

BL04B2 解析ソフトマニュアル

1. パラメーターファイルの準備

-----ここから、パラメーターファイルの例-----

```
// Num of data, [number of multidetectors (max 4): 0: 1 column, not other parameters], [shift for each multidetector: obligatory, if previous >0], [coefficients to multiply incoming data: optional]
```

```
1 3 0.0 16.0 32.0 (←データの数、スペースを空けて検出器の数(現在は3)スペースを空けて、3つの検出器の角度を入力、0.0, 16.0, 32.0の値はCeO2を使ってキャリブレーションする必要がある)
```

```
// signal and background file name
```

```
sio-1.dat siobg-1.dat (←試料データファイル名のあと、スペースを空けてバックグラウンドデータファイル名を入力。バックグラウンドのデータファイルが必要ない時は試料ファイル名のみでも実行可能)
```

```
// other param for v12 or later
```

```
// Number of elements species
```

```
2 (←試料に含まれる元素の数を入力、SiO2ガラスの場合だと Si と O なので2)
```

```
// atomic number and the number of each species
```

```
14 0.3333 0.295 -0.0139 0.0048 (←1番目の元素の原子番号、組成、吸収係数1、異常散乱項  $f'$ ,  $f''$ )
```

```
8 0.6667 0.195 -0.0055 0.0003 (←2番目の元素の原子番号、組成、吸収係数、異常散乱項  $f'$ ,  $f''$ )
```

```
// incident energy [keV]
```

```
61.4 (←X線の入射エネルギーを入力)
```

```
// density of sample [g/cm3]
```

```
2.20 (←試料の密度[g/cm3]を入力)
```

```
// {1:Flat Plate 2:Cylindrical} {Thickness or Diameter [cm]}
```

```
1 0.2 (←試料の形状(平板なら1, 円筒、玉なら2)、厚さ[cm]を入力)
```

```
// Total Mass Attenuation Coefficient [cm2/g]
```

```
0.0 (←自動的にソフトが計算するので通常は0.0で良い)
```

```
// Polarization factor
```

```
0.05 (←通常は0.05で良い)
```

-----ここまで-----

¹質量吸収係数は例えば、<http://lipro.msl.titech.ac.jp/abcoeff/abcoeff2.html> (東工大佐々木研 HP) より引用する。

²異常散乱項 f' , f'' は例えば、<http://lipro.msl.titech.ac.jp/scatfac/scatfac.html> (東工大佐々木研 HP) より引用する。また、これらの項は吸収端から十分エネルギーが離れた高エネルギーX線回折実験では影響は極めて小さいので、いずれの値も「0」としても解析を最終結果はほとんど変わらない。

2. 解析ソフトの使い方

(1) 「AXS.pxt」をダブルクリックすると下の図のような「BL04B2_Ana」ウィンドウが出てくる。これからの手順では、左上→左下、右上→右下のように操作していく。

The screenshot shows the 'BL04B2_Ana' software window. The interface is divided into several sections with different background patterns:

- Top Left (Green background):** Contains a red 'BL04B2 Analysis' button and a 'Load Data' button. Below are input fields for 'Density of sample' (0), ' $\mu\rho$ ' (0), 'Polarization Factor' (0), 'B.G. a' (1), 'B.G. b' (0), ' $2\theta_0$ ' (0), 'Pol. corr.' (checked), and 'Dead time: 0 μ s'. A button 'Abs, Pol & BKG Correction' is present.
- Middle Left (Green background):** A 'Smoothing' checkbox (unchecked) and a 'Combine Data' button.
- Bottom Left (Green background):** 'Auto norm.' (checked), 'Calculation of S(Q)' button, 'Norm. factor: 1', 'Recoil factor: 1', 'Dump coeff: 0', 'fitting to Scattering factor with Q range between 15 and 20', and 'Subtract Compton scattering' (checked). Below this is a section for 'Set S(Q=0) 0', 'Q-range from 0 to 20 with delta-Q 0.05', and an 'Interpolation of S(Q)' button.
- Top Right (Yellow-green pattern):** 'Calculation of G(r)' section with 'Window Function' set to 'NOT use', 'r range from 0.01 to 100 with delta-r 0.01'.
- Middle Right (Blue pattern):** 'Set experimental density' section with 'Manual adjust' selected, 'Auto adjust' unselected, 'Show on graph' button, and 'Number density: 0'.
- Below Middle Right (Blue pattern):** 'Transform G(r) into' section with a dropdown menu set to ' $T(r)$ '.
- Bottom Middle Right (Blue pattern):** 'Coord. number fit' section with 'with baseline fit' unchecked, 'Set g(r) to zero' button, 'First range' checked, and 'from 0 to 0'.
- Below Bottom Middle Right (Blue pattern):** 'Transform G(r) to S(Q)' button.
- Bottom Right (Blue pattern):** 'Set this S(Q) as initial' button, '100% backtransformed S(Q)' dropdown, and 'Save dataset' button.
- Very Bottom Right (Blue pattern):** 'Original Q, S(Q) -> RMC' dropdown.

(2) **Load Data** をクリックすると、パラメーターファイルを求められるので、指定して「開く」と、パラメーターファイルの中身が読み込まれ、「BL04B2_Ana」ウィンドウ内にも表示される。

(3) **Abs, Pol & BKG Correction** をクリックすると、吸収補正、偏光因子補正、バックグラウンドの補正を実行する。もし値を変更したい場合は「BL04B2_Ana」ウィンドウに直接入力して、**Abs, Pol & BKG Correction** をクリックすると、変更した値で補正できる。

(4) **Combine Data** をクリックすると、 Q によって分割されたデータが、ひとつなぎのデータとして、つなぎ合わされる。

(5) **Calculation of $S(Q)$** をクリックすると、構造因子 $S(Q)$ が計算され、「Observed $S(Q)$ 」ウィンドウに結果が表示される。 $S(Q)$ の high- Q 側が 1 の周りで上手く振動しない場合は、Dump coeff を 1e-05 程度のところで値を調整しながら **Calculation of $S(Q)$** をクリックして $S(Q)$ の high Q 側をチェックする。Recoil factor は Compton 散乱を調整する因子で、1 を目安に値を変えて、Dump coeff と組み合わせて $S(Q)$ が 1 の周りに振動するように調整する。正しい $S(Q)$ が得られたかどうかは、後の操作 (10) で確認できるため、とりあえず先に進んでみても良い。このプロセスはトライアルアンドエラー的に行う必要がある。

(6) 実際に使う Q 範囲、および Q の間隔を入力して **Interpolation of $S(Q)$** をクリックすると、 Q の間隔が一定になり、フーリエ変換による $G(r)$ の導出に備える。

(7) **Calculation of $G(r)$** をクリックすると、 $G(r)$ が計算され、「 $G(r)$ 」ウィンドウに結果が表示される。

(8) **Transform $G(r)$ into** をクリックすると、 $T(r)$ かまたは RDF、 $g(r)$ を計算する。どれを計算するかは、すぐ右の **$T(r)$** プルダウンメニューの中から、あらかじめ選択しておく。原則として、一度目は、 $g(r)$ を選択する。

(9)実験から得られる $S(Q)$ は実験的なエラーが含まれているため、 $g(r)$ の低い r 領域にそれを反映した物理的に意味のない相関が観測される。そこで、本来 0 であるべき領域を見極めて、

Set $g(r)$ to zero

をクリックして、 $g(r)$ の低 r 領域を 0 にする。

r の領域は from 0 to 0 に入力しておく。この操作は次の(10)の結果に反映される。物理的な意味のあるところまで 0 にしないように、 r 領域の設定は注意が必要。

(10) Transform $G(r)$ to $S(Q)$ をクリックすると、 $G(r)$ から $S(Q)$ へ逆フーリエ変換される。

ここで、もともとの $S(Q)$ と、逆フーリエで導出した $S(Q)$ が $Q < 1 \text{ \AA}^{-1}$ で大きく異なっていると $g(r)$ の r の低い領域を 0 にしたことによる artifact がうまれている可能性が高いため、(3)~(5)の操作を繰り返す。特に(5)の「Recoil factor」と「Dump coeff」で調整できることが多い。

(11) Set this $S(Q)$ as initial をクリックすると、逆フーリエ変換で計算された $S(Q)$ を基にして、(7)や(8)の操作で $G(r)$ などを計算することができる。このとき、100% backtransformed $S(Q)$ プルダウンで実験データを少し反映させることもできる。例えば、「85% backtransformed $S(Q)$ 」を選択しておく、逆フーリエ変換により得られた $S(Q)$ が 85%、もともとの $S(Q)$ が 15% の割合の新しい $S(Q)$ を使うこともできる。この操作は物理的な意味はないが、逆フーリエ変換を行うことにより、原子散乱因子の打ち切りから生じるゴーストピークまでも消してしまうことがあるため、完全に r の小さいところを 0 にしないことを考慮した経験的な措置である。

(12)最終的な結果のファイル出力は Save dataset のクリックで行う。このとき何を出力するかはすぐ下の Original Q, $S(Q)$ → RMC プルダウンから選択しておく。具体的には以下の選択肢がある。

「Original Q, $S(Q)$ → RMC」 (←(5)で導出した $S(Q)$ を RMC 形式で出力する。)

「interpolated Q, $S(Q)$ 」 (←(6)で導出した $S(Q)$ を RMC 形式で出力する。 Q の間隔が一定になっている。)

「BckTrSF(85%) Q, $S(Q)$ → RMC」 (←(10)で逆フーリエ変換により導出した $S(Q)$ 85%、(5)で導出した $S(Q)$ 15% の割合で合成した $S(Q)$ を RMC 形式で出力する。)

「SmBckTrSF(85%) Q, $S(Q)$ → RMC」 (←85%逆変換のデータを更にスムージングした $S(Q)$ を RMC 形式で出力する。)

「Original Q, $S(Q)$, errs(Q)」 (←(5)で導出した $S(Q)$ とエラーを出力する。)

「interpolated Q, $S(Q)$ 」

「BckTrSF(85%) Q, $S(Q)$ 」

「SmBckTrSF(85%) Q, $S(Q)$ 」

「BckTrSF(100%) Q, $S(Q)$ 」

「r, $g(r)$ 」

「r, G(r)」

「r, T(r)」

「r, RDF(r)」

「2theta, corrected raw sample, err」

「const. step, Q, I(Q), <f²>, <f²>」

「const. step, 85% sm. I(Q), <f²>, <f²>」