

セットアップは, 神津の X-Z に -2 ゴニオ (別名 -2 ゴニオ) を付けて, それに依田さん自作のチャンネルカット結晶 (Si(220)) を取り付けた。まず結晶の裏面で反射を出しておいてから (この時は手動スリットの後ろに PIN ダイオードを貼り付けたものを, 2 アームに載せて測定), 高さを変えてチャンネルにビームを入れる。反射は意外と簡単に出た。

これ以後の測定では, 応用光研の一番短いイオンチェンバー (ガスは空気) に 2kV かけてフラックスを測定した。

熱安定性

アンジュレータの一次光は 10 ワットも無いが, 結晶は全く冷却していないので温度が上昇して第一結晶側が歪むと反射が出なくなる。エネルギーを 12.4keV として, 最初はフロントエンドスリットを 0.165mm(Horizontal) \times 0.5mm(Vertical)としたが, 安定しているので最後は 0.5 \times 1.0 まで開いた。反射が弱くなる様子も無かったし, 結晶に触っても暖かくなかった。最初は縦集光ミラーはあまりベントせずにビームを広げていたが, 熱の問題がなさそうなので縦を 50 ミクロン程度まで集光した (ビームモニタ 1 で集光を確認)。この時も, 熱の影響は見られなかった。

ただし, 今回の実験ではフロントエンドスリットを開いても強度が余りあがらなかった。0.165 \times 0.5 の時のフラックスはイオンチェンバーで 270nA (概算で 5×10^{11} cps) 程度だが, これを 0.5 \times 1.0 にしても, 500nA 程度までしかフラックスは増えなかった。この原因は不明である。ビームが小さいのでイオンチェンバーが飽和していた可能性もある。フラックスの経時変化が見られなかったので, これが結晶の温度上昇の問題であるとは考えにくい。

シリコンのビームのあたっている場所は青く光っていた。

定位置出射の確認

結晶を回転して, 出射ビームをビームモニタで観察して定位置出射を確認した。アンジュレータのピークの範囲 (下の測定を参照) では, ビームは動かなかった。ただ, ビームが現れて消えるときには, 上か下から現れて反対側で消えるので, ビーム中央にピンホールなどを置いて実験すると測定できるエネルギー幅が若干狭くなるはずである。

アンジュレータスペクトルの測定

最初の測定は, チャンネルカット結晶を廻してアンジュレータのスペクトル測定。バンド

幅 (F W H M) は 3 % 近くあるという結論になった。12.4keV にははやけに幅が広い。このときのスキンのデータは，完全な形では残っていない。？

蛍光 XAFS スペクトルの測定

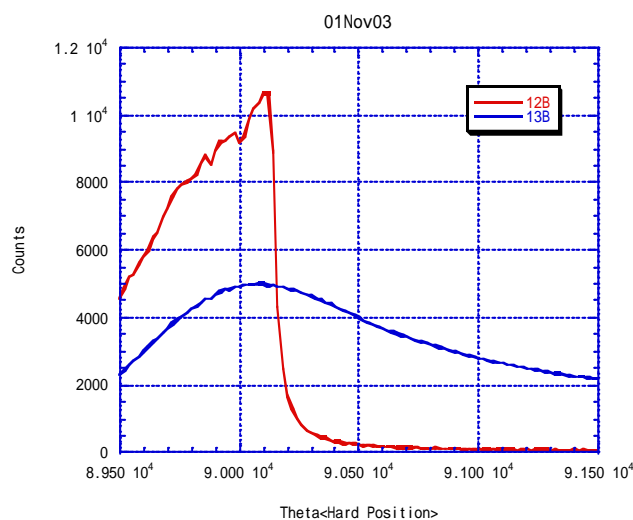
次はいよいよ蛍光スペクトルの測定である。サンプルをビームに対して約 45 度に置き，ビームと直角にシリコンドリフト検出器(Roentech)を置いた。ただし，ほとんどの測定では強度が強すぎるので検出器は試料を直視していない。検出器は鉛で覆った。

検出器の出力はプリアンプで受けた後，Single Channel Analyzer で計数し，カウンターに入れた。計測ソフトは「Q」を使った。イオンチェンバーの強度も読んで，割り算をした。イオンチェンバーはカレントアンプ (ゲインは 10^6 V/A)

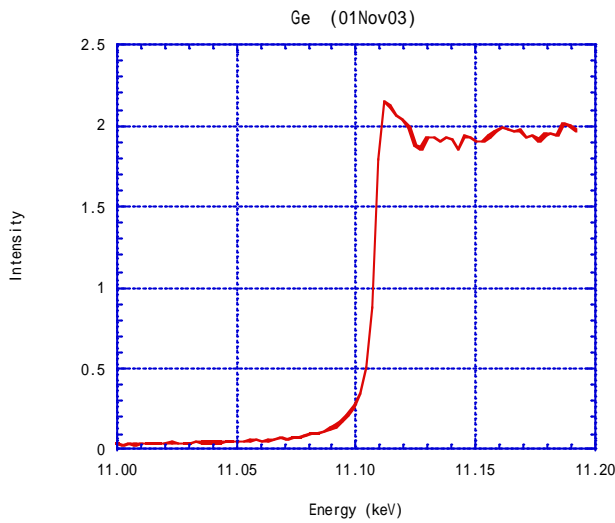
シリコンドリフト検出器は飽和しがちである。60,000cps 程度で 6%程度のデッドタイムがプリアンプのパネルに表示される。したがって正確に測定するにはデッドタイム補正をする必要があるが，以下のデータでは補正をしていない。

まずゲルマニウムのブロックで測定した。実際には吸収端付近で強度が最大になるようにアンジュレータのギャップを調整した。Ge のブロックの場合には，12.15mm が最適だった。

各点 1 秒測定で，荒く測ったのが次のデータ。FE スリットは 0.1×0.1 mm (つまり，意図的にかなり強度を落としている)。測定点数は 100 点。

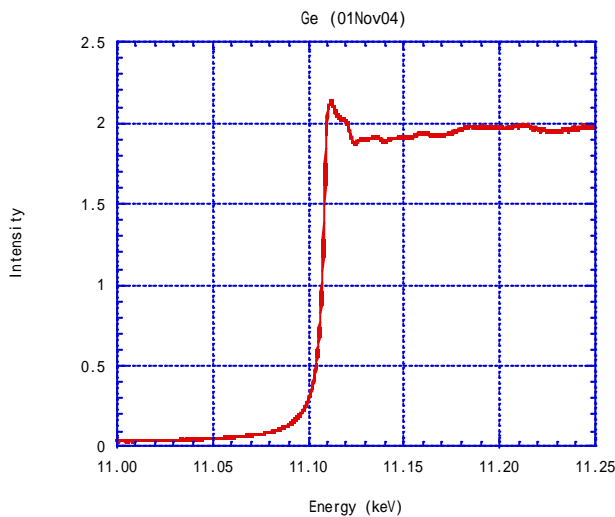


青い滑らかな線が，イオンチェンバーで測ったチャンネルカット結晶の出射ビーム強度で，アンジュレータのスペクトルに相当する。だいたいこの測定範囲が FWHM になっている。おおざっぱにいて，2 % 程度。赤いぎざぎざの線がシリコンドリフト検出器で測定した蛍光 X 線強度である。横軸はゴニオのパルス数の絶対値 (原点は，ほぼ水平) である。蛍光 X 線 yield は，割り算して求まる。



横軸のエネルギーは、最後のほうに書いてあるキャリブレーションの方法でゴニオのパルス値から変換した。

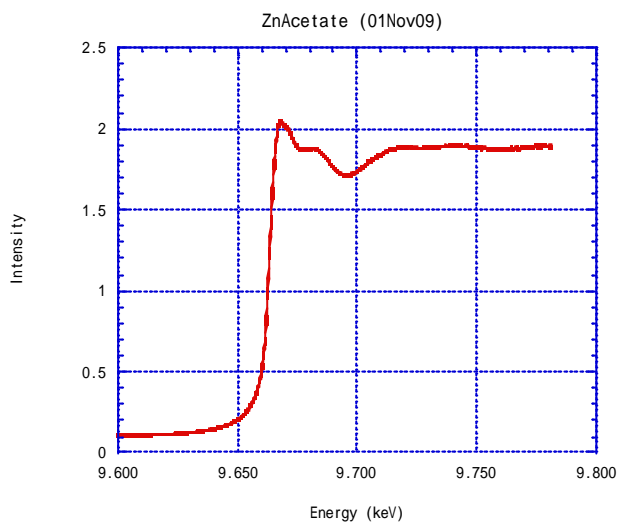
測定時間を 10 秒に延ばしたのが次のデータ。測定点数も 1000 にして、エネルギーレンジも広げた。カウント数は 700,000cps から 500cps の範囲だった。



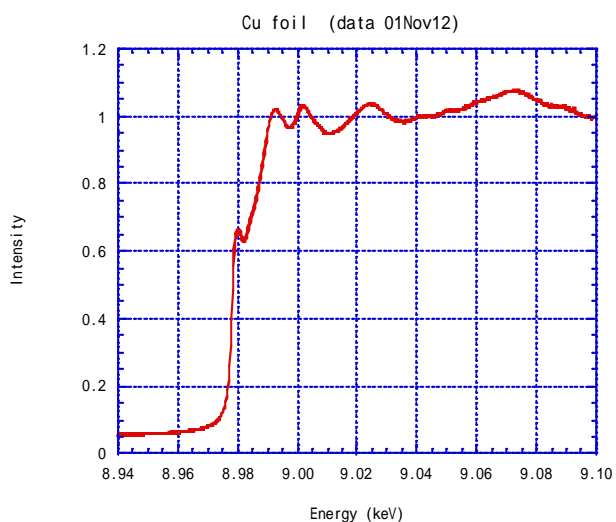
明らかに 1 点 1 秒 100 点のデータよりはスムーズなスペクトルになっている。ただし測定に要する時間は 3 時間である（その間休めるからいいが）。

次は垂鉛の吸収端にギャップを合わせ(10.2mm)，酢酸垂鉛の垂鉛の蛍光スペクトルを測定する。ギャップを変える時は、少しギャップを動かしてはゴニオを廻して、常に出射ビームを確認しながらゆっくりと変えていった。おかげでビームを失うことはなかった。FE

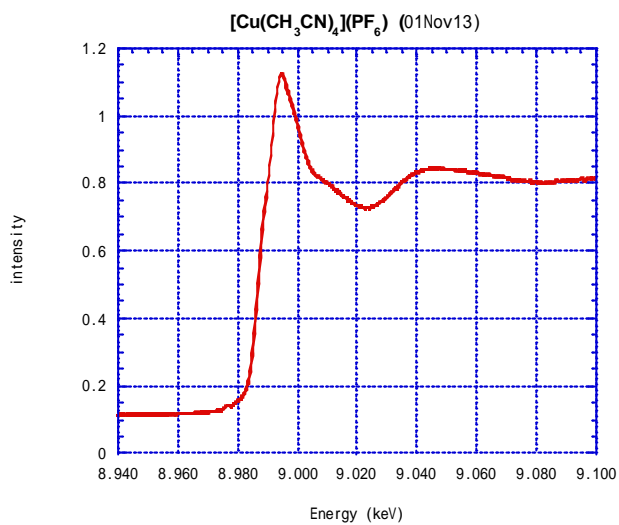
は 0.1×0.1mm で、一点 10 秒測定、1000 点測定している。カウント数は 1,300cps から 40,000cps の範囲だった。



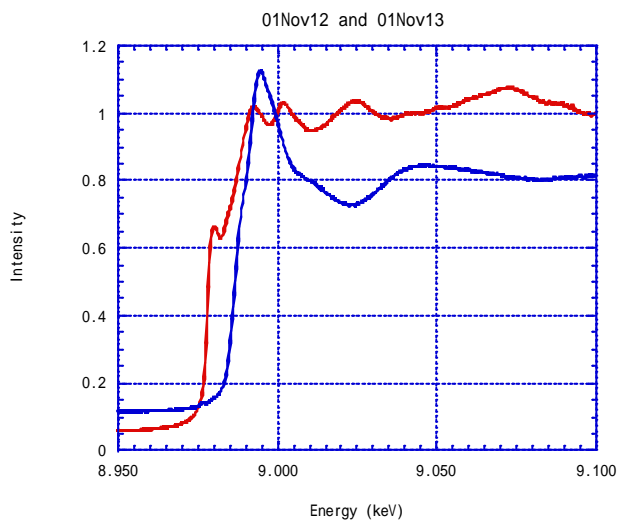
次は銅である。まず厚さ 4 ミクロンのフォイルの蛍光スペクトルを記録した。アンジュレータギャップは 9.25mm。FE スリットを 0.1×0.2mm に広げて、1 点 10 秒で 500 点を測定した。これは流石に強度が弱いので検出器は試料のほうを向いている。そのため試料からの X 線の散乱を検出器が拾っており、低エネルギー部分での強度がゼロに落ちない。



次は、BL38B1 にあった、よく知らない銅の錯体。[Cu(CH₃CN)₄](PF₆)。FE スリットを 0.1×0.2mm に広げて (以後はずっとこの値)、1 点 10 秒で 500 点を測定した。

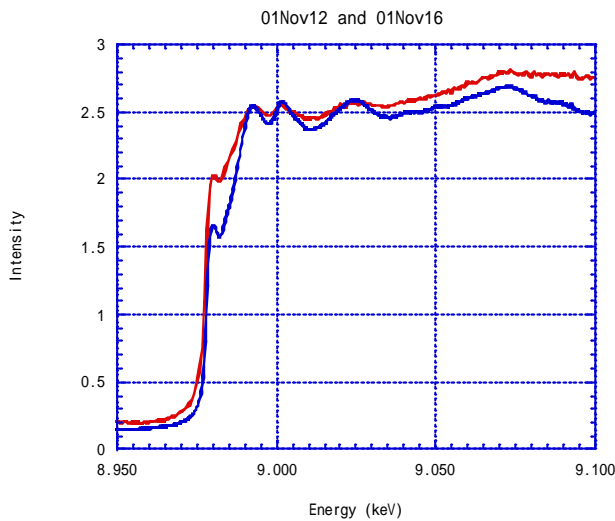


見るからに銅のファイルとは違っている。ちなみに二つを重ねてプロットすると違いは歴然としている。



ただし、縦軸の違いには意味がないことに注意。ファイルは薄いけど固体で、錯体のほうは粉末である。強度を比較しても意味はない。

銅といえば 10 円玉である。最初は汚れた 10 円玉をそのまま測定したが、表面をやすりできれいにしても結果は同じだった。銅のガasket など 10 円玉とほぼ同じスペクトルになるが、ファイルとは違ったスペクトルである。



青い曲線は、上にも出ている 4 ミクロンの銅のファイル、赤い曲線が、1 点 1 秒で 200 点測定した 10 円玉（研磨済み）である。ファイルと塊という違いがあるので散乱強度が違ふと思われるが、蛍光 X 線スペクトルも違ふように見える。

このほか、厚さ 100 ミクロンの銅の板とか、放射光で焦げた銅とかのスペクトルも測定したが、10 円玉に近いものだった。薄いファイルというのは、変な奴なんだろうか？谷田さんによると、この違いは銅による蛍光 X 線の吸収の違いだろうということである。

キャリブレーション

3つの元素(Ge,Zn,Cu)の吸収端を用いた。吸収端の真中のゴニオのパルス数を調べて、それが吸収端エネルギーと同じと仮定してプロットした。横軸をパルス数、縦軸をゴニオの角度 (Si(220)の面間隔と吸収端エネルギーから Bragg の式で計算した「度」)としてプロットすると3点は直線に乗った。回帰直線は、

$$Y = M0 + M1 * X$$

$$M0 \quad -1.1875$$

$$M1 \quad 0.00020069$$

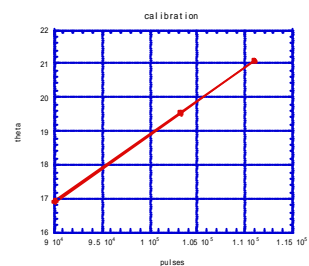
$$R \quad 1$$

したがって、エネルギーは

$$E = 12.4 / \sin(\theta) = 12.4 / (2 * 1.92 * \sin(\theta))$$

$$= 3.23 / \sin(-1.1875 + 0.00020069 * \text{pulse})$$

となる。ただし sin のカッコの中は「度」である。

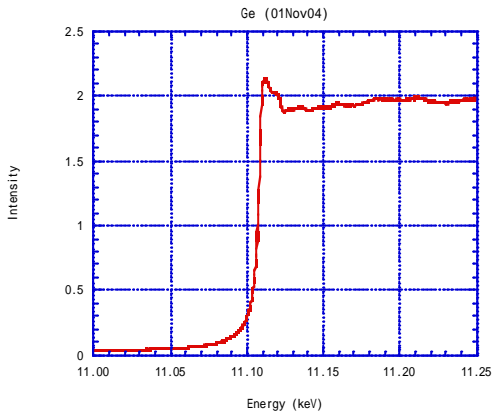


BL40XUを用いた蛍光XAFS実験(まとめ)

使ったセットアップ

ゴニオと依田製チャンネルカット結晶(Si(220))

検出器はシリコンドリフト検出器(最高 100,000cps 程度で測定)



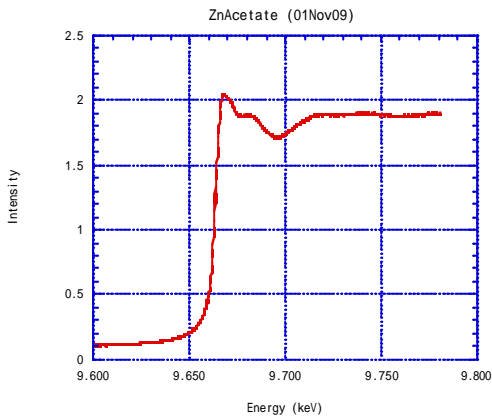
測定条件

アンジュレータギャップ 12.15mm

FE スリット 0.1×0.1mm

測定時間 1点1秒

測定点数 100点



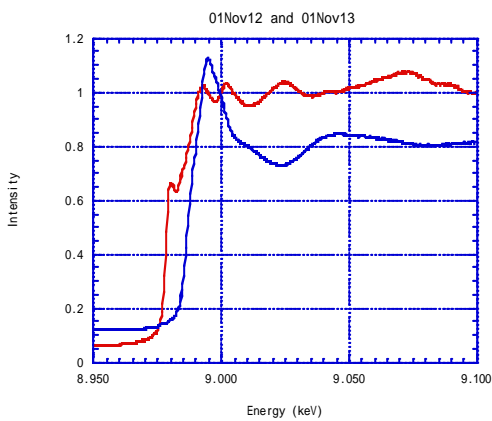
測定条件

アンジュレータギャップ 10.2mm

FE スリット 0.1×0.1mm

測定時間 1点10秒

測定点数 1000点



測定条件

アンジュレータギャップ 9.25mm

FE スリット 0.1×0.2mm

測定時間 1点10秒

測定点数 500点

赤は4ミクロンの銅のフォイル

青は[Cu(CH₃CN)₄](PF₆)