



北京正负电子对撞机国家实验室

HANDBOOK OF BEIJING SYNCHROTRON
RADIATION FACILITY

北京同步辐射装置 操作手册

1W1B 束线和 XAFS 实验站

北京正负电子对撞机国家实验室办公编印

2023年06月

用户注意事项

1. 课题申请时，尽量写清楚您所需要的实验设备、实验模式与实验参数，并注明您的样品是否具有危险性（毒性、放射性、腐蚀性、易燃易爆等）。
2. 实验前请尽量与实验站沟通，确保您的实验进展顺利。
3. 请您按预先通知的时间来做实验，准时与其他用户交接班。新用户最好提前到实验站熟悉实验设备、操作方法等。
4. 实验前请认真学习实验站操作手册，并接受辐射防护安全培训、领取计量卡。
5. 实验中，爱护实验站设施和运行设备。
6. 请您认真填写《北京同步辐射实验室用光情况登记表》和《北京同步辐射装置实验情况记录表》，记录字迹要工整清楚。
7. 发生故障时请及时与本站工作人员联系，并做好记录。
8. 实验完成后，请您搞好用光期间的实验站卫生，将样品回收处理，保持实验台桌面整洁。
9. 实验结果发表后，请您将发表文章的相关信息发送给用户办公室和实验站工作人员，以便我们对您的课题进行存档和评价。
10. 欢迎您参加北京同步辐射装置组织的同步辐射应用用户会和学术讨论会。

1W1B 束线和 XAFS 实验站

作为研究物质原子近邻结构的有效手段，X 射线吸收精细结构谱（XAFS）近四十年来得到了迅速发展。XAFS 实验技术一直是世界上各个同步辐射光源涉及学科面最广，用户最多的实验方法之一。1W1B-XAFS 光束线是在北京同步辐射装置建造的一条 XAFS 专用光束线，于 2003 年初完成了调试并投入运行。1W1B-XAFS 束线是一条聚焦单色光束线，由一个七极永磁 WIGGLER，1W1 引出，束线主要光学系统是在距光源 21.99 米处放置准直镜；距光源 24.11m 处安装双晶单色器，其下游距光源 25.82m 处安装超环面镜。束线从前端引出后，首先经过准直镜，用以改善出射光的垂直发散度，从而提高系统能量分辨率；出射光经由双晶单色器单色化后，最后由超环面镜做水平和垂直聚焦到样品处。双晶单色器使用 Si(111)双平晶晶体，采用了 T 机构设计，当步进电机驱动晶体做 BRAGG 角转动时，通过特定的机械传动，调节双晶间距，以保持固定光斑出口高度。角度调整范围为 3.8—32 度，能量扫描范围是 4.8-22.8 keV。XAFS 实验棚屋位于光束线末端，配备了透射及荧光探测系统，以实现 XAFS 信号的获取及处理。系统由一台微机控制，以 Labview 开发的实验采谱软件。

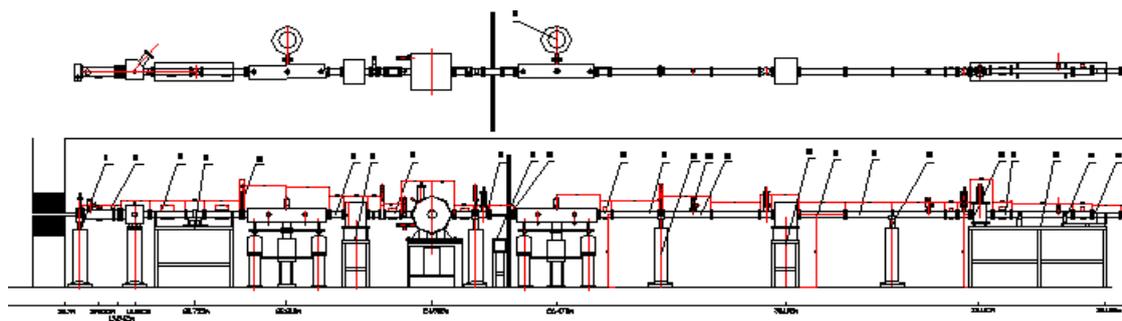


图 1 1W1B-XAFS 束线示意图

一、1W1B-XAFS 束线、实验站主要参数及设备

可供实验的能量范围:	4.8 — 22.8 keV
能量分辨率:	$<1-3 \times 10^{-4}$ @ 9 keV
样品处光通量:	$>1 \times 10^{11}$ photons/s @ 10 keV; $I_{sr} = 250 \text{ mA} @ 2.5 \text{ GeV}$
样品处光斑尺寸 (FWHM):	1(H) \times 0.5(V) mm^2
流光型电离室 (探测器): 气体:	纯氮、纯氩、氮氩混合气
电离室长度:	31cm/17cm/5cm
工作电压:	2200V/2200V/1000V

荧光电离室（探测器）：

Lyttle 荧光电离室探测器

19 元高纯锗半导体阵列探测器

低温样品室

温度控制范围：10 — 300 K

二、XAFS 实验原理

XAFS 实验目的就是获得样品中感兴趣元素在某吸收边附近吸收系数 μ 与入射 X 射线能量的关系曲线。XAFS 实验原理如图 2 所示

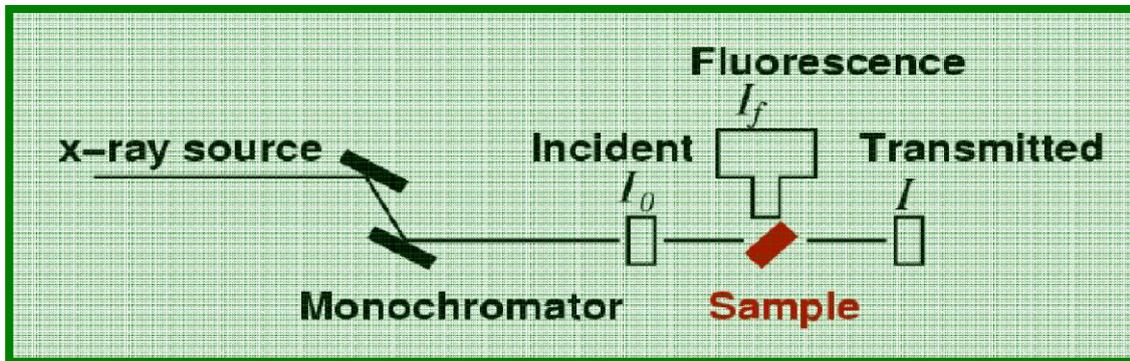


图 2 XAFS 实验原理

XAFS 有两种主要实验方法：

(1) **透射方法**：利用电子加速器储存环产生的高强度同步辐射广谱 X 光，经由单色器获得波长可调的单波长 X 射线。将样品置于光路上，则样品前后电离室探测器分别测得样品前后单色光强度 I_0 、 I ，样品的吸收系数通过 $\mu(E) \sim \ln(I/I_0)$ 而确定。透射方法适用于被测元素含量高于百分之五的样品。

(2) **荧光方法**：通过荧光探测器如 Lyttle 荧光电离室探测器或 19 元高纯锗半导体阵列探测器等采集荧光信号 I_f ，样品的吸收系数通过 $\mu(E) \sim I_f/I_0$ 而确定。荧光方法适用于被测元素含量低于百分之五或痕量元素样品 (>100ppm)。

三、1W1B—XAFS 实验数据采集系统

在 XAFS 实验数据采集过程中，控制微机通过程控指令驱动单色器晶体转动，改变相对于入射 X 射线的 Bragg 角度，从而在设定的范围内连续改变单色光的波长，实现光子能量扫描。

单色光波长与 X 射线对衍射晶体的入射角的关系遵循晶体的布拉格 (Bragg) 衍射定

律： $n\lambda = 2 \cdot d \cdot \sin\theta$ 其中： λ 为晶体衍射的出射单色光波长， d 为衍射晶体的晶格面间距， θ 为入射光束与晶体衍射面夹角，即 Bragg 角， n 取值 1、2、3…。为了标定单色光能量，就必须实时精确读出角度，这是由安装于单色器 Bragg 转角轴的轴角编码器及数显表 (HEIDENHAIN 公司的) 完成的。数显表有 RS232 接口，控制微机通过 RS232 总线实时读取角度。

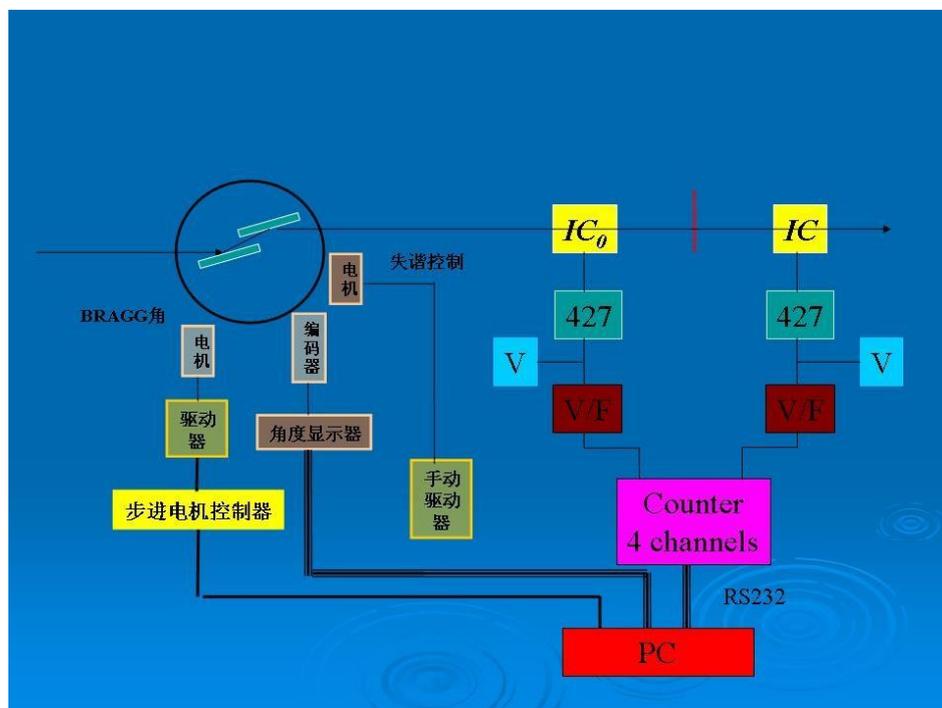


图 3 为 XAFS 数据获取相关部分电子学硬件系统原理框图

XAFS 数据获取是以电流型电离室做信号的探测，以弱电流放大器（KEITHLEY 公司的 428）对电离室输出的弱电流信号放大，然后馈入 NIM 插件 V/F 转换器进行模拟量电压—脉冲频率的转换，再由定标器（EG&G 公司的 974）对脉冲计数。定标器有 RS232 接口，控制微机通过 RS232 总线设定定标器的工作参数，并实时读取各通道的计数值。弱电流放大器具有 IEEE488 接口，控制微机通过 IEEE488 总线设定其放大倍数等工作参数。图 3 为 XAFS 数据获取相关部分电子学硬件系统原理框图。控制微机采用工控机，并配备了 RS232 串行口扩展卡和 GPIB 卡，以实现对系统中各设备的通讯与控制。

四、XAFS 实验操作

（一）透射 XAFS 实验操作步骤

1) 光路准直及检测

- 束线调整

束线的主要光学器件为狭缝及双晶单色器，它们的空间位置对光束质量有至关重要

的影响，请用户不要擅自调整束线部件。

•设定激光准直光束

实验棚屋中有一激光光束，它与 X 光束光迹重合，用来做为准直电离室及样品的基准。用 X 光敏感纸在两点对 X 光曝光，通过两点光斑的空间位置而确定激光束的方向。当样品 < 5mm 时，或特殊样品池是，可以请值班人员校激光准直光束，避免光斑位置与样品位置，偏差过大，未经允许不得改动激光束指向。

2) 调整单色光失谐度

•为什么要调整失谐度

实验所用单色(单能)X 光束中含有高次谐波分量，高次分量产生背景噪音，降低了获取数据的质量。微调单色器中双晶的失谐度(平行度)则可有效抑制光束中高次谐波分量。但过度失谐基波强度损失过大，这是我们所不希望的。针对不同的实验，设置适当的失谐度，对于提高取谱质量是重要的。

3) 选择电离室工作气体配比

•为什么需要改变气体配比

本透射 XAFS 实验系统中用两个流气式电离室分别探测样品前后的 X 光强度，电离室对 X 射线吸收的大小与工作气体种类及 X 射线能量有关。由理论分析可知前电离室吸收为 20%，后电离室吸收为 80% 以上时，实验获取的数据信噪比最高。同时前后电离室工作气体一致性越高越有利于消除由光源的波动及单色器所产生的 Glitch 对采谱数据的影响。当实验中改变单色器的能量范围时，则需改变工作气体的配比或换用不同长度的电离室以保持前后电离室的吸收率及气体种类的一致。

•操作

本站备有 5cm, 17cm, 31cm 三种长度的电离室及纯氮、纯氩，氮、氩比例为 75:25, 50:50 及 25:75 五种不同配比的工作气体。图 4 给出了在 20% 吸收情况下，不同长度的电离室不同气体的配比所适用的扫描能量范围。前电离室及其工作气体的选择可参考此图。图 5 给出了 31cm 长电离室在 5 种不同气体配比条件下，其吸收比例与入射光能量的关系曲线，后电离室气体选择可参考此图。

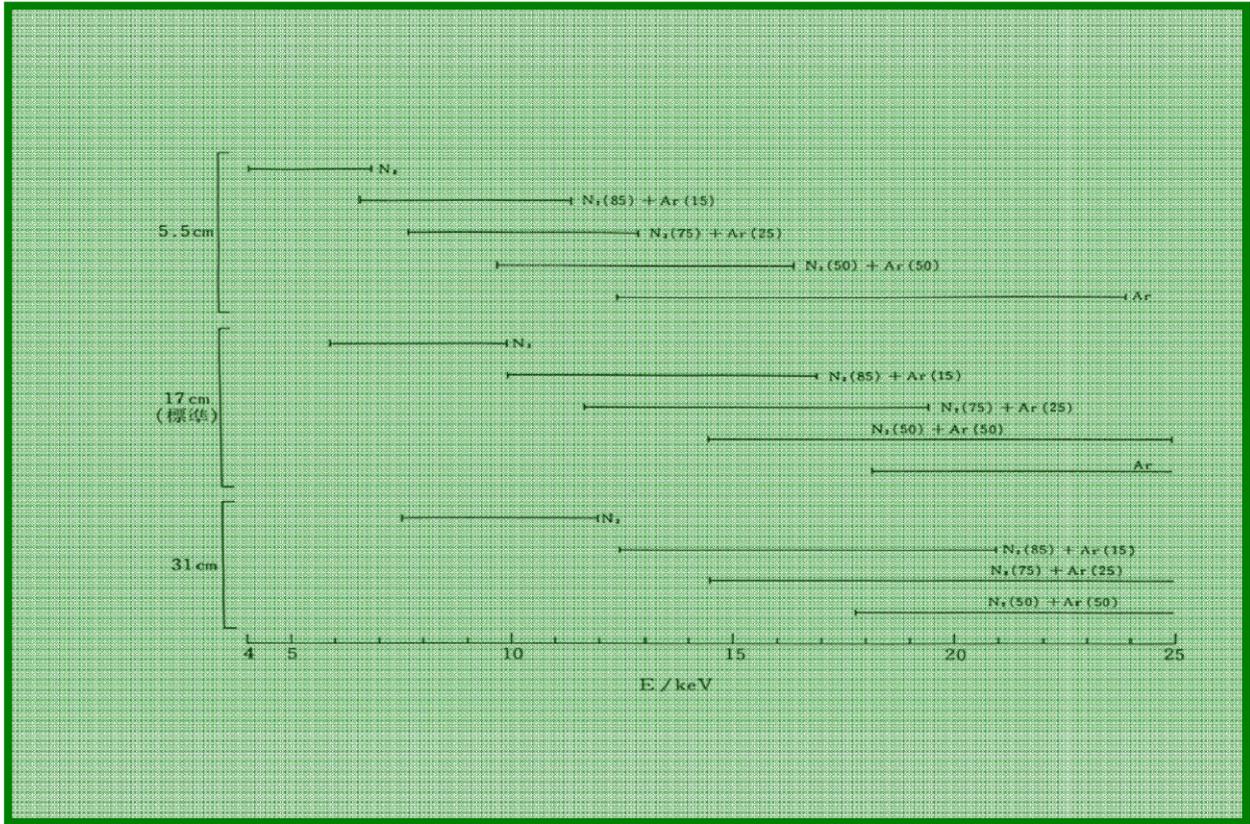


图 4 不同长度的电离室不同气体的配比所适用的扫描能量范围

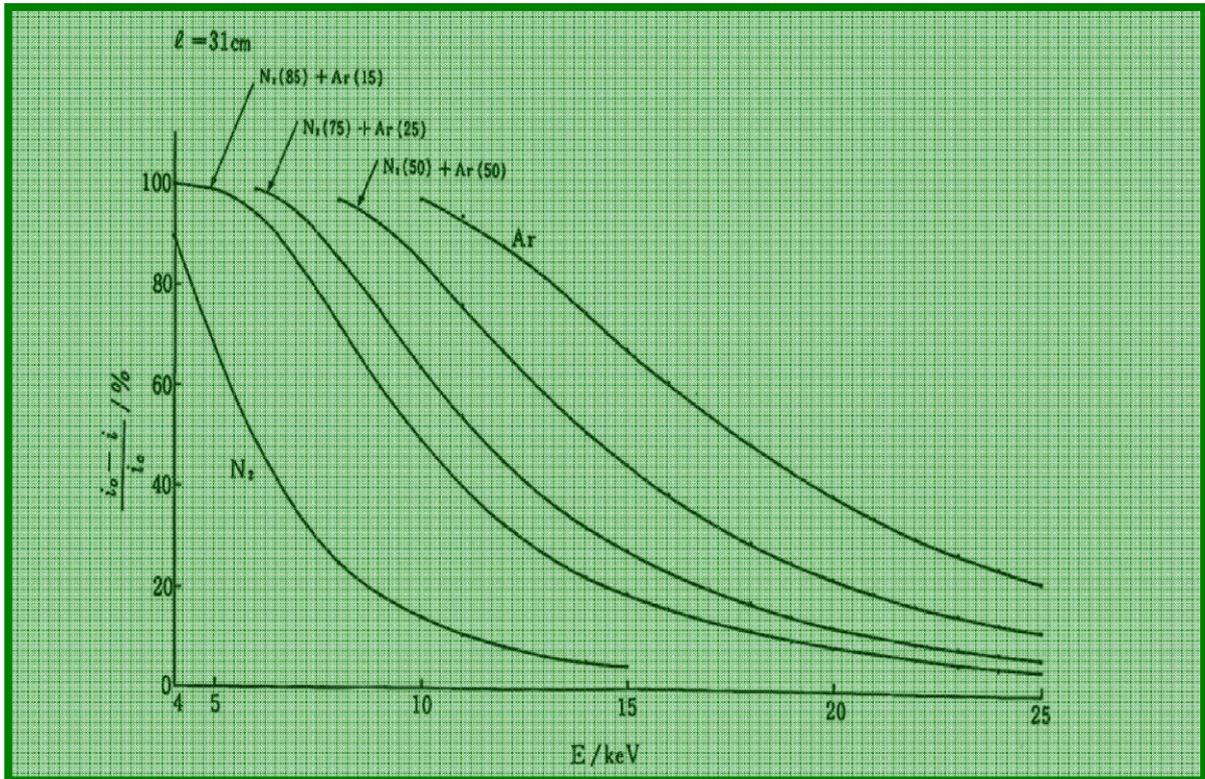


图 5 31cm 长电离室在 5 种不同气体配比条件下，其吸收比例与入射光能量的关系曲线。

4) 样品制备, 安装及厚度调整

●调整样品厚度

由理论计算可知, 当 $\mu \cdot t$ 为一定值时, 可得到最佳信噪比。常用样品厚度 t 取法是按 $\mu_{后} \cdot t - \mu_{前} \cdot t = 1 \sim 1.5$, 其中 $\mu_{后}$ 为吸收限后的 μ 值, $\mu_{前}$ 为吸收限前的 μ 值。从谱上看 $\mu_{后} \cdot t - \mu_{前} \cdot t$ 即是吸收限跳边的高度。实际情况更为复杂, 由于样品中各种元素组份多种多样, 有些样品无法达到上述要求, 而且其差值也不是随着 t 的增加单调变化。样品过厚过薄都使跳限高度减小, 只有通过实验才能找到最佳值。厚度测试请参阅 XAFS 数据采集软件的第四部分。通过测试可得到一个吸收边附近的谱, 根据其跳边高度值调整样品厚度, 重复上述步骤直到跳边高度达到或最接近 $0.6 \sim 1.6$ 。

●样品制备

对于透射 XAFS 实验, 推荐使用粉末样品, 粉末细度要达到 400#。取宽度为 1-2cm 的胶带 (推荐使用 3M 牌胶带) 约 20cm, 将粉末均匀撒在胶面上并涂匀, 折叠胶带则可方便地调整厚度。本站备有压片机, 粉末样品亦可压片制样。

甩带或烧结等不能制成粉末的片状样品, 其厚度应控制在 $100 \mu\text{m}$ 以下, 面积应大于 $5 \times 10\text{mm}$ 且不得有孔隙。要准备 2~3 片以备厚度调整之用。

对于液体状态样品, 建议使用样品盒, 其制做方法可与本站人员讨论。

5) 数据采集电子学系统的设定

●用户关注要点

在数采电子学系统中需要用户关注的是置于实验棚屋实验台下层的两台前置放大器 (KEITHLEY 428) 放大倍数的设定及本底电流调整。在数采系统中, 前后电离室的输出弱电流信号经前置放大器放大并转换成电压信号送入 V/F 变换器变换为频率成正比的脉冲信号, 最后由定标器计数并馈入计算机 V/F 变换器输入信号范围是 0-10V。在控制机柜中有一个信号电压监测单元, 实时显示前置放大器输出的信号电压值, 当电压超范围时还有音讯报警。如果放大倍数设置不合适, 当实验改变能区范围或由于采谱过程中信号电压变化, 则可能出现超范围而导致采谱失败。另一方面, 在弱信号区域系统非线性增大, 噪音影响也变大, 所以放大器输出信号也不宜在 0.01V 水平以下。基于以上原因, 在正式采谱前, 适当设置前置放大器放大倍数是十分关键的步骤。

●设定前置放大器

在运行 XAFS 数据采集软件包中的厚度测试以调整 样品厚度的同时, 应注意控制柜中信号电压监测单元的显示, 在整个厚度测试扫描过程中, 两路信号的最大值应该在 $0.8 - 9\text{V}$ 之间, 小于此值应将前置放大器放大倍数提高, 反之减小。

6) 采谱

采谱软件的操作请参阅北京同步辐射 XAFS 实验站采谱程序说明（附录1）关于实验参数设置部分在此做几点补充。

•吸收边的选择原则

本实验站提供的光子能量扫描范围是 4.8~22.8keV（其中由于低能X射线在空气中吸收较重，Ti/Cs 的低浓度样品，建议前往中能站4B7A进行）。一般 XAFS 实验取谱范围在 1keV 左右，在选择测试元素吸收边时，首先考虑 K 边。如果取谱范围超出了4.8~22.8keV，或取谱范围与样品中其它元素吸收边重叠，则要考虑 L 边。在 L 诸边中要选择至少边后几百个 eV 范围内没有重叠，按此原则一般取 L_{III} 边。

•设置采样时间

采样时间越长，采谱的统计误差越小，但整个采谱时间加长。光强和采样时间是影响数据统计误差的两个因素。就本束线光强情况，在透射模式一般可选 1~2 秒采样时间。

(二) 荧光 XAFS 实验操作步骤

1) Lyttle 荧光电离室的使用要点

•准直与样品安装

将荧光电离室置于升降台上，调整高度，使准直激光束从其窗口中央穿过。将样品用胶带贴于荧光电离室的样品架窗口前面中央位置，然后将样品架放回原位。

•放大倍数及工作气体

荧光电离室自带前置放大器，最大档位100，超过100建议使用固探探测器模式。

荧光电离室为流气式，为得到足够的输出信号，工作气体应使用氩气。

•滤波片选择

本荧光电离室需使用滤波片滤除荧光信号中的混杂的散射光，从而提高信噪比。滤波片插于荧光电离室的样品室中。对于不同样品需选择不同的滤波片。本站备有多种；每种有 3 及 6 个吸收厚度的各一片，可满足常用元素实验之用。如有特殊情况则用户需自制，对于K吸收边实验，滤波片材料主要元素的吸收边能量必须高于测试元素的 $K\alpha$ 线能量而低于测试元素的 K 吸收边能量，一般采用 Z-1 的滤波片（Z 为测试元素序号）。对于L吸收边实验，滤波片材料主要元素的吸收边(不论K、L)能量必须高于测试元素 $L\alpha$ 线的能量而低于测试元素L边能量。基于此，滤波片可能有几种选择。

对于滤波片厚度的选择，这里给出一般原则，即如果样品的荧光信号强，散射背底小则用 3 个吸收厚度的滤波片，反之要用厚的滤波片。具体选择应通过实验确定。

•其它

荧光实验的其它步骤，包括单色失谐度的调整，前电离室工作气体的选择，前电离室前置放大器放大倍数的设定，采谱程序的设置都与前述透射 XAFS 实验中的相同。仅有两点需注意：①荧光实验采样时间需要长一些，一般取 2~4 秒；②荧光实验对样品厚度无要求，可用任何状态的样品。

2) 19元高纯锗半导体阵列探测器的使用要点:

使用者在实验采谱前的工作:

●使用程序设置、检验、优化探测器工作状态

19元固探如何设置?

a) 判断探测器死时间是否小于25%

注: 使用19元探测器前, 先通过lytle探测器判断是否有必要使用(lytle 放大倍数100档时使用固探); 当此时死时间仍然超过25%, 如果是背底太强, 可以通过调整滤片组合(联系值班人员), 如果略超25%时也可以通过 降低光通量的方式。

b) 设置ROI

●使用 19 元探测器采集数据

当探测器工作状态设置完毕后, 开始数据采集。打开 XAFS 数据采集软件(与透射采谱软件为同一软件), 选择 19 元半导体探测方法。设置与操作参阅北京同步辐射 XAFS 实验站采谱程序说明(附录 1)。

●死时间校正

固探数据与其他数据进行对比时(透射、荧光-Lytle), 应对实验得到原始数据文件进行“死时间”校正。

```
# BSRF 1W1B beamline
# 2023/6/4 19:46:26
# Element: pt, 11564 eV, Fluorescence Mode by 19-element SSD
# Energy I0 I1 If ln(I0/I1) If/I0 mu SCA00 OCR00 ICR00 .....
11367.413 868974.0 685.5 3873.3 7.144920 0.004457 0.004457 179.5 16759.8 18278.9 200.0 15354.6 16586.8 178.5 10831.5 11493.4 228.0 14036.9 14985.8 269.3 24929.8 28051.5 243.0
19246.1 20822.7 204.1 16059.0 17175.6 226.0 15399.6 16488.6 306.8 21196.2 23167.5 0.0 0.0 0.0 249.3 18893.8 20385.2 3.0 32851.7 4758652.4 232.4 11091.7 11655.4 270.4 17674.3
19344.3 254.6 17304.8 18640.7 199.4 15787.1 16873.6 242.2 19620.1 21473.2 212.2 17622.0 19096.9 174.4 14345.7 15316.7
11371.471 872434.5 689.5 3842.3 7.143076 0.004404 0.004404 190.5 16731.1 18208.7 199.0 15663.4 16941.3 161.5 10841.3 11470.0 213.5 14190.7 15150.6 268.3 25226.1 28267.1 264.9
19517.3 21170.7 186.2 16172.9 17365.1 233.5 15508.3 16685.4 284.0 21316.0 23360.6 0.0 0.0 0.0 263.2 18896.7 20311.6 4.0 33911.9 4761720.3 196.9 11152.8 11706.9 255.6 17857.8
19490.0 254.6 17565.6 18779.3 211.2 15722.6 16831.5 232.9 19829.2 21695.1 218.6 17724.6 19171.8 203.9 14283.4 15283.2
11375.281 879561.0 687.5 3940.5 7.143831 0.004526 0.004526 191.5 16679.1 18168.7 201.5 15607.9 16831.9 188.0 10978.8 11641.5 222.5 14055.6 15019.1 272.3 25308.0 28477.6 260.9
19506.1 21152.0 209.1 15982.9 17100.2 218.6 15697.5 16831.8 291.4 21355.5 23441.2 0.0 0.0 0.0 259.7 18935.5 20433.9 2.5 33489.7 4746595.5 220.1 11249.0 11815.1 245.2 17748.1
19350.9 273.4 17572.4 18844.9 202.3 15949.5 17035.9 255.5 19703.3 21569.4 226.5 17539.3 19006.4 199.5 14254.8 15279.3
11379.283 869329.0 687.5 3885.0 7.142415 0.004469 0.004469 202.0 16606.9 18138.6 204.0 15713.5 16976.0 172.0 10877.9 11523.6 221.5 14164.8 15153.7 260.4 25146.5 28230.6 241.0
19385.0 21024.5 209.6 16211.2 17371.7 224.0 15856.3 17005.6 274.6 21152.8 23090.0 0.0 0.0 0.0 263.2 18797.8 20297.2 5.9 34419.5 4757394.6 233.4 11193.8 11773.2 263.5 17919.5
19566.3 253.1 17631.2 18932.7 204.8 15813.4 16986.1 245.1 19851.4 21726.5 223.0 17514.4 19005.9 183.7 14305.5 15334.0
11383.349 863057.5 683.5 3868.0 7.141010 0.004482 0.004482 184.5 16403.9 17848.8 212.5 15527.8 16794.1 192.0 10811.3 11466.5 206.5 14040.7 15000.3 263.4 25153.4 28072.9 231.5
19244.0 20888.9 220.5 16129.5 17283.5 221.0 15702.0 16885.0 288.5 20933.8 22925.0 0.0 0.0 0.0 245.3 18814.9 20267.4 3.0 32048.3 4759403.9 219.1 11156.7 11666.0 237.3 17819.3
19462.8 244.3 17315.1 18566.3 214.2 15842.5 16965.7 241.7 19669.0 21507.9 243.7 17604.8 19052.0 199.0 14127.2 15128.8
11387.231 860025.0 686.0 4023.3 7.133839 0.004678 0.004678 206.6 16440.2 17848.3 215.1 15557.1 16782.3 180.6 10886.7 11532.3 222.6 14175.2 15093.0 261.5 25024.4 28067.2 260.5
19326.3 20987.7 223.6 16001.6 17107.9 215.2 15895.6 17057.3 291.6 21080.6 22916.2 0.0 0.0 0.0 255.3 18469.5 19841.7 0.5 32804.4 4764071.2 241.3 11217.5 11776.8 280.3 17898.7
19620.7 267.6 17578.6 18900.3 216.7 15766.0 16891.9 221.7 19704.3 21540.5 225.1 17238.0 18700.6 206.9 14288.0 15231.6
11391.178 859400.5 684.0 3999.0 7.136032 0.004653 0.004653 200.5 16251.8 17681.4 220.5 15764.2 17018.5 177.0 10814.2 11496.1 233.0 14162.6 15106.4 254.9 25146.5 28211.3 238.5
19263.5 20894.9 214.1 16132.5 17295.0 253.4 15807.9 17033.1 289.0 20966.0 22846.7 0.0 0.0 0.0 258.7 18568.8 20006.0 1.5 33113.3 4764004.2 229.0 11168.2 11734.0 281.8 17971.9
19555.4 267.0 17654.6 18910.5 202.8 15544.1 16613.8 226.0 19605.2 21451.5 248.1 17352.3 18795.4 203.4 14061.3 15037.1
11395.065 857193.5 684.5 4029.4 7.132730 0.004701 0.004701 193.5 16040.5 17434.9 216.0 15737.4 17015.1 187.5 10671.3 11333.3 237.0 14097.7 15009.4 270.8 25258.9 28258.5 237.5
19152.9 20825.6 222.0 16136.5 17227.2 240.0 15797.5 17020.5 304.8 21049.0 22916.2 0.0 0.0 0.0 255.3 18469.5 19841.7 0.5 32804.4 4764071.2 241.3 11217.5 11776.8 280.3 17898.7
19502.1 264.5 17442.2 18707.5 216.1 15590.3 16715.4 232.4 19391.5 21197.0 242.7 17516.9 18979.3 187.2 14188.9 15178.9
11398.891 855022.0 683.5 3978.3 7.131656 0.004653 0.004653 192.0 16087.5 17458.0 216.0 15733.3 16999.9 185.0 10900.8 11561.9 226.0 14073.1 15020.9 286.3 25198.8 28278.2 269.8
19019.5 20659.7 224.0 16079.5 17238.3 211.1 15894.3 17099.3 276.6 20682.4 22621.3 0.0 0.0 0.0 244.4 18395.2 19827.3 2.5 34764.5 4745065.0 224.5 11016.7 11548.7 254.6 17696.4
19354.7 255.1 17599.6 18871.3 234.9 15657.4 16736.1 225.0 19432.7 21288.7 243.2 17175.0 18602.9 207.3 14008.1 14964.5
11402.784 853830.5 682.0 4130.7 7.132458 0.004838 0.004838 210.0 15911.6 17291.2 212.5 15885.0 17190.5 203.5 10904.9 11576.0 228.5 14061.8 14993.4 307.2 25089.1 28128.3 249.9
19131.8 20777.3 223.5 15985.8 17130.6 244.4 15891.6 17084.9 280.0 20579.8 22441.7 0.0 0.0 0.0 268.6 18498.1 19865.2 3.0 34415.2 4769803.6 229.0 11109.9 11648.4 287.7 18144.0
19829.3 269.9 17578.4 18817.1 223.5 15555.8 16667.0 240.2 19431.9 21238.0 239.2 17335.5 18714.4 209.8 14051.4 15023.5
```

1、手工查看各道谱形, 去除畸变道数据。

2、各道数据通过真实荧光信号=A/(B/C)的方式修正死时间引起的强度下降。

(固探数据 第8列开始, 每3列对应一元, 分别由样品信号荧光计数 SCA, 探头总输出计数 OCR, 探头总输入计数ICR组成; 总计19元。例: 第8列 A=SCA_{xx} 、第9列 B=OCR_{xx} 、第10列 C=ICR_{xx})

(若第8列 对应计数100、第9列对应计数200、第10列对应计数400, 则修正后真实计数为 $200=100/(200/400)$)

3、各道数据相加, 转化为 XAFS 谱分析程序可接受的数据格式。

注: 原始数据只有经数据转换软件处理后方可使用。

● **注意事项:**

1) 实验前需加载探测器高压。高压电源为 NIM 机箱插件, 高压由旋转电位器设定, 极性为负, 最大值为 700 V, 升降过程需缓慢 (2-3min完成升压)。

2) 探测器需不间断充液氮, 2 天一次。

● **说明:**

1) 未经实验站许可, 不得擅自使用该探测器。

五、实验棚屋进出规程

实验棚屋的进出及光闸的开关都由安全连锁系统管理。安全连锁装置是为了保障实验者人身安全而设立的。只有当一切安全条件满足时, 它允许实验者打开安全光闸及光子光闸, 使 X 射线进入实验站。对于安全连锁装置, 实验人员需要了解的是: 位于棚屋门内外的两个搜索按钮及位于控制机柜中的机箱, 其使用要点如下:

●1当棚屋内一切安排就绪, 确认无人后, 按下棚屋内搜索按钮, 此时屋内警告灯闪动。

●2关棚屋门。

●3按下棚屋外的搜索按钮, 此时有鸣笛声, 约持续一分钟。

●4在鸣笛声结束, 此时机箱面板上绿色 enable 灯亮表示搜索成功, 此后即可按机箱面板上光子光闸的绿色按钮, 则光路开通。如搜索失败, 则必须重复步骤1-4。

●如欲切断光路则按对应于光子光闸的红色按钮。

注: (半夜完成实验, 请同时关闭安全光闸, 保护线站设备)

六、辅助设备

本站配备有低温室。低温室可为实验提供最低为 10K 的样品环境温度；应与实验站人员联系，事先学习使用方法。

七、值班人员注意事项

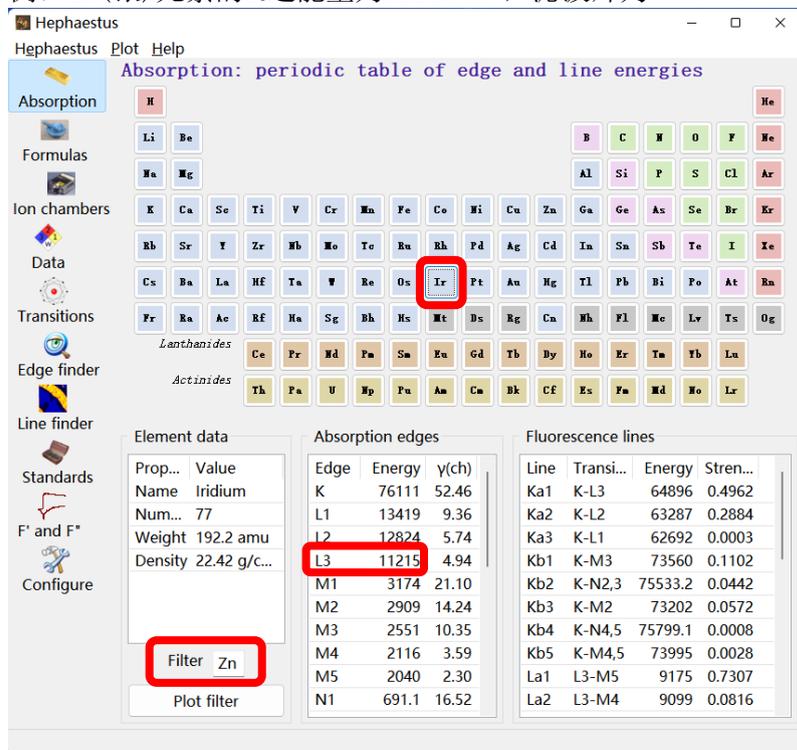
- 值班人员职责：协助试验人员熟悉试验系统，样品制备，程序使用。随时协助解决试验中的问题。专用光期间，暂时离开，应留下电话号，随叫随到；兼用光期间，22点后，设备出现故障时，及时联系值班人员。
- 进厅必须佩戴胸卡，剂量监测仪必须置于开及鸣叫状态且不离试验站。
- 必须熟悉安全连锁系统的原理及使用，并确保试验人员正确使用安全连锁。
- 以身作则，不带食物，饮料进入试验大厅。
- 提醒试验人员认真填写试验记录。
- 检查单色器冷却水系统工作状态：制冷机绿色 LED 灯亮为正常，水路开关需置于开状态。早晨开机前及注入后检查，运行时注意监测。单色器冷却水系统已安装了报警器，一旦冷却水系统失常，即有生光报警。遇到此情况，请立即切断安全光闸，并联系值班人员。
- 二晶失谐调整范围通常不超过正负 20；
目前二晶失谐调整有问题，应急措施：仅在调边时开机，调整后关机。
- 实验过程出现其他非正常情况，请及时值班人员 88235980 (O)。

附录 1: 北京同步辐射 XAFS 实验站采谱程序说明

一、参数设置 (气体/元素/吸收边)

- 打开“Hephaestus”软件，确定吸收边能量和滤波片。
(1W1B实验站能量范围4.8-22.8 keV)

例: Ir(铱)元素的L₃边能量为11215 eV, 滤波片为Zn。



- 切换前电离室气体 (注意: 大气流 5min 后切小气流, 稳定 10min 后正常采谱)
确定气体种类 (以吸收边能量为判断标准)

例: Ir(铱)元素的L₃边能量为11215 eV, 属于9-13 keV范围, 参考气体为25%Ar。

吸收边能量	电离室气体参考
< 9 keV	纯N ₂
9-13 keV	25% Ar
13-16 keV	50% Ar
16-19 keV	75% Ar
> 19 keV	纯Ar



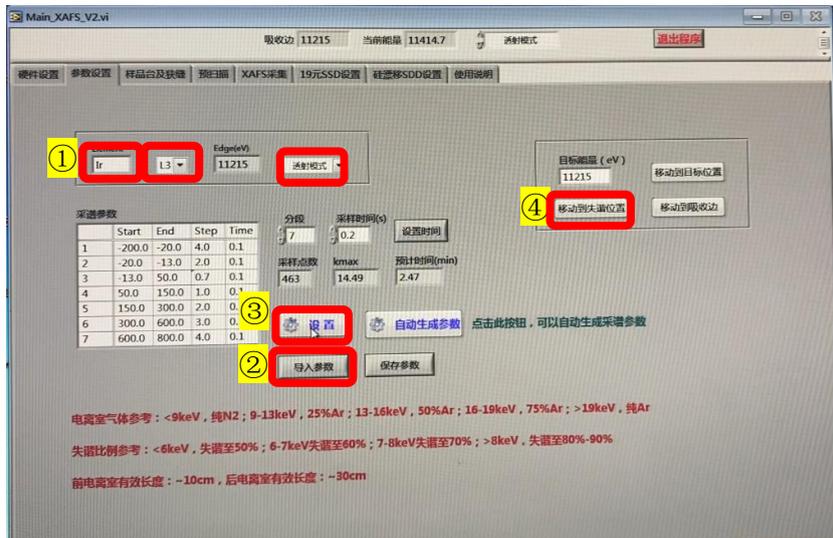
如遇当前气体不同, 手动切换。1、打开google浏览器 2、选择切换气体种类 3、大气流冲洗5min 4、切换小气流。

注1: 小气流稳定10min后进行测量, 期间可以进行能量校准、foil测量、样品预扫等工作。

注2: Lytle Ar 请勿动, 保持打开 (绿灯) 状态。

● 参数设置（待测元素-吸收边-测量模式-扫描参数）

依次设置 1 “元素” (Ir) —— “吸收边” (L₃ 边) —— “透射模式” —— 2 “导入参数” (foil 9-13 keV) —— 3 点击 “设置” —— 4 移动至失谐位置



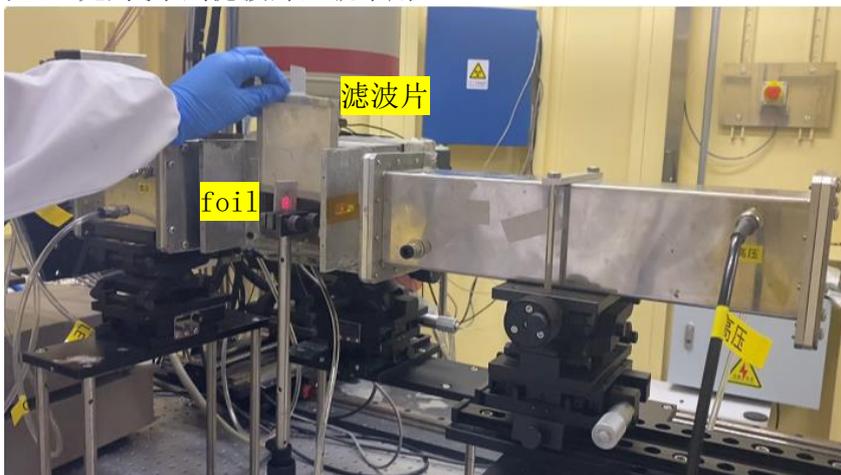
● 更换标准 foil/滤波片

注1: 若无标样, 则选取已有吸收边能量相近的元素标样。

例: 无Ge-foil, 用Pt-foil替代。

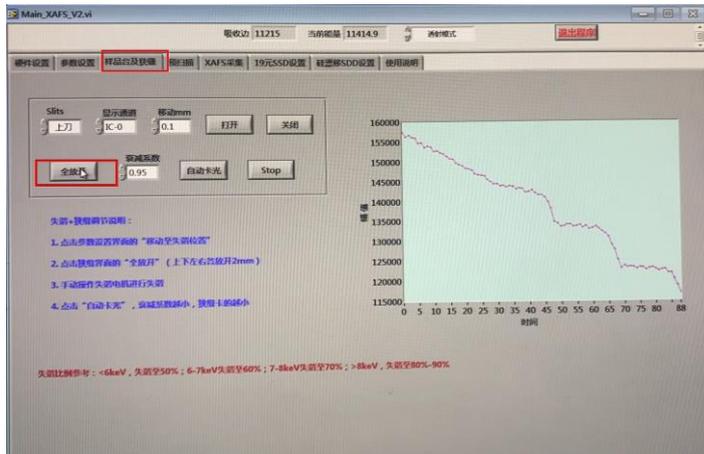
- 1) 将Pt-foil放入光路中
- 2) 按照Ge元素, 完成“一、参数设置”中操作
- 3) 完成“二、样品台及狭缝操作”后
- 4) 将“一、参数设置”中的元素设为当前的标样: Pt-L₃一点击“设置”
- 5) 依次完成“三、预扫描”和“四、XAFS采集”的操作后, Pt-foil测试完成
- 6) 将“一、参数设置”中的元素换回Ge-K一点击“设置”, 更改参数及模式, 采集样品谱。

注2: 无/找不到滤波片, 就不用。



二、 样品台及狭缝 (注意: 无光不要操作此步骤)

- 点击“全放开” **仅操作一次:**



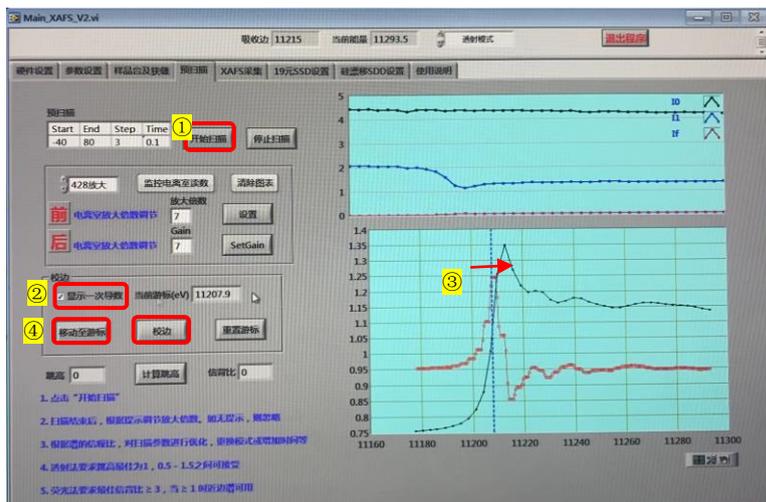
- 手动操作失谐电机进行失谐
(打开电机开关-①确认m2亮灯-长按down中间键②注意前电离室 I_0 的最大值④“ $I_0 \max$ ”一点按up中间键③使“ I_0 示数”降至“失谐比例 $\times I_0 \max$ ”-关闭电机)



- 点击“自动卡光”

三、 预扫描 (校准吸收边)

- 1 点击“开始扫描”
- 2 点击“显示一次导数”
- 3 移动游标至吸收边位置 (导数最大值位置) 对比桌面 [foils.pdf](#) 标样表
若 pdf 中无该元素, 通常位于吸收边中央处。
- 4 点击“移动至游标” — “校边”



- 5 将角度输入编码器中，按 ENT 确认。



四、XAFS 采集

- 1 点击“文件夹图标”命名
- 2 点击“开始采集”
- 3 待进度条变红，标样数据采集完成

