



北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

软X射线实验站设备 和功能简介

王嘉鸥

北京同步辐射装置
中国科学院高能物理研究所



中国科学院高能物理研究所



北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

主要内容

- 软x射线XAFS简介
- 实验技术与实验方法
- 实验过程与注意事项

X射线吸收谱学实验
和数据分析讲习班

武汉·2014

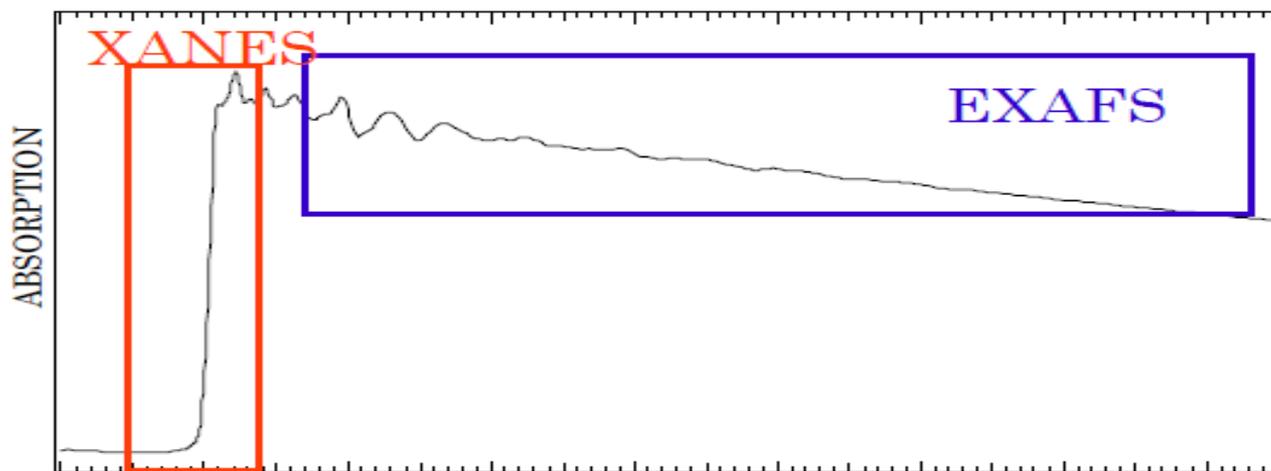


中国科学院高能物理研究所



软x射线XAFS简介

软x射线：波长大于0.5nm，即能量低于约2000eV的x射线。



XANES

- X-ray Absorption Near Edge Structure

NEXAFS

- Near-Edge X-ray Absorption Fine Structure

软x射线XAFS简介

在软x射线波段（50~2000eV），吸收谱研究工作主要集中在：

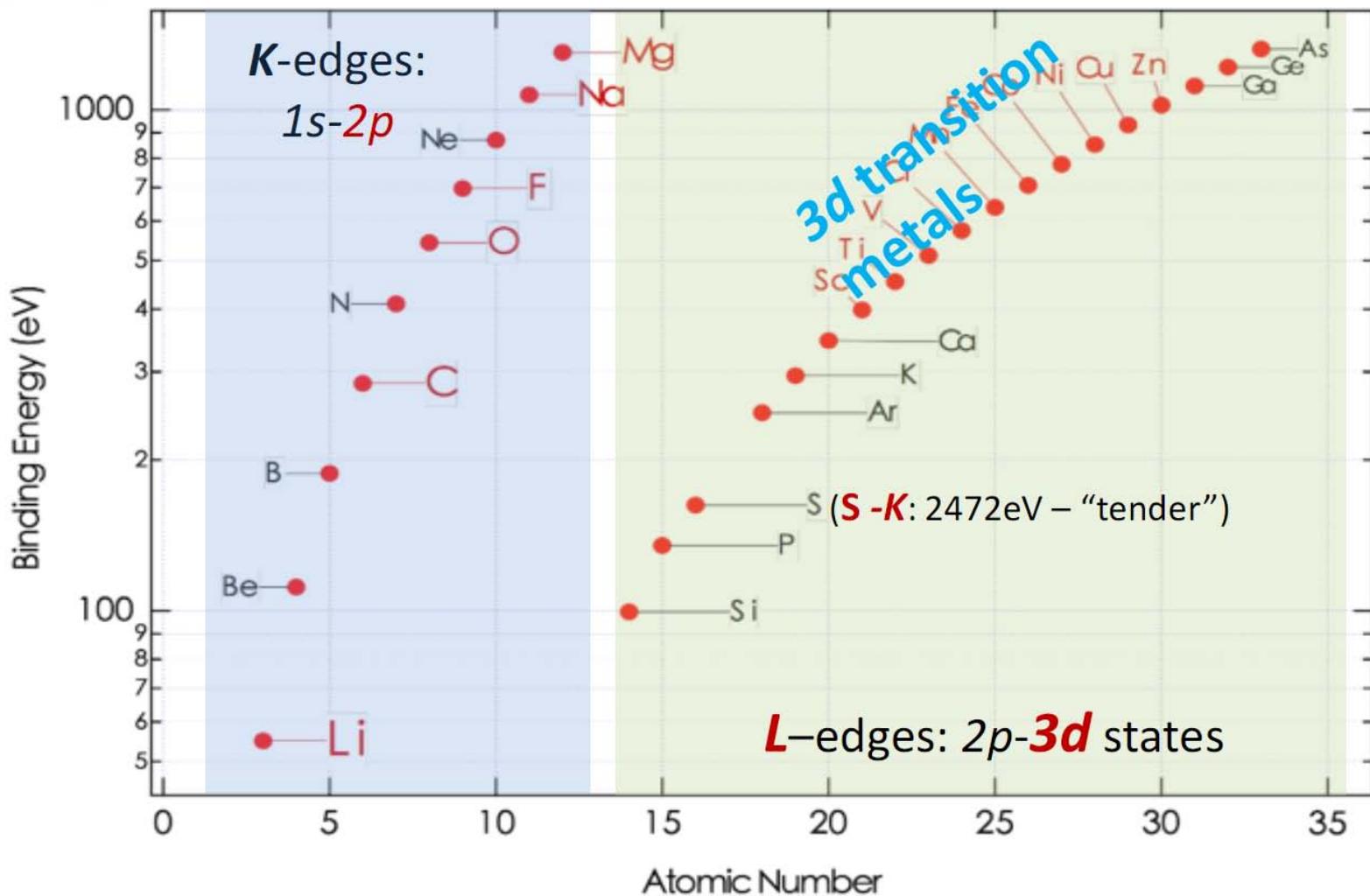
- 1、C、N、O等轻元素的K边；
C的K边~280eV
N的K边~390eV
O的K边~530eV
- 2、钛、钒、铁、锰等过渡族元素的L边；
过渡族金属的L边大部分在400~1000eV
- 3、部分镧系稀土元素的M边；
大部分集中在100eV附近

北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

X射线吸收谱学实验
和数据分析讲习班

武汉·2014

软x射线XAFS简介



北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

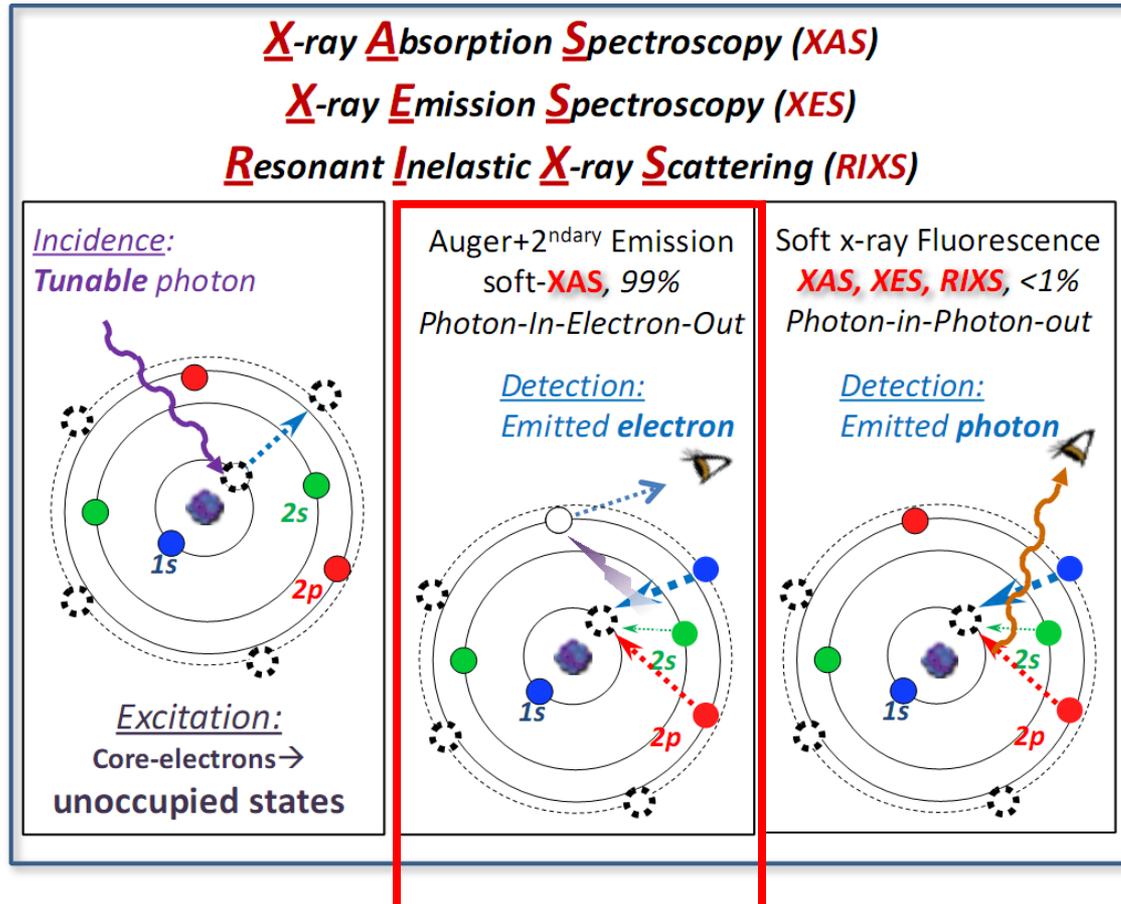
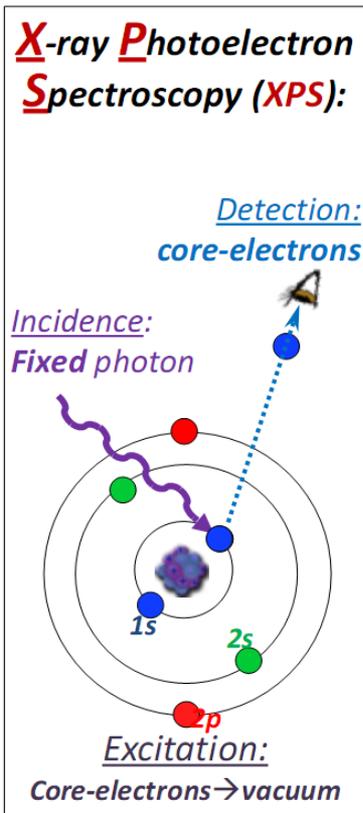
X射线吸收谱学实验
和数据分折讲习班

武汉·2014

软x射线XAFS简介

北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

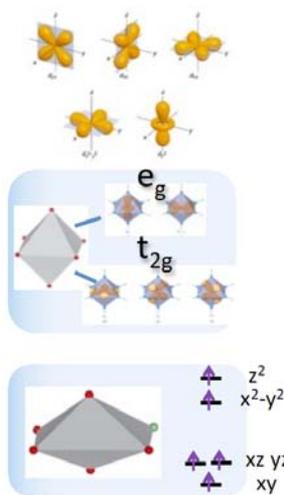
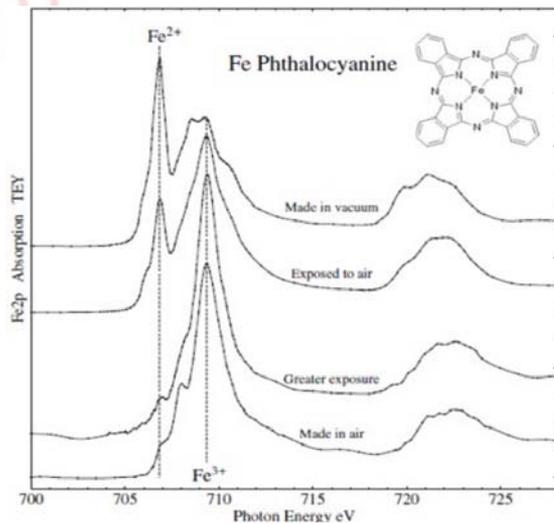
X射线吸收谱学实验
和数据分析讲习班



- X-ray **Absorption** --- Probes **Unoccupied** States
- X-ray **Emission** --- Probes **Occupied** States

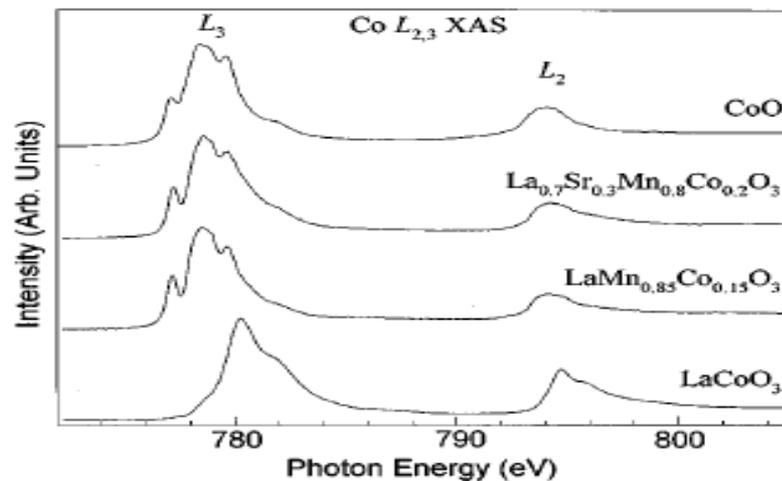


软x射线XAFS简介



Co离子的化学环境发生变化

Fe-L sXAS: a direct probe of Fe-3d states/valence



北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

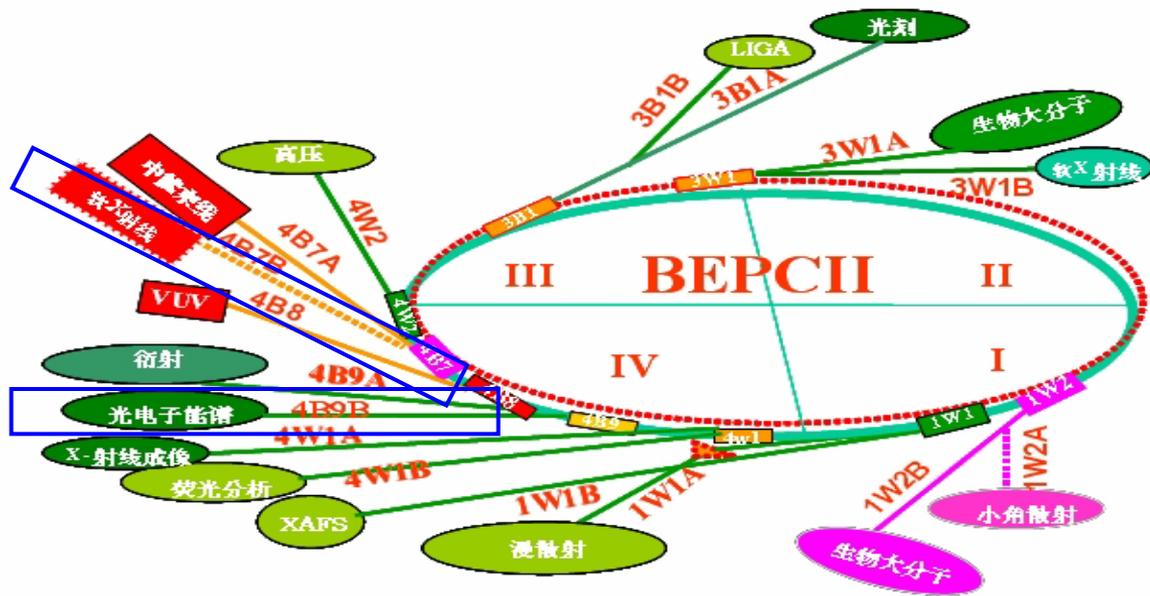
X射线吸收谱学实验
和数据分析讲习班

武汉·2014



中国科学院高能物理研究所

实验技术与实验方法



北京同步辐射4B9B光束线

光电子能谱与软x射线吸收谱研究

光子能量 15 ~ 1000eV 连续可调

光斑尺寸 ~ $2 \times 0.5 \text{mm}^2$

能量分辨 ~ 0.35eV

TEY全电子产额模式

支持同步辐射兼用模式

北京同步辐射4B7B光束线

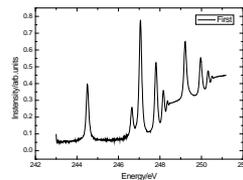
软x射线吸收谱研究与计量测量研究

光子能量 50 ~ 1700eV 连续可调

光斑尺寸 ~ $1 \times 0.1 \text{mm}^2$

TEY全电子产额模式

支持同步辐射兼用模式



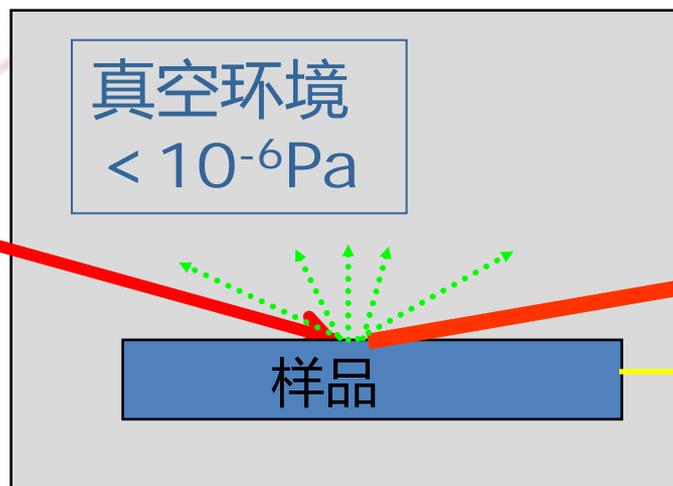
北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

X射线吸收谱学实验
和数据分析讲习班

武汉·2014

实验技术与实验方法

北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility



X射线

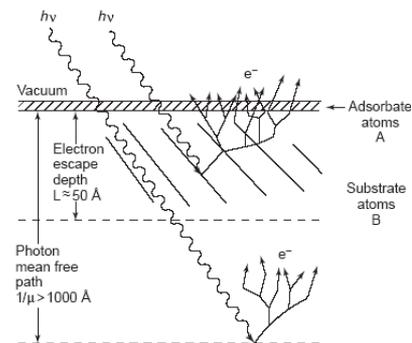
微弱电流信号放大

■ 优点:

- 简单
- 信噪比高
- 具有一定的表面分析能力优点

■ 缺点:

- 超高真空环境：软x射线的空气吸收严重
- 样品必须导电：电子被激发，导致表面电荷累积
- 有效穿透深度浅：电子逃逸深度有限



×射线吸收谱学实验
和数据分析讲习班

武汉·2014

实验技术与实验方法

北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility



UHV超高真空测试腔体：本底真空优于 10^{-8} Pa



微弱电流信号：keithley 6517



VG 五维真空样品架：可原位加热或降温

利用真空退火、 Ar^+ 刻蚀等原位表面处理技术，对样品进行预处理。

×射线吸收谱学实验
和数据分析讲习班

武汉·2014

实验过程与注意事项

第一步 样品准备

粉末样品 \rightarrow 导电胶带 \rightarrow 固定在样品托上
 \rightarrow 滴定在Si片 \rightarrow

单晶样品 \rightarrow 固定在样品托上

薄膜样品 \rightarrow 固定在样品托上



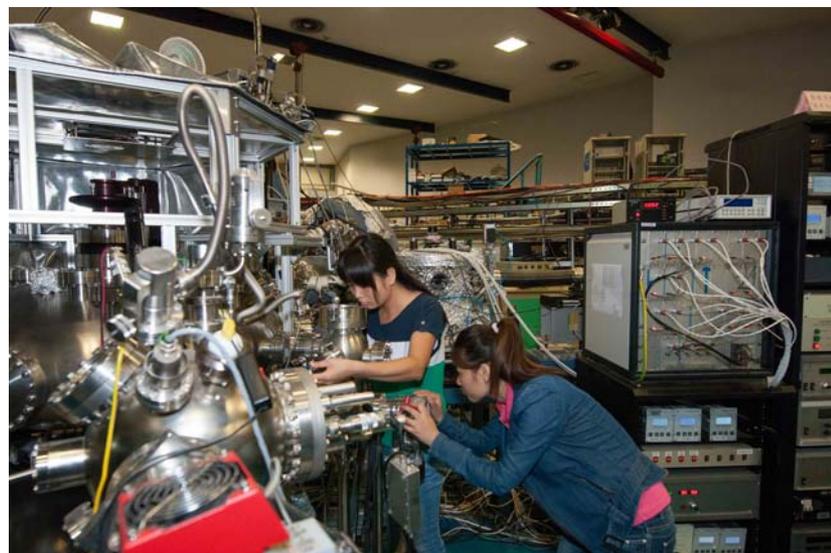
注意事项：

- 1、表面电阻小于 $M\Omega$ （经验摸索）
- 2、粉末样品小心处理，对真空系统会带来破坏
- 3、薄膜衬底是否导电，需要特殊处理

实验过程与注意事项

第二步 样品进真空

此过程通常为实验站人员协助完成。



注意事项：

- 1、挥发性样品很难得到较高真空度
- 2、小心谨慎，不推荐后半夜进行

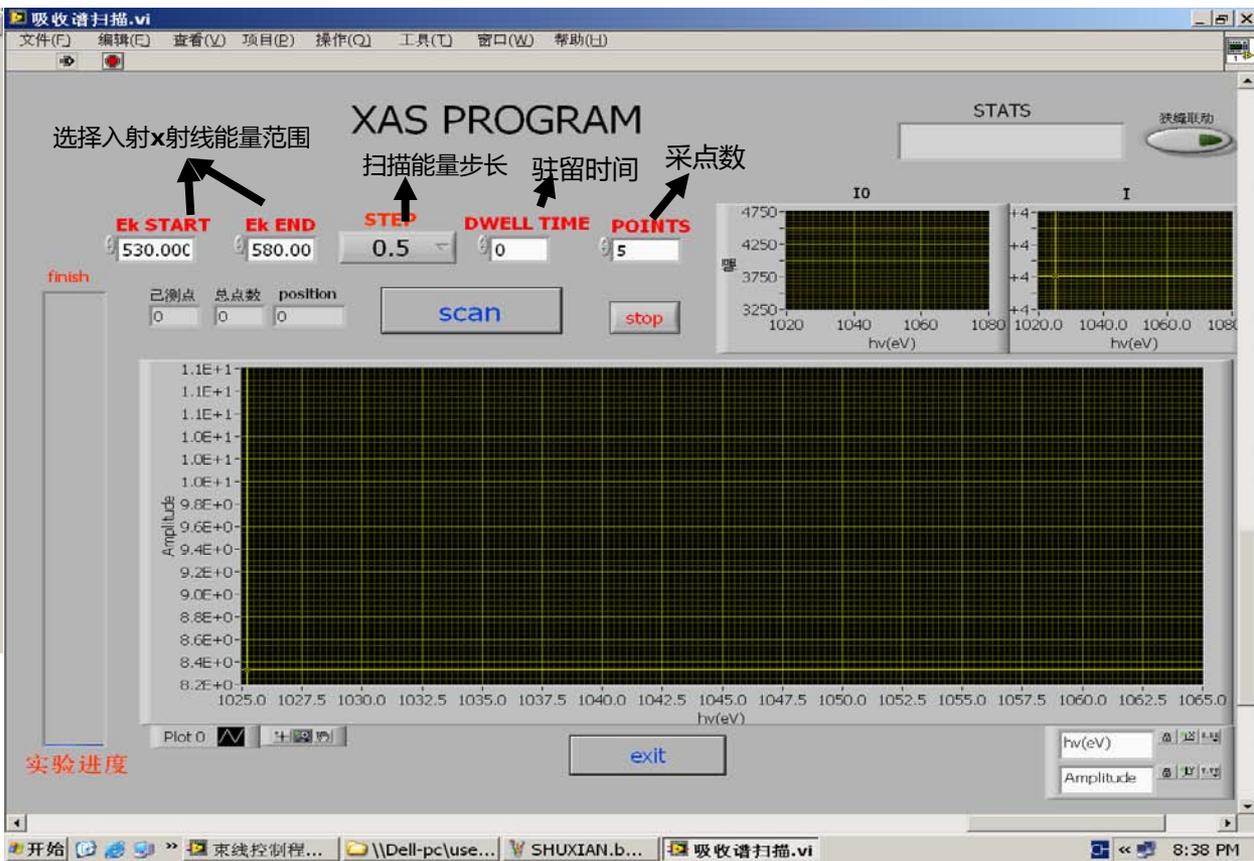
实验过程与注意事项

第三步 样品测试

北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

×射线吸收谱学实验
和数据分析讲习班

选择光栅



输入参数，开始采谱
采谱结束后，自动存储数据



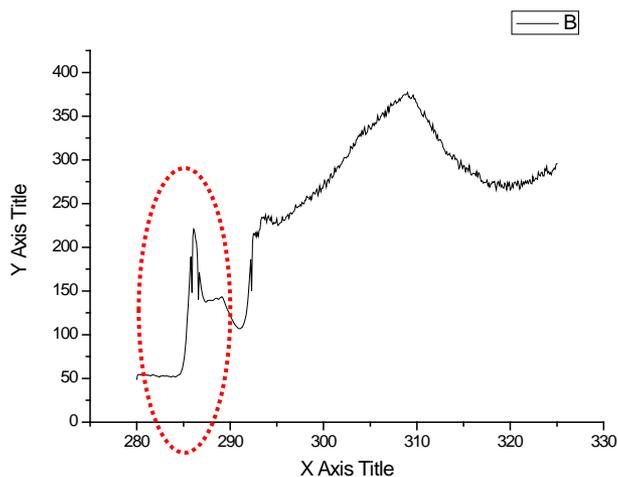
中国科学院高能物理研究所

实验过程与注意事项

样品测试中出现的问题

实例一

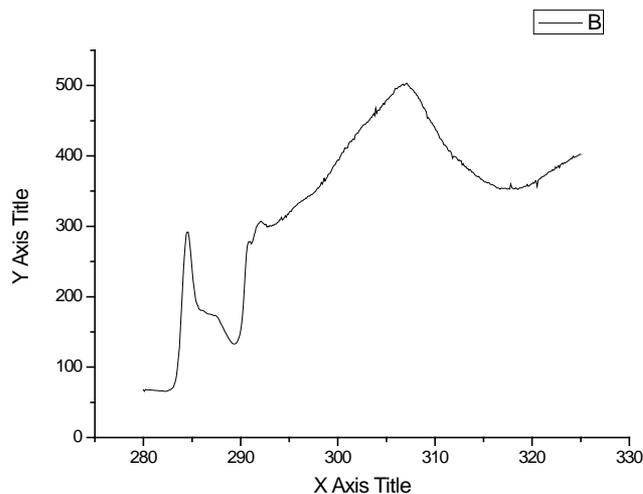
入射光不稳定，信号差



等待光源稳定
调节狭缝位置
改变样品位置



重新测量

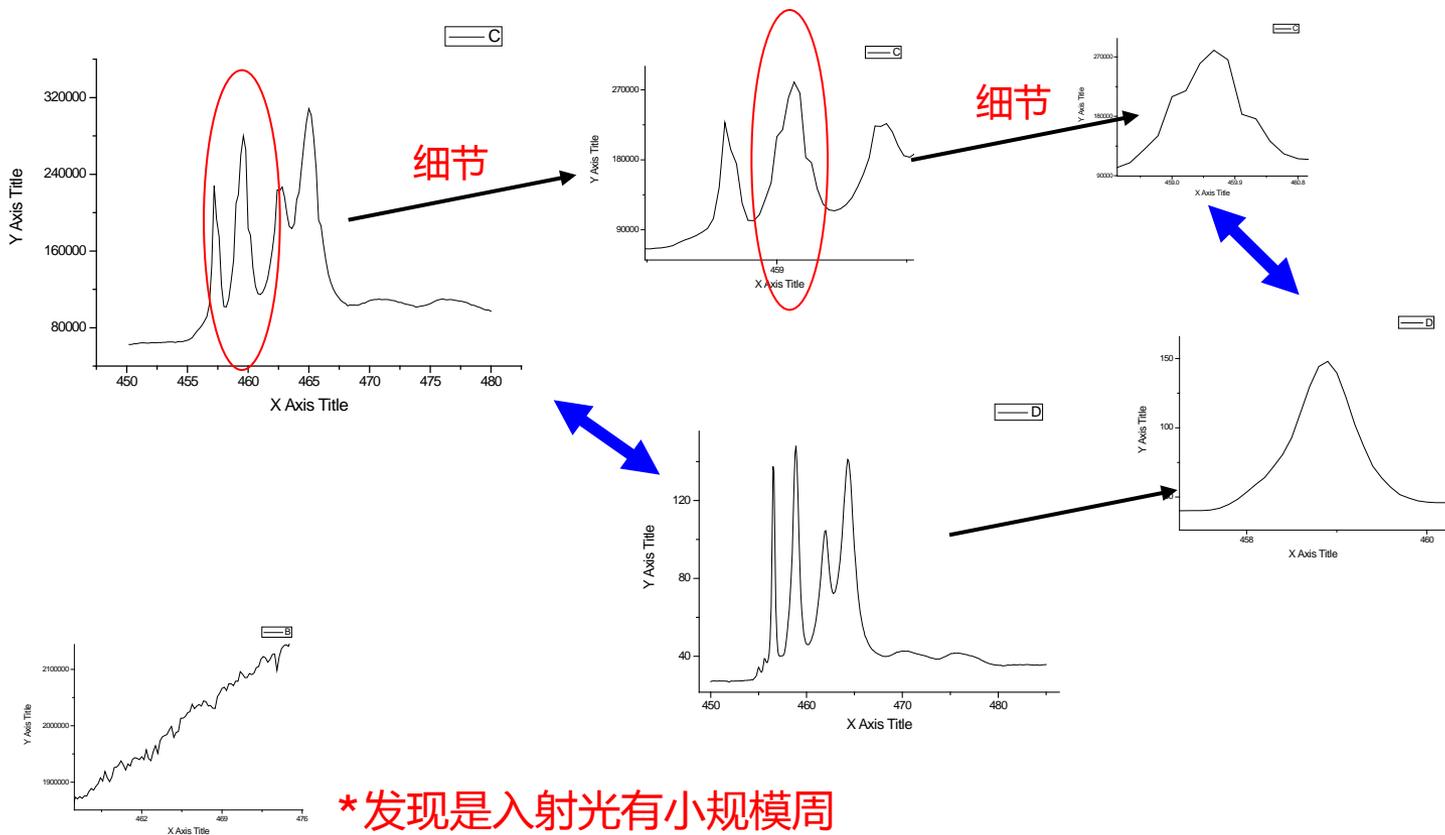


注意：好数据（发表级别）需要耐心

实验过程与注意事项

实例二

入射光的不稳定带来假象



*发现是入射光有小规模周期性跳动导致

北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

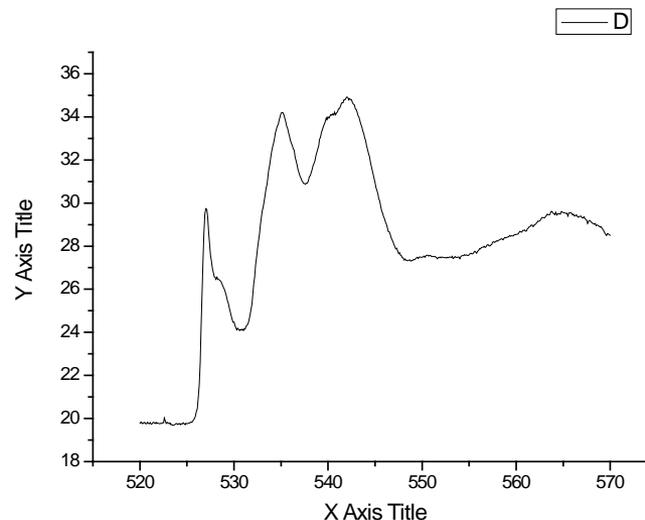
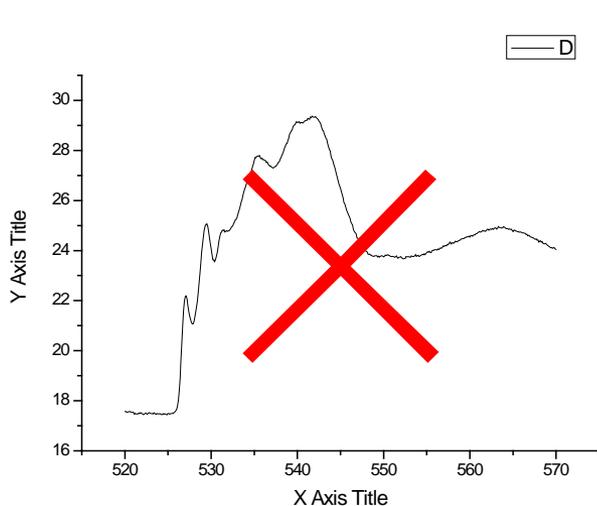
×射线吸收谱学实验
和数据分析讲习班

武汉·2014

实验过程与注意事项

实例三 C、O、N 吸收谱中的干扰

O K edge



?

样品与光的位置调整合适

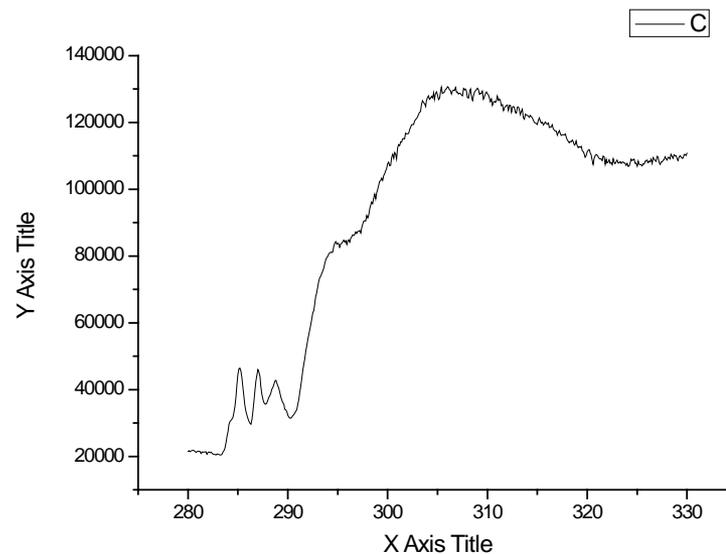
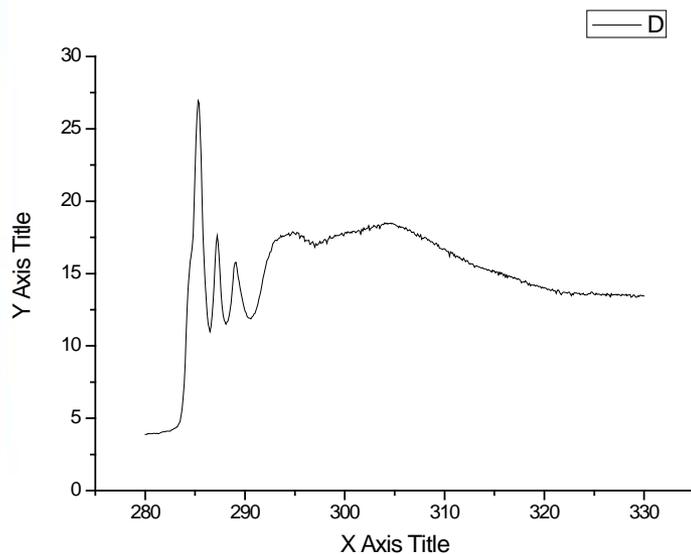
北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

×射线吸收谱学实验
和数据分折讲习班

武汉·2014

实验过程与注意事项

实例三 C、O、N 吸收谱中的干扰



大气环境的干扰是测试中比较重要的影响因素

北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

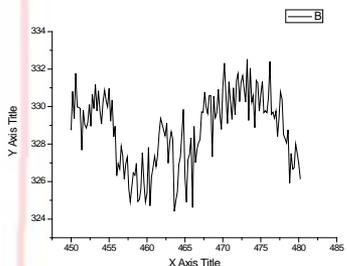
×射线吸收谱学实验
和数据分析讲习班

武汉·2014

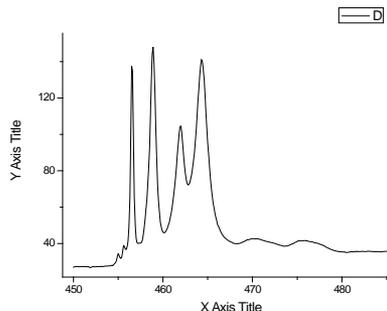
实验过程与注意事项

实例四

样品导电性差，导致荷电现象

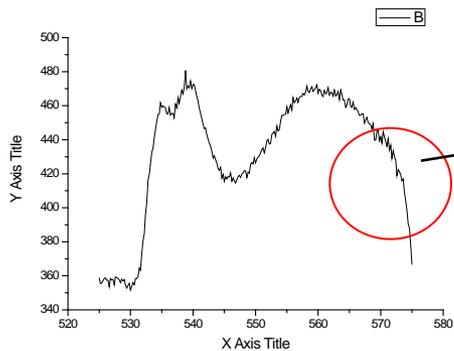


SrTiO₃不导电



Nb : SrTiO₃导电

* 荷电现象是TEY模式测量吸收谱的最大干扰。



* 样品荷电积累逐步增高，造成实验假象

好的实验数据需要周密的实验准备和足够的耐心

实验过程与注意事项

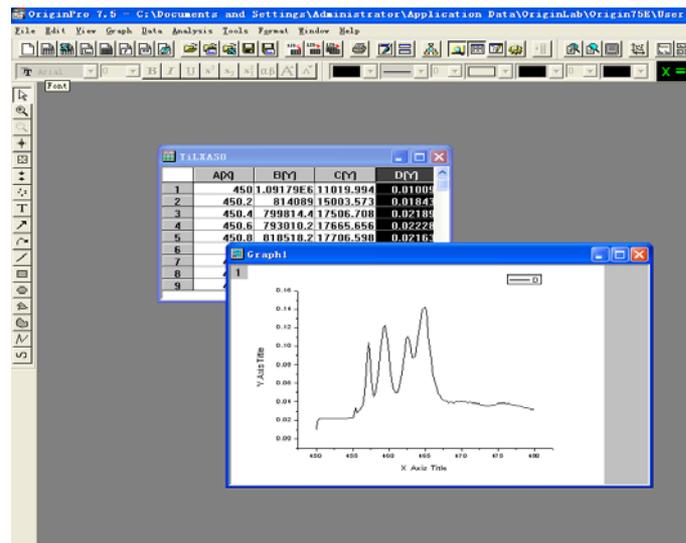
第四步 数据信息

实验数据自动存储为文本文件，*.txt
支持origin或excel等处理软件初步处理。

	APQ	B[Y]	C[Y]
1	450.10917966	11019.994	
2	450.2	014089.15003.573	
3	450.4	799014.4	17506.700
4	450.6	793010.2	17665.656
5	450.8	818518.2	17706.598
6	451	817786.2	17719.355
7	451.2	816401.5	17750.232
8	451.4	808211.3	17799.969
9	451.6	819674.6	17804.326
10	451.8	814238.4	17804.940
11	452	811686.8	17910.964
12	452.2	817189.6	17904.636
13	452.4	825924.9	17911.564
14	452.6	815355	17984.242
15	452.8	824316.7	18069.809
16	453	830405.6	18120.01
17	453.2	821147.7	18174.352
18	453.4	822127.7	18209.192
19	453.6	835012.3	18216.446
20	453.8	820442.2	18270.0
21	454	831132.6	18349.286
22	454.2	833723	18402.392
23	454.4	846428.9	18448.591
24	454.6	832366.3	18624.356
25	454.8	834330.4	18835.194
26	455	840159.4	19093.824
27	455.2	832700.9	19667.79
28	455.4	841724	20479.41
29	455.6	839515.7	23450.58
30	455.8	827022.2	24996.74
31	456	843668.1	25990.88
32	456.2	851935.9	28441.45
33	456.4	847014.9	30845.37
34	456.6	845940.5	35262.02
35	456.8	833797.7	49753.48
36	457	848642.1	76259.21
37	457.2	859696.4	89679.86
38	457.4	843888.0	78381.56
39	457.6	860794	55089.05

450.000	1471982.100	44943.710
450.100	1071158.700	21354.500
450.200	1064914.600	21217.310
450.300	1069562.000	21260.780
450.400	1073062.800	21345.880
450.500	1077572.200	21525.430
450.600	1086864.600	21482.220
450.700	1074558.600	21476.090
450.800	1083598.800	21463.870
450.900	1092815.400	21453.310
451.000	1092746.200	21546.710
451.100	1090405.300	21707.890
451.200	1094349.500	21700.000
451.300	1090318.100	21442.180
451.400	1083205.700	21282.020
451.500	1094144.000	21697.860
451.600	1097486.400	21942.380
451.700	1083529.900	21708.060
451.800	1086186.900	21603.340
451.900	1089746.400	21731.390

I/I₀



北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

×射线吸收谱学实验
和数据分析讲习班

武汉·2014

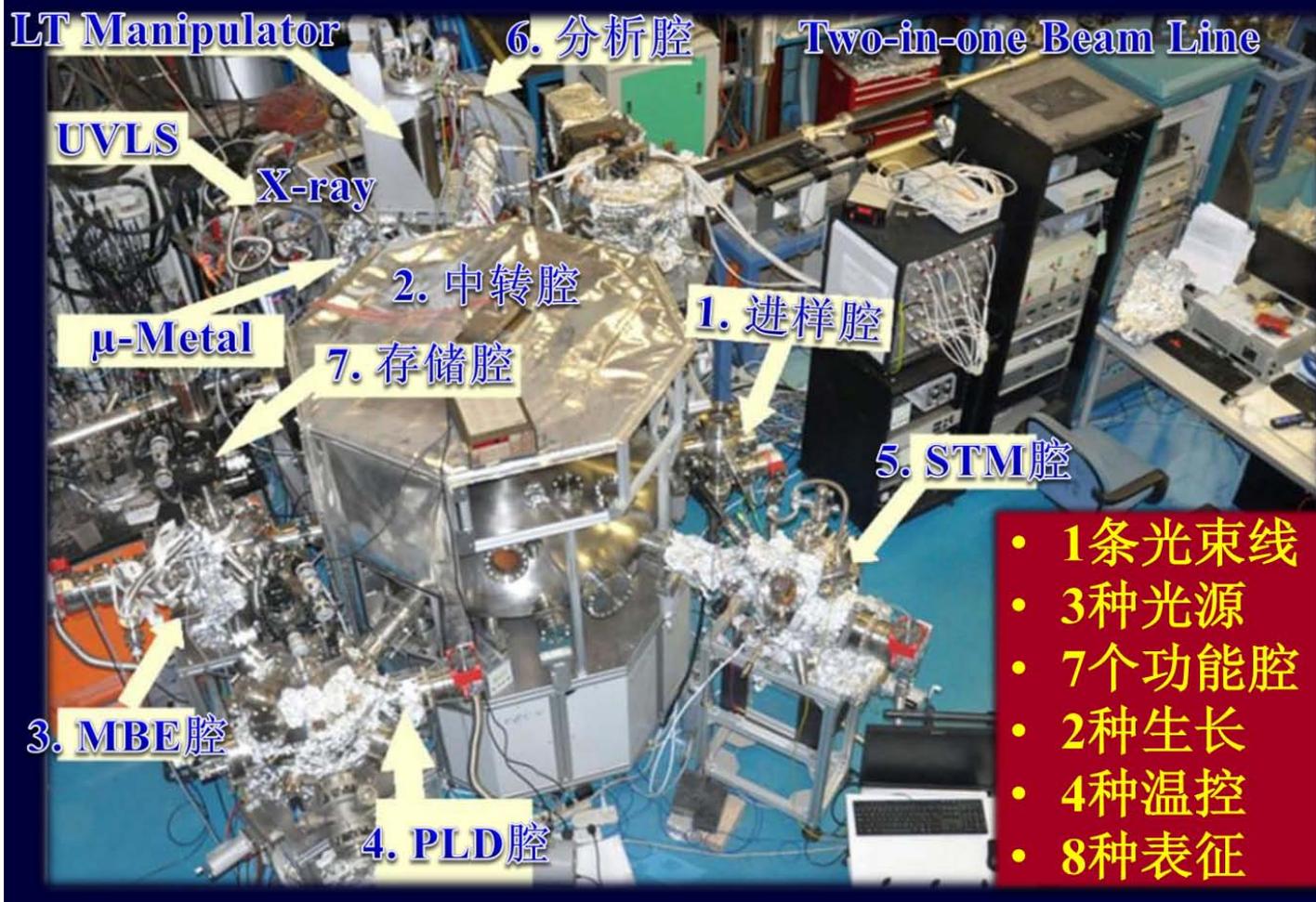


北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

×射线吸收谱学实验
和数据分折讲习班

武汉·2014

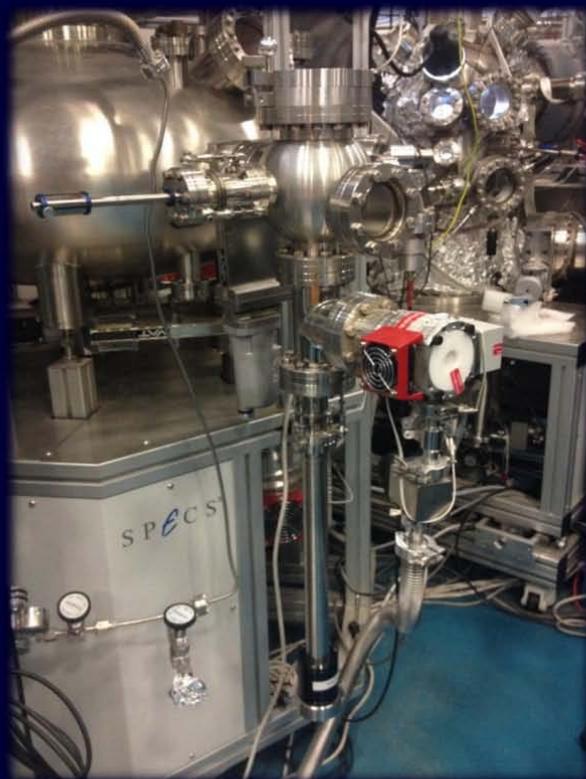
BSRF-4B9B新线站



中国科学院高能物理研究所



1. 进样腔



- 真空度

优于 1×10^{-5} Pa

- 样品位置

6个

传样安全便捷



2. 中转腔



- 真空度

3×10^{-10} Torr

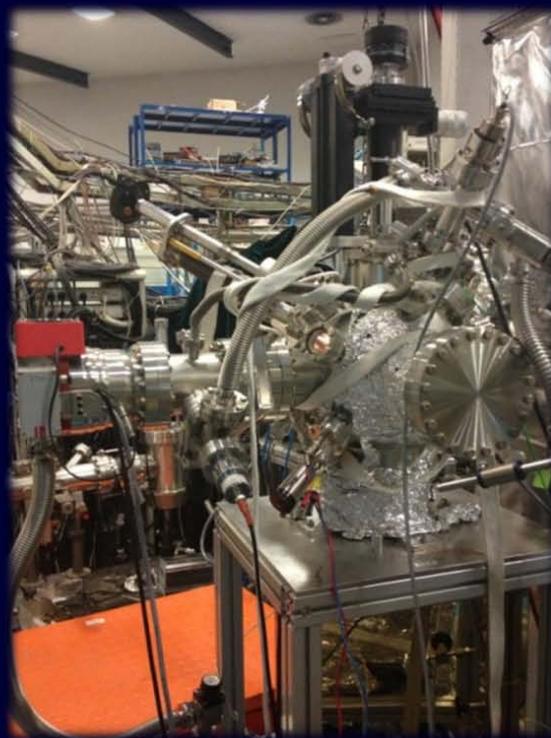
- 样品位置

3个

四周连接功能腔体
预留功能扩展接口



3. MBE腔



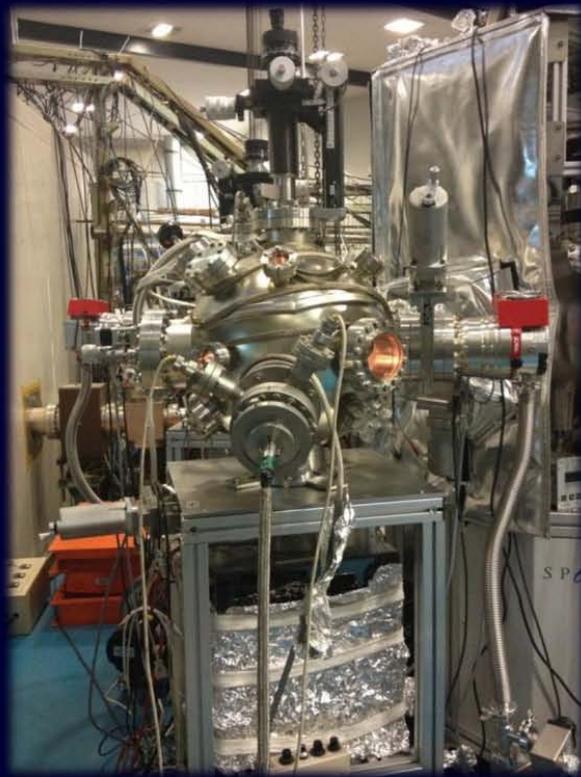
- 真空度
 3×10^{-10} Torr
- 清洁
 - ① Ar⁺ Gun:
Spot Size ~ 160-1000 μm
160 μm @ $I_{\text{ion}}=0.7 \mu\text{A}$
 $E_{\text{ion}}=5 \text{ keV}$
125 μm @ 0.4 μA and 3 keV
 - ② E-Beam Heating :
 $T \sim 400-1500 \text{ K}$
- 沉积
 - ① K Cell:
 $T \leq 1500 \text{ K}$ with BN Crucible
PID Controller
- 监测
 - ① Thickness Monitor:
0.1 $\text{\AA}/\text{s}$
0.03 Hz @ 10 Readings/s

标准薄膜生长配置





4. PLD腔



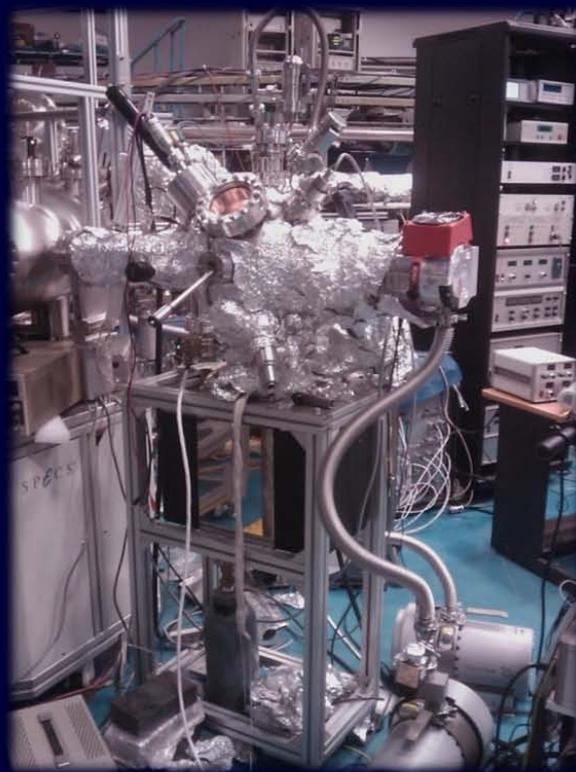
- 真空度
 3×10^{-10} Torr
- 清洁
 - ① Resistive Heating:
 $T \sim 77-1500$ K
- 沉积
 - ① Q-switched Nd: YAG laser
 $\lambda \sim 355$ nm
 $150 \text{ mJ/cm}^2 @ 4 \text{ Hz}$
- 监测
 - ① RHEED:
 $E \sim 25 \text{ keV}, 1-3^\circ$

标准薄膜生长配置





5. STM腔



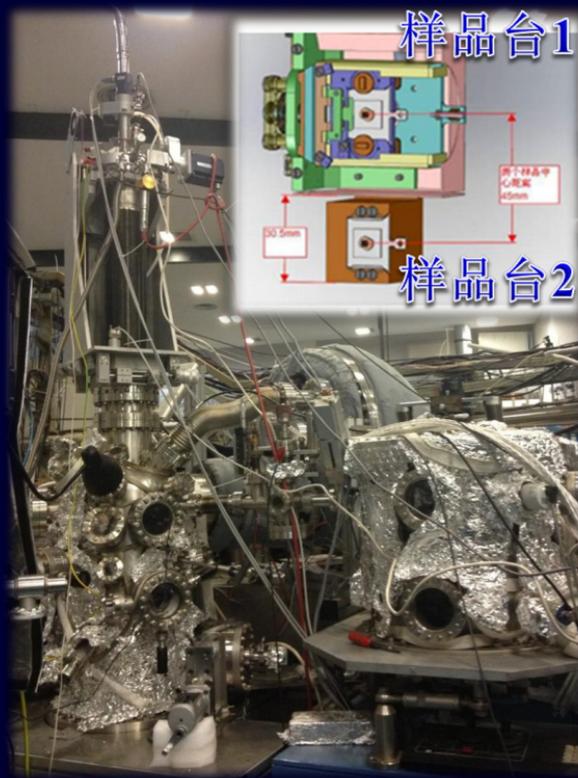
- 真空度
 2×10^{-10} Torr
- 清洁
 - ① Ar+ Gun:
 $E_{\text{ion}} = 3 \text{ keV}$
 $I_{\text{ion}} \sim 20 \mu\text{A}$
 - ② Direct current Heating:
 $T < 1500 \text{ K}$
- STM
 - ① 扫描温度:
 $90\text{-}400 \text{ K}$
 - ① 横向分辨率:
 1 \AA
 - ① 纵向分辨率:
 0.1 \AA

SPECS STM Aarhus 150: 原位原子结构表征





6. 分析腔



原位电子结构表征

- 真空度

1×10^{-10} Torr

- 光源

- ① 同步光: 15-1000 eV
- ② 紫外灯: He I ~21.2 eV, Xe I ~8.4 eV
- ③ X光枪: Mg ~1253 eV, Al ~1487 eV

- 探测器

VG Scienta R4000~2D

- 样品台1 (接地)

- ① 温度: 15-325 K
- ② 维度: 5轴~x, y, z, Azimuth, Tilt
- ③ 用途: ARPES、UPS、XPS

- 样品台2 (不接地)

- ① 温度: 低温
- ② 维度: 4轴~x, y, z, Azimuth
- ③ 用途: AES、功函数

- 监测

LEED





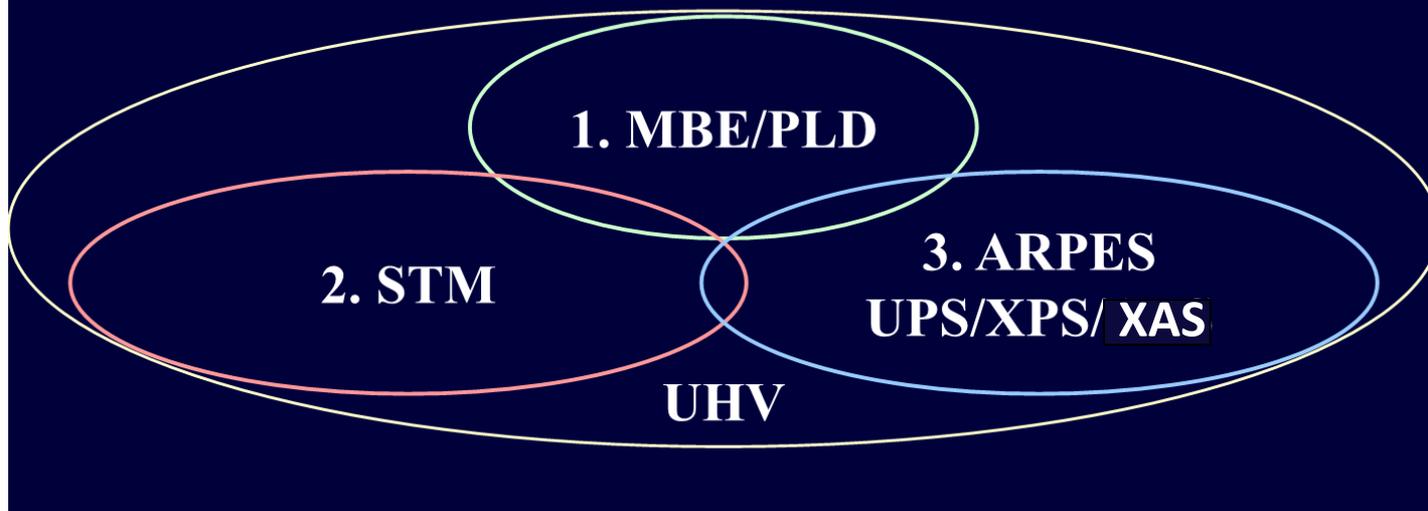
北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

×射线吸收谱学实验
和数据分析讲习班

BSRF-4B9B新线站

-原位同步辐射ARPES/UPS/XPS/XAS-STM-MBE/PLD联合系统

功能全面有特色、通用高效可扩展、界面友好精度高
线站+实验室
功能三合一



武汉·2014



中国科学院高能物理研究所



北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

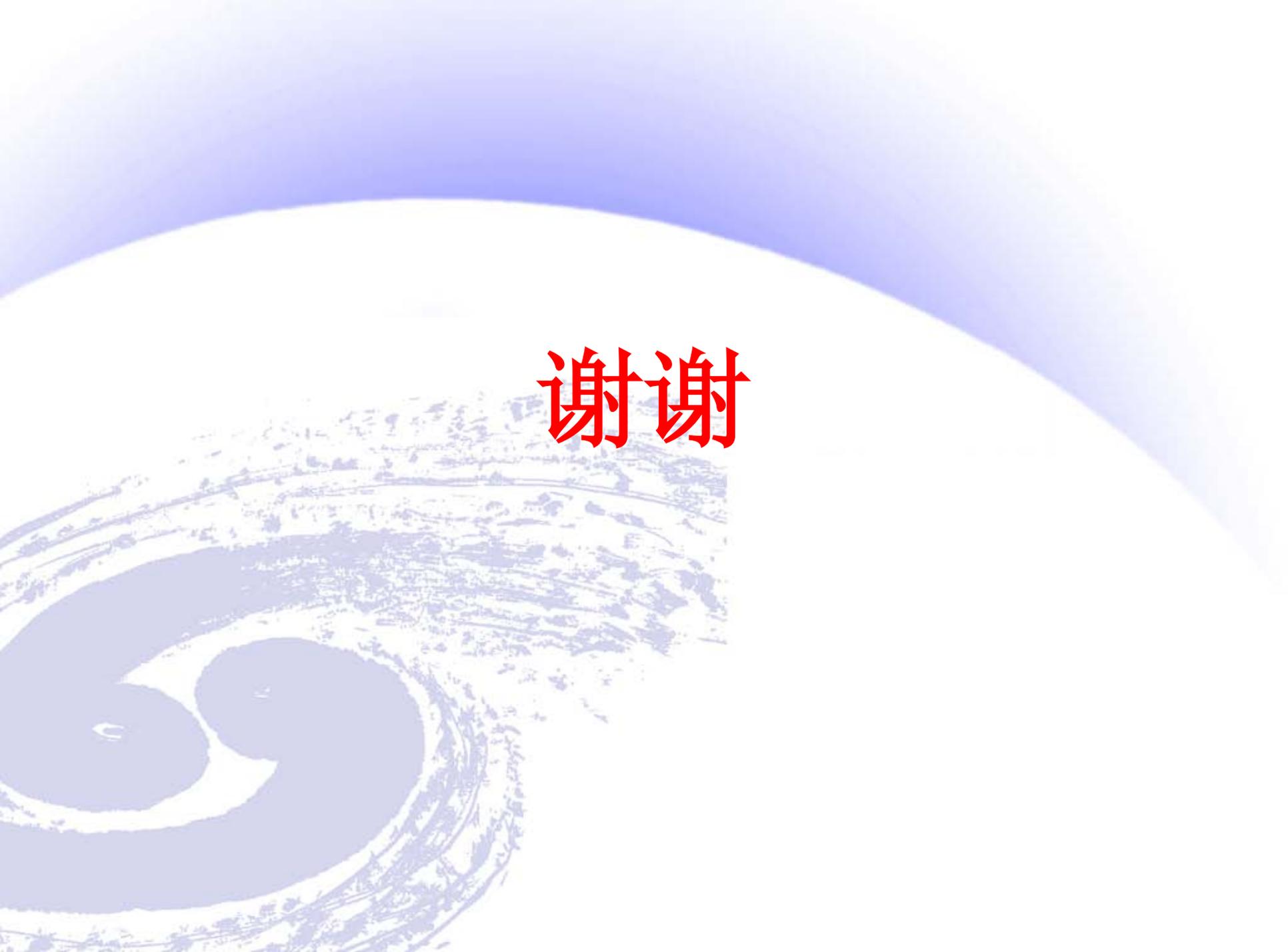
感谢关注
欢迎申请机时

×射线吸收谱学实验
和数据分折讲习班

武汉·2014



中国科学院高能物理研究所

An aerial photograph of a traditional Chinese garden. In the foreground, there is a large, circular pond with a dark, still surface. The pond is surrounded by a low, light-colored stone or brick wall. Beyond the wall, there are several traditional Chinese buildings with dark roofs and white walls, arranged in a courtyard. The garden is surrounded by lush green trees and vegetation. The sky is a clear, bright blue. The overall scene is peaceful and well-maintained.

谢谢