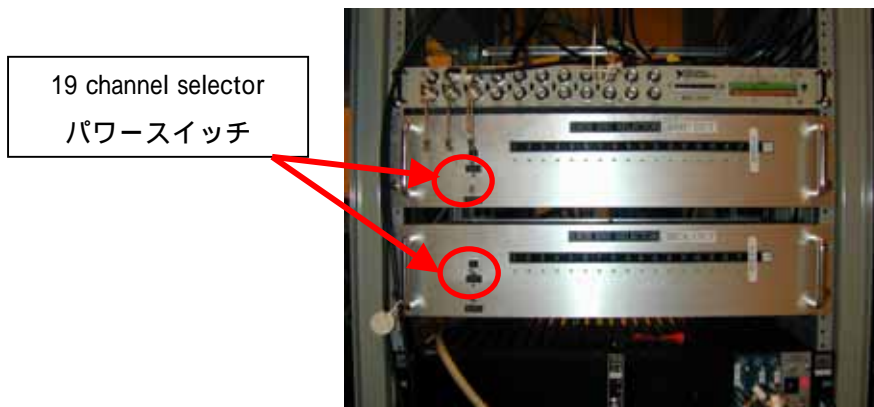


図\_.CAMAC モジュール

\*(注意点)

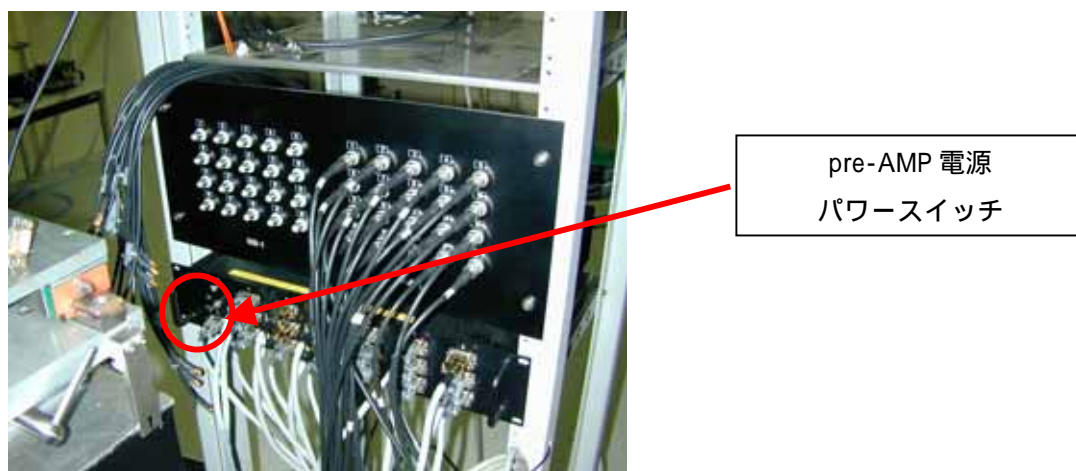
CAMAC モジュールには、SCSI bus が装填されており、user PC (Gaia) と接続されている。  
Gaia から SCSI bus を認識させるため、CAMAC モジュールのパワー ON にした後、Gaia を再起動すること

- (4) 19 channel selector (2 台) のパワースイッチを ON にする。



図\_19 channel selector

- (5) 実験ハッチ内の 19-SSD power supply (pre-AMP 電源) のパワースイッチを ON にする。



図\_.pre-AMP 電源

\*(注意点)

pre-AMP のパワーを ON にしないで、HV をかけると SSD の素子を破損する恐れがあるので、必ず確認すること。

- (6) 19 素子 SSD に HV をかける。

実験ハッチ内の 19-SSD power supply (pre-AMP 電源) のパワースイッチが ON になっていることを確認する。

ch 選択が A, V-I の選択が V になっていることを確認する。

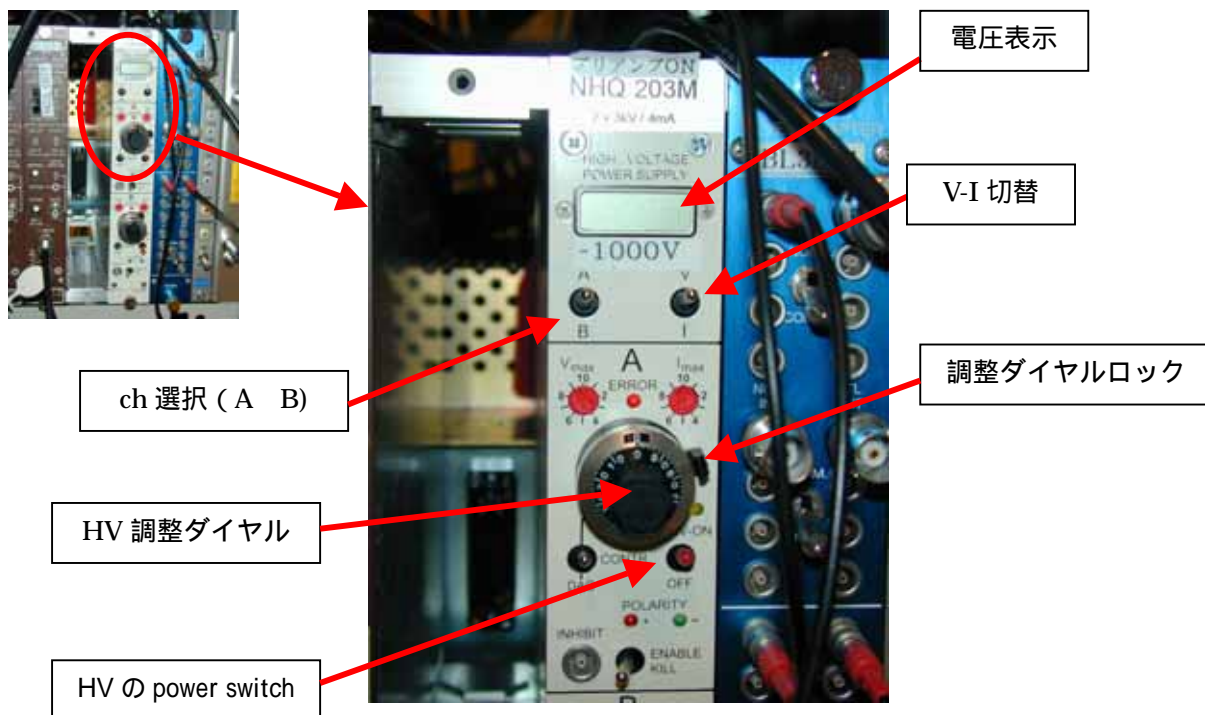
HV 調整ダイヤルが 0 であることを確認する。

HV の power switch を on にし、V-ON が点灯することを確認する。

調整ダイヤルのロックを解除する。

電圧表示を確認しながら、調整ダイヤルを 0 から - 100 V/10 sec 程度の速度でゆっくり回す。 - 1 kV までかける。

(注意) 0.1 目盛りが 100 V、1 目盛りが 1 kV である。10 目盛り回すと 10 kV かかり、SSD 素子を破損してしまうので、注意すること。



図\_HV

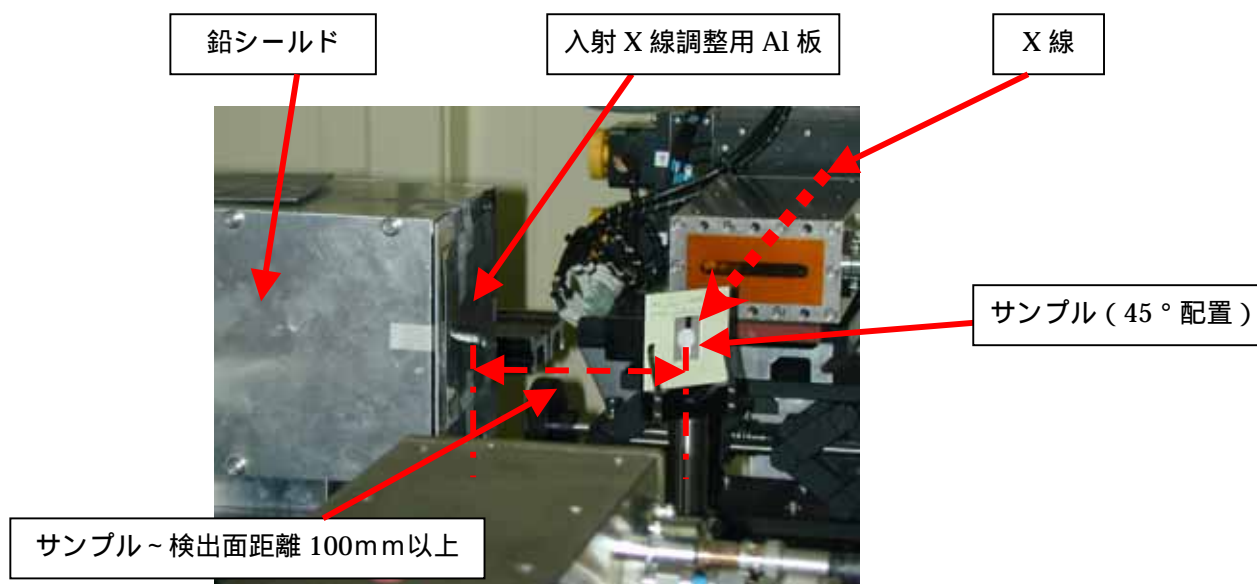


## 7 標準試料による計測器の調整

- (1) SSD の検出器部分先端部に試料にあった散乱光カット用の鉛シールドを取り付ける。シールドの選択は、BL 担当者と相談すること。希薄試料の場合は、先端に丸穴のついたシールドを用いること。

\*(注意) 鉛シールドを付け外しする際は、SSD の検出器面の Be 窓を破損しないように、テフロンのカバーを取り付けた状態で作業すること。

- (2) 鉛シールドの検出器面側に、適当な厚さ(入射 X 線のエネルギーに依存する)の Al 板をスコッチテープで貼り付ける。これは、初期調整時に強い X 線が SSD に入ることを防ぐためである。
- (3) 強い散乱光が SSD に入射する可能性を取り除くため、最初は SSD の検出器面を試料から 100mm 以上離して設置する。
- (4) 実験ハッチ内 4 象限スリットを、取りあえず 0.2(H)×0.8(V) mm に設定する。(標準試料の蛍光 X 線が強いので、入射 X 線強度を弱める)
- (5) 分光器を XAFS スペクトルを計測する最大のエネルギーに移動する。ロッキングカーブを測定し、分光器の回折強度を最大にする。
- (6) 標準試料を取り付ける。  
十分に強い蛍光を発する標準試料を試料ホルダーに取り付ける。  
入射光に対し 45° の角度に設置する。
- (7) SSD を試料上のビーム中心を見込むように配置する。
- (8) X 線の強度が ICR で  $5 \times 10^4$  cps 程度以下 (MCA の dead time が 40%以下) になるようにスリット幅や SSD の手前の Al 板の厚さを調整する。
- (9) SSD 検出器面側に取り付けたい Al 板を外す。
- (10) DSS を閉じた状態にする。

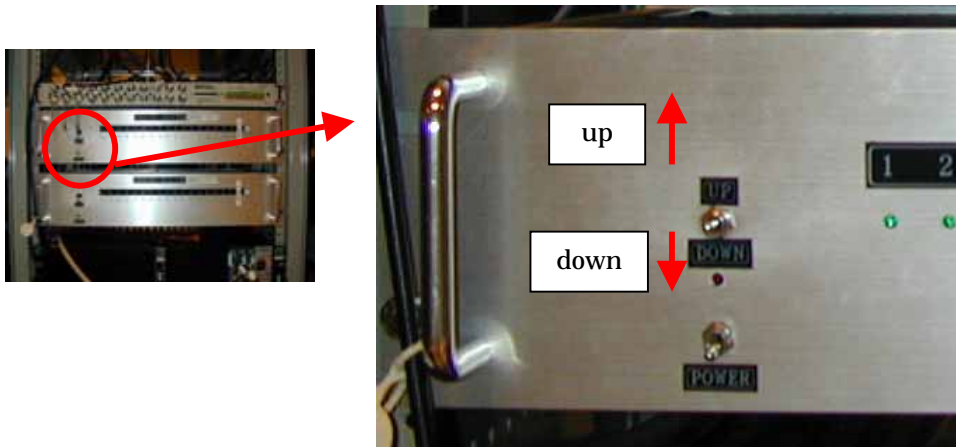


図\_.SSD 初期調整時の配置

(11) SSD へ入射する光子数の調整

19channel selector で適当な SSD 素子を選択する。(仮に 1 とする)。

(注意) 調子の悪い素子は、以下の調整を行わなくて良い。



図\_ch 選択スイッチ

まず、以下に述べる方法で、選択された SSD 素子の出力スペクトルを MCA で確認しながら調整を進める。

MCA のスイッチングはタッチパネル操作で行う。

MCA の Stop ボタン(左列一番下)を押す。

MCA の調整画面・右列上から 3 番目を Page 4 にする。

MCA の調整画面・左列上から 3 番目のドライバーマークを押す。

ADC マークを押し、ADC の window を開ける。

右列の ボタンで Gate を選択する。

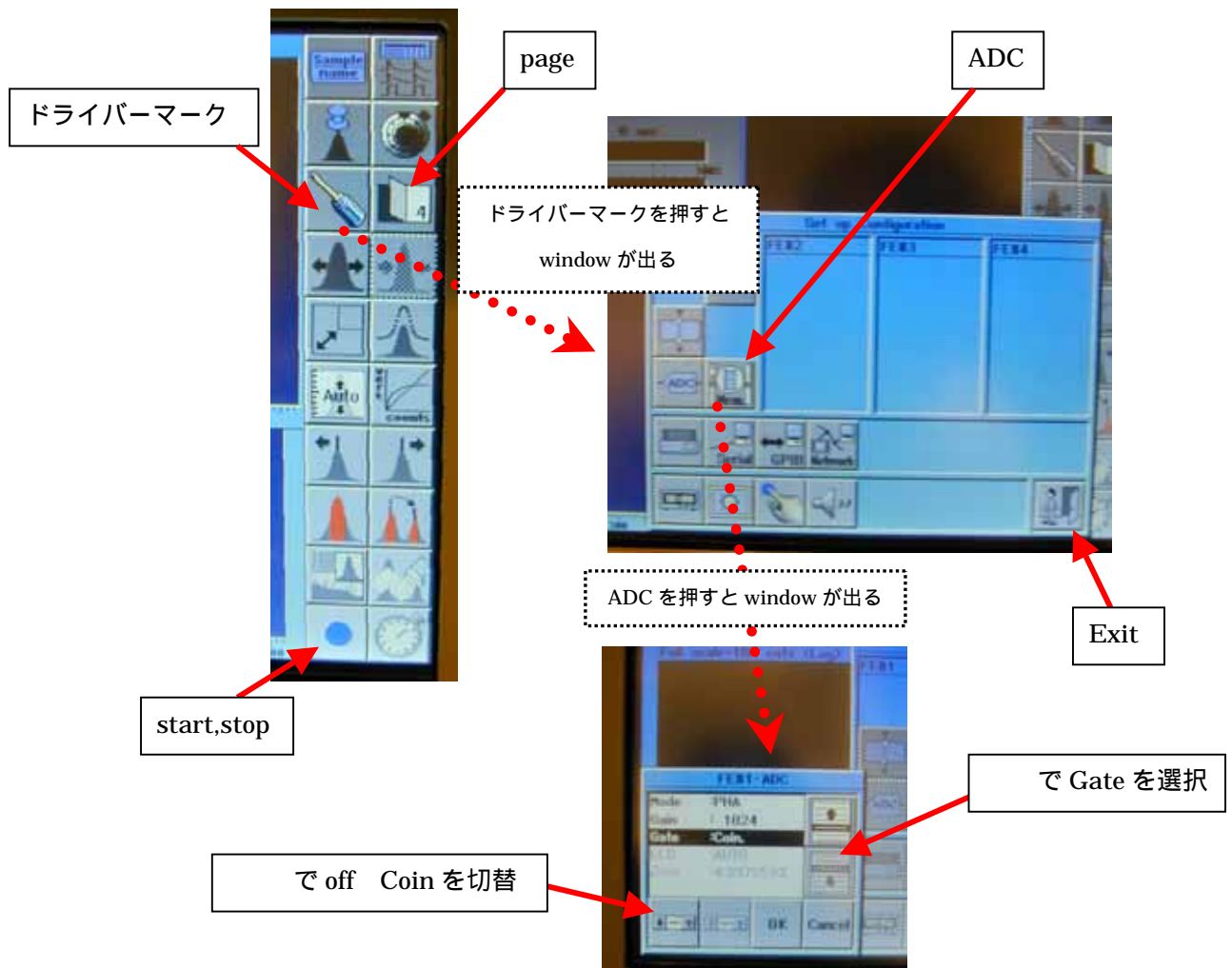
下列の ボタンで Gate を off にする。この操作により、MCA に SCA の window 制限が掛からず、全エネルギー領域のスペクトルが表示される設定となる。

OK ボタンを押す。

Exit ボタン(人が退出するマーク)を押す。

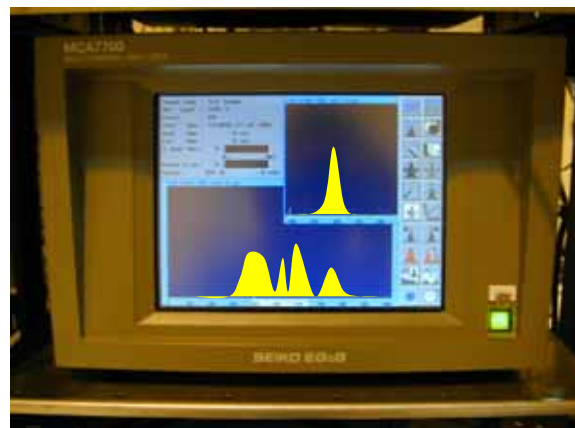
MCA の Start ボタン(左列一番下)を押す。





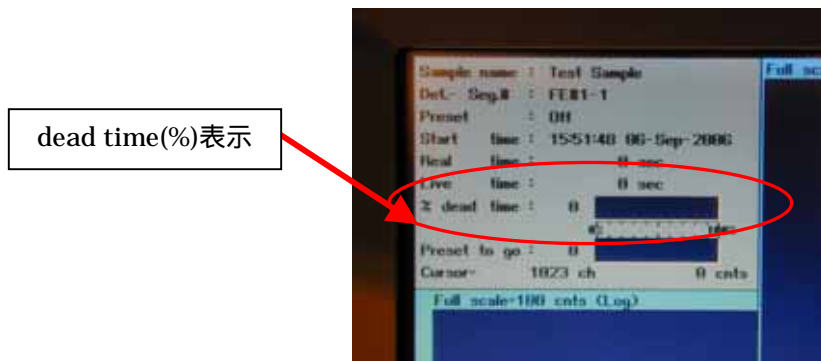
図\_.MCA 画面操作

試料に放射光を照射する。  
MCA 上にスペクトルが現れる。



図\_.MCA 画面

MCA の dead time 表示が数 40%以下であることを確認する。40%以上の場合は直ちに DSS を閉じること。MCA の dead time 表示が数 40%程度になるように実験ハッチ内 4 象限スリットを調整する。



図\_MCA 画面内 deadtime の表示

SSD が全く計数しない場合、SSD に入射する光子数が超過(数十万 cps 以上)している恐れがある。直ちに DSS を閉じること。入射光強度を減ずる操作(SSD を試料から遠ざける、SSD の前面に AI 板を設置する等)を行う。

(12) MCA 上でのスペクトルの確認

入射光(の Thomson 散乱)が、MCA の Full scale の 1/2 以下(例: Full scale が 1024 ch の場合、450 ~ 490 channel 程度)に出現するように、AMP の Coarse gain と Fine gain を設定する。(Fine gain が 0.6 ~ 1.4 になるように Coarse gain を設定する)

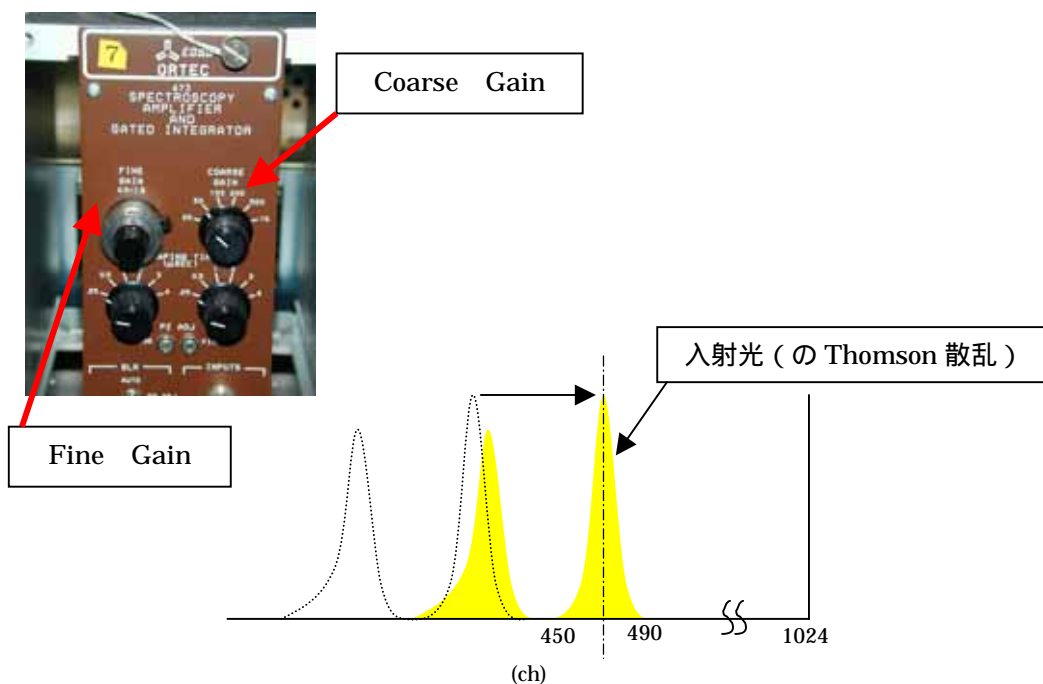


図 AMP と gain 調整時の MCA 上スペクトル模式図

入射光のエネルギーを用い、Photon energy と MCA の Channel の関係を求める(およそ比例関係にあるとしてよい)。目的元素の蛍光が計算された Channel に出現していることを確認する。

予想外のピークがないこと及び Background が低いことを確認する。

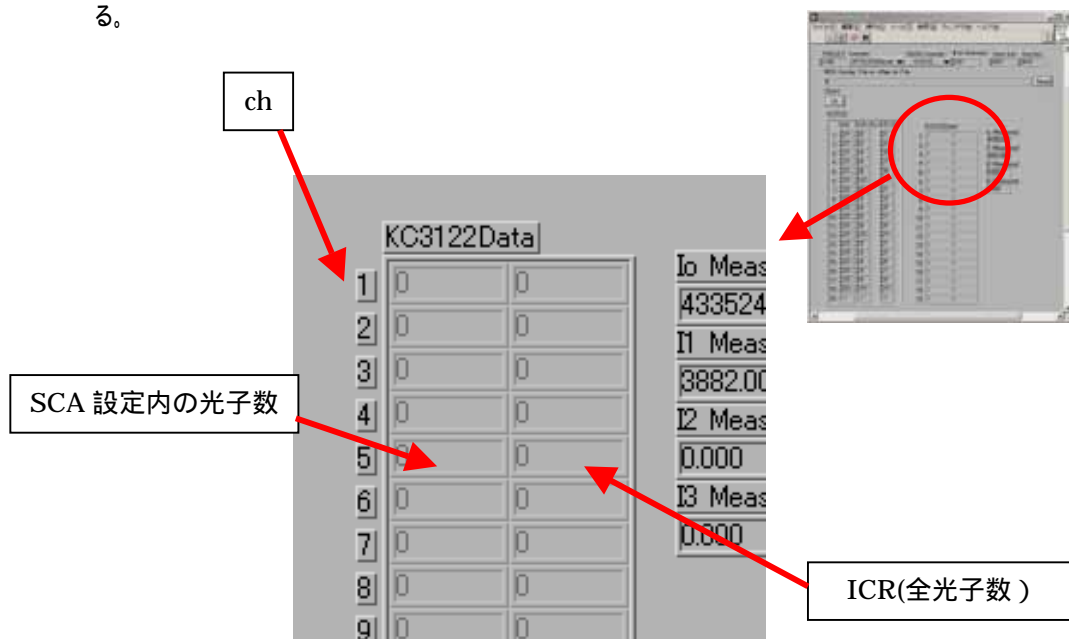
Background が高い場合、HV がかかっていない可能性、あるいは入射光子数が超過している可能性があるため、確認する。

予想外のピークが生じた場合、試料よりも上流のコンポーネントからの散乱、蛍光等が SSD に入り込んでいる恐れがある。まず、SSD の検出器部分に鉛シールドを取り付けていることを確認する。次に試料以外の場所に放射光が照射していないかどうか確認する。原因が良く分からない場合、BL 担当者と呼ぶ。

### (13) AMP の Baseline threshold の調製

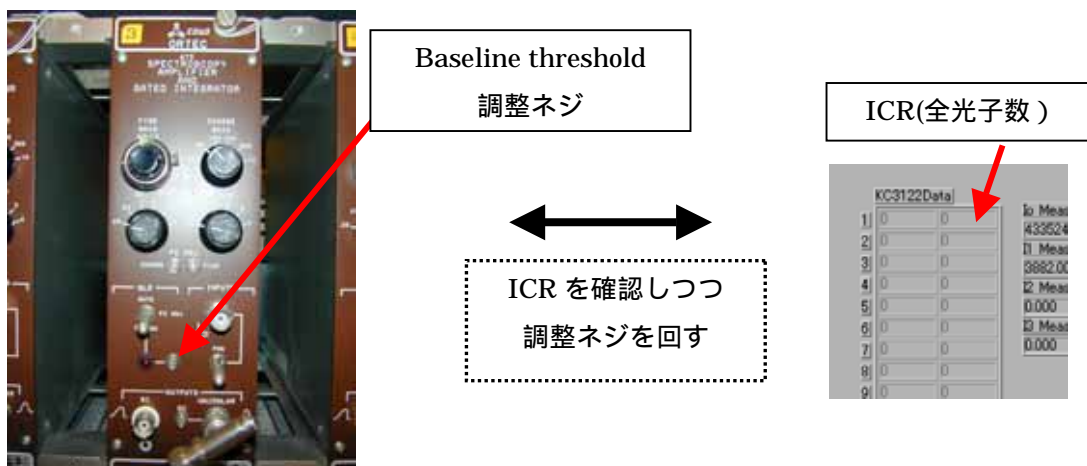
DSS を Close する。

19SSD Count check を run する。各チャンネルに 2 列の測定値が表示される。左列は、SCA の window で設定されたエネルギー範囲内の光子数、右列は、SSD で計測される全光子数である。全光子数は、CRM(Coming Rate Monitor)、または ICR(In Coming Rate)と呼ばれる。



図\_19SSD Count check.

各素子に対して、Beam off 時の ICR のカウント数が、急激に増加し始める Baseline threshold (THRESH の横の時計ドライバーで回すネジ)の位置を見つける(時計ドライバーで回す)。その値よりも少し大きな ICR の値になるように、時計ドライバーでネジを調製する。例えば、CW 方向にいくら回しても 30 cps であれば、50-100 cps になるように調製する。



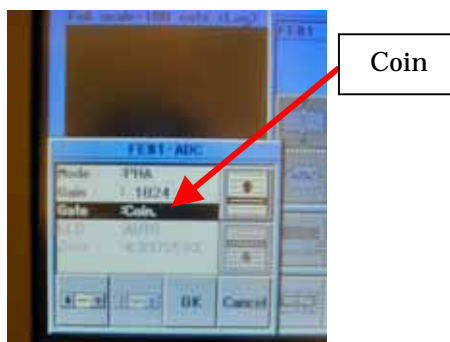
図\_ AMP の Baseline threshold 調整.

2000 cps よりも下がらない素子もあるので、注意する。(Ch 6、Ch7 等)。例えば、CW 方向にいくら回しても 2000 cps よりも下がらない場合、2100-2200 cps 程度に合わせる。

(14) SCA の window 調整

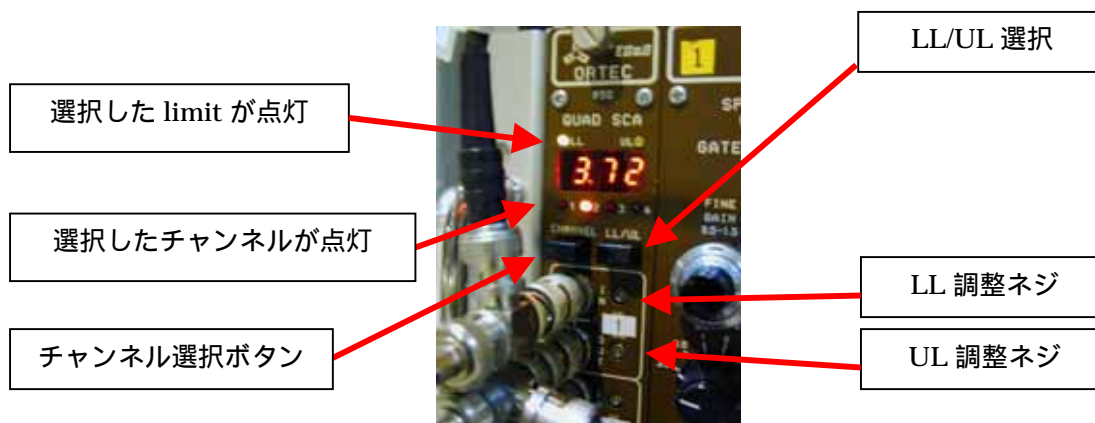
上記と同様の手順で MCA の ADC の window を開ける。

上記と同様の手順で を用いて Gate を Coin にする。この操作により、MCA 上で SCA の window で制限が掛けられたエネルギー領域のみのスペクトルが表示されることになる。

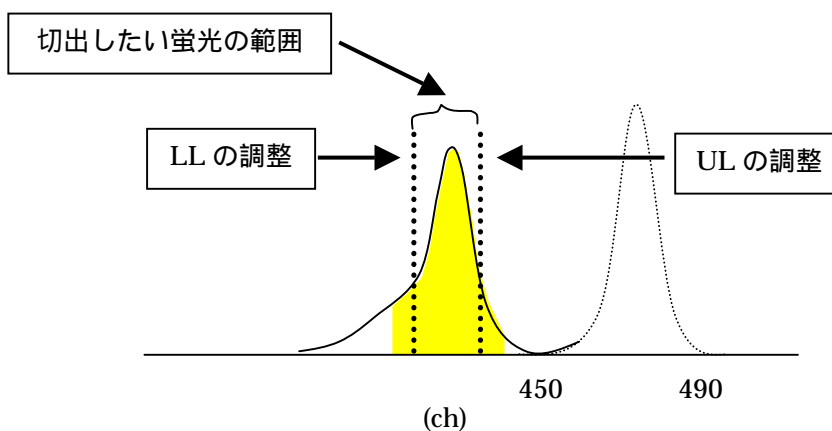


図\_ MCA 画面

19channel selector で選択された素子(仮に No. 1 とする)に接続している SCA の LLD (Lower Limit Discriminator)と ULD(Upper Limit Discriminator)を調整し、目的の蛍光のみを切り出す。SCA での選択は左のボタンで Channel を選択し、右ボタンで LLD または ULD を選択する。LLD 調整ネジ(下側)、ULD 調整ネジ(上側)を時計ドライバーで回して調整する。ネジを回すと、MCA で表示されるエネルギー領域が変化することを確認する。測定目的の元素の蛍光のみ MCA で表示されるよう SCA の window の LLD と ULD の値を調整する。



図\_ SCA の window 調整(図は ch1 の LL が 3.72V に調整されている)



図\_ SCA 調整時の MCA 上スペクトル模式図

#### 他の SSD 素子に対する調整

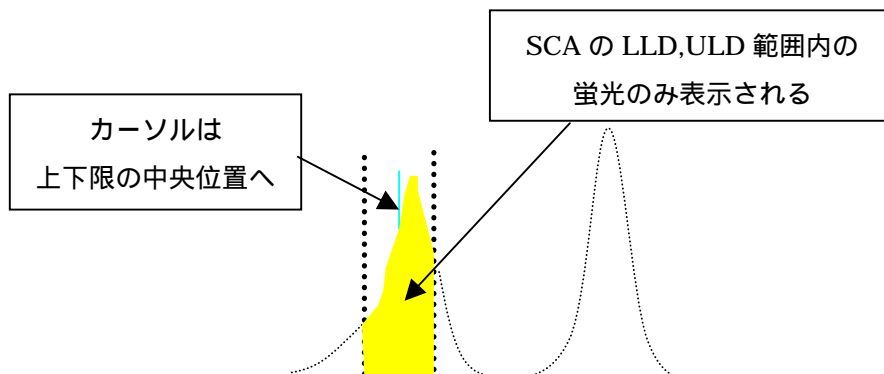
全ての素子の SCA の LLD と ULD を最初に調整した素子と同じ値に設定する。

19channel selector (AMP OUT、SCA OUT 共に) で、No.2 を選択する。

上記の手順に従って、MCA の Gate を Coin にする。

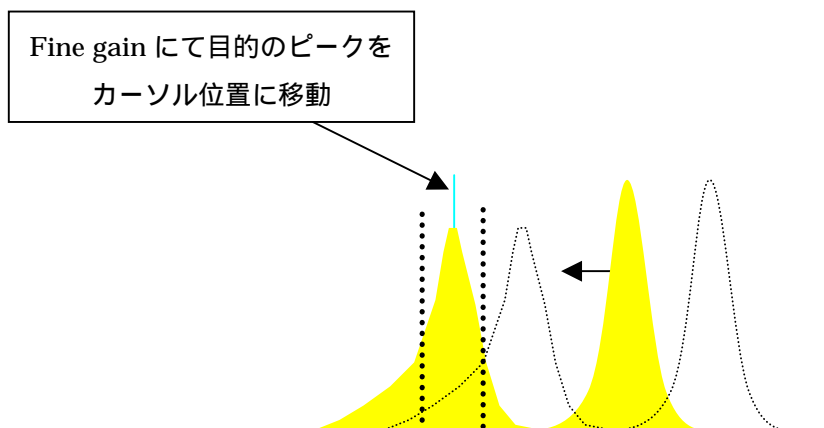
MCA 上でカウントの現れる SCA window の上限と下限の Channel を読み取り、中央の Channel にカーソルを合わせる。

(注意) window から外れた位置に、強い蛍光や散乱が出現することがあるので、window と間違わないように注意すること。



図\_ .SCA 調整時の MCA 上スペクトル模式図

MCA の Gate を Off にし、全エネルギーが MCA 上に表示されるようにする。  
MCA のカーソルの位置(SCA window の中心)に目的の蛍光のピークが位置するように、AMP の Fine gain を調整する。



図\_ .SCA 調整時の MCA 上スペクトル模式図

残りの素子についても、19channel selector(AMP OUT、SCA OUT 共に)で、順に選択し、同様の手順で AMP の Fine gain を調整する。調子の悪い素子の調製は不要。

(15) 数え落とし補正用のパラメーターの決定

BL 担当者に補正用パラメーターの測定が必要かどうか確認する。前のユーザーグループの測定値を使用すれば良いこともある。

測定が必要な場合は、別冊子「SSD 数え落とし補正マニュアル」に従って、数え落とし補正係数を求める。

以上