

Quick scan XAFS マニュアル

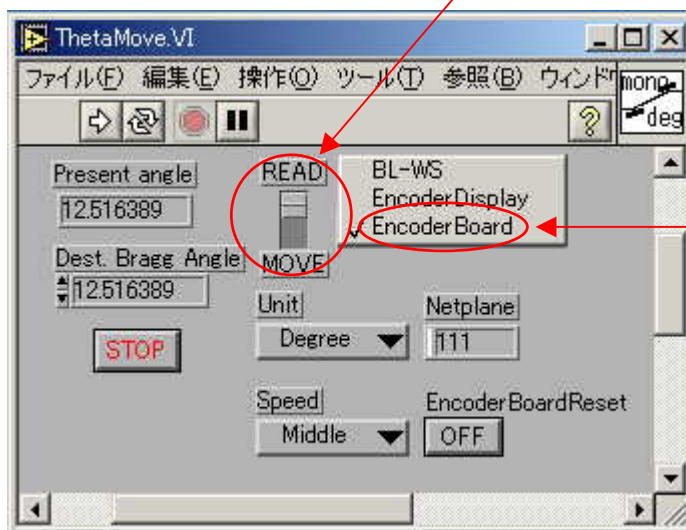
Ver. 2007/10/22

宇留賀、谷田 (JASRI)、青山 (SES)

1. Quick scan XAFS (以下 QXAFS と呼ぶ) を行う際の注意事項

- QXAFS は分光器の角度読み取りをエンコーダーボードにより行う。(通常の Step Scan XAFS はエンコーダー表示器の値を読み取っている。)
- 下記の場合には、**エンコーダーボードの角度初期化の操作**を必ず行うこと。
 - ユーザーが交替した場合。
 - エンコーダー表示器を reset した場合 (エネルギー較正の際)。
 - PC を再起動した場合。
- エンコーダーボードの角度初期化は下記の手順で行う。
 - Menu2.vi から、Move θ をクリックする。
 - Read を選択する。
 - Encoder Board を選択する。

Read を選択する。



Encoder Board を
選択する。

- Encoder Board Reset ボタンを ON にする。



Run ボタン

Present Angle

Encoder Board
Reset ボタンを ON
にする。

- run ボタンを押す。
- この操作により、エンコーダーボードの値がエンコーダー表示器の値に一致するように初期化され、Present angle に表示される。
- 確認のため、エンコーダー表示器の値を視認し、ほぼ一致していることを確認する。
- 同じ操作は Menu.vi 内の EncoderInit.vi でも行うことができる。

(2006/10/2 BL01B1 ホームページより抜粋) Step Scan、Quick scan 測定に関わらず、もし、PC を再起動した場合は、Menu プログラム内から Encorder Init を選び、実行して下さい。また、直前のユーザーが PC を再起動してビームタイムを終えている可能性がありますので、ビームタイム開始時に、Encorder Init の実行をお勧めします。測定時にエンコーダの読み取りが正しく行えずに、Quick Scan 測定時には角度の値が一定の値となり、通常の Step Scan 測定時には値に一定周期のノイズがのって、スペクトルが波打ちます。 BL16B2 からの情報により、エンコーダーボードは PC 再起動時に初期化されて、デフォルト設定の電圧モードになっています。SPring-8 標準分光器で使用するためには、EncoderInit.vi プログラムや ThetaMove.vi プログラムで、角度校正を行う必要があります。角度校正を行うと、自動的に電流モードに変更されます。

- 試料によっては、QXAFS データの質が、従来の XAFS スキャンデータ(以下 Step scan XAFS と呼ぶ)と比べ、劣る場合がある。
 - まず、典型的な一つの試料に対して、Step scan XAFS と QXAFS の両者の測定を行い、QXAFS データが問題ない質であることを確認してから、QXAFS 測定を実施すること。
 - 但し、これまでの実績では、多くの場合は、QXAFS データの質に問題はない。
 - ライトル検出器を使用した低濃度試料の測定においては、 $\chi(k)$ スペクトルの k の大きいところで積算時間を稼ぐ必要があり、一定速度の QXAFS には不向きな場合がある。その場合は、StepScan、もしくは分光器の速度可変の QXAFS を試すこと。
- QXAFS プログラムを動作中に停止する場合、下記の手順で行うこと。
 - QXAFS プログラムの stop ボタンを押し、停止する。但し、分光器の θ 軸へは移動コマンドを既に送った状態なので、以下の操作を更に行う。
 - Menu2.vi から、MonoStop を開く。
 - run ボタンをクリックすると、分光器の θ 軸移動が停止し、その位置で θ -Y1 軸の正規の位置関係にリカバーされる。
 - 同様の操作は、Move θ .vi プログラムで現在角を読むと、Present Angle 表示が変化し続け、分光器が動き続けていることが確認できるので、その状態で Stop ボタンを押して、分光器を停止することでも可能である。
- 現状では、エネルギー較正は、QXAFS でも Step scan XAFS でも可能である。
 - 従来どおり、エンコーダー表示器の Reset 操作を行った後、必ず、上記のエンコーダーボード初期化の操作を行うこと。

- 但し、Step scan XAFS と QXAFS とでエンコーダーの読み取りに僅かに差 (0.0001° オーダー) があるため、もし両方法のデータを比較する場合は、エネルギー較正で使用する試料に対し、Step scan XAFS と QXAFS の両方を測定して確認し、必要であればデータ解析時に角度のずれを考慮することを推奨する。

- 以下で述べる QXAFS の Step パラメーター(読み取り角度幅)を変えると、僅かにエンコーダーの読み取り値が変化することがあるので、同一元素測定中はなるべく Step パラメーターを一定に保つことを推奨する。

2. QXAFS プログラムの使用方法

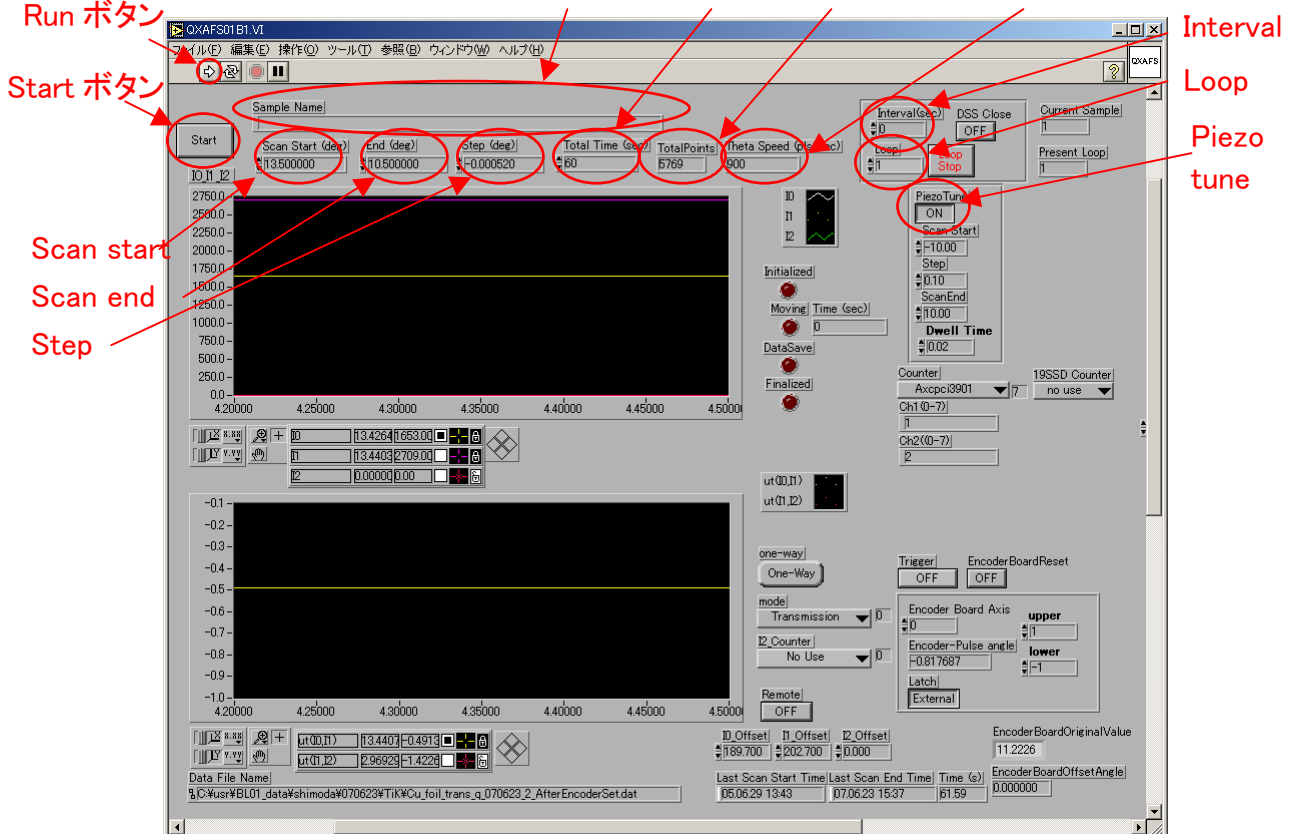
(1) 測定前準備

- ① 試料前の四象限スリットの開口を 4D Slit Move.vi プログラムで、測定する試料に応じた最適な大きさにすること
- ② イオンチャンバーのカレントアンプのゲインを SetCurrentAmp.vi プログラムで最適な値に最適な値に設定すること。

(2) 測定プログラムパラメータ設定

- Menu2.vi から、QXAFS をクリックする。

- 下記の window が開く。 SampleName Total time Total points Theta speed Loop Interval



- まず、MBS を Open にする。
- ハッチ操作タッチパネルで、DSS 操作を Remote&Local にする。
- 次に、Run ボタンをクリックする。(これで、window が active になり、入力を受け付ける状態になる。)

- **Sample Name** のウィンドウにコメント文を記入する。
- **Scan start, End, Step** に分光器をスキャンする角度範囲とステップを入力する。
 - スキャン範囲は、Step scan XAFS のスキャン範囲よりも少し広い角度を入力する。また、ステップは XANES 領域の角度幅を入力する。
 - スキャン方向は、大きい角度から小さな角度に向かうようにする。
 - 例えば、Step scan XAFS のパラメーターファイルが下記の場合、
 - **Scan start = 13.5**(13.4 でもよい) , **End = 10.5**(10.7 でもよい) , **Step = -0.00052**(-0.0005 でもよい)とする。

The screenshot shows the 'XAS Measuring Parameter' dialog box. The 'Absorption Edge' is set to 'Cu, K'. The 'Monochromator Crystal Plane' is 'Si(111)'. The 'd/Å' is 3.13551. The 'Block Number' is 10. The 'Total Data Number' is 622. The 'Total Dwell Time' is 10min 22s. The 'Reverse scan' checkbox is checked. The table below shows the scan parameters for 11 sections.

	E/eV	$\theta/^\circ$	Step/°	Data Number	t/s
Measure Start	8649.89	13.21285	0.00901	50	1
XANES Start	8949.89	12.76235	0.00052	41	1
XANES End	9040.85	12.63181			
Section 4	6.0000	9117.05	0.00268	40	1
Section 5	8.0000	9223.73	0.00368	40	1
Section 6	10.0000	9360.89	0.00460	40	1
Section 7	12.0000	9528.52	0.00544	40	1
Section 8	14.0000	9726.64	0.00619	40	1
Section 9	16.0000	9955.24	0.00682	40	1
Section 10	18.0000	10214.32	0.00736	40	1
Section 11	20.0000	10503.89	0.00778	41	1

- **Total time** に1スキャンの計測時間を入力する。
 - スキャン時間は実際に QXAFS データを計測し、例えば $\chi(k)$ スペクトルを見てから決定すること。
 - これまでの実績では、透過法の場合、Step scan XAFS で 30min 要した測定が、QXAFS では1-5 min で同程度の S/N 比のデータが得られている。
 - ライトル蛍光法では、Step scan XAFS で 30-60 min 要した測定が、QXAFS では 10-15 min で同程度の S/N 比のデータが得られている。ただし、非常に濃度が低く、 $\chi(k)$ スペクトルの k の大きいところで積算時間を稼ぐ必要がある場合には、分光器の速度可変の QXAFS が必要となる。
- **Total point** は計測点の数であり、**Scan start, End, Step** を入力すると自動的に計算される値である。通常、2000-7000 点程度になる。
 - 計測点数は、エンコーダーボードのメモリの容量により、**最大 8191 点** に制限されている。
 - **8191 点** を超えると赤点減で表示されるので、**Scan 範囲** や **Step** を調整し、範囲内に収まるようにすること。
- **Theta Speed (pls/sec)** は、分光器の θ 軸(結晶のブラッグ角を決める軸)の送り速度であり、**Scan start, End, Total time** を入力すると自動的に計算される値である。

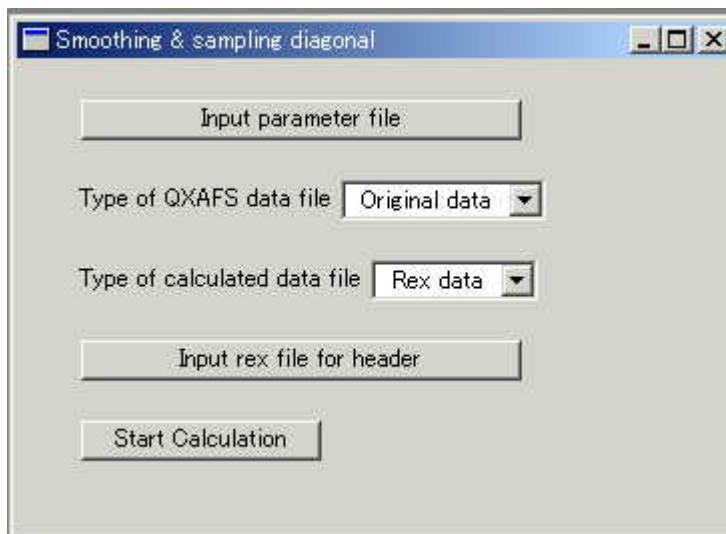
- θ 軸の最大送り速度は、3000 pls/sec であり、QXAFS 以外の操作においてはこのスピードで行われる。
- Scan start, End, Total time の設定によっては、3000 pls/sec を超えるケースがあるが、その場合、自動的に 3000 pls/sec になるように Total time が調整される。
- 同じ計測条件で繰り返し測定を行う場合や時分割測定を行う場合は、Loop にその回数を入力する。
- 繰り返し測定で、測定間にインターバルを設けたい場合は、Interval に最初の測定の開始時間から次の測定の開始時間までの時間を入力すること。
 - 1スキャンに Interval 時間以上の時間を要してしまった場合は、待ち時間なしに次の測定が開始される。
 - LabView のバグで、最初のスキャンのみ Interval が短くなることがあるので注意すること。
- Piezo Tune を On にすると測定開始時に分光器スキャン範囲の中心に分光器が移動し、Rocking curve を測定する。
 - 複数のループの測定を行う場合、2 番目のループ以降は、Rocking curve 測定は行われない。
- 途中でループを停止したい場合、loop stop ボタンを押すと、現在測定中の測定を行った後、停止する。

(3) 測定プログラム開始

- Start button を押すと、データファイル名を聞いてくるので、入力する。
 - 分光器のエンコーダー表示器に Error 50 が表示されるが、そのままでも動作上は問題ない。エンコーダーの角度を確認したい場合は、CL button を押せば正常に表示される。
 - 分光器のエンコーダー表示器に Error02 が表示された場合、プログラムはその段階で停止してしまう。Stop ボタンを押し、プログラムを停止する。その後、再度 Run ボタンを押し、測定を再開する。
 - エンコーダーボードの角度初期化が行われていない場合、Encoder board preset を促す widow が表示されるので、初期化を行った後、再度 QXAFS プログラムを start すること。
- Dark Current を入力する Window が現れる。DSS 操作を Remote&Local になっていることを確認した後、Input または Measure を選択する。入力すると Rocking curve 測定をする場合、測定の中点まで移動した後、Rockingcurve を測定し、その後スキャンが始まる。
- 1スキャンの測定終了まで、測定データの window には、前回の測定結果が表示されている。1スキャンの測定終了後にデータが表示される。上の window は I0 と I1 データ、下の window は μ t である。

3. QXAFS データの処理

- QXAFS のデータフォーマットは、Step scan XAFS と同一のもの (PF New Format) である。
- プログラムの機能は、
 - 大量の測定点を、平均し、サンプリングする。サンプリングは、Step scan XAFS のパラメーターファイルに合わせる。
 - エネルギーと μt の配列にする。
 - Rex の ex3 ファイルの形式にすることができる。
- ユーザーPC Titan のデスクトップにある QXAFS_smoothing_31.ipf をクリックする。
- igor のプログラムが起動する。
- コンパイルする。
- Program 以外の window (例えば、名称未設定 window) を選択する。
- メニューのマクロをクリックすると **Smoothing & sampling of QXAFS data** が表示されるので選択しクリックする。(Program の window を選択していると、Program 内のコマンドライン QxafsSmoothingDiagControlPanel() に移動するだけなので、注意すること)



- 下記の window が開く。
 - **Input parameter file** をクリックする。
 - ファイル名を聞いてくるので、Step scan XAFS のパラメーターファイルを選択する。
 - ここで、このパラメーターファイルの角度範囲が、QXAFS のスキャン範囲よりも広いとプログラムは動作しないので注意する。
 - **Type of QXAFS data file** は PF New Format を選択する。

- **Type of calculated data file** は Rex の ex3 フォーマットにする場合は、**Rex data** を選択する。
 - この場合、次の **Input rex file for header** をクリックし、**同じ元素**、分光器結晶面、測定手法(透過法、蛍光法等)に対する ex3 ファイルを読み込む。これが header としてファイルに付け加えられる。(元素が同じ ex3 ファイルを選ばないと、Rex で解析するときには、プログラム内で中心原子を選び直すことができず、違う元素による McKale の Table に基づく位相補正が行われてしまう。)
 - Rex を選択しない場合は、エネルギーと μt のデータになる。
- **Start Calculation** をクリックする。
 - ファイル名を聞いてくるので、QXAFS の測定データを選択する。
 - 瞬時に計算が終わり、再びファイル名を聞いてくるので、変換したデータを保存するファイル名を入力する。(Rex ファイル形式の場合、拡張子を ex3 にするとそのまま Rex で読み込める)
 - 同じ測定条件で計測したデータファイルは、Start Calculation をクリックし、処理するだけでよい。

4. 分光器速度可変 QXAFS

低濃度試料で、 $\chi(k)$ スペクトルの k の大きいところで積算時間を稼ぐ必要がある場合に用いる。ブロックの変わるところデータが繋がらなくなるなどの不具合が発生する場合がありますので、Step 角度や Dwell Time の設定に十分注意すること。

(1) Menu2.vi から、QXAFS Par.vi を選ぶ。

(2) Step Scan XAFS のパラメータファイルを読み込む。

(3) パラメータファイルの後半のブロックでの Step 角度を小さくして、ブロックあたりの測定点数 Num を多くする。このとき、そのブロック内における Speed が小さくなるので、確認する。このプログラムでは1点あたりの積算時間(Dwell Time)は一定値であり、この測定点数 Num を多くすることにより、そのブロックを時間をかけて測定することになる。

(4) Rise Points はブロック間の Speed に差がある時に、Speed が、そのブロックの設定値に到達するのにかかるポイント数であり、解析時にブロック間でデータが繋がらなくなることがある。また、そのブロック内の Step 角度よりも分光器の角度変化が大きく、分光器の角度分解能(エネルギー分解能)が劣化することがある。

(5) このプログラムでは Total Time を設定せずに、各測定点における Dwell Time を設定し、Total Time を確認する。

Parameter File 選択 Step Angle 変更 Num 確認

Angle	Step	Time/s	Num	Speed	RisePoints
25.96211	+0.01862	0.120	60	12871	8
25.02114	+0.00107	0.120	251	161	2
24.76240	+0.00552	0.120	40	830	1
24.53180	+0.00755	0.120	40	1136	1
24.22979	+0.00943	0.120	40	1419	1
23.86257	+0.01112	0.120	40	1673	1
23.40768	+0.01260	0.120	40	1896	1
22.90350	+0.01387	0.120	40	2086	0
22.34884	+0.01490	0.120	40	2242	0
21.75266	+0.01577	0.120	40	2335	0
21.12384					

Dwell Time 入力 Total Points 確認 Speed 及び Rise Points 確認