



中能XAFS实验

郑雷

北京同步辐射装置

中国科学院高能物理研究所

北京, 2011.12.7-8



北京同步辐射装置EXAFS谱分析讲习班, 2011年12月7-8日, 北京

主要内容



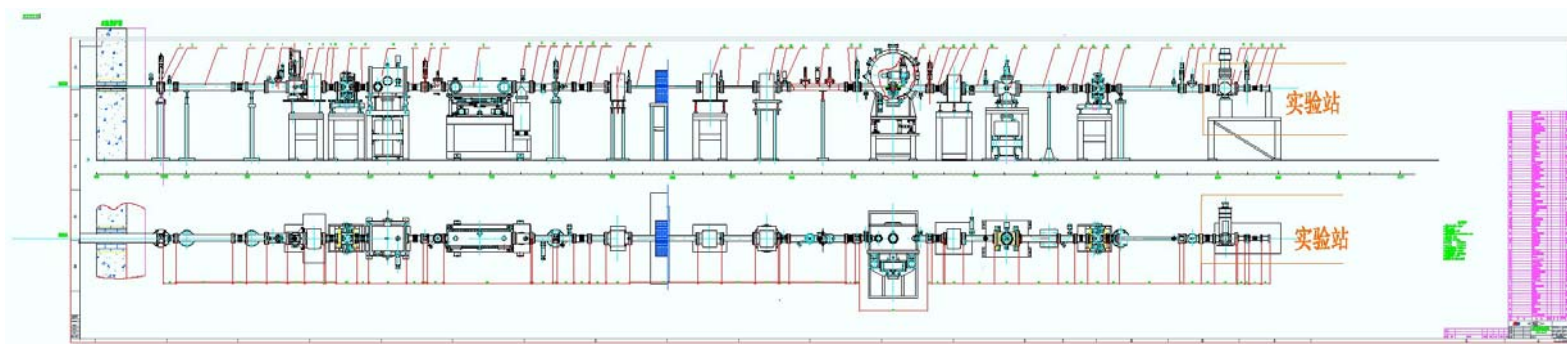
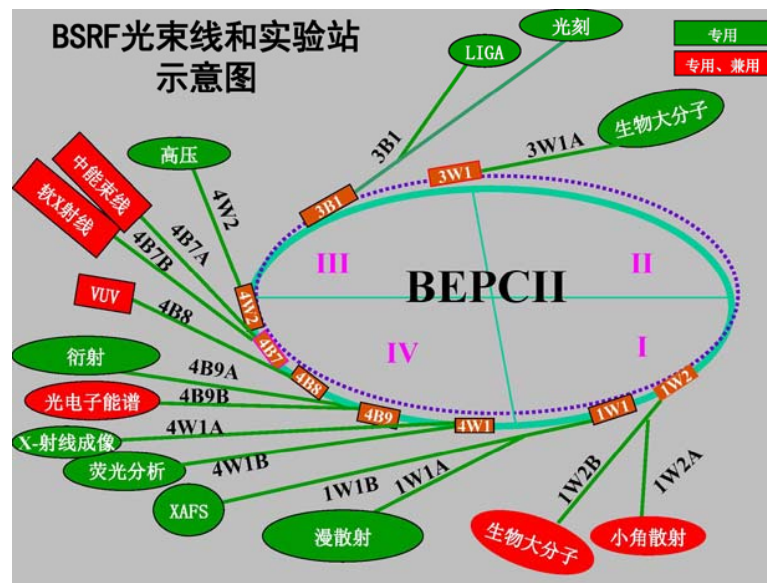
- ◆ BSRF-4B7A 光束线
- ◆ 实验站
- ◆ 部分荧光法 (PFY)
- ◆ 全电子产额法 (TEY)
- ◆ 透射法
- ◆ 问题举例
- ◆ 展望



BSRF-4B7A 中能光束线

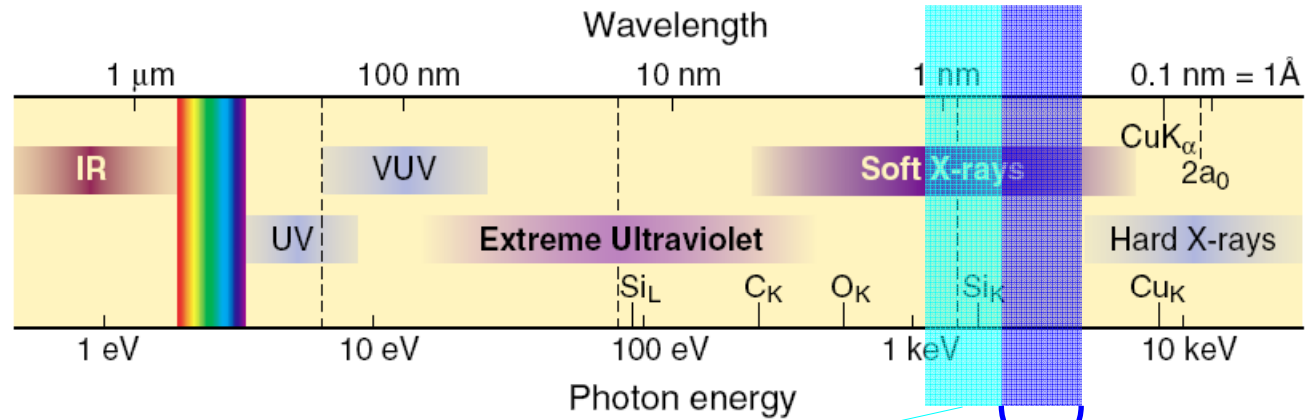
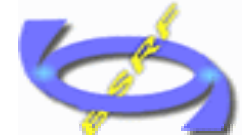


- 单色光能量范围：2.1-6.0keV
- 能量分辨率：5000@3206eV
- 光通量： $10^{10} \sim 10^{11}$ photons/s
- 光斑尺寸：3mm(H)×2mm(V)
- 光谱纯度：高
- 单色器可更换晶体：
 - 2.1-6.0keV；选用Si晶体
 - 1.2-1.74keV；选用KTP晶体
 - 1.75-3.7keV；选用InSb晶体



北京同步辐射装置EXAFS谱分析讲习班，2011年12月7-8日，北京

能量范围所覆盖的元素吸收边



K-edge: Mg, Al, Si
1.2~2.1keV

2.1-6.0keV

K-edge: P, S, Cl, K, Ca, Sc, Ti, V, Cr

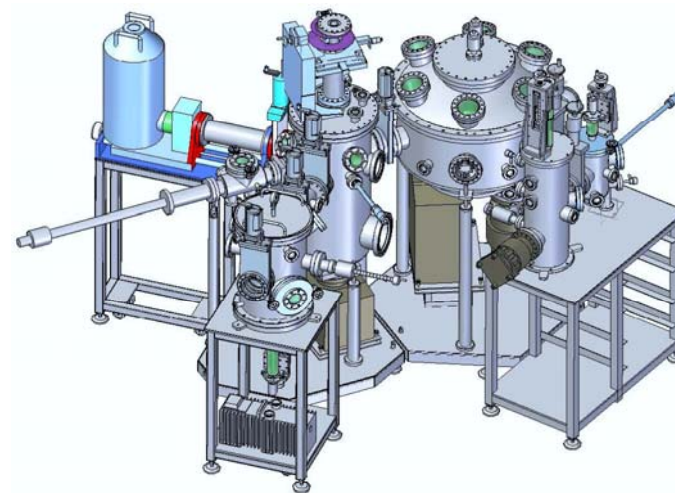
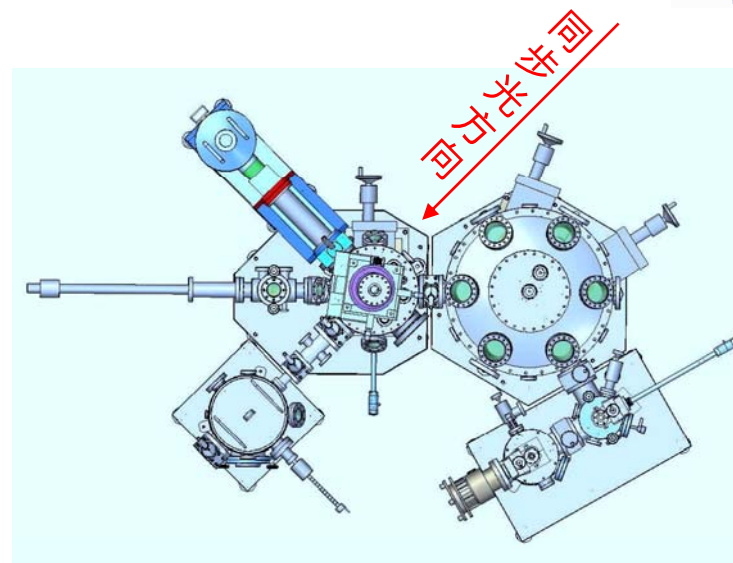
L-edge: Y, Zr, Nb, Mo, Tc, Ru, Rh, Pd, Ag, Cd, In, Sn, Sb,



中能实验站

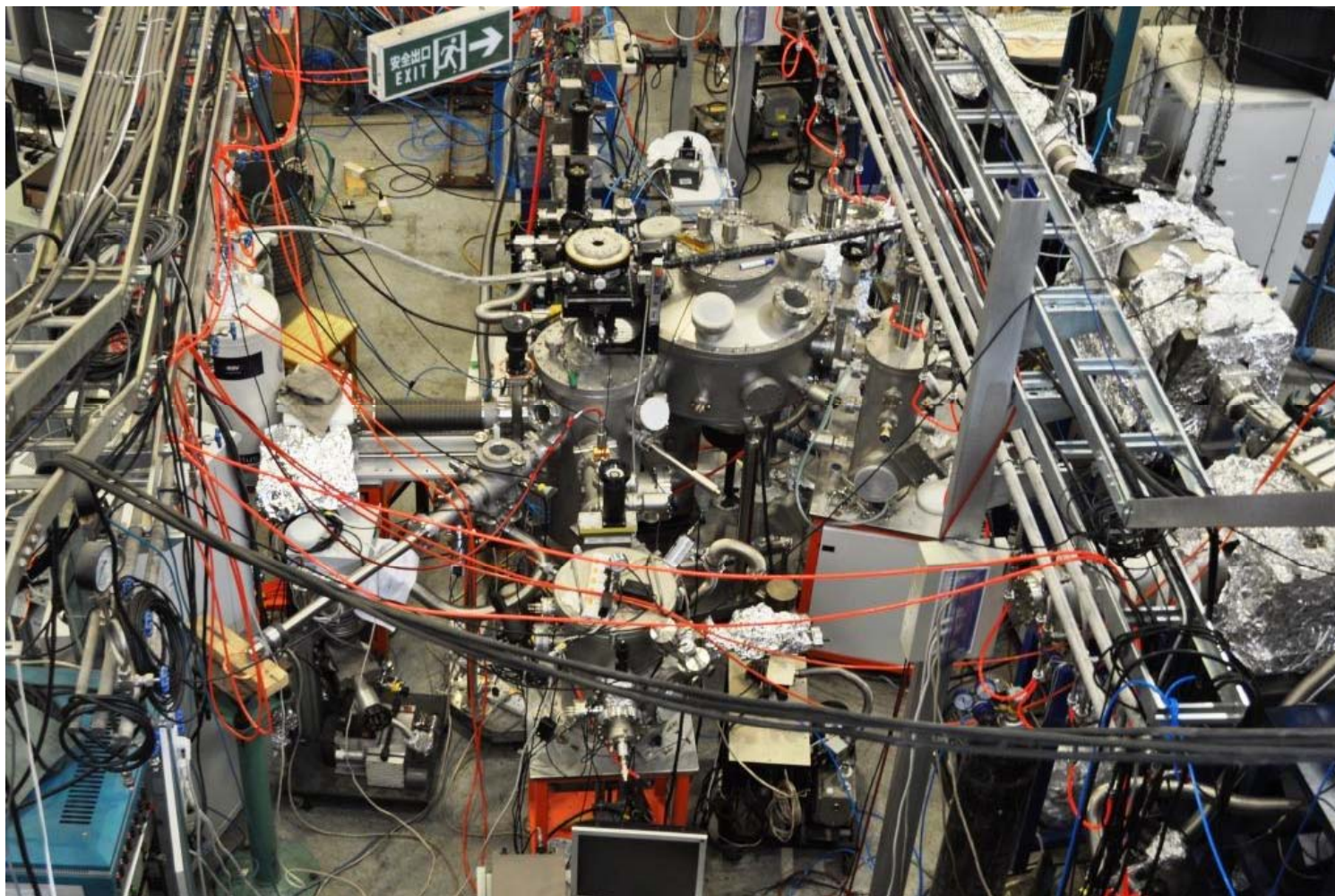


- 真空测量室
- 预抽室
- 中转室
- 退火室
- He环境测量室（通用）



北京同步辐射装置EXAFS谱分析讲习班，2011年12月7-8日，北京

中能实验站照片

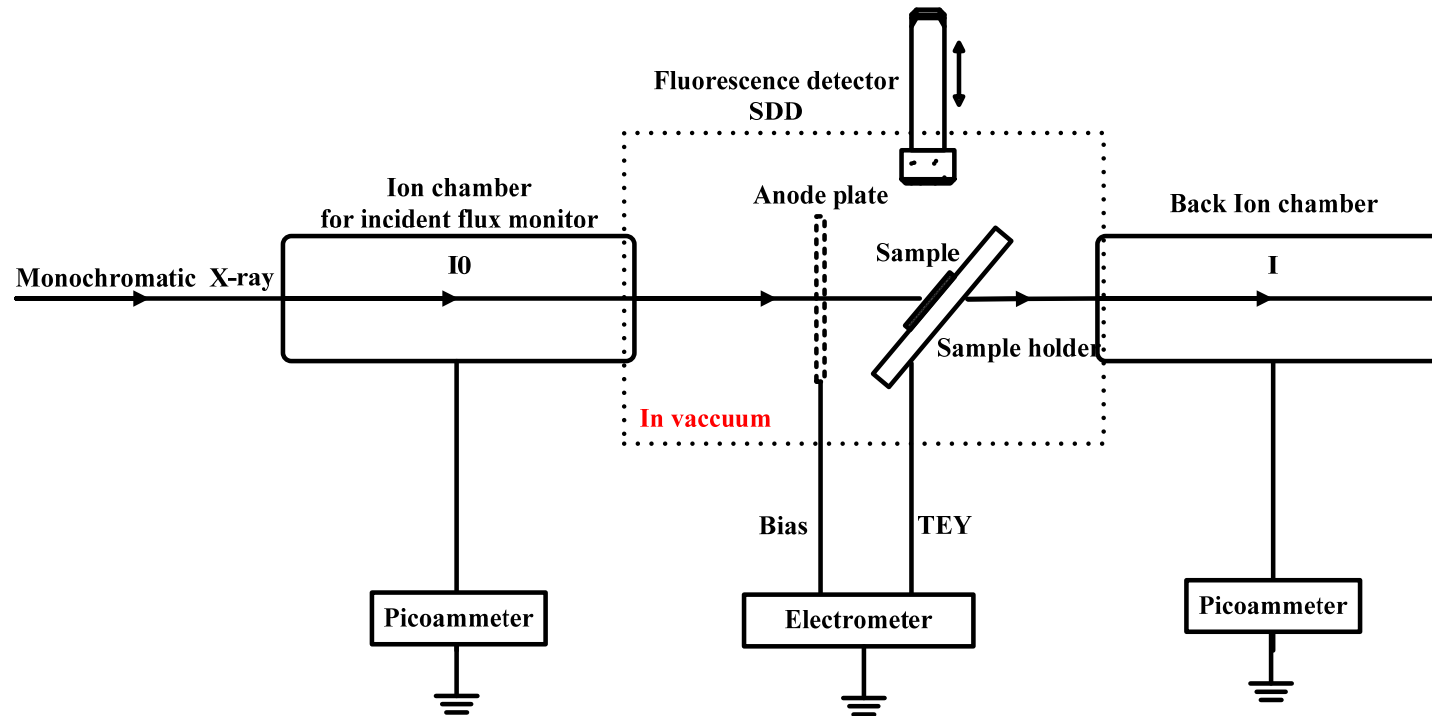
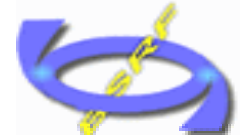


同步光方向



北京同步辐射装置EXAFS谱分析讲习班，2011年12月7-8日，北京

中能实验站XAFS测量方法



- 部分荧光产额 (PFY)
- 全电子产额 (TEY)
- 透射

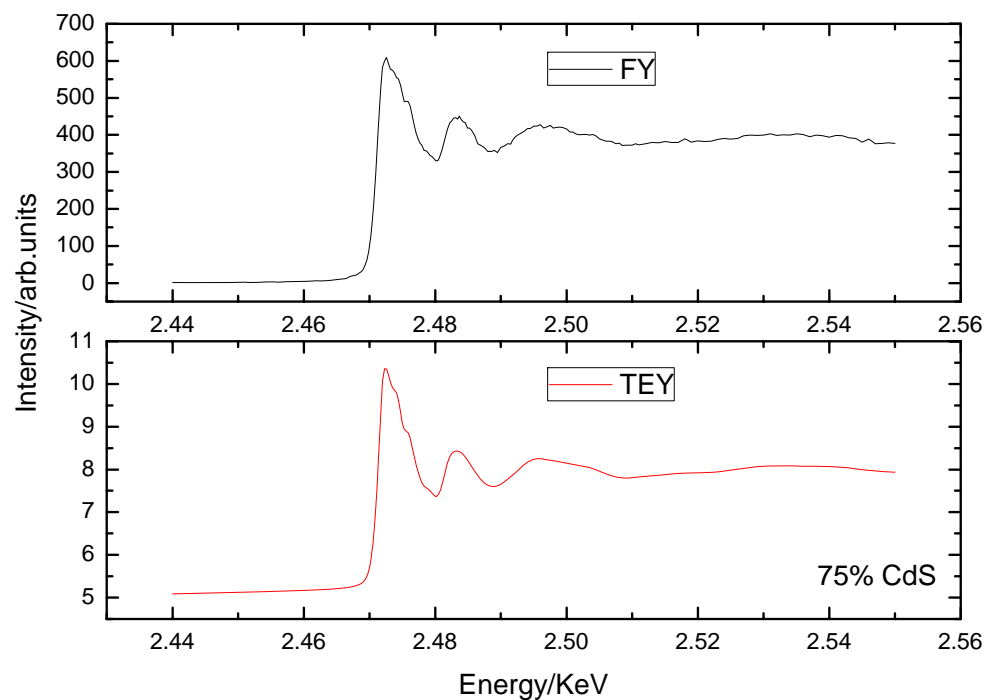


部分荧光法-特点



特点:

- 体效应
- 信号背底比S/B高
- 信噪比S/N稍差

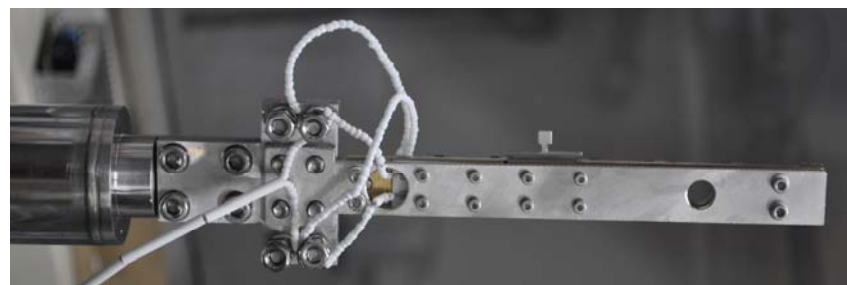


北京同步辐射装置EXAFS谱分析讲习班, 2011年12月7-8日, 北京

部分荧光法-样品（痕量）



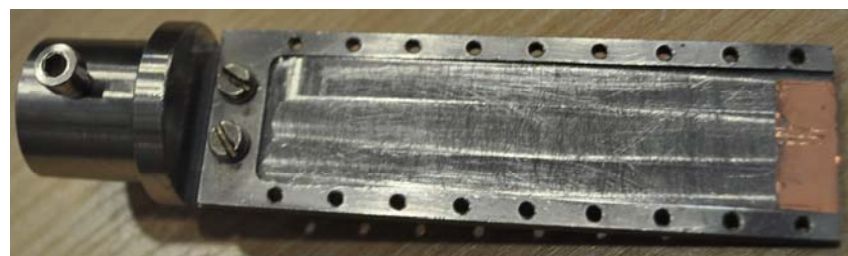
- 样品要求（必要）：**真空兼容**
- 现有样品架可满足：
 - 粉末
 - 粉末压片或薄片类（厚度小于2mm）
- **特殊形态样品需要特制样品架或样品托**
 - 用户与实验站负责人讨论
 - 为用户提供样品架接口、尺寸限制等信息
 - 用户自行加工



部分荧光法-样品



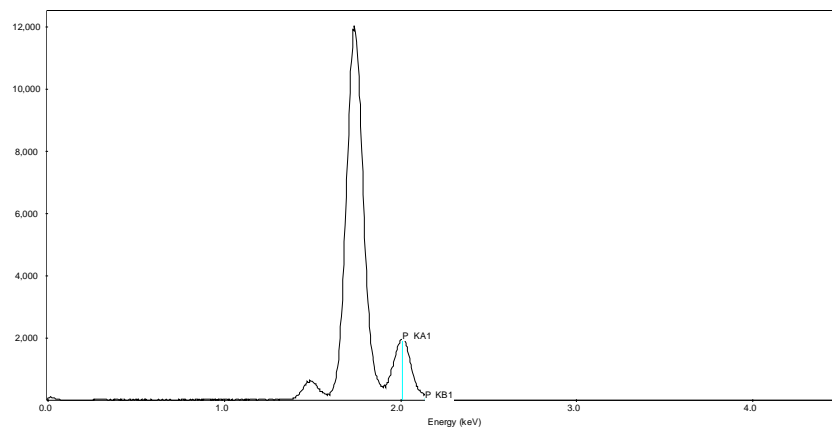
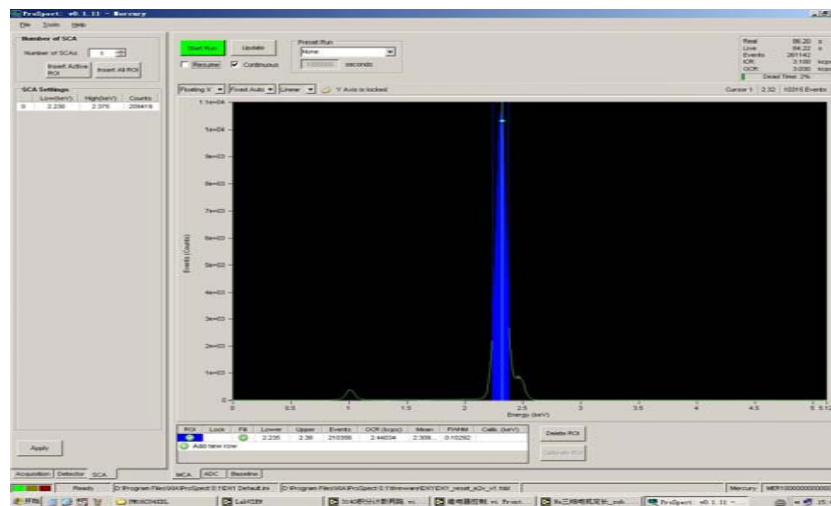
- 可测样品形态：
 - 粉末
 - 粉末压片或薄片类（厚度小于2mm）
 - 湿样品
 - 液体
 -
- 特殊形态样品需要特制样品架



部分荧光法-样品信息



- 待测元素含量高：
 - 稀释
 - 采用TEY
 - 加衰减片
 - 增加样品与探测器距离
- 待测元素含量低：
 - 减小样品与探测器距离
 - 采用多元探测器
 - 粉末一压片
 - 多测测量求平均改善信噪比
- 有、无干扰元素？
- 干扰元素含量？

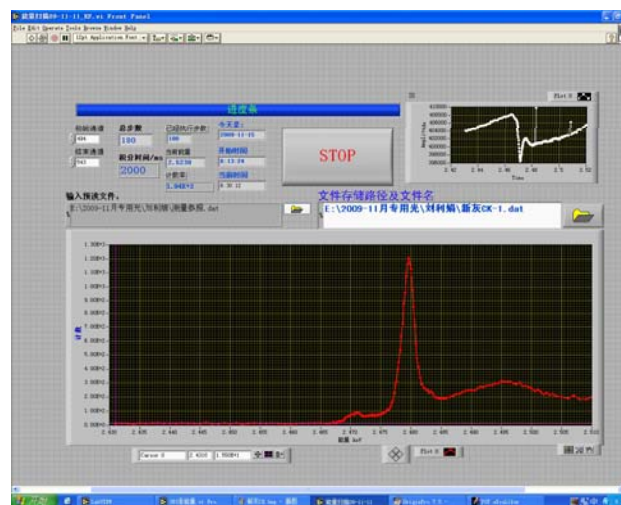
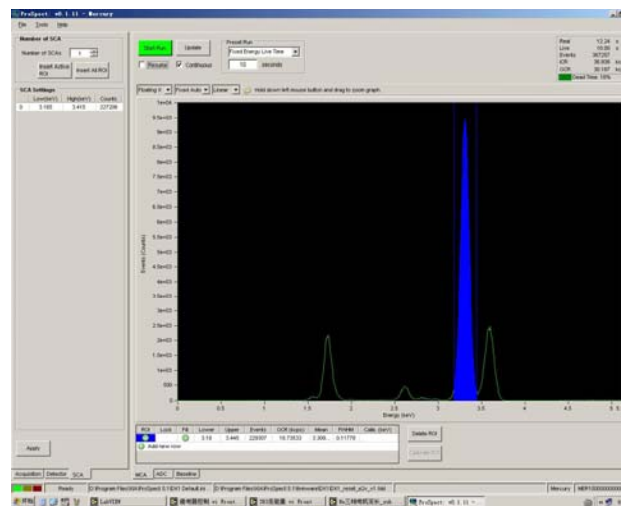


北京同步辐射装置EXAFS谱分析讲习班，2011年12月7-8日，北京

部分荧光法-吸收谱测量



- 测量方法：能量（入射单色X-ray）扫描，记录特定积分时间的荧光计数和电离室计数。
- 用户操作：
 - 设定待测元素的SCA
 - 输入预读文件（能点、积分时间）的路径及文件名、数据写入文件的路径及文件名



部分荧光法-数据格式



- 能量/keV
- 荧光计数率/s⁻¹
- I₀计数率/s⁻¹
- 设定的积分时间/s
- 实际的积分时间/s
- 日期
- 时间

LD2Y-3. dat - 记事本							
文件(F)	编辑(E)	格式(O)	查看(V)	帮助(H)			
2.450000E+0	2.230009E+1	2.980753E+5	3.000000E+0	2.959629E+0	2011-11-28	11:56:59	1.474924E+10
2.451000E+0	2.771271E+1	2.978887E+5	3.000000E+0	2.958931E+0	2011-11-28	11:57:09	1.475017E+10
2.452000E+0	3.212971E+1	2.977123E+5	3.000000E+0	2.956764E+0	2011-11-28	11:57:15	1.475167E+10
2.453000E+0	3.484134E+1	2.974723E+5	3.000000E+0	2.956259E+0	2011-11-28	11:57:20	1.474964E+10
2.454000E+0	3.576607E+1	2.972013E+5	3.000000E+0	2.963703E+0	2011-11-28	11:57:26	1.474589E+10
2.455000E+0	3.783664E+1	2.976313E+5	3.000000E+0	2.960094E+0	2011-11-28	11:57:31	1.478083E+10
2.456000E+0	4.496189E+1	2.970440E+5	3.000000E+0	2.958060E+0	2011-11-28	11:57:36	1.475959E+10
2.457000E+0	3.756085E+1	2.969000E+5	3.000000E+0	2.955205E+0	2011-11-28	11:57:42	1.476282E+10
2.458000E+0	5.244810E+1	2.967947E+5	3.000000E+0	2.955302E+0	2011-11-28	11:57:47	1.476818E+10
2.459000E+0	4.471975E+1	2.964020E+5	3.000000E+0	2.951716E+0	2011-11-28	11:57:53	1.475763E+10
2.460000E+0	5.271718E+1	2.964190E+5	5.000000E+0	4.931978E+0	2011-11-28	11:57:58	1.476975E+10
2.460500E+0	5.167106E+1	2.962646E+5	5.000000E+0	4.935065E+0	2011-11-28	11:58:05	1.476678E+10
2.461000E+0	5.881941E+1	2.961014E+5	5.000000E+0	4.930346E+0	2011-11-28	11:58:12	1.476332E+10
2.461500E+0	6.386001E+1	2.962560E+5	5.000000E+0	4.932665E+0	2011-11-28	11:58:19	1.477749E+10
2.462000E+0	6.786453E+1	2.961550E+5	5.000000E+0	4.936305E+0	2011-11-28	11:58:25	1.477747E+10
2.462500E+0	6.809414E+1	2.960330E+5	5.000000E+0	4.934345E+0	2011-11-28	11:58:32	1.477629E+10



部分荧光法-自吸收修正



- 原因：X射线穿透深度在吸收边附近发生剧烈变化，导致荧光产额发生变化
- 误解：荧光被“自吸收”。元素荧光光子的能量比其吸收边的能量更低。
- 解决办法：稀释样品或非常薄的样品
- 修正前提：样品中各组分已知

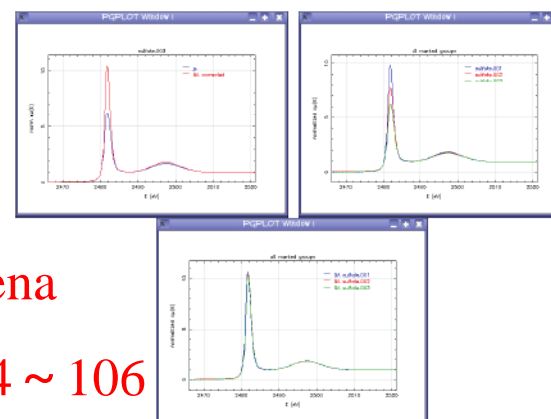
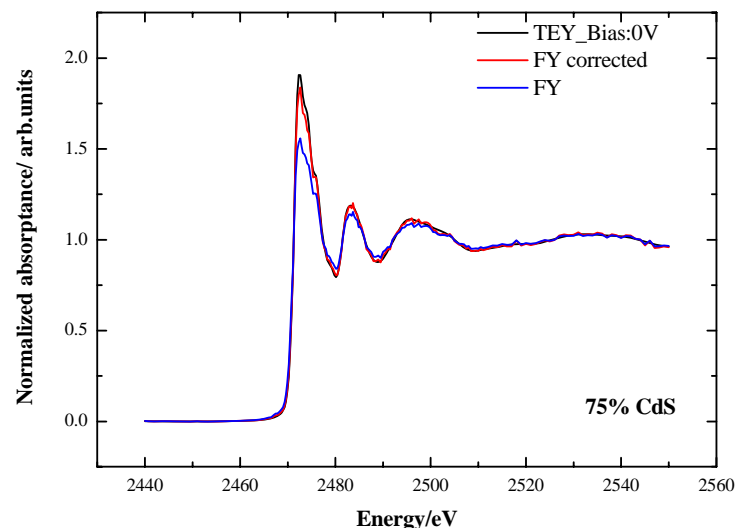


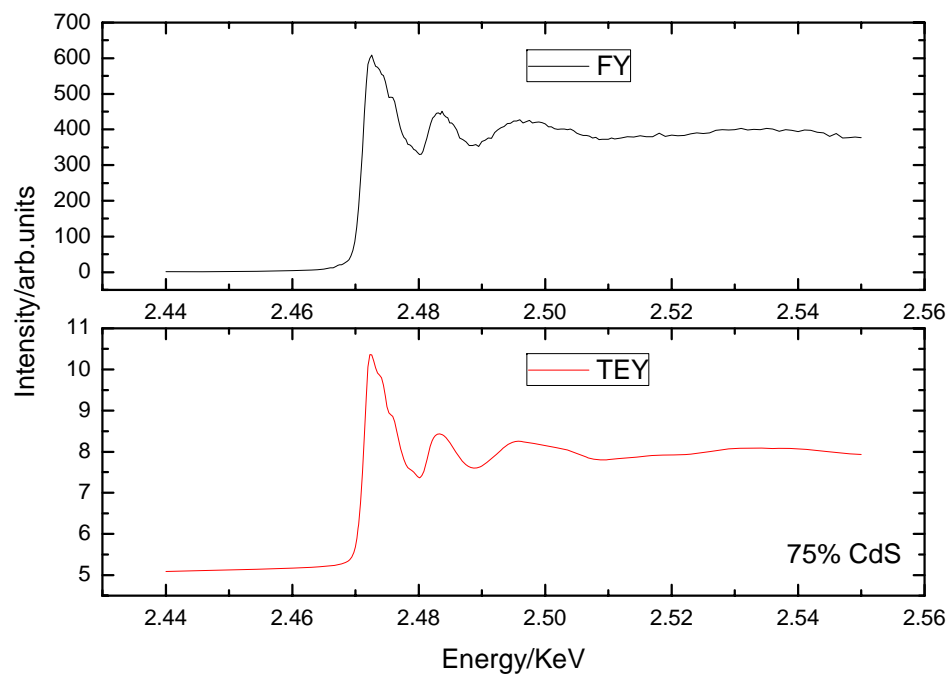
Figure 9.22: (Left) This is the 0.94M data corrected by this algorithm. (Right) Here is the raw data for the three samples. You can see the effect of self-absorption growing for the more concentrated samples. (Bottom) The corrected data. Not bad, eh?



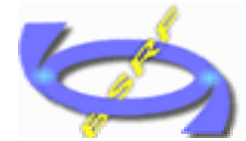
全电子产额法—特点



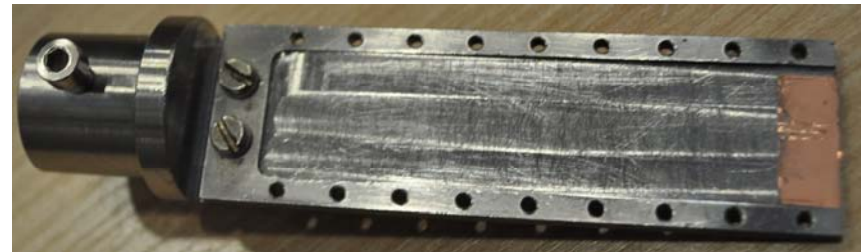
- 样品表面信息
- 信噪比S/N好
- 信号背底比S/B差



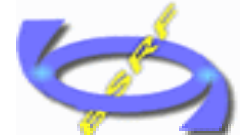
全电子产额法—样品



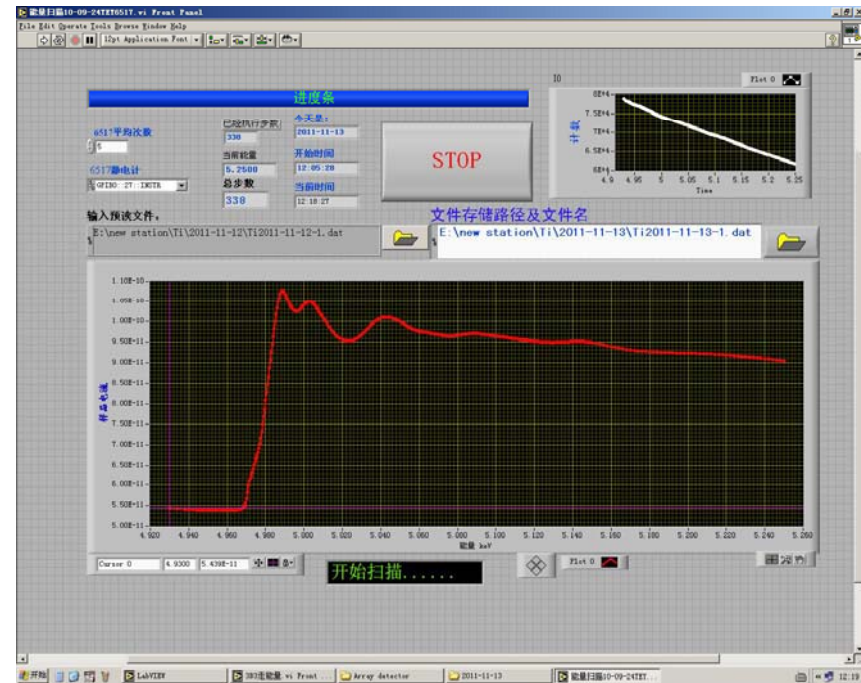
- 样品要求（必要）：
 - 真空兼容
 - 导电样品、部分不导电样品
 - 待测元素含量高（改善S/B）
- 现有样品架可满足：
 - 粉末
 - 粉末压片或薄片类
 - 离子液体
 -
- 特殊形态样品需要特制样品架



全电子产额法 - 测量



- 测量方法：能量（入射单色X-ray）扫描，记录样品电流和电离室计数。
- 用户操作：输入静电计地址、输入预读文件（能点）的路径及文件名和数据写入文件的路径及文件名



全电子产额法-数据格式



- 能量/keV
- 样品电流/A
- 样品电流的相对标准偏差
- I_0 计数率/ s^{-1}
- 日期
- 时间

L半胱氨酸_IEY.dat - 记事本

文件(F) 编辑(E) 格式(O) 查看(V) 帮助(H)

2.450000E+0	2.231580E-11	3.492850E-15	4.446990E+5	2011-11-28	13:32:02	2.281632E+10
2.451000E+0	2.235260E-11	1.341641E-15	4.444790E+5	2011-11-28	13:32:06	2.282156E+10
2.452000E+0	2.237260E-11	3.974921E-15	4.442140E+5	2011-11-28	13:32:09	2.282430E+10
2.453000E+0	2.239120E-11	2.489980E-15	4.438080E+5	2011-11-28	13:32:12	2.281926E+10
2.454000E+0	2.241380E-11	4.086563E-15	4.434870E+5	2011-11-28	13:32:16	2.281888E+10
2.455000E+0	2.244580E-11	1.923538E-15	4.435580E+5	2011-11-28	13:32:19	2.284012E+10
2.456000E+0	2.248540E-11	2.607681E-15	4.434420E+5	2011-11-28	13:32:23	2.285105E+10
2.457000E+0	2.250300E-11	4.472136E-15	4.430770E+5	2011-11-28	13:32:26	2.284819E+10
2.458000E+0	2.252960E-11	2.302179E-15	4.426840E+5	2011-11-28	13:32:30	2.284376E+10
2.459000E+0	2.254580E-11	2.588436E-15	4.422630E+5	2011-11-28	13:32:33	2.283776E+10
2.460000E+0	2.258960E-11	5.549775E-15	4.422270E+5	2011-11-28	13:32:36	2.285307E+10
2.460500E+0	2.261440E-11	2.190890E-15	4.420680E+5	2011-11-28	13:32:40	2.285290E+10
2.461000E+0	2.262620E-11	3.033150E-15	4.418130E+5	2011-11-28	13:32:43	2.284740E+10
2.461500E+0	2.265960E-11	5.224940E-15	4.419400E+5	2011-11-28	13:32:45	2.286310E+10
2.462000E+0	2.268440E-11	1.816590E-15	4.418870E+5	2011-11-28	13:32:48	2.286881E+10
2.462500E+0	2.270800E-11	3.807887E-15	4.415520E+5	2011-11-28	13:32:51	2.285886E+10



北京同步辐射装置EXAFS谱分析讲习班, 2011年12月7-8日, 北京

透射法:

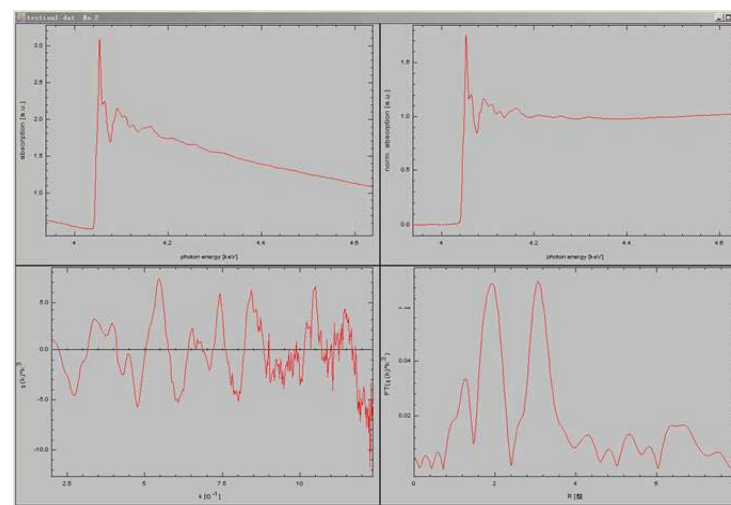
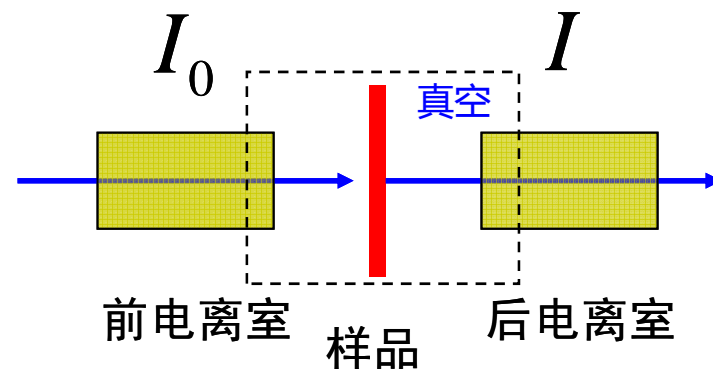


■ 样品:

- 真空兼容
- 粉末+超薄胶带
- 超薄片、薄膜
-

■ 测量方式: 探测器测量入射光强及其穿过样品后的光强

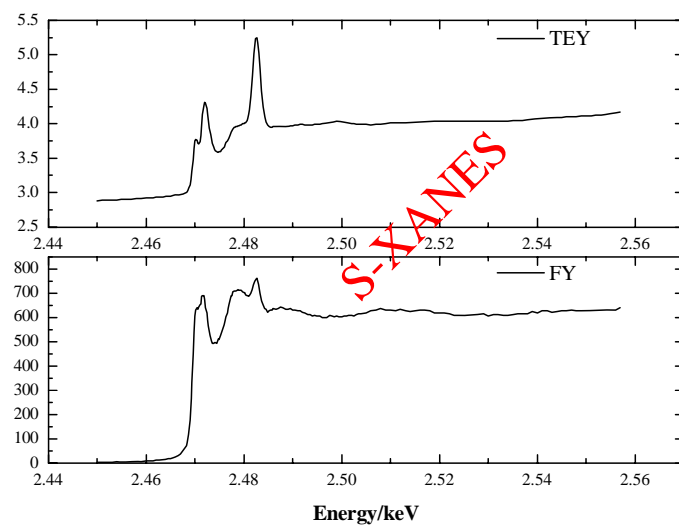
■ EXAFS



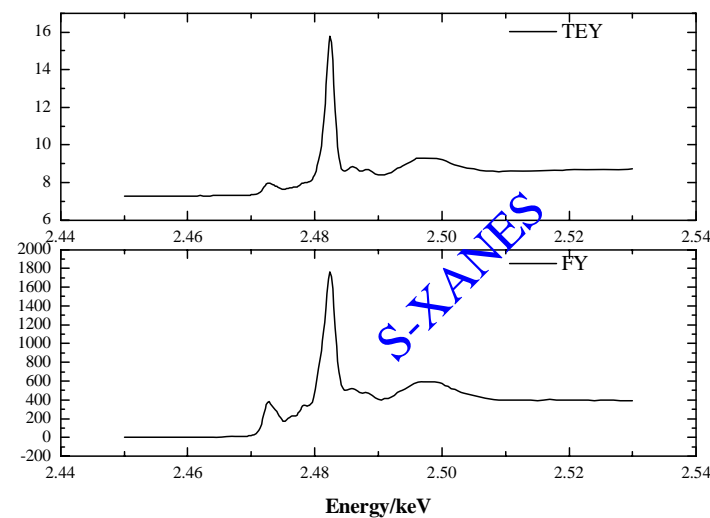
问题举例



北京 矿物样品



贵阳 植物样品



展望



■ 原位或准原位测试

□ 变温

■ 高温 (TEY、PFY)

■ 低温 (PFY、TEY)

□ 样品预处理

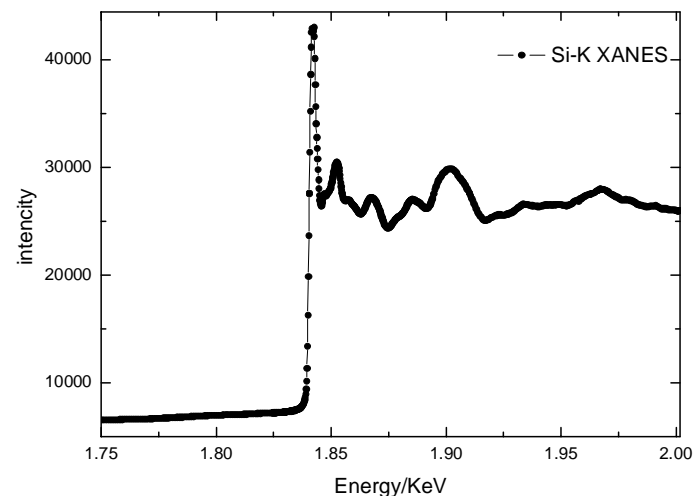
□ 液体反应

■ 能量范围扩展

□ KTP (011) : Mg、Al

□ InSb (111) : Si、P、S、Cl

■ 小光斑 (100微米?)



总结



- 4B7A光束线输出X-ray能量范围：
 - Si(111): 2.1-6.0keV (P、S、Cl、Ar、K、Ca、Sc、Ti、V)
 - InSb(111): 1.75-3.7keV (Si、P、S、Cl)
 - KTP(011): 1.2-1.75keV (Mg、Al)
- 提供样品信息：
 - 形态及可能形态
 - 数量
 - 样品组分
 - 是否适合真空环境





联系方式:

- 软X射线光学组
- 郑雷
- zhenglei@ihep.ac.cn

010-88235979-3

机时申请联系:

- 软X射线光学组
- 赵屹东(组长)
- zhaoyd@ihep.ac.cn

010-88235979-2

其他组员:

洪才浩、马陈燕、韩勇、唐坤

010-88235979-1





谢谢!



北京同步辐射装置EXAFS谱分析讲习班, 2011年12月7-8日, 北京