



北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

中能X射线实验站 设备和功能简介

郑雷

多学科研究中心软X射线光学组



中国科学院高能物理研究所

主要内容



北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

- 前言
- BSRF-4B7B软X射线光束线、站
- BSRF-4B7A中能光束线、站
- 实例
- 注意
- 展望
- 总结
- 联系方式

×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

前言



北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

软X射线光学组光束线：

- 3W1B (1996年)，软X射线光束线50—1600eV
- 4B7A (2003年)，中能光束线1750–6000eV
- 4B7B (2009年)，软X射线光束线50—1600eV

软X射线光学组研究领域：

– 软X射线光学（上世纪90年代至今）

- 光学元件（镜子、多层膜、光栅、晶体、滤片等）表征
- 探测器标定

– 吸收谱测量（2007年至今）

-

×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



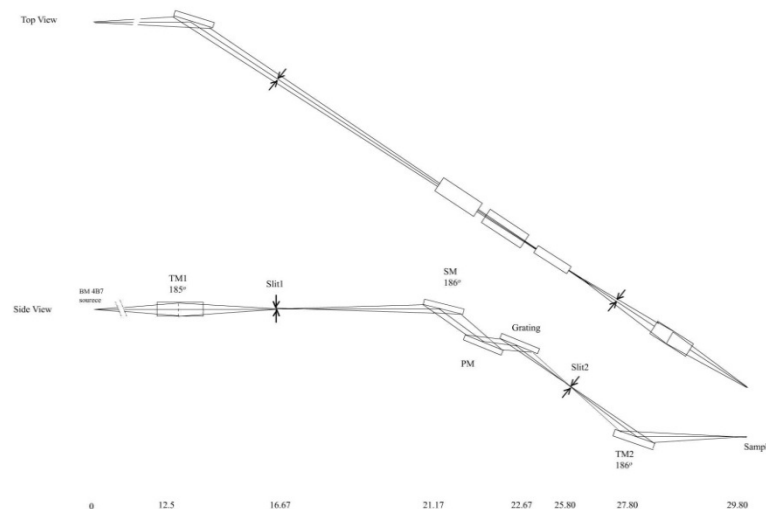
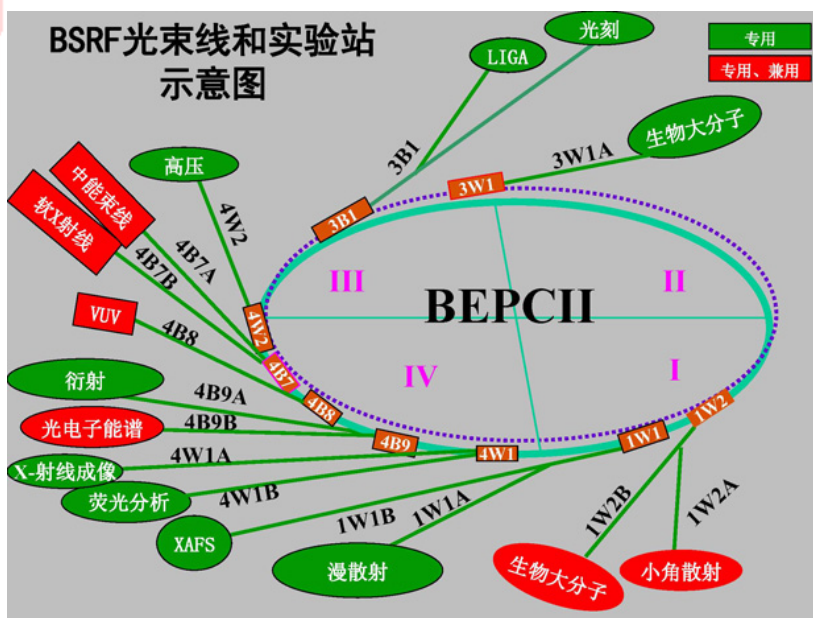
北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

BSRF-4B7B软X射线光束线

- 单色光能量范围：50-1600eV
- 能量分辨率：2500@245eV
- 光通量： $10^9 \sim 10^{10}$ photons/s
- 光斑尺寸：3mm(H) × 1mm(V)
- 光谱纯度：高
- 单色器：变线距平面光栅单色器

光栅方程：

$$d(\sin \alpha + \cos \beta) = m\lambda$$



×射线吸收谱学实验
和数据分折讲习班

武汉·2014

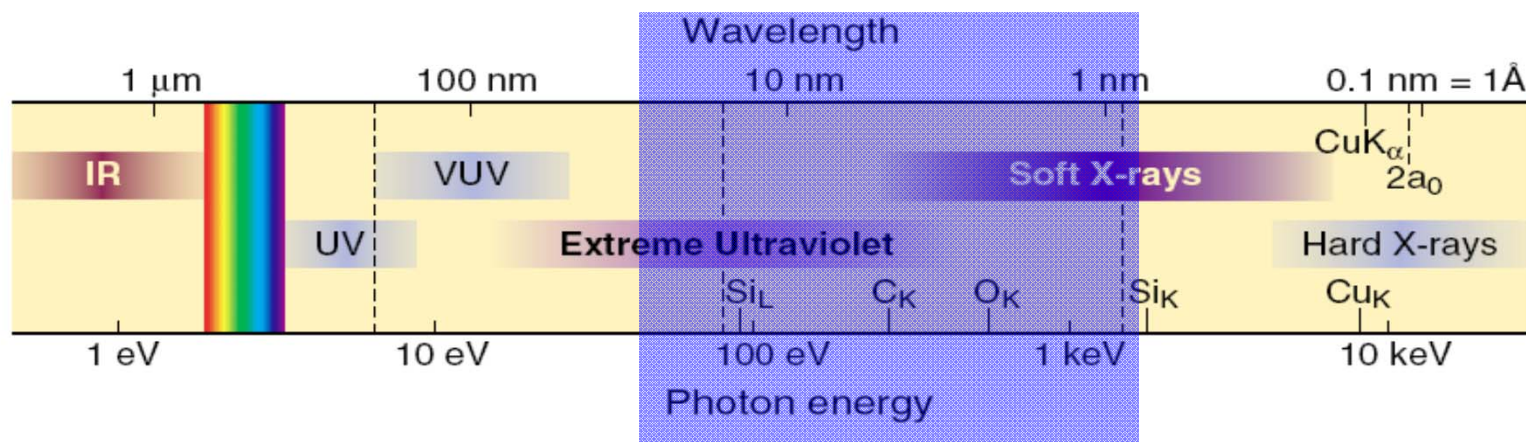


北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

×射线吸收谱学实验
和数据分折讲习班

武汉·2014

能量范围所覆盖的元素吸收边



50-1600eV

K吸收边: C, B, O, N, Na, Mg, Al

L吸收边: Si, S, P, Ti, Fe, Co, Ni, Cu.....



中国科学院高能物理研究所

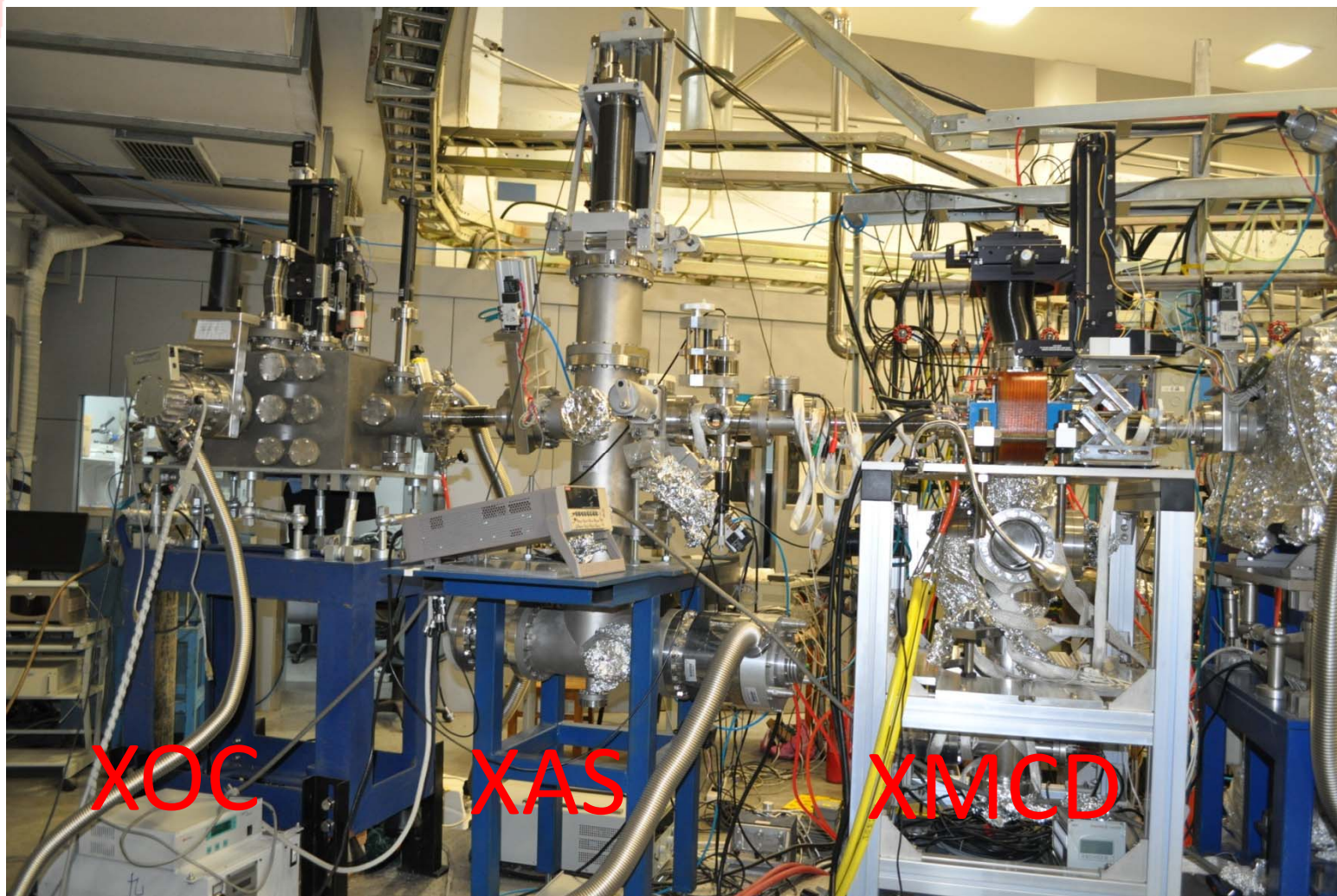


北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

×射线吸收谱学实验
和数据分折讲习班

武汉·2014

4B7B实验站照片



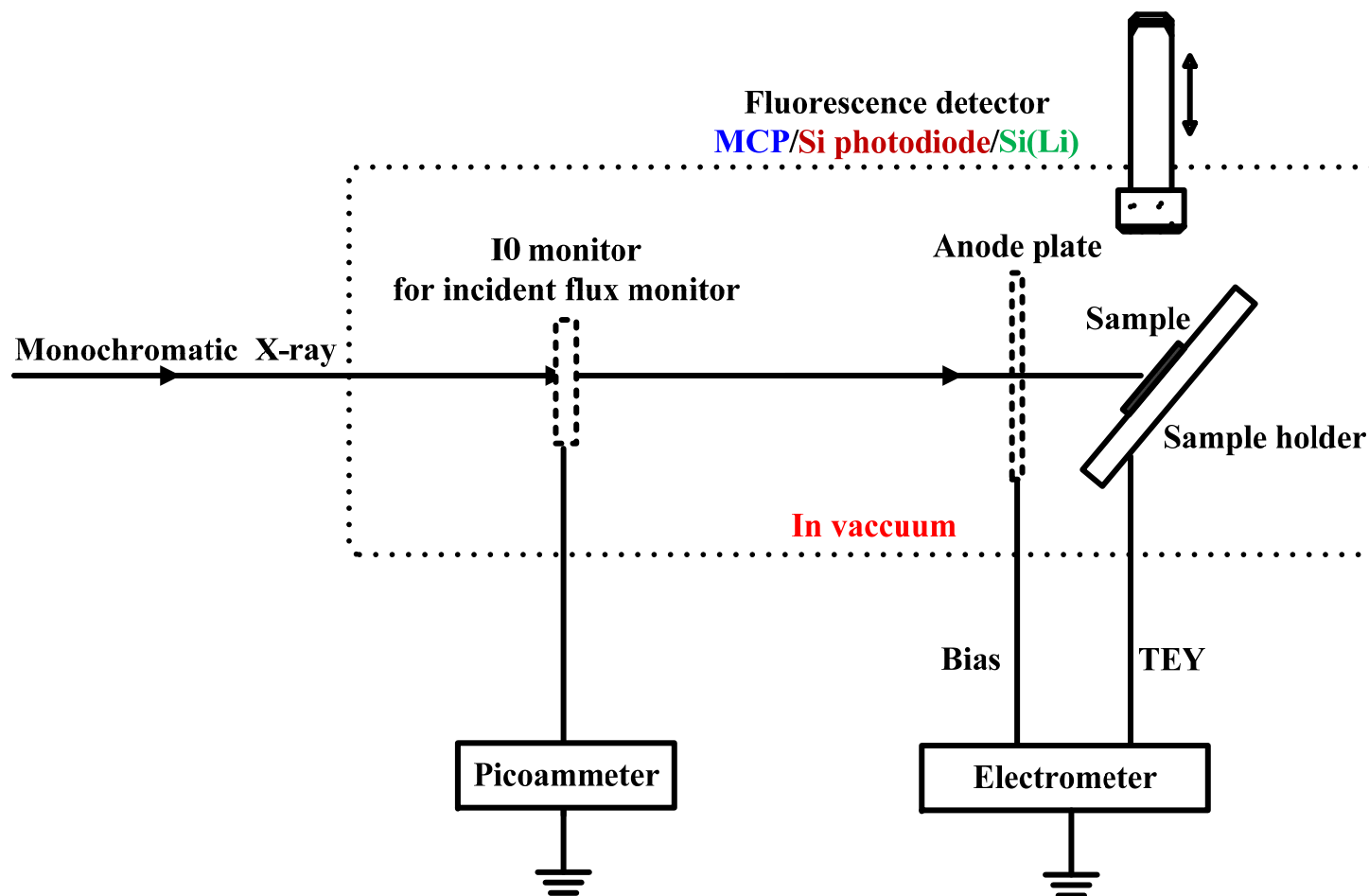


北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

×射线吸收谱学实验
和数据分析讲习班

武汉·2014

软X实验站吸收谱测量方法



- 全电子产额 (TEY) : 样品电流



北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

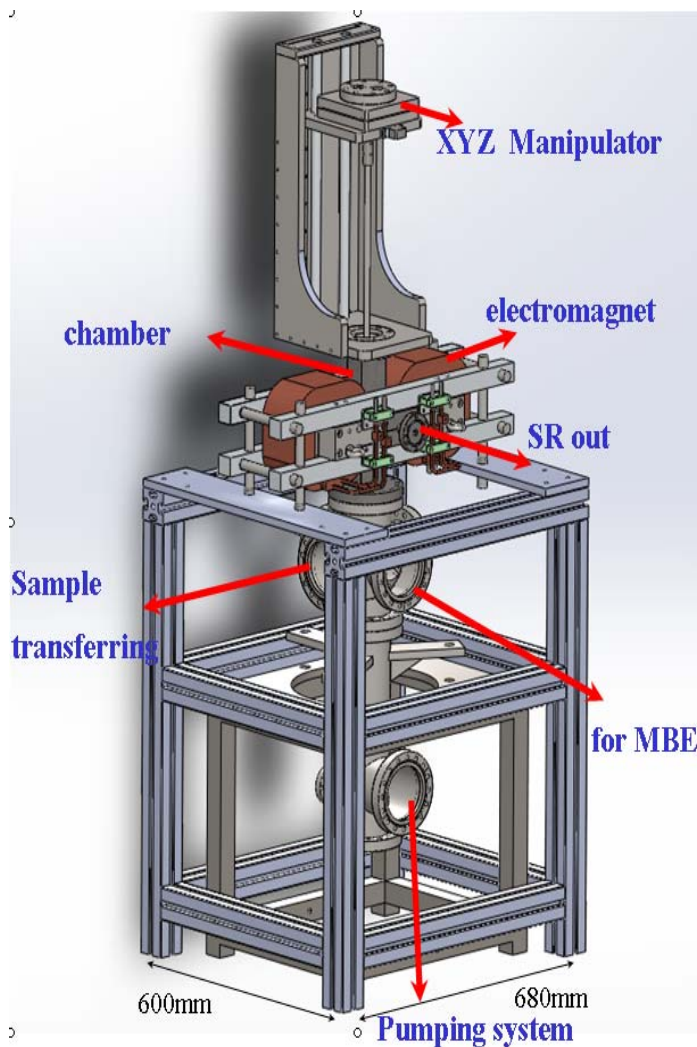
×射线吸收谱学实验
和数据分析讲习班

武汉·2014

XMCD测量装置

装置功能及参数如下：

1. 具备原位样品生长功能及传递功能
2. 在样品区域能提供0.5T磁场强度，并具备10平方毫米匀场区，磁场可以程控并能周期反转
3. 较低的剩余磁场
4. 真空优于 $1\text{E}-9\text{ torr}$
5. 低温（液氮）



中国科学院高能物理研究所



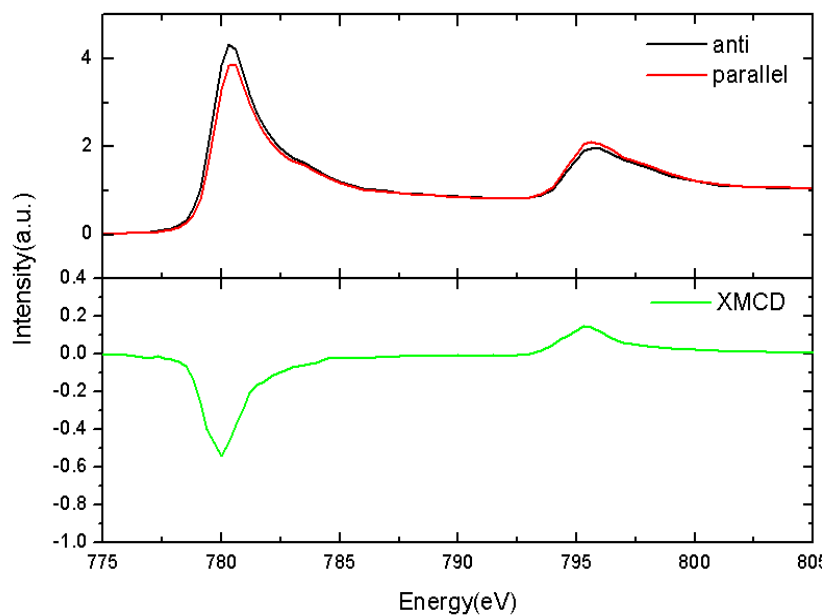
北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

×射线吸收谱学实验
和数据分析讲习班

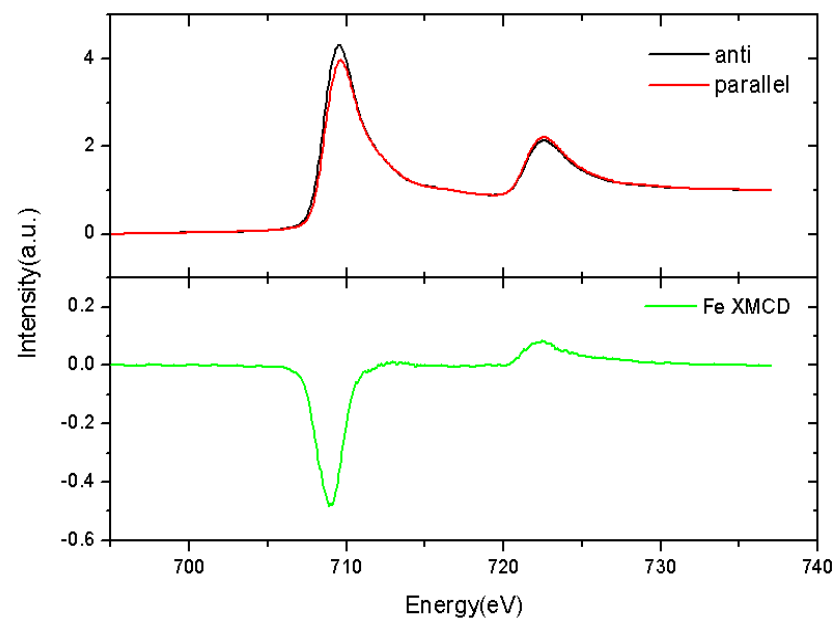
武汉·2014

电子产额模式

1.5mm 直径 99.95% Cobalt wire



1.0mm 直径 99.99% Iron wire



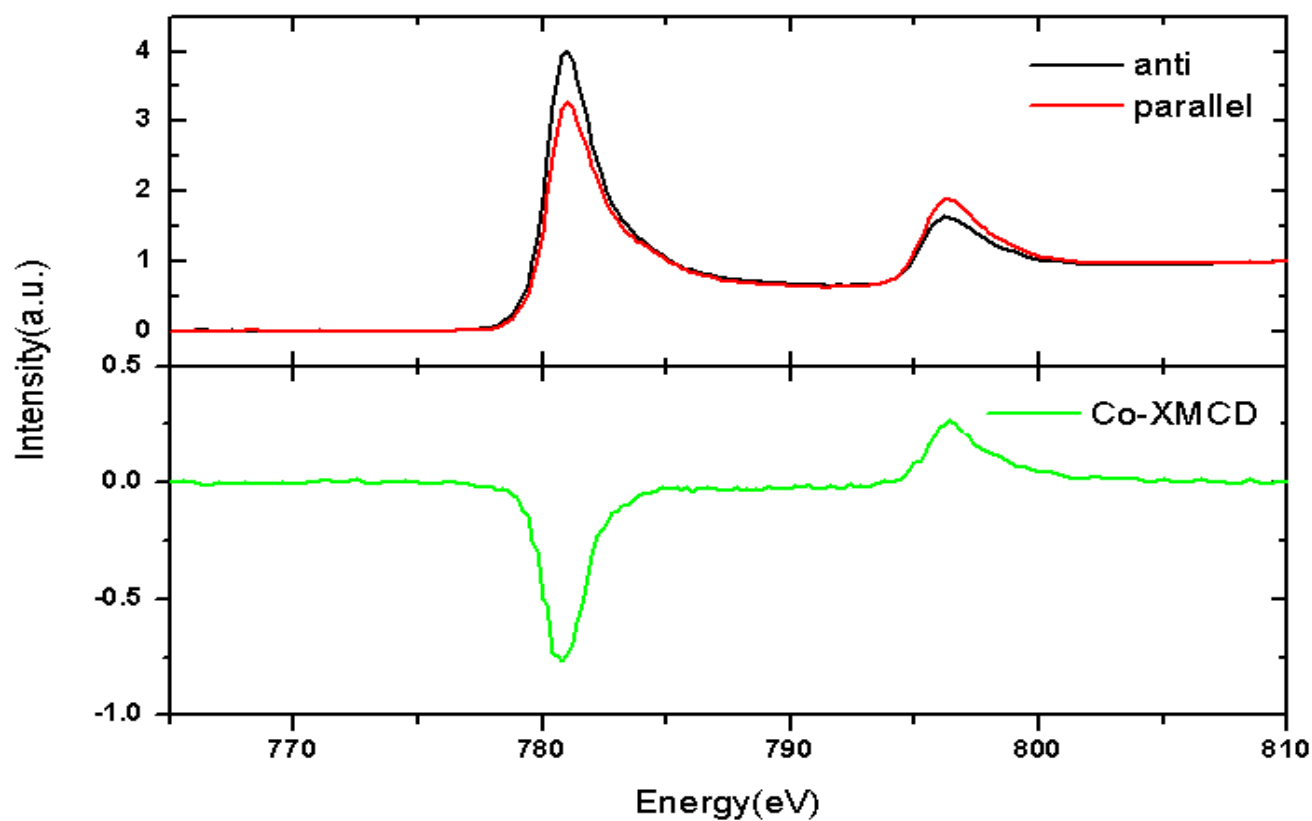
透射模式



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



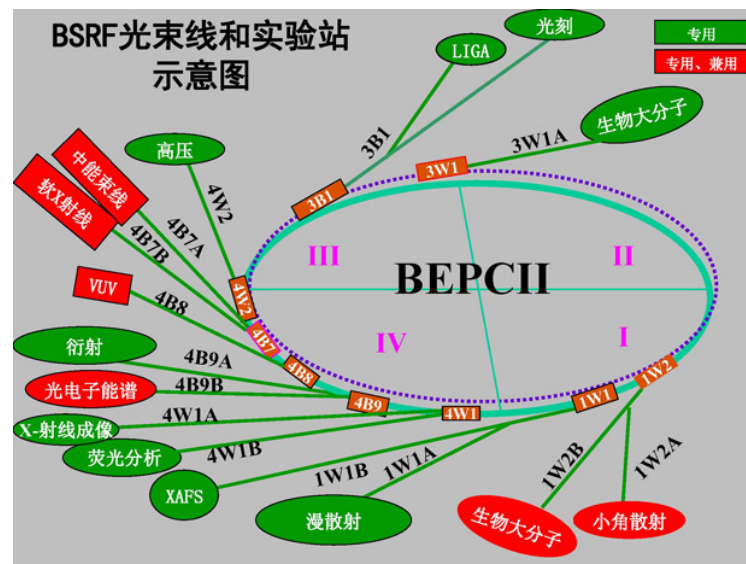
衬底C8H8薄膜，Co薄膜 透射模式XMCD信号更强



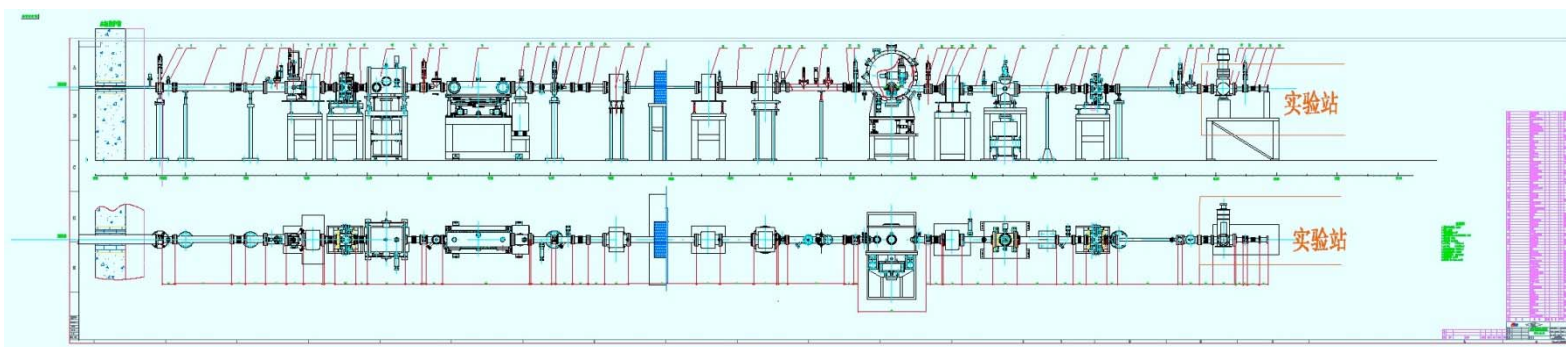
北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

BSRF-4B7A中能光束线

- 能量分辨率：5000@3206eV
- 光通量： $10^{10} \sim 10^{11}$ photons/s
- 光斑尺寸：3mm (H) \times 2mm (V)
- 光谱纯度：高
- 单色器可更换晶体：
 - 2.1-6.0keV；选用Si晶体
 - 1.75-3.5keV； 选用InSb晶体



布拉格公式： $2d \cdot \sin\theta = m\lambda$



×射线吸收谱学实验
和数据分折讲习班

武汉·2014

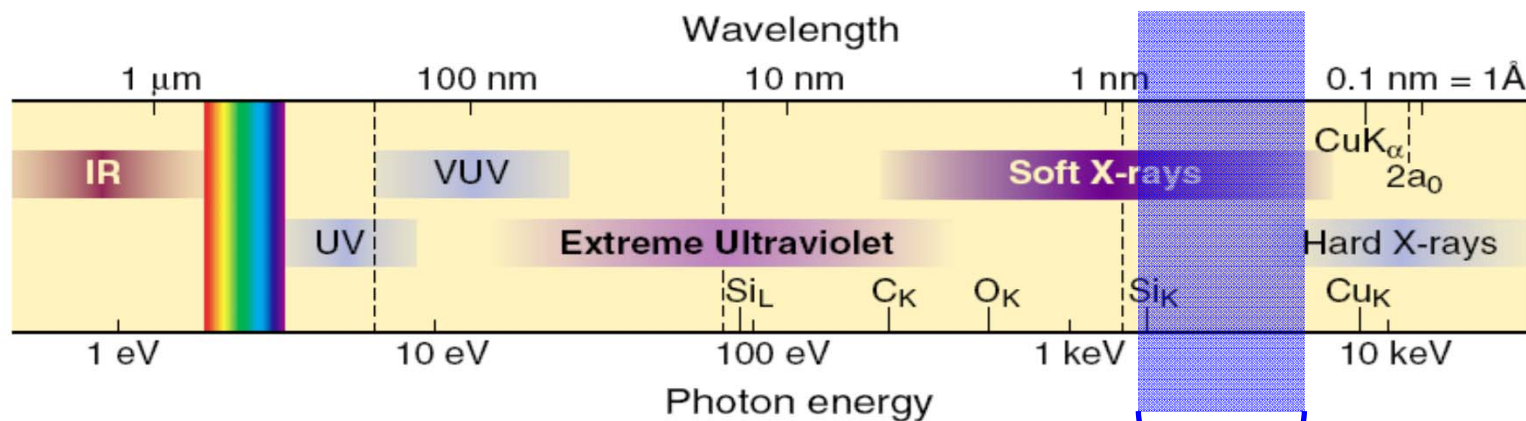


北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

×射线吸收谱学实验
和数据分折讲习班

武汉·2014

能量范围所覆盖的元素吸收边



1.75-6.0keV

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

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



中国科学院高能物理研究所



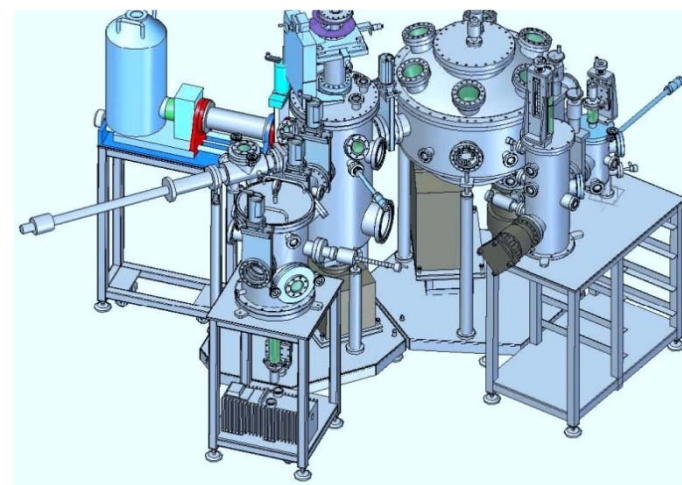
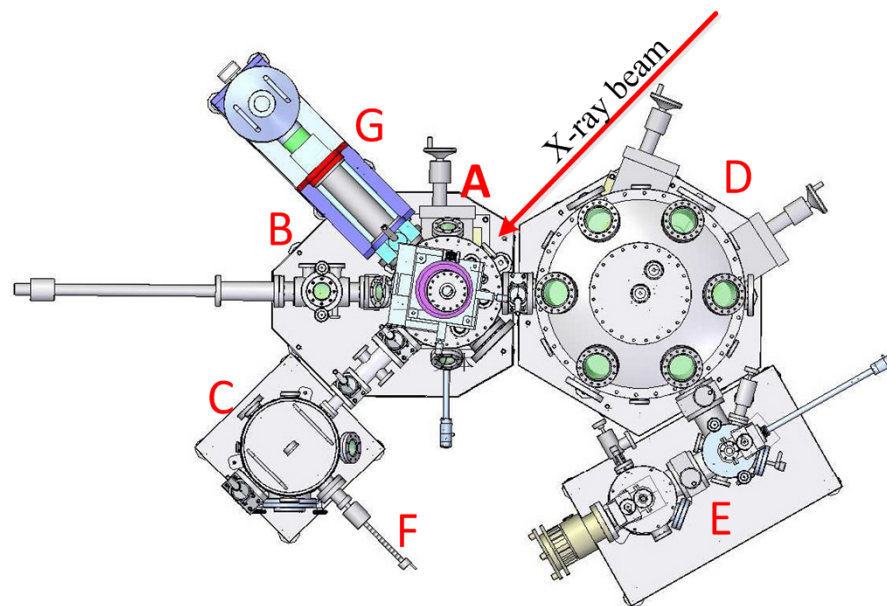
北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

×射线吸收谱学实验
和数据分折讲习班

武汉·2014

中能实验站

- A. 真空测量室
- B. 预抽室
- C. He环境测量室
- D. 中转室
- E. 退火室
- F. 单元SDD探测器
- G. ^{13}Si (^6Li) 阵列探测器



中国科学院高能物理研究所

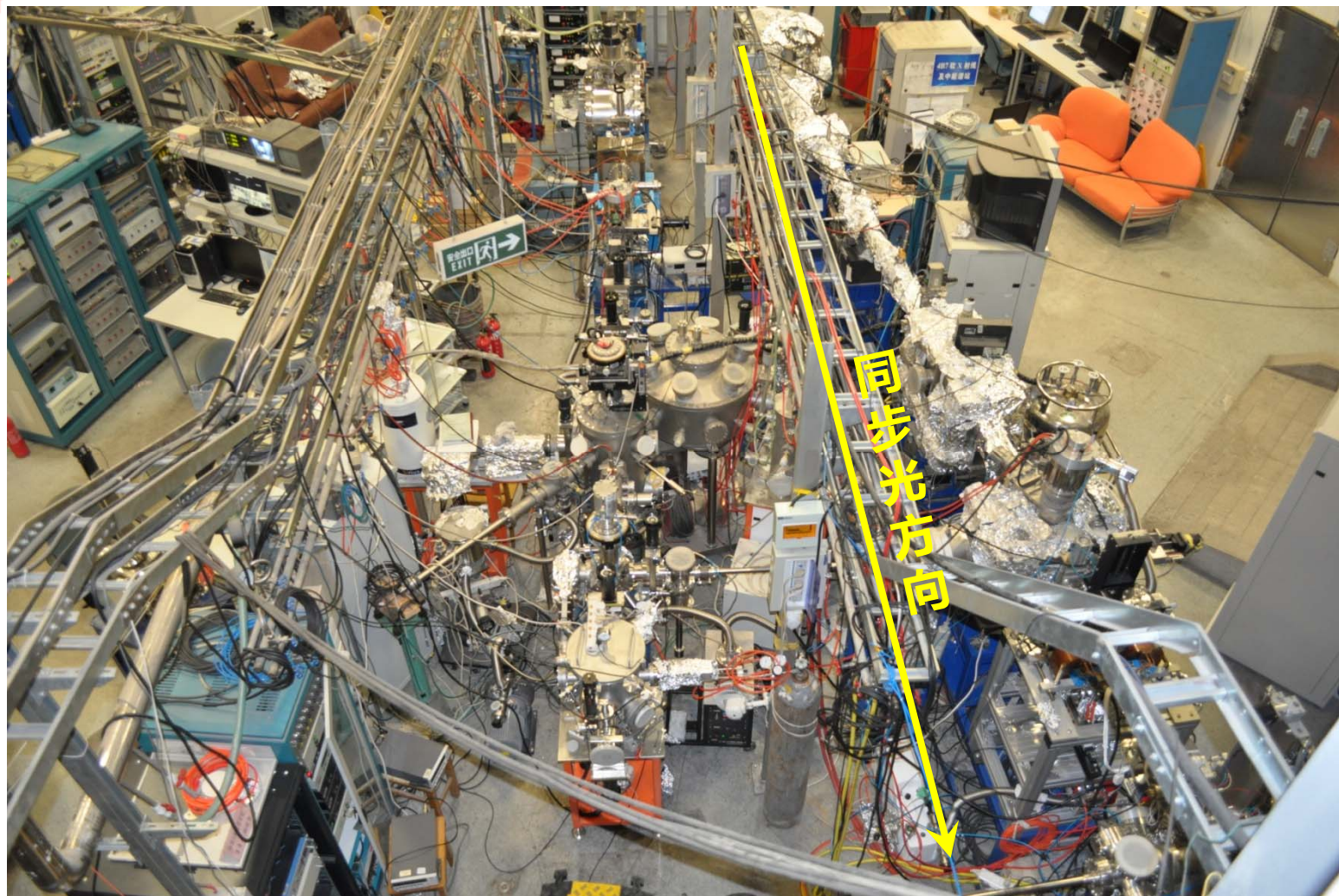


北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

×射线吸收谱学实验
和数据分折讲习班

武汉·2014

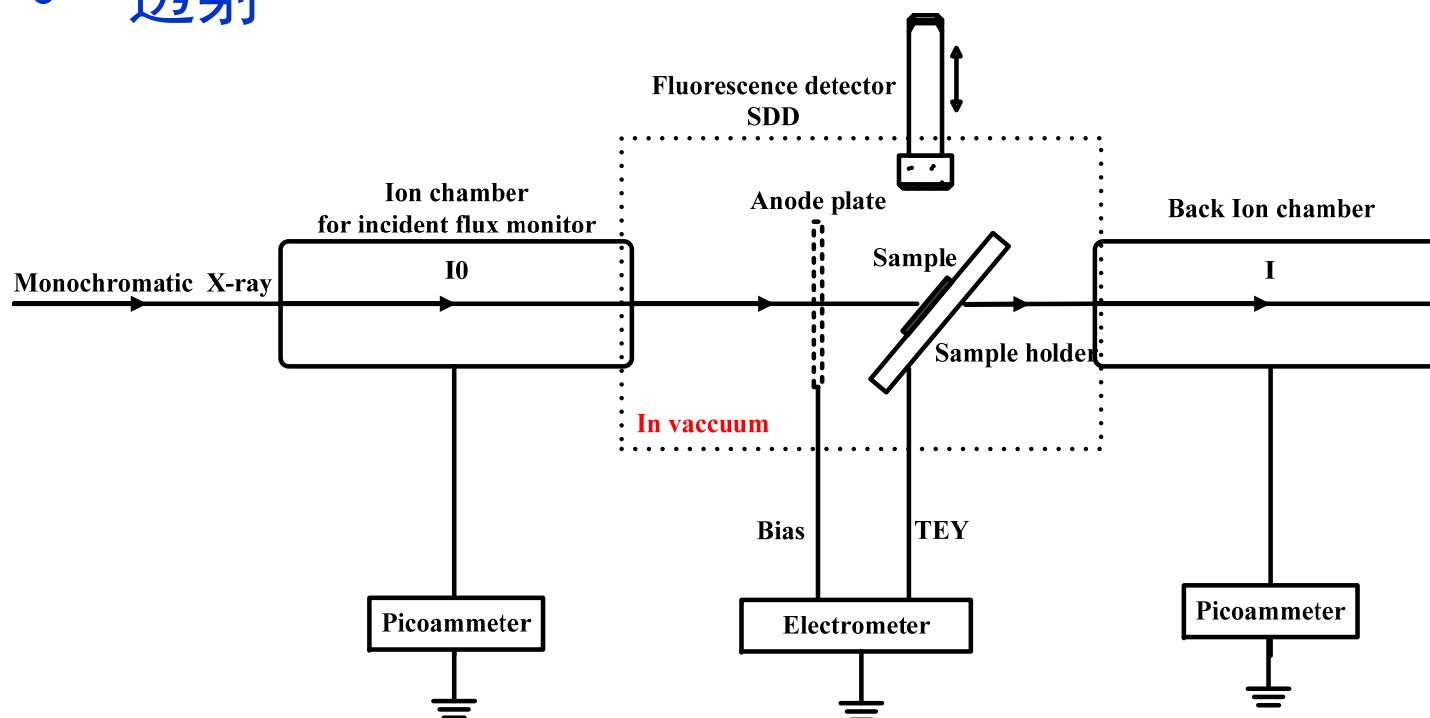
中能实验站照片





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



L. Zheng et al. / Spectrochimica Acta Part B 101 (2014) 1–5





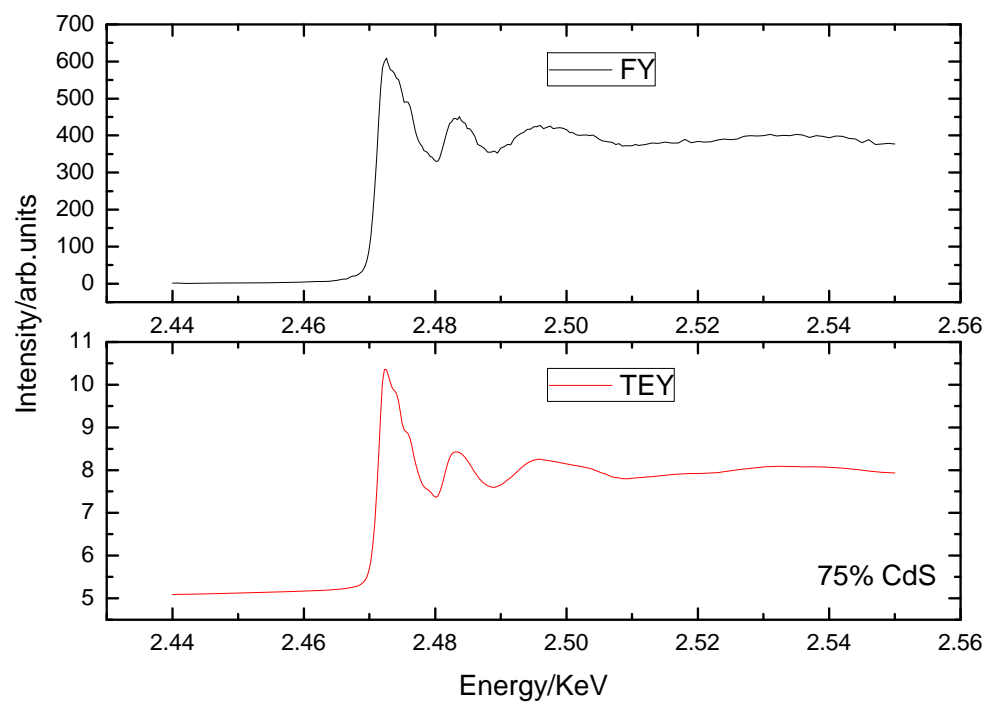
北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

×射线吸收谱学实验
和数据分折讲习班

武汉·2014

部分荧光法-特点

- 体效应
- 信号背底比S/B高
- 信噪比S/N稍差





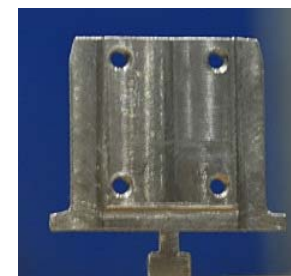
北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

×射线吸收谱学实验
和数据分析讲习班

武汉·2014

部分荧光法-样品（痕量）

- 样品要求（必要）：
真空
- 现有样品架可满足：
 - 粉末
 - 粉末压片或薄片类（厚度小于1mm）
- 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





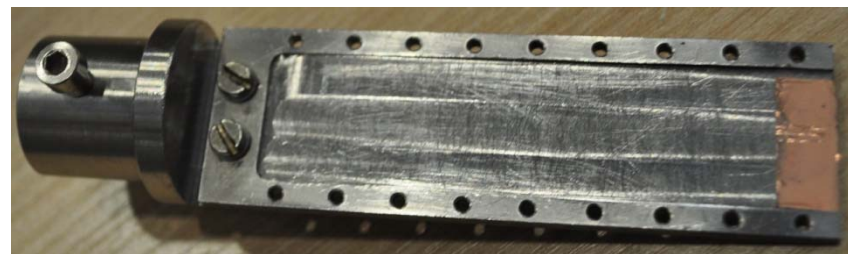
北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

×射线吸收谱学实验
和数据分析讲习班

武汉·2014

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

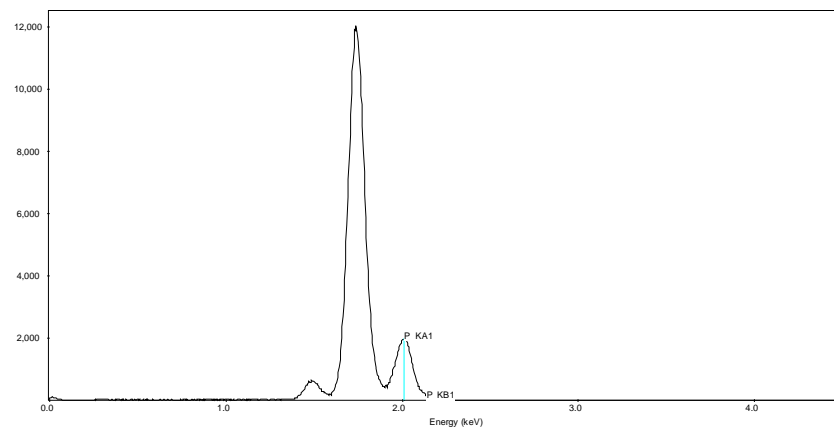
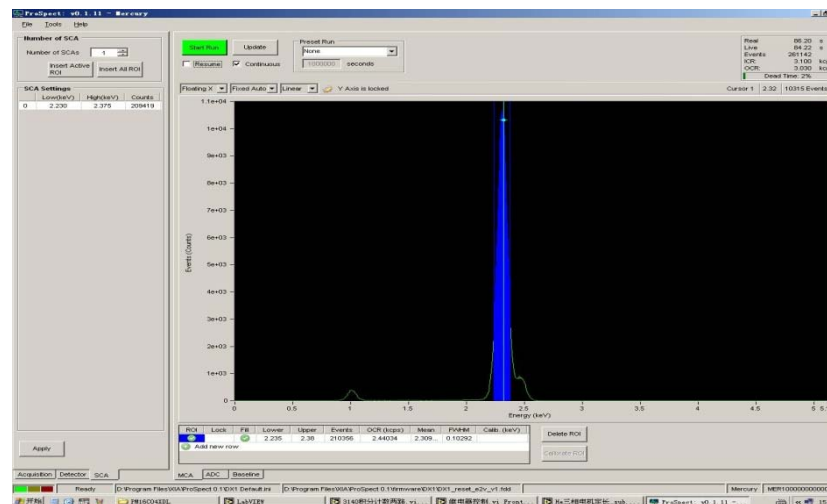




部分荧光法-样品信息

- 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—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？

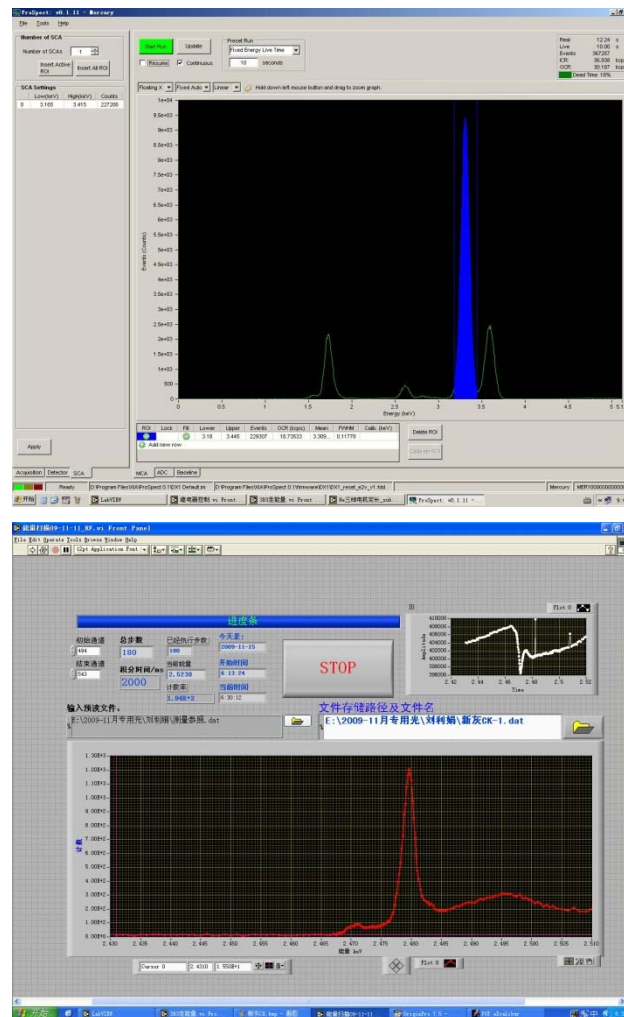
注：PFY建议含量小于5%
TEY建议含量大于20%





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:
 1. 设定待测元素的SCA
 2. 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

- ① 能量/keV
- ② 荧光计数率/ s^{-1}
- ③ I_0 计数率/ s^{-1}
- ④ 设定的积分时间/s
- ⑤ 实际的积分时间/s
- ⑥ 日期
- ⑦ 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-自吸收及修正

- **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

Athena

P105~107

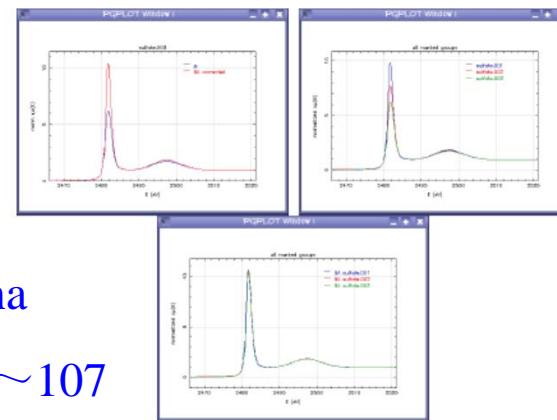
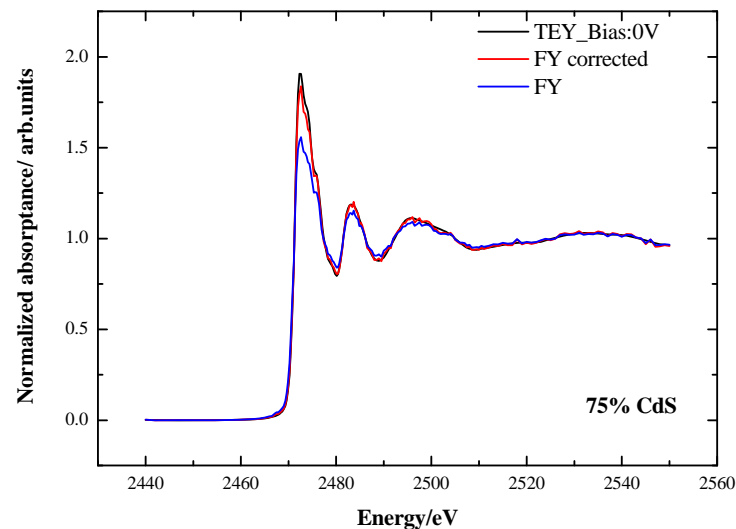


Figure 9.22: (Left) This is the 0.94M data corrected by this algorithm. (Right) Here is the raw data for the three samples. You can see the effect of self-absorption growing for the more concentrated samples. (Bottom) The corrected data. Not bad, eh?



L. Zheng et al. Chinese Physics C, 2011, 35(2): 199-202





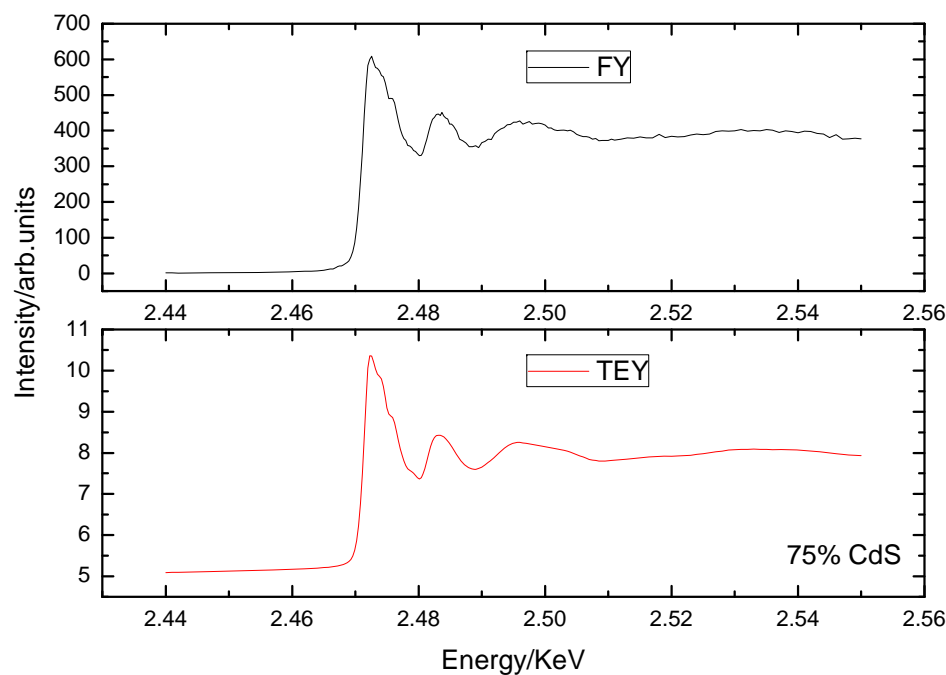
北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

×射线吸收谱学实验
和数据分析讲习班

武汉·2014

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



中国科学院高能物理研究所



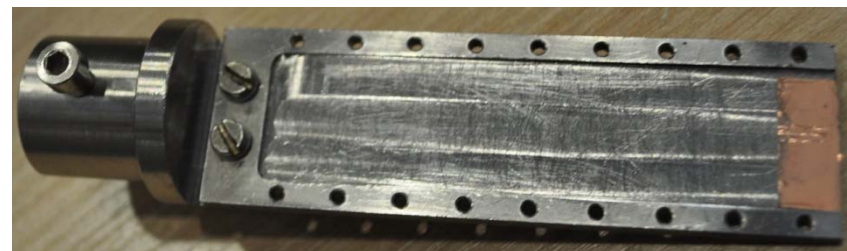
北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

×射线吸收谱学实验
和数据分折讲习班

武汉·2014

全电子产额法一样品

- 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





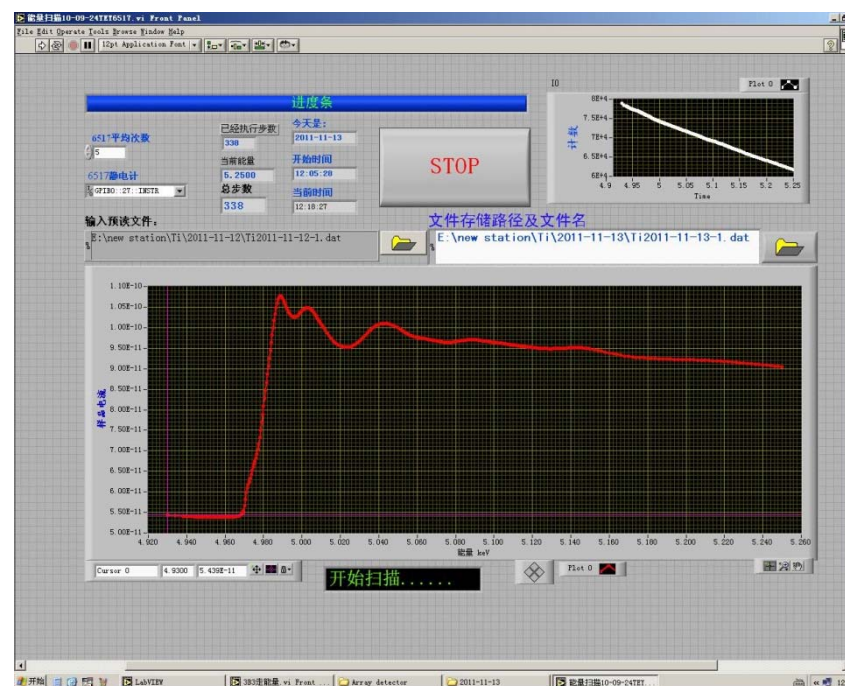
北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

×射线吸收谱学实验
和数据分析讲习班

武汉·2014

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



中国科学院高能物理研究所



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

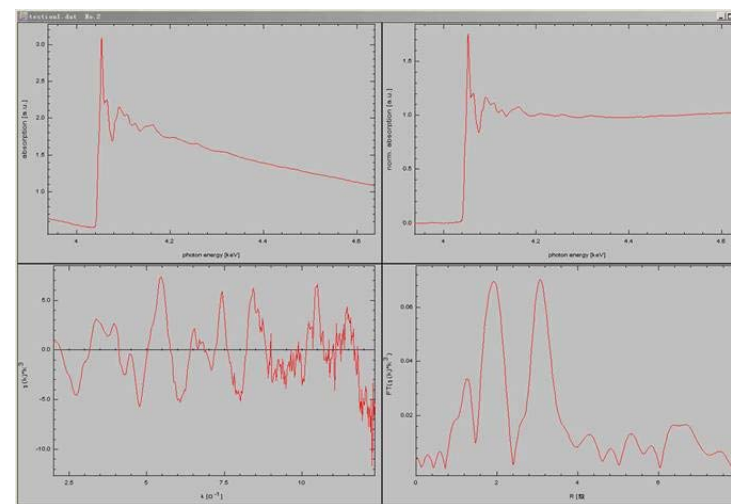
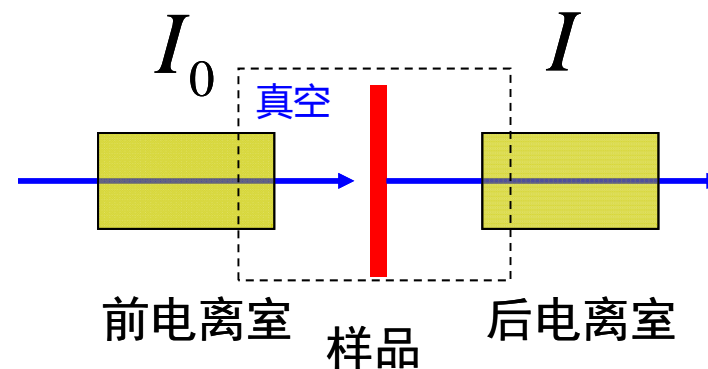
全电子产额法-数据格式

- ① 能量/keV
- ② 样品电流/A
- ③ 样品电流的相对标准偏差
- ④ I_0 计数率/s⁻¹
- ⑤ 日期
- ⑥ 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	2.302173E-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

透射法:

- 样品:
 - 真空环境
 - 粉末+超薄胶带
 - 薄膜
 -
- $\mu \sim \ln(I_0/I)$
- XANES
- EXAFS



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

低温装置

功能及参数：

- 低温测量室、原位蒸发、膜厚计，进样/预抽室；
- 最低温度 (15K)，控温精度（优于0.02K）；
- 测量方法：全电子产额（从样品表面引出）；
- 腔室真空度（优于 $2\text{E-}5\text{Pa}$ ）。



北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

×射线吸收谱学实验
和数据解析讲习班

武汉·2014

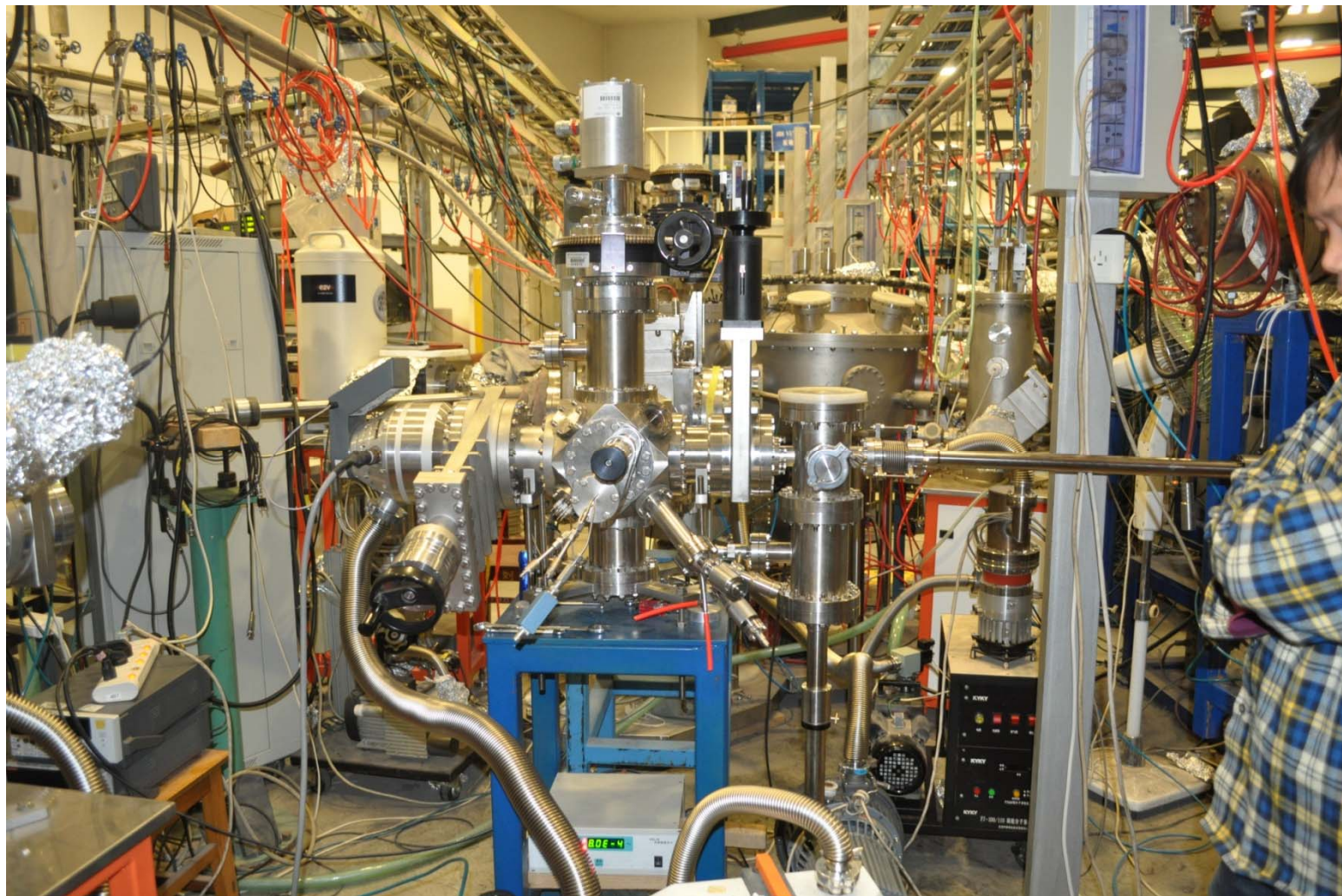


北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

×射线吸收谱学实验
和数据分析讲习班

武汉·2014

低温装置照片



中国科学院高能物理研究所



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

固态样品安装

