

WinXAS 2.3 による EXAFS 解析の手順 Ver.1

内川・露本研究室マニュアル

2003/01/14

1. データの読み込み FILE OPEN

データは縦 2 列のテキストデータを準備する。始めの行に余分な説明を書かずデータから始める。

2. バックグラウンド補正 XAFS → Background correction → Polynomial fit

蛍光法の場合は Degree を 1 に指定する (バックグラウンドを直線とすることを意味する)。pre-edge の部分 (吸収端の立ち上がりの左側) で 2 ヶ所を選んでクリック。その部分が青色になってバックグラウンドの基準となる (この青線が縦軸の 0 となる)。

Fit ボタンでバックグラウンドが青線が表示される。スペクトルの右側を見て正しくバックグラウンドが引けているようなら OK。正しくないようなら、2 ヶ所のクリックをやり直してバックグラウンドを決めなおす。

3. 規格化 XAFS Normlization

ピークの後のできるだけ平滑な領域で 2 ヶ所を選んでクリック。Fit ボタンで青線が表示される。この青線が縦軸の 1 となる。正しく引けているようなら OK、正しくないようなら 2 ヶ所のクリックからやり直し。

4. E₀ の決定 XAFS Set E0 1,2-derivative

スペクトルの 1 次微分、2 次微分がそれぞれ青と緑で表示される。2 ヶ所をクリックし SHOW ボタンで拡大図が表示される。立ち上がりの途中の変曲点 (この場合は下に凸から上に凸に変化する点) が E₀ とすべき点である。その点では 1 次微分が増加から減少へ、2 次微分が正から負に変化しているはずである。その部分を含むように 2 ヶ所をクリックして Root 1.Der ボタンをクリックする。E₀ が表示されるのでメモしておく。ちなみに Zn 9.663 keV, Cr 5.989 keV 前後となるはず。

ここまでの段階で縦軸は norm. absorption [a.u.] で 0 から 1 の範囲で、横軸は $k [^{-1}]$ で立ち上がりの部分が 0 となっているはずである。次に、振動成分 (EXAFS 信号 (k)) の抽出を行う。

5. EXAFS 信号 (k) の抽出 XAFS mue(0)fit cubic spline fit

Number of splines 7 (後で変えてみる), k weight 2 を指定。

吸収端後の適当な領域 (例えば $k=1.3 \sim 16$ 、XANES 領域は外しておく) を選び mue0-fit。

スクリーンが 3 つに分かれて表示される。

左上 緑が atomic absorption (振動の中心) 振動がこの上下に偏ってないかチェック

右上 フーリエ変換後の (k)

横軸が $R(\text{Å})$ で結合距離、縦軸 (赤線) がその距離に存在する原子数

1 以下に原子が存在するようだとやり直し

(PARAMETER ボタンをクリックして Number of splines などを変える)

選んだ領域の長さを 3~4 で割った数を Number of splines とすると良い
下 k を乗じた (k) 青線は polynome の一次微分

ここで右上に表示された横軸 R() のグラフを動径構造関数 RSF と言い、(k) をフーリエ変換することによって求められる。RSF は中心原子からどのくらいの距離に近接原子が存在するかの目安となる。しかし、多くのピークを含む RSF から直接、結合距離、配位数を算出することは不可能である。そこで、RSF を計算した後、表示されているピークの内、解析すべきピークを一つ切り出して、再びフーリエ変換 (逆フーリエ変換) することにより、フィッティング用のデータとする。

6 . フーリエ変換で動径構造関数 RSF を求める

元データが横軸 $k [\text{\AA}^{-1}]$ 、縦軸 $(k) * k^2$ 、上下に振動しているグラフとなっていることを確認する。

XAFS Fourier transformation

Window function で Bessel を選択、k-weight を 2 として OK ボタン。

表示された RSF を見て、おかしければ 5 . からやり直す。

7 . RSF からピークを切り出して逆フーリエ変換

グラフを見て切り出すべきピークの範囲を決定する

XAFS Fourier transformation

Window border from, to の空欄に切り出す範囲を入力。Backtransform のラジオボタンがクリックされていることと、k weight が 2 であることを確認して OK。

振動が減衰する曲線 (赤) が得られればよい。

8 . FEFF8 によるシミュレーション

前もって、FEFF8 によるシミュレーションを実施して、files.dat, feffnnnn.dat, paths.dat を同じフォルダの中に入れておく (nnnn の部分は数字) [別マニュアル参照]

XAFS EXAFS Simulation

FEFF-fit のラジオボタンをクリックすると Open-feff.dat のウィンドウが開くので、files.dat を選択する。feff0001.dat から始まる様々な feffnnn.dat が表示されるので、R などを見てこれから解析するのに適当なファイルを選ぶ。OK して赤 (実験値) 青 (シミュレーション) と比較する。よく似ているようなら 9 . へ。

9 . フィッティングを実施する

XAFS EXAFS fit

各種条件を入力して OK。フィッティングがうまくいけば、赤と青はほぼ一致して、Coord.No. N (配位数) と distance R (原子間距離) が得られる。