



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



# 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

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

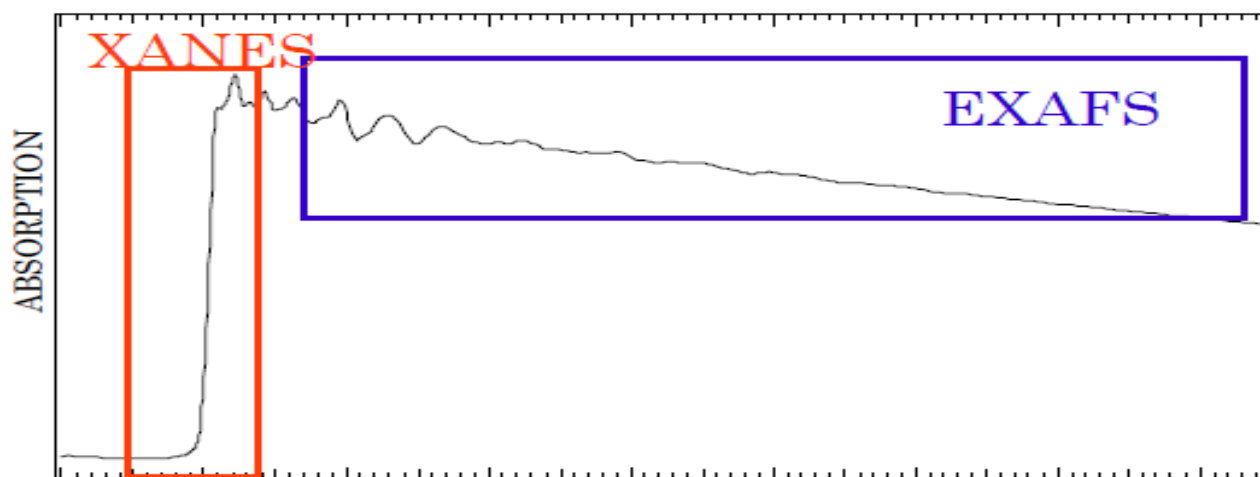


中国科学院高能物理研究所



# 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





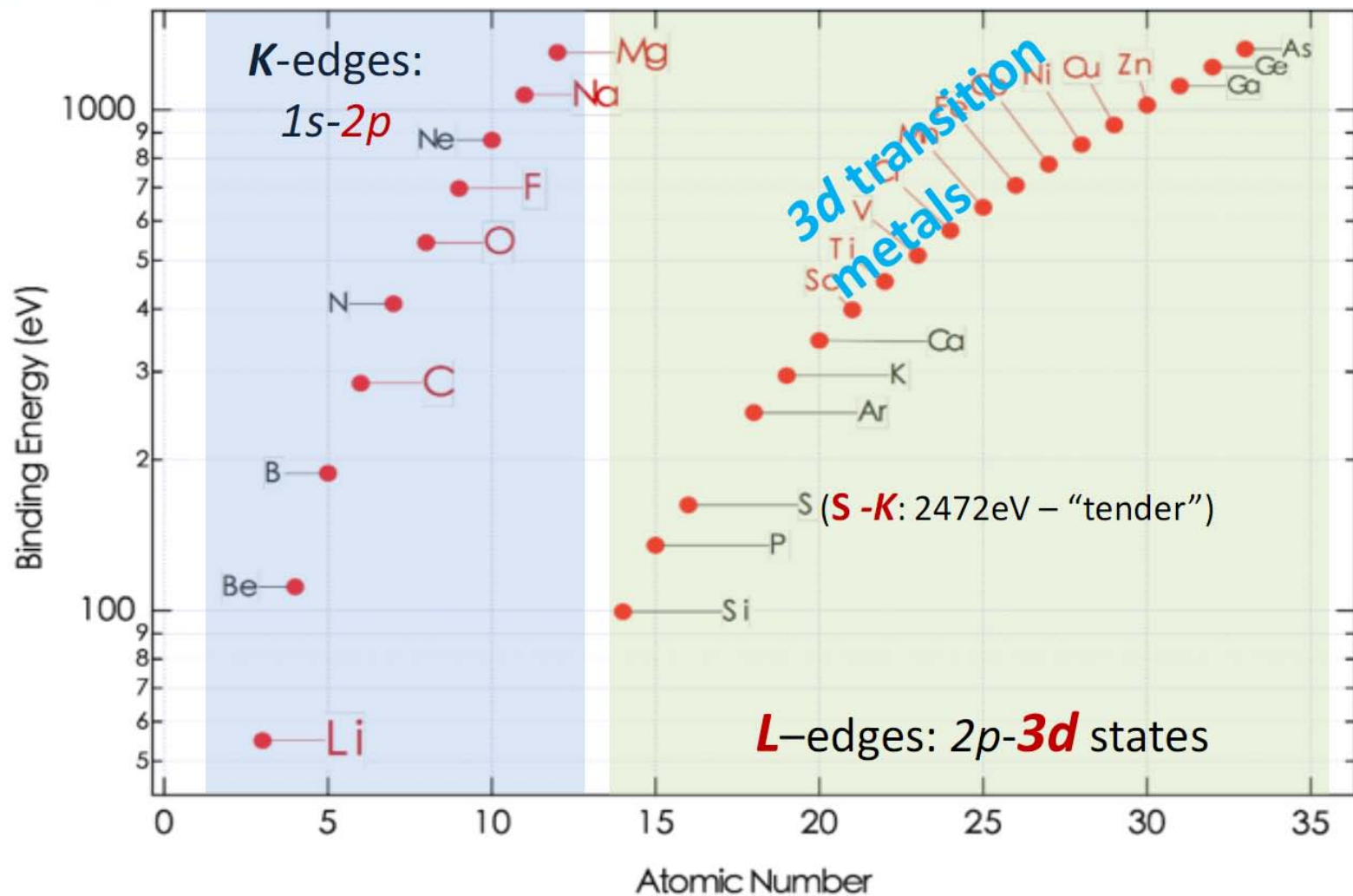
# 软x射线XAFS简介

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



# 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

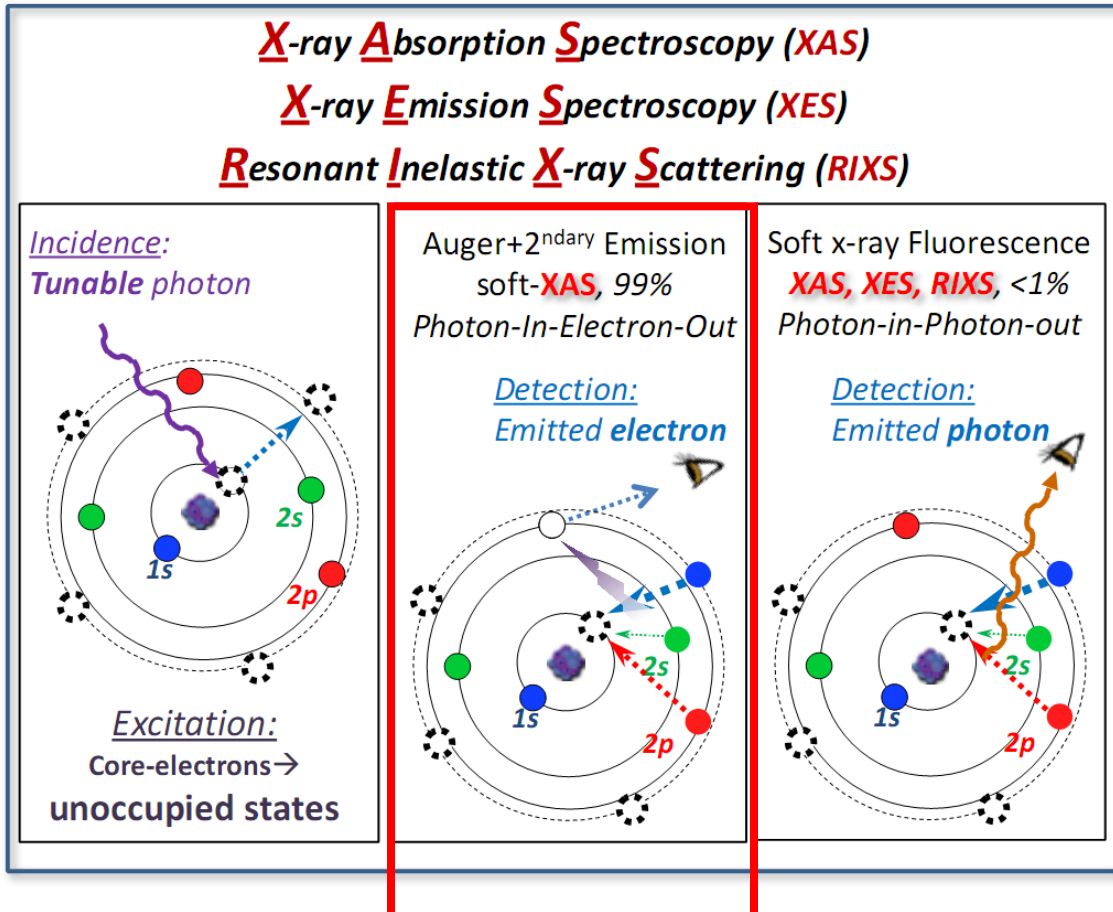
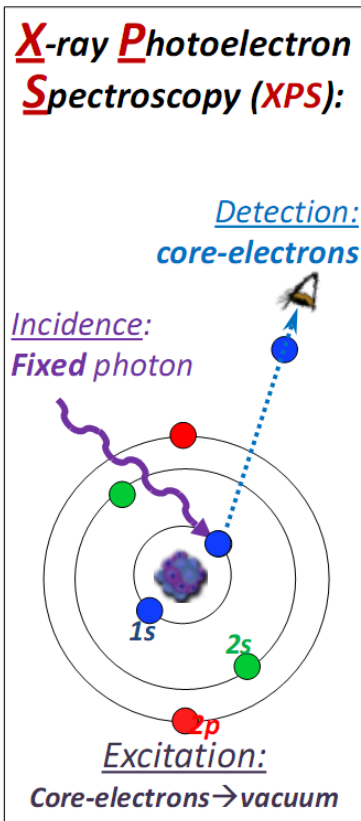


中国科学院高能物理研究所

# 软x射线XAFS简介

北京同步辐射装置  
Beijing Synchrotron Radiation Facility

X射线吸收光谱学实验  
和数据分折讲习班



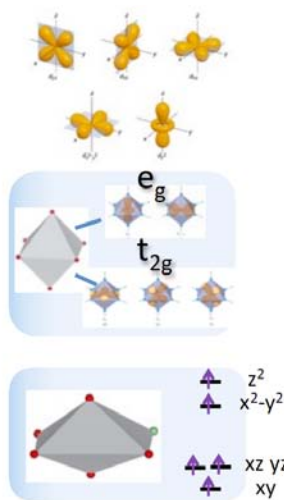
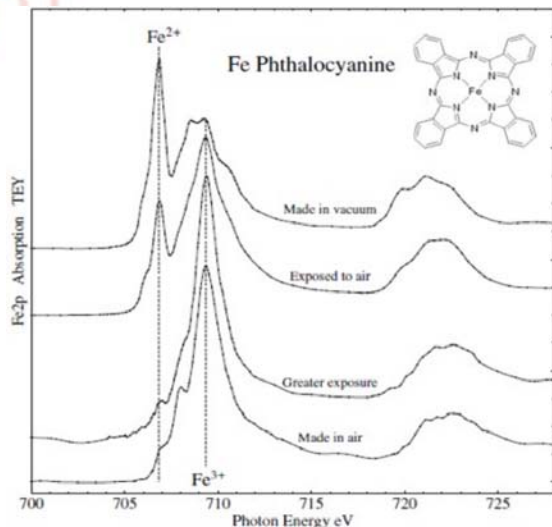
- X-ray **Absorption** --- Probes **Unoccupied** States
- X-ray **Emission** --- Probes **Occupied** States



中国科学院高能物理研究所

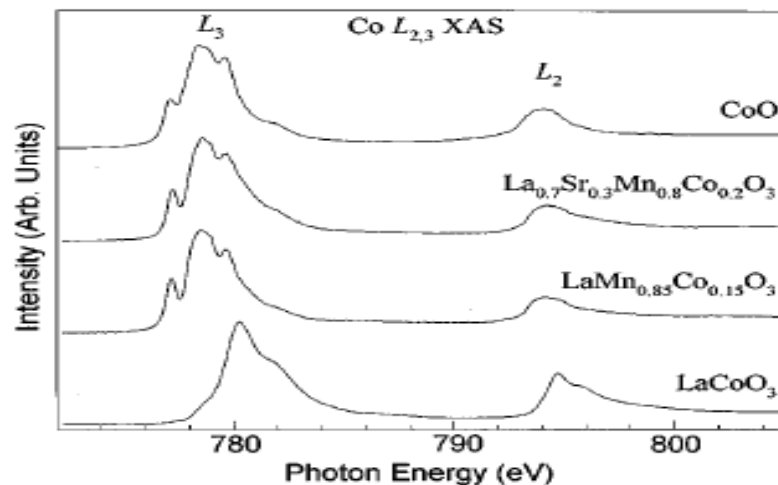


# 软x射线XAFS简介



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  
和数据分折讲习班

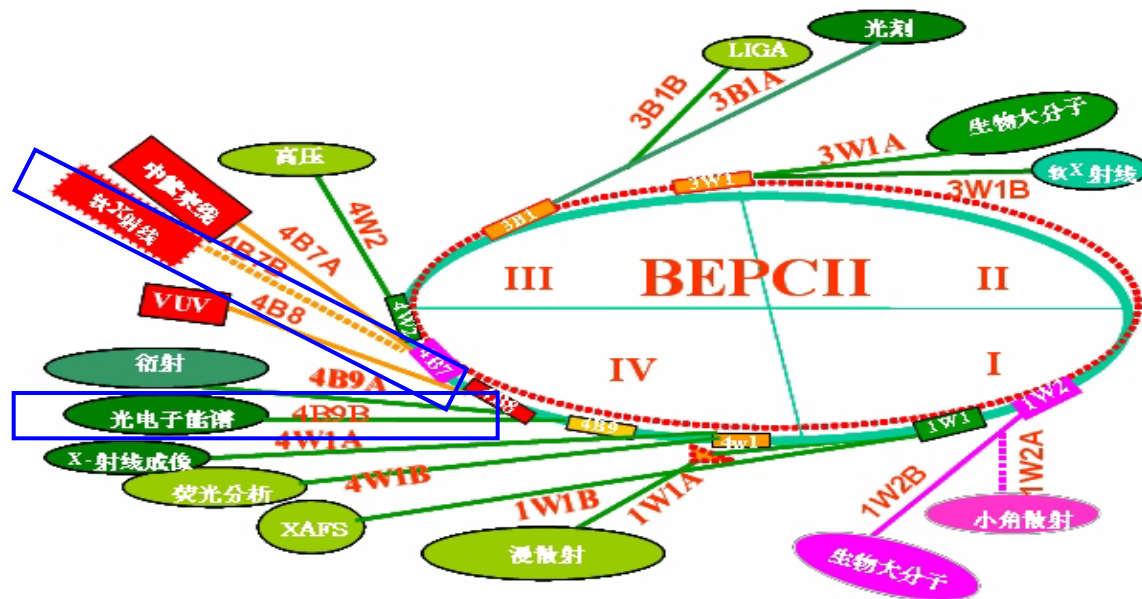
武汉·2014



中国科学院高能物理研究所

# 实验技术与实验方法

北京同步辐射装置  
Beijing Synchrotron Radiation Facility



## 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

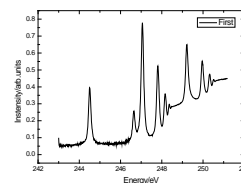
软x射线吸收谱研究与计量测量研究

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



×射线吸收谱学实验  
和数据分折讲习班

武汉·2014

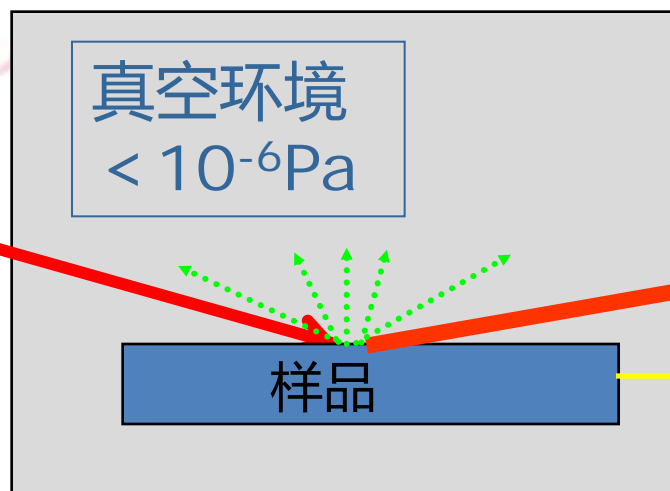


中国科学院高能物理研究所



# 实验技术与实验方法

北京同步辐射装置  
Beijing Synchrotron Radiation Facility

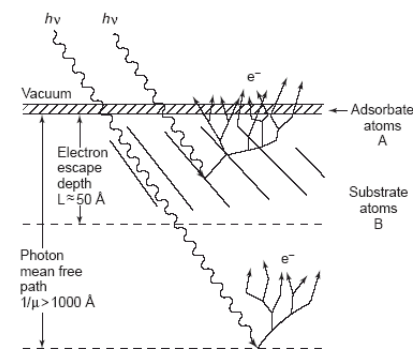


■ 优点:

- ❑ 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  
和数据分折讲习班

武汉·2014



中国科学院高能物理研究所

# 实验技术与实验方法

北京同步辐射装置  
Beijing Synchrotron Radiation Facility

×射线吸收谱学实验  
和数据分折讲习班



UHV超高真空测试腔体：本底真空优于 $10^{-8}\text{Pa}$



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。

武汉·2014



中国科学院高能物理研究所

# 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

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



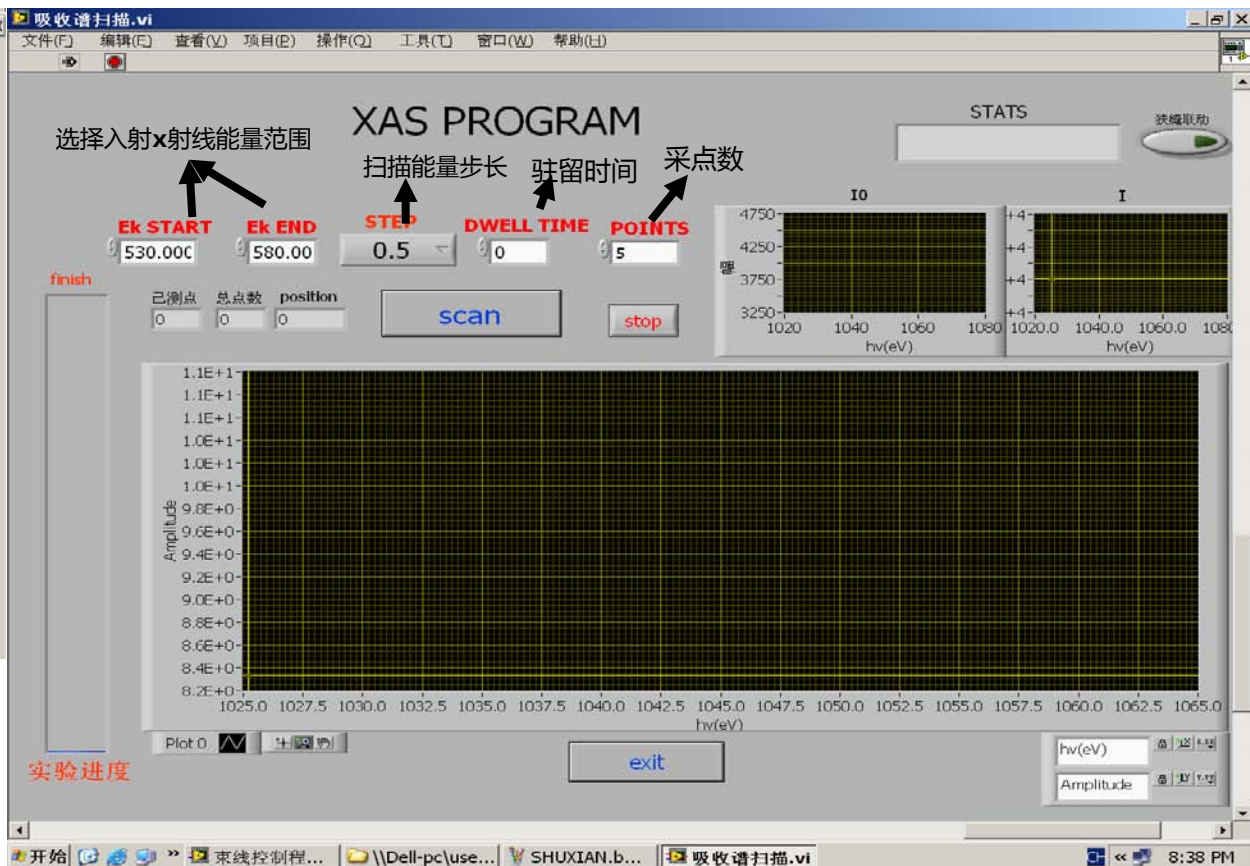
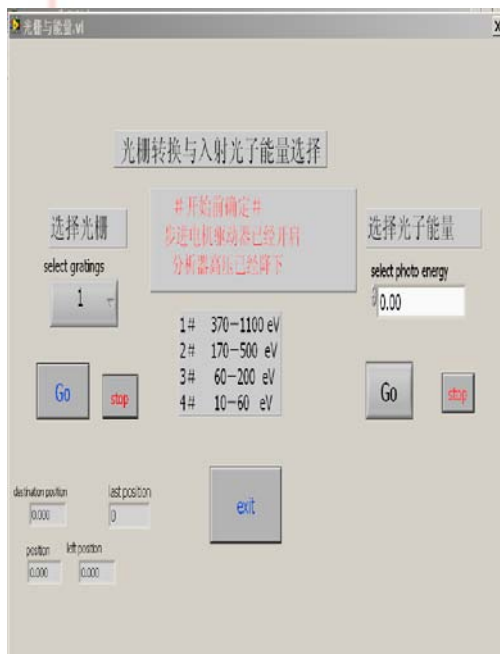
# 实验过程与注意事项

## 第三步 样品测试

北京同步辐射装置  
Beijing Synchrotron Radiation Facility

X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

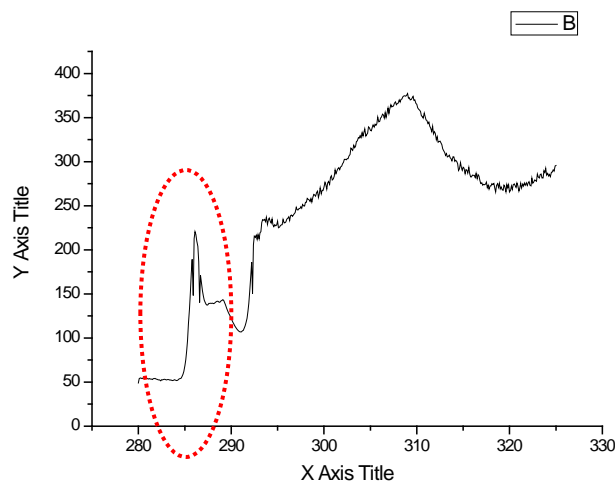
武汉·2014

# 实验过程与注意事项

## 样品测试中出现的问题

### 实例一

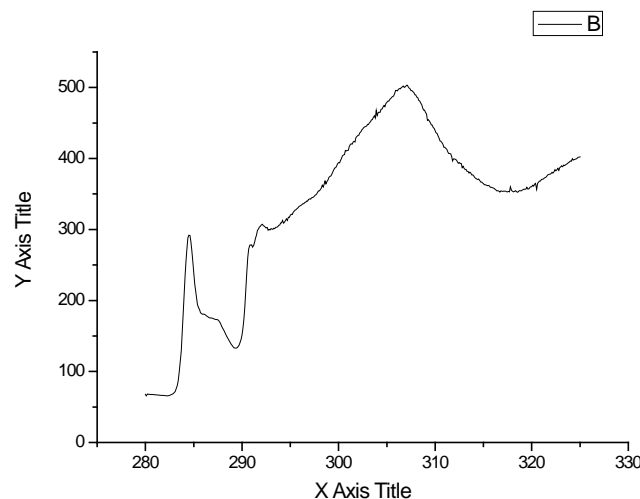
入射光不稳定，信号差



等待光源稳定  
调节狭缝位置  
改变样品位置



重新测量



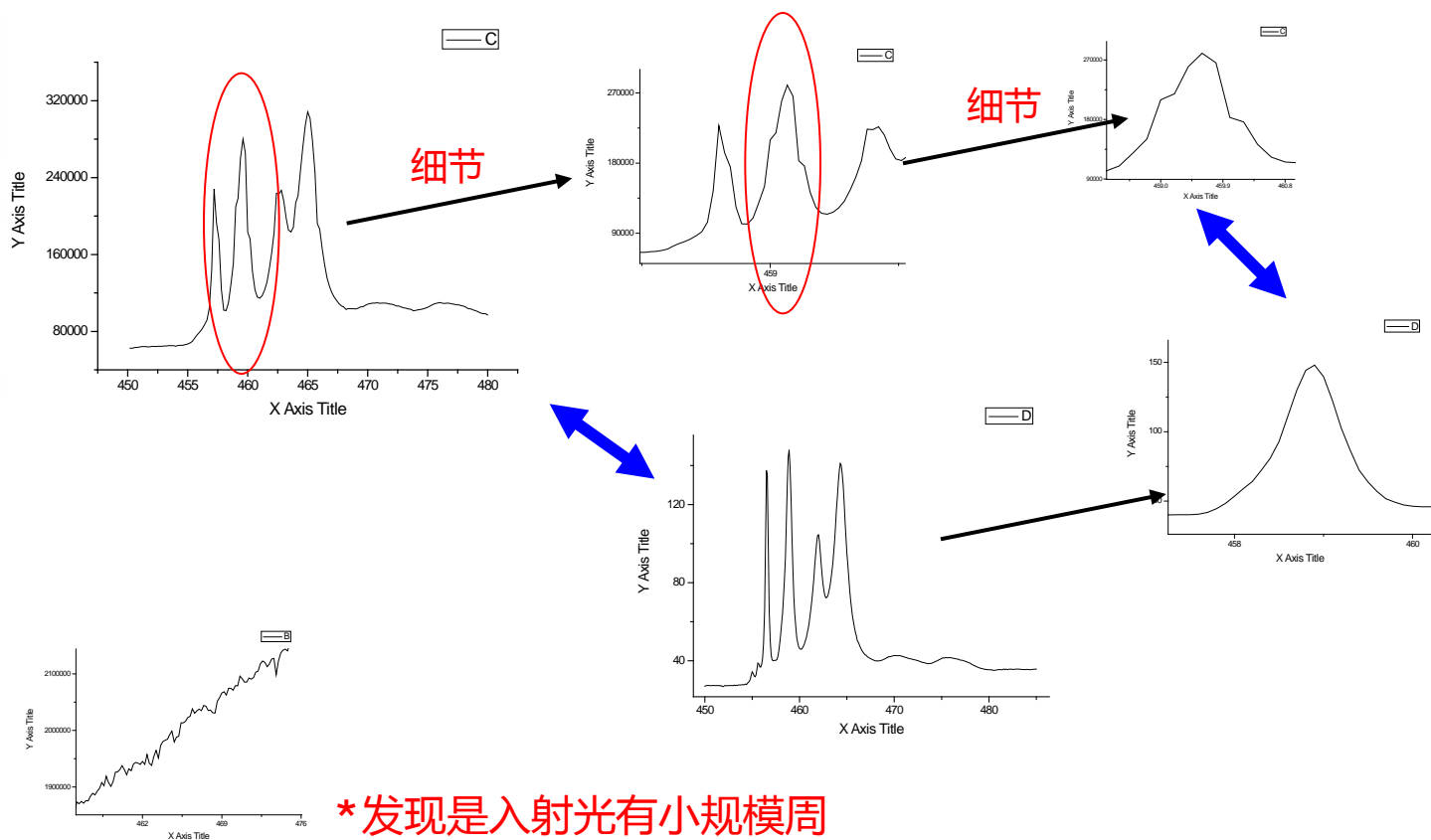
注意：好数据（发表级别）需要耐心



# 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  
和数据分折讲习班

武汉·2014

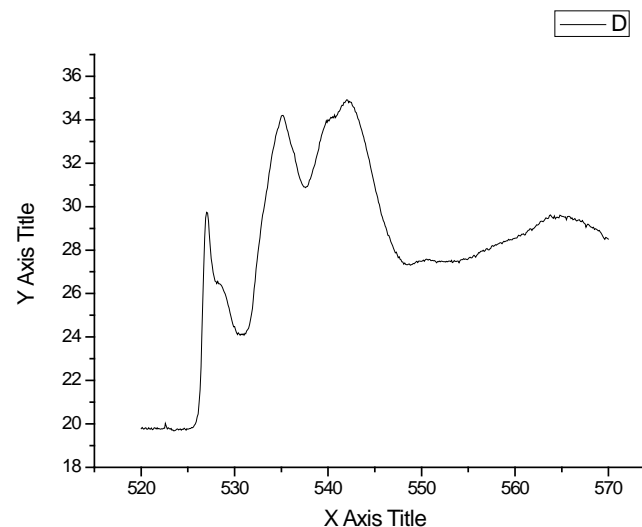
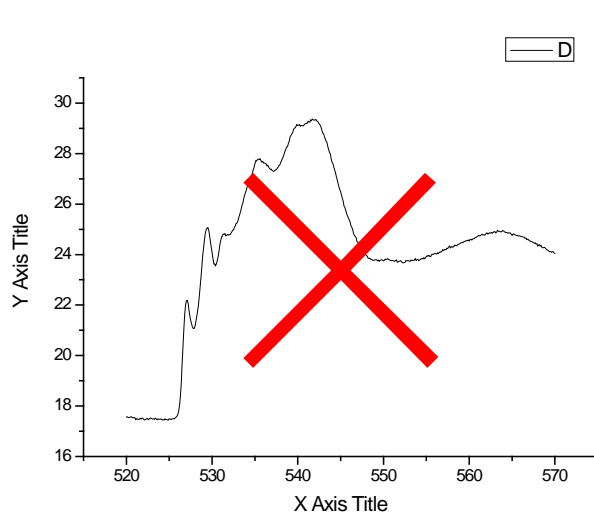


中国科学院高能物理研究所

# 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



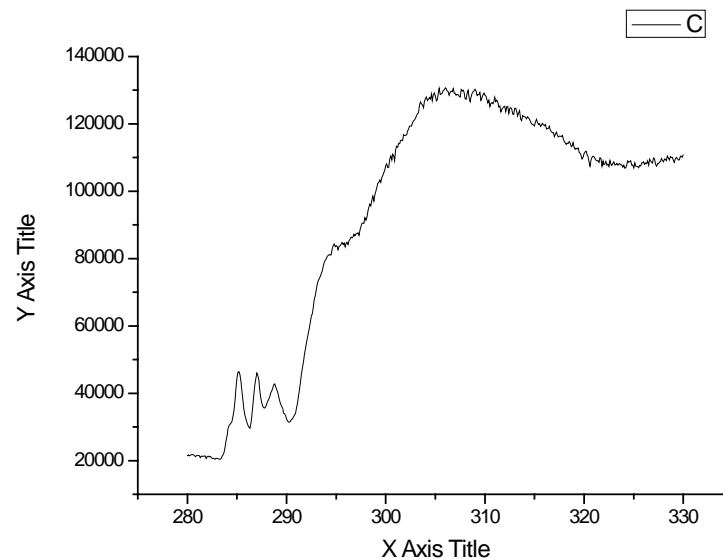
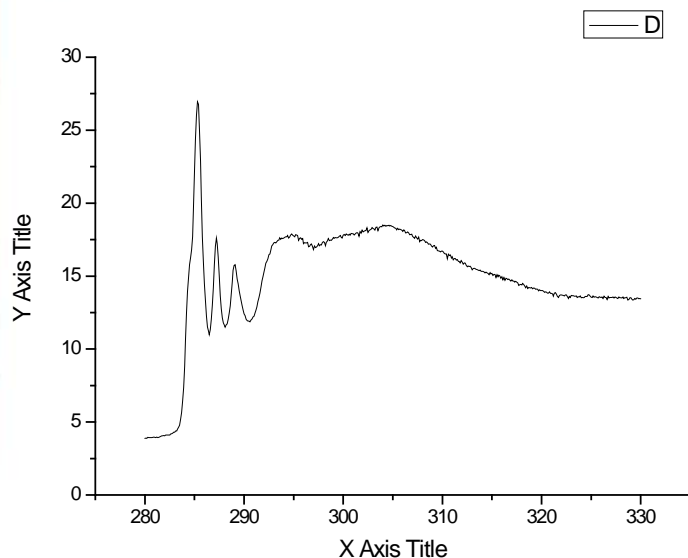
?

样品与光的位置调整合适



# 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  
和数据分折讲习班

武汉·2014

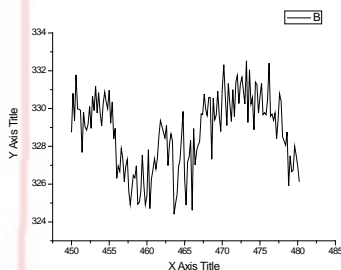


中国科学院高能物理研究所

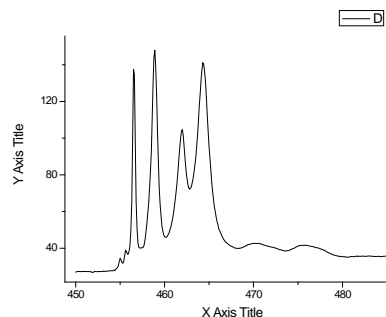
# 实验过程与注意事项

## 实例四

样品导电性差，导致荷电现象

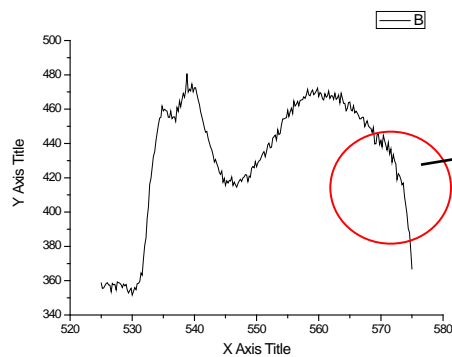


SrTiO<sub>3</sub>不导电



Nb : SrTiO<sub>3</sub>导电

\* 荷电现象是TEY模式测量吸收谱的最大干扰。



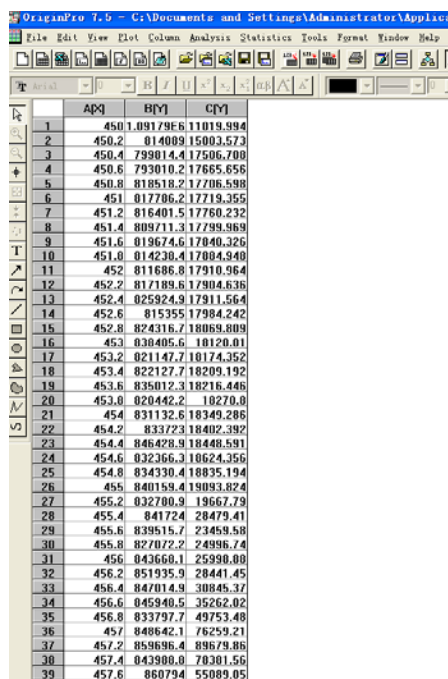
\* 样品荷电积累逐步增高，造成实验假象

好的实验数据需要周密的实验准备和足够的耐心

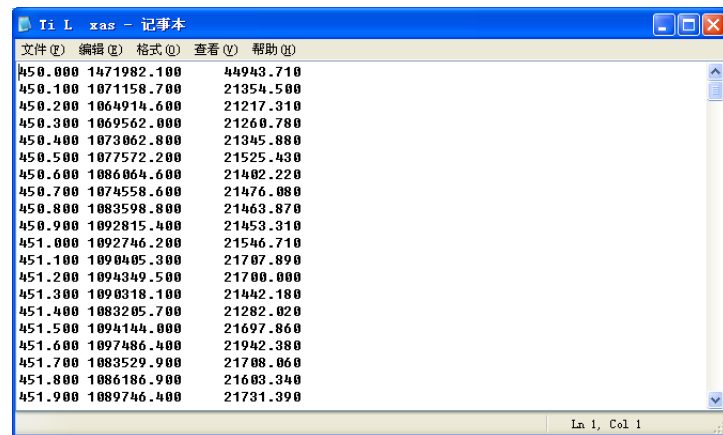
# 实验过程与注意事项

## 第四步 数据信息

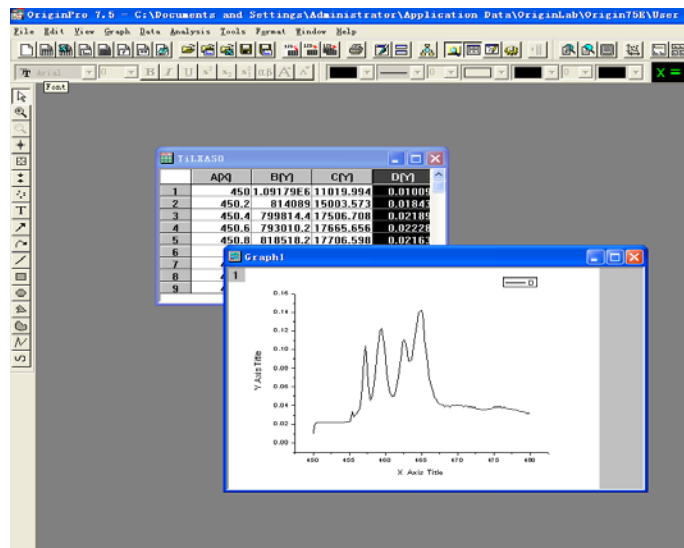
实验数据自动存储为文本文件，\*.txt  
支持origin或excel等处理软件初步处理。



	A[M]	B[M]	C[M]
1	450.1091796	611019.994	
2	450.2	814089.15003573	
3	450.4	799814.417506700	
4	450.6	793010.217665656	
5	450.8	818518.217706598	
6	451	817786.217719355	
7	451.2	816401.517760232	
8	451.4	808711.317799369	
9	451.6	819674.617804326	
10	451.8	814238.417884940	
11	452	811686.817910964	
12	452.2	817189.617904636	
13	452.4	825924.917911564	
14	452.6	815355.17984242	
15	452.8	824316.718069809	
16	453	830405.61812081	
17	453.2	821147.718174352	
18	453.4	822127.718209192	
19	453.6	835012.318216446	
20	453.8	820442.2182708	
21	454	831132.618349286	
22	454.2	833723.18402392	
23	454.4	846478.918448591	
24	454.6	832366.318624356	
25	454.8	834330.418835194	
26	455	840159.419083824	
27	455.2	832780.91956779	
28	455.4	841724.2847941	
29	455.6	839515.72345058	
30	455.8	827072.22499674	
31	456	843668.12539088	
32	456.2	851935.92844145	
33	456.4	847014.93084537	
34	456.6	845940.53526202	
35	456.8	833797.74975348	
36	457	848642.17625921	
37	457.2	859696.48967986	
38	457.4	843988.07838156	
39	457.6	860794.5508905	



Energy (eV)	Intensity
450.000	1471982.100
450.100	1071158.700
450.200	1064914.600
450.300	1069562.000
450.400	1073062.800
450.500	1077572.200
450.600	1086864.600
450.700	1074558.600
450.800	1083598.800
450.900	1092815.400
451.000	1092746.200
451.100	1094005.300
451.200	1094349.500
451.300	1093318.100
451.400	1083205.700
451.500	1094144.000
451.600	1097486.400
451.700	1083529.900
451.800	1086186.900
451.900	1089746.400





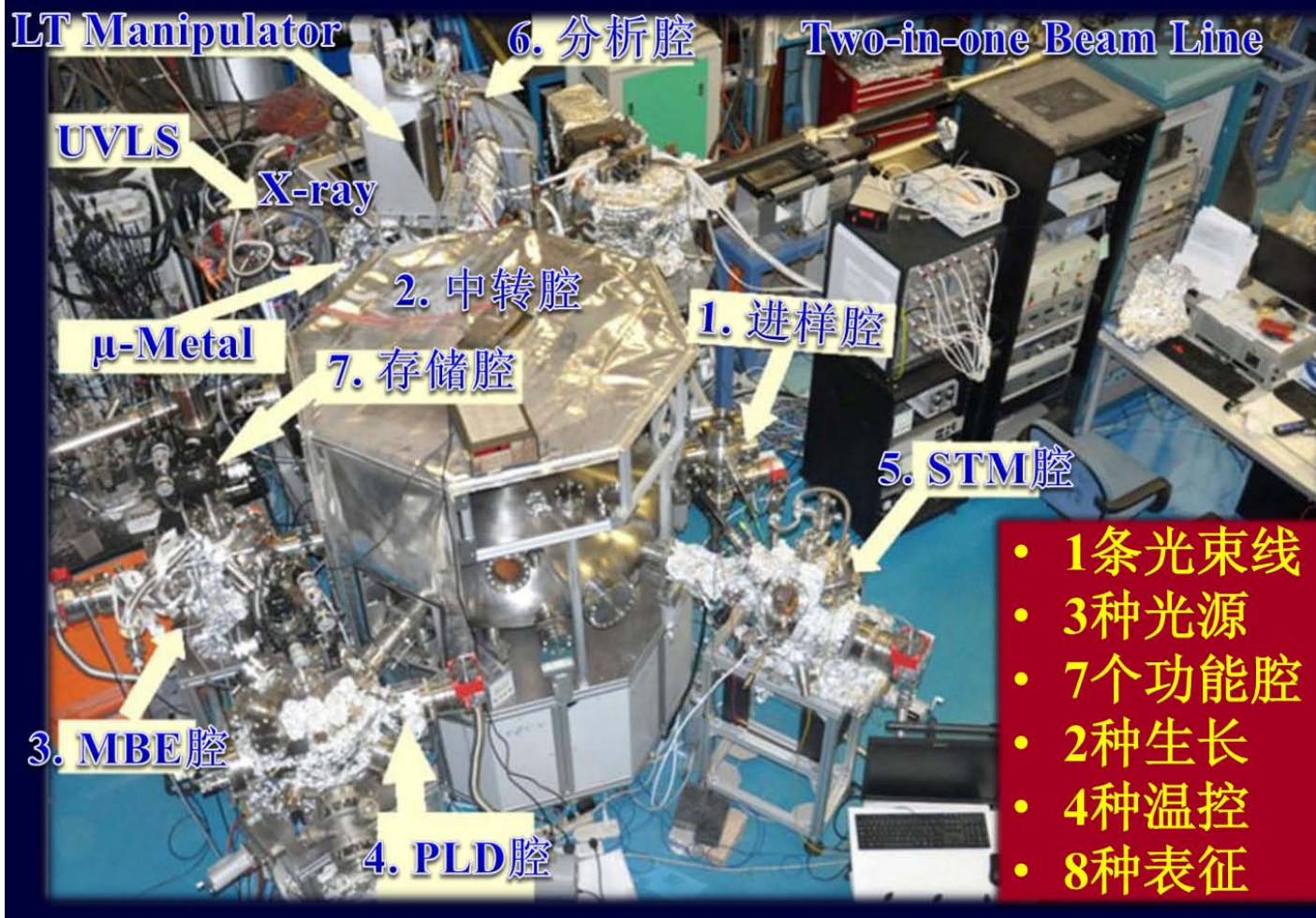


北京同步辐射装置  
Beijing Synchrotron Radiation Facility

×射线吸收谱学实验  
和数据分折讲习班

武汉·2014

## BSRF-4B9B新线站

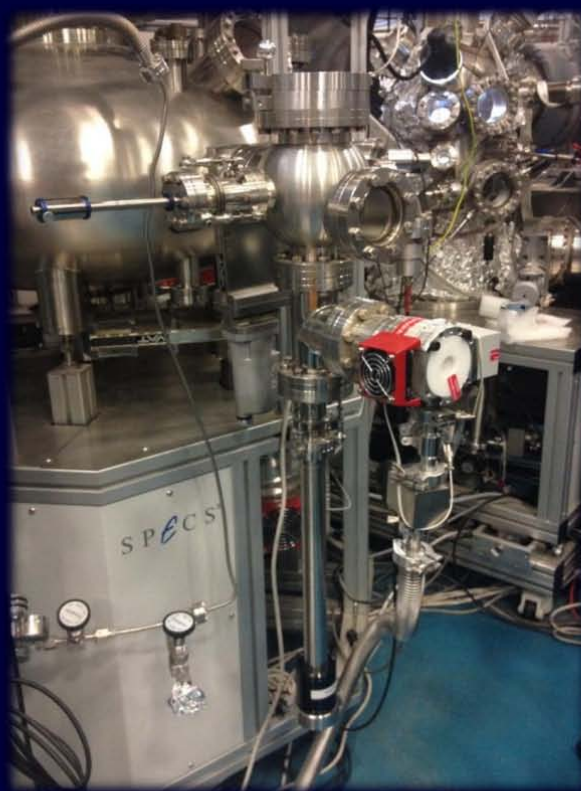


中国科学院高能物理研究所





## 1. 进样腔



- 真空度

优于 $1 \times 10^{-5}$  Pa

- 样品位置

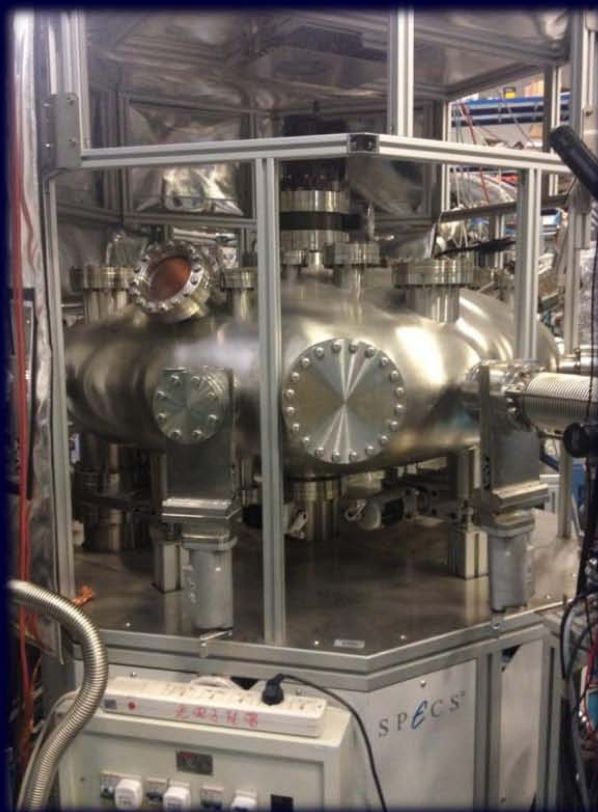
6个

传样安全便捷





## 2. 中转腔



- 真空度

$3 \times 10^{-10}$  Torr

- 样品位置

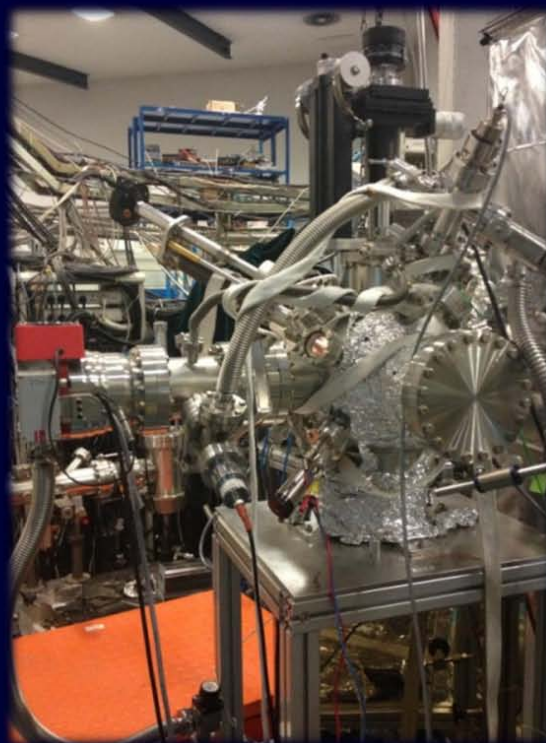
3个

四周连接功能腔体  
预留功能扩展接口





### 3. MBE腔



- 真空度

$3 \times 10^{-10}$  Torr

- 清洁

- ① Ar<sup>+</sup> Gun:

Spot Size ~ 160-1000  $\mu\text{m}$

160  $\mu\text{m}$  @  $I_{\text{ion}}=0.7 \mu\text{A}$

$E_{\text{ion}}=5 \text{ keV}$

125  $\mu\text{m}$  @ 0.4  $\mu\text{A}$  and 3 keV

- ② E-Beam Heating :

$T \sim 400\text{-}1500 \text{ K}$

- 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

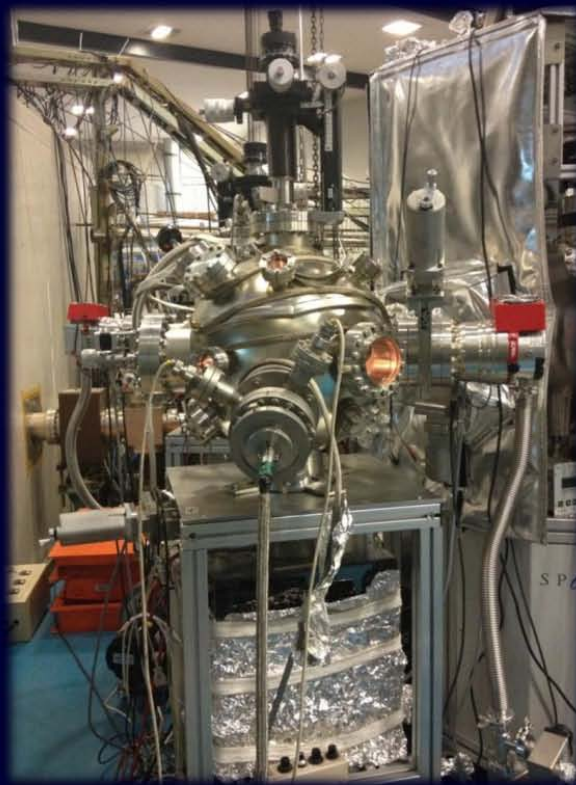
标准薄膜生长配置







## 4. PLD腔



- 真空度

$3 \times 10^{-10}$  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:

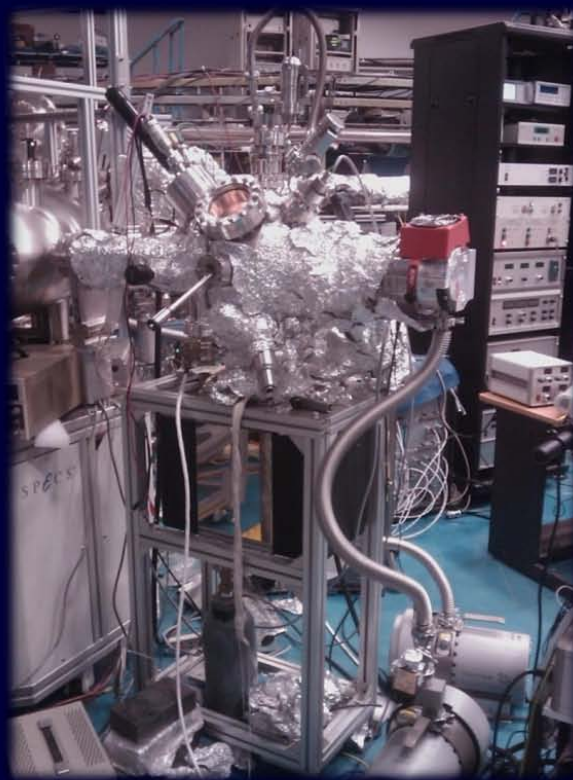
$E \sim 25 \text{ keV}, 1-3^\circ$

标准薄膜生长配置





## 5. STM腔



- 真空度

$2 \times 10^{-10}$  Torr

- 清洁

- ① Ar<sup>+</sup> 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:

90-400 K

- ① 横向分辨率:

1 Å

- ① 纵向分辨率:

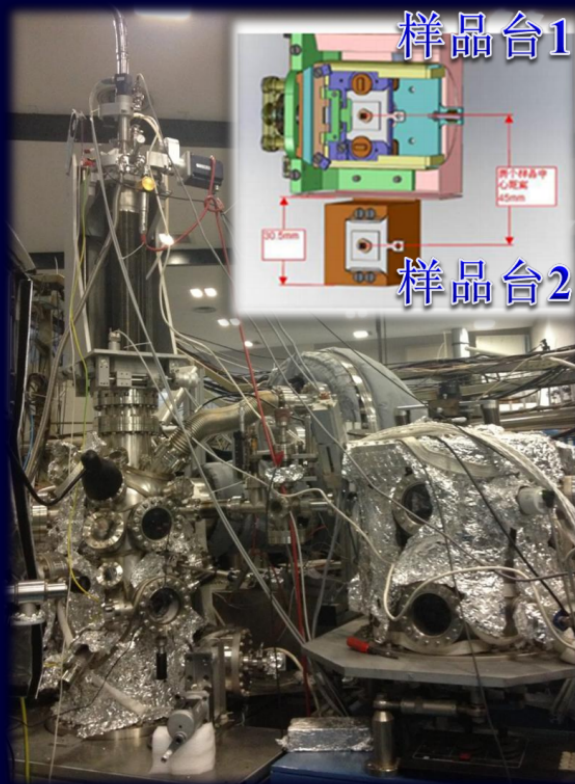
0.1 Å

**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

$1 \times 10^{-10}$  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
- ② 用途: AES、功函数

- 监测

LEED



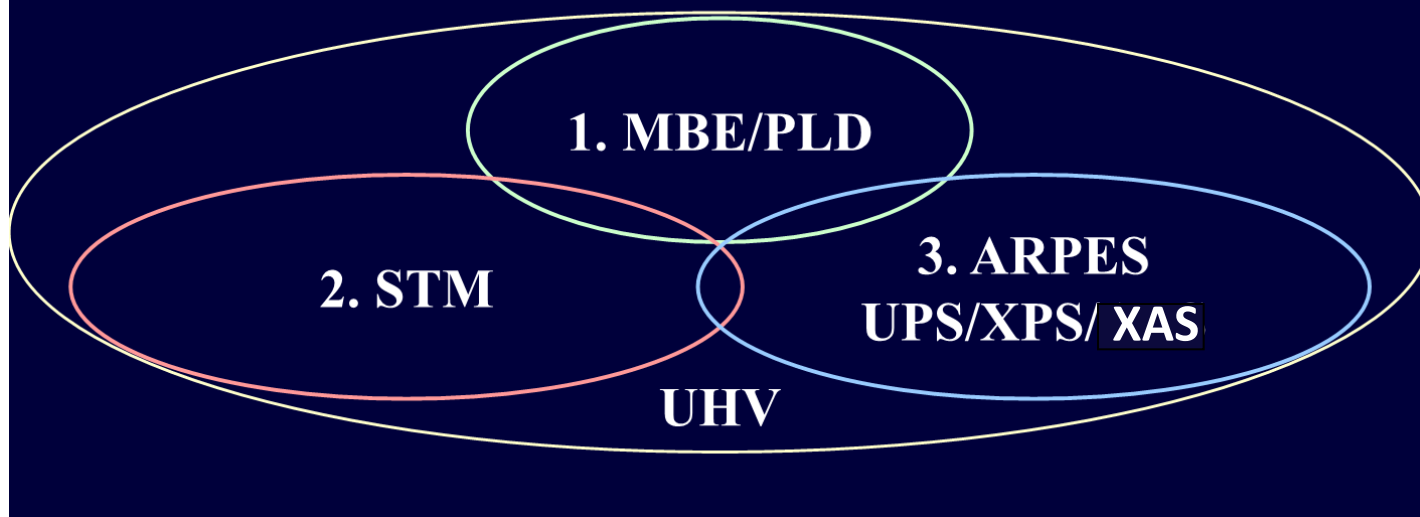




## BSRF-4B9B新线站

-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





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

感谢关注  
欢迎申请机时



中国科学院高能物理研究所

谢谢