



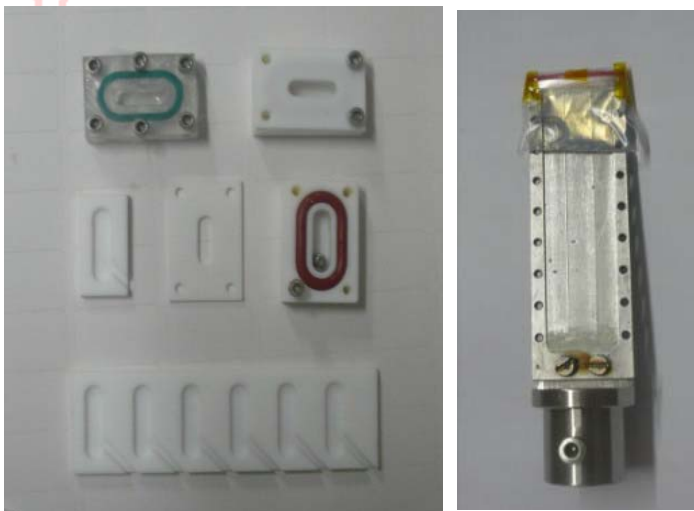
北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

×射线吸收谱学实验
和数据分折讲习班

武汉·2014

液体样品封装

氦气环境+部分荧光法



1. 各种液体样品池+Kapton胶带
 - 胶中含有Si
 - Si的荧光需要衰减
 - 气泡
2. 自封袋





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

液体样品封装

氦气环境+部分荧光法



- 自封袋（保鲜膜）（经济）
- Ultralene膜
- Polypropylene膜
- Mylar膜
- Kapton膜



封口机

注意：左图中的封口机不适用Kapton膜



中国科学院高能物理研究所

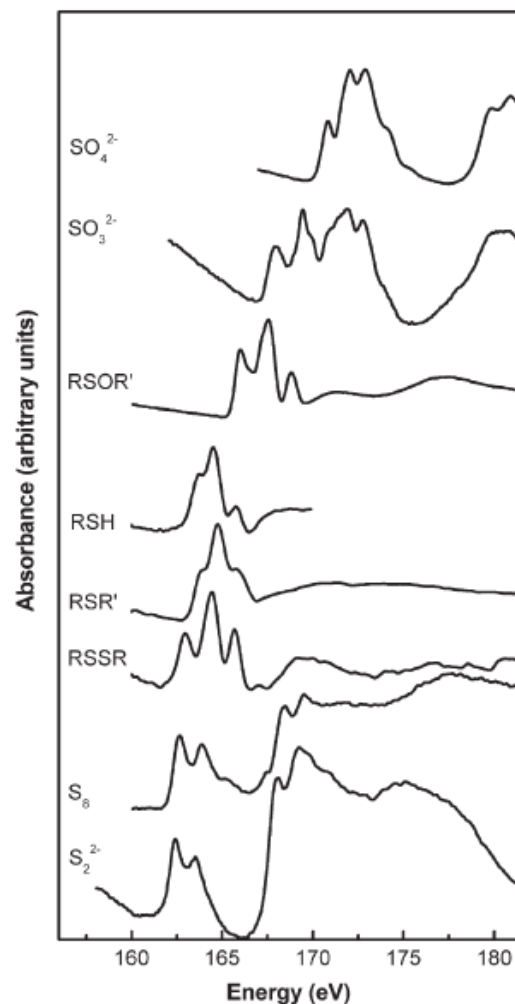
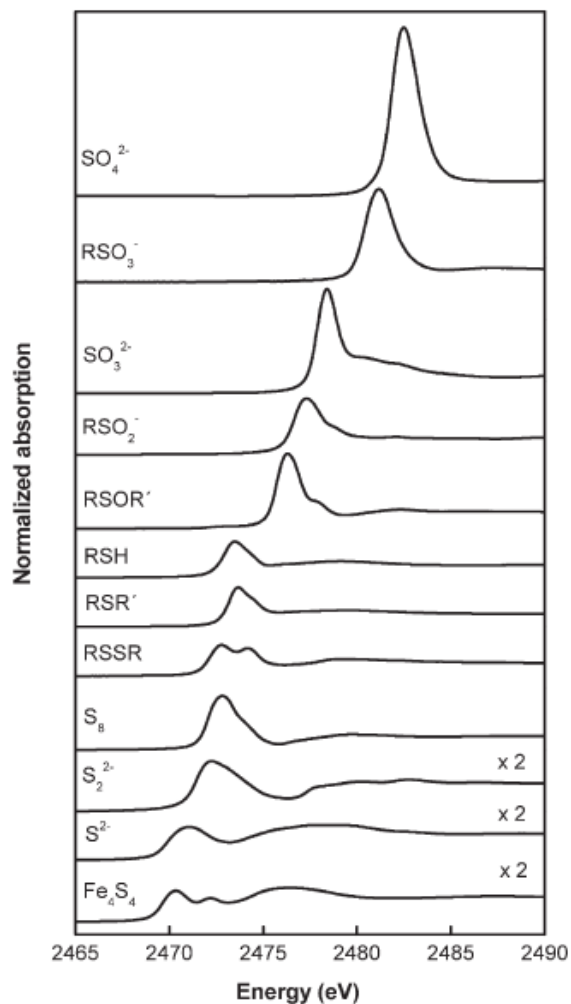


北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

×射线吸收谱学实验
和数据分折讲习班

武汉·2014

举例：硫（标样）的近边吸收谱



Sulfur: not a “silent” element any more 2006



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

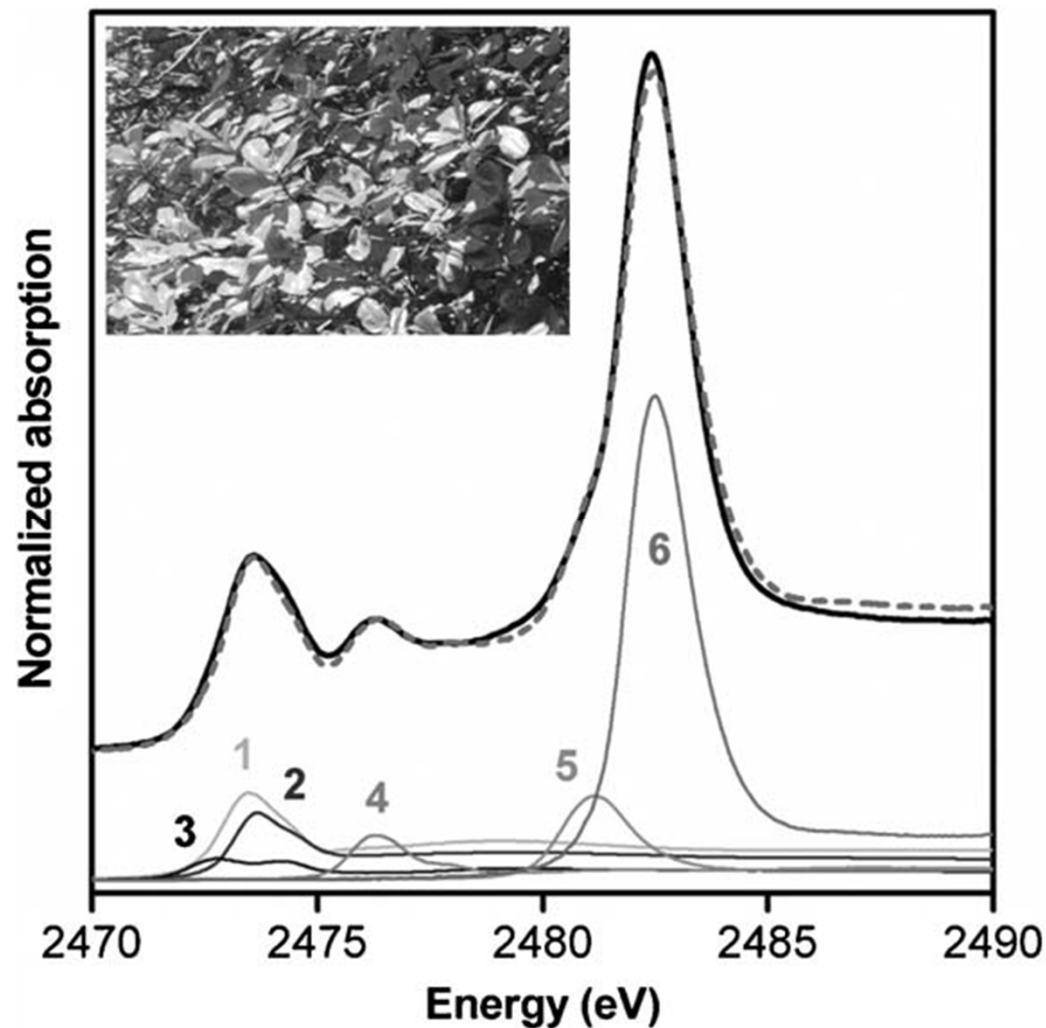
武汉·2014

LCF (LINEAR COMBINATION FIT)

组分:

1. thiol 硫醇(24%)
2. thioether 硫醚(17%)
3. disulfides 二硫化物(7%)
4. sulfoxide 亚砷(6%)
5. sulfonate 磺酸盐(9%)
6. sulfate 硫酸盐(37%).

木(玉)兰叶子



Sulfur: not a "silent" element any more 2006



中国科学院高能物理研究所

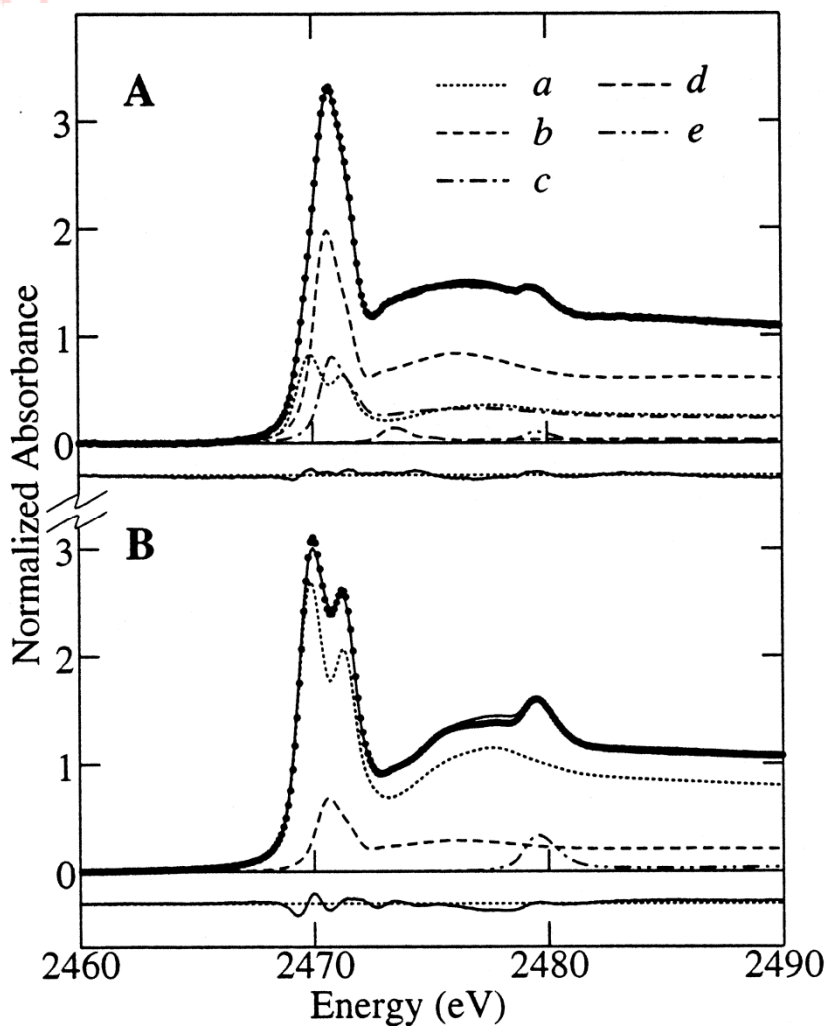


北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

×射线吸收谱学实验
和数据分析讲习班

武汉·2014

LCF (LINEAR COMBINATION FIT)



马血中的红细胞A和血浆B

oxidized glutathione (a)
cysteine (b)
methionine (c)
methionine sulfoxide(d)
sulfate (e)

氧化型谷胱甘肽(a),
半胱氨酸(b),
蛋氨酸(c),
蛋氨酸亚砷(d),
硫酸盐 (e)

I.J. Pickering et al./FEBS Letters 441 (1998) 11-14



中国科学院高能物理研究所

分峰



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

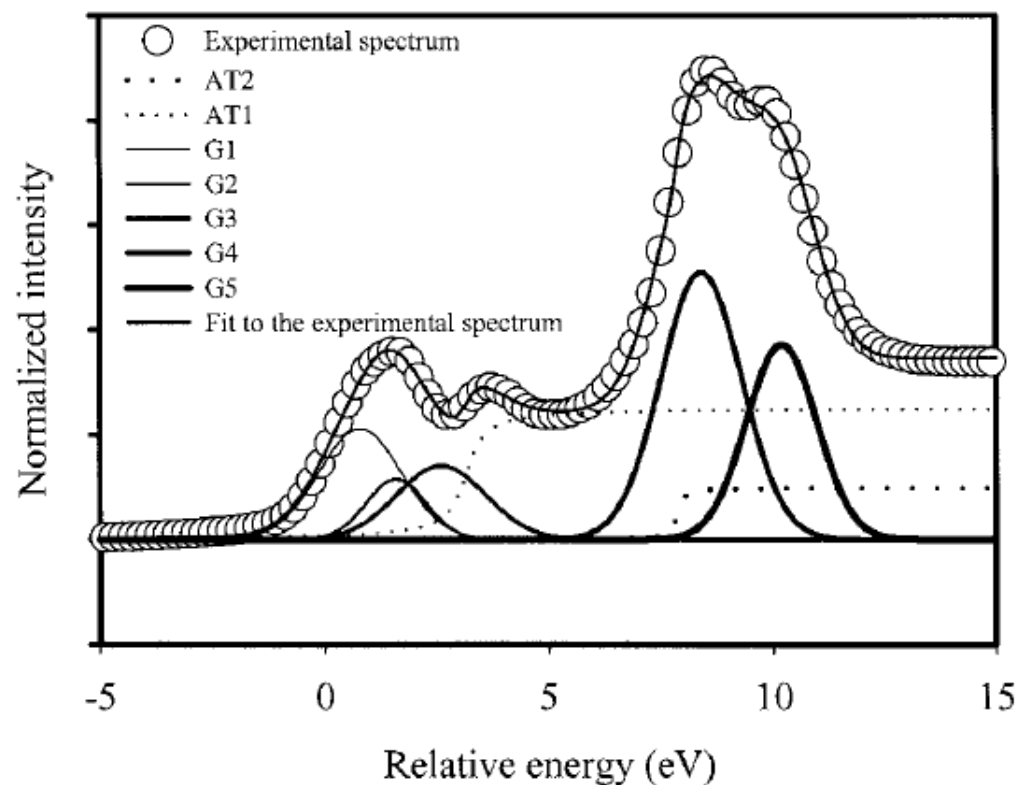


Fig. 3. Nonlinear least square fit of experimental S K-edge XANES spectrum showing several oxidation states of S analysis for humic substances extracted from clay size separates ($<2 \mu\text{m}$) of a soil from Wushwush, Ethiopia. AT1 and AT2 are Arctangent 1 and 2. G1 to G5 are Gaussian Peak 1 to 5.

SOIL SCI. SOC. AM. J., VOL. 67, NOVEMBER–DECEMBER 2003



中国科学院高能物理研究所

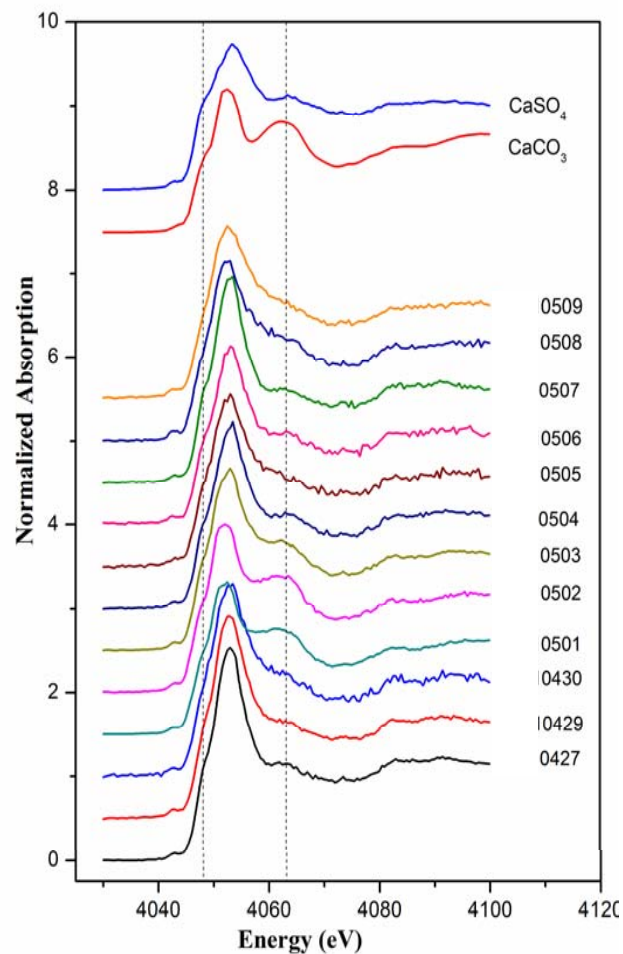


北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

×射线吸收谱学实验
和数据分折讲习班

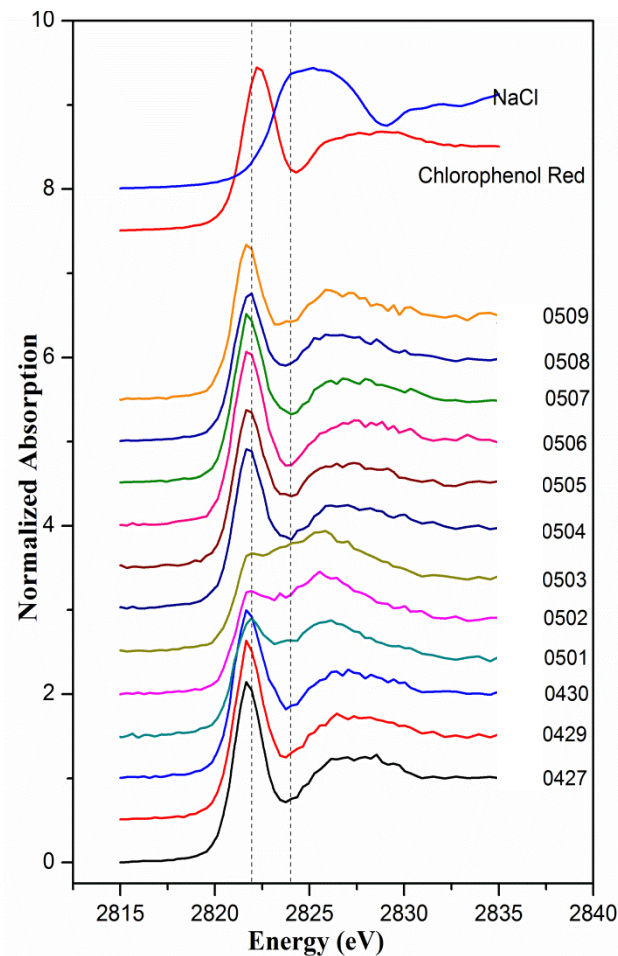
武汉·2014

沙尘颗粒物



Ca-K XANES

沙尘空气中, CaCO_3 成分增加



Cl-K XANES

无机氯(-1价)显著增加



中国科学院高能物理研究所

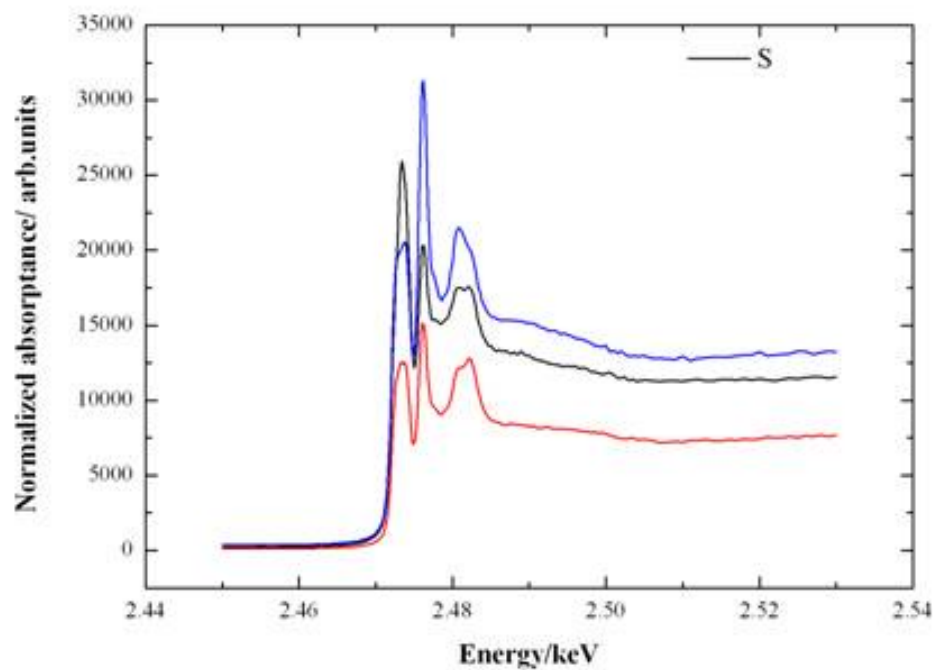
湿样品



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



北京大学 血管切片



中国科学院高能物理研究所



北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

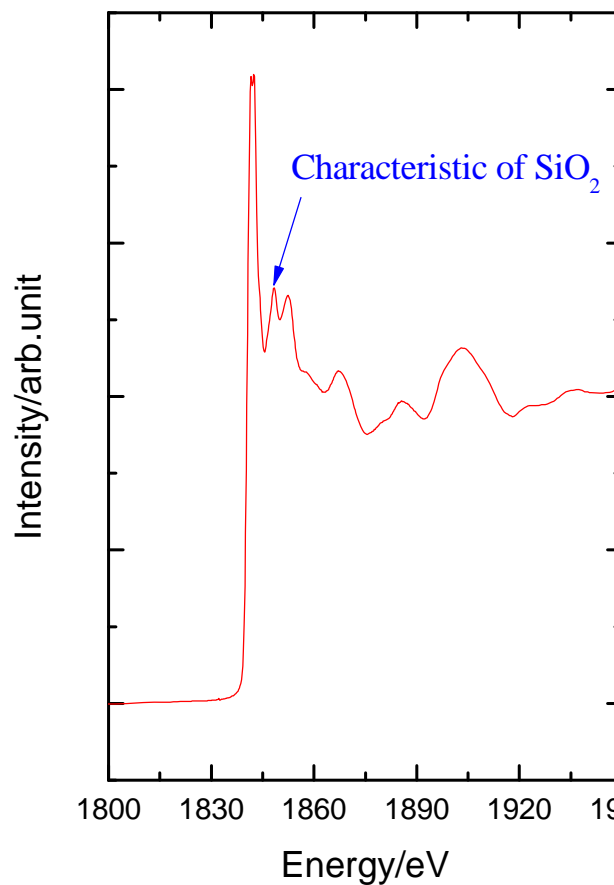
×射线吸收谱学实验
和数据分折讲习班

武汉·2014

SUBSTRATE/SI-XANES

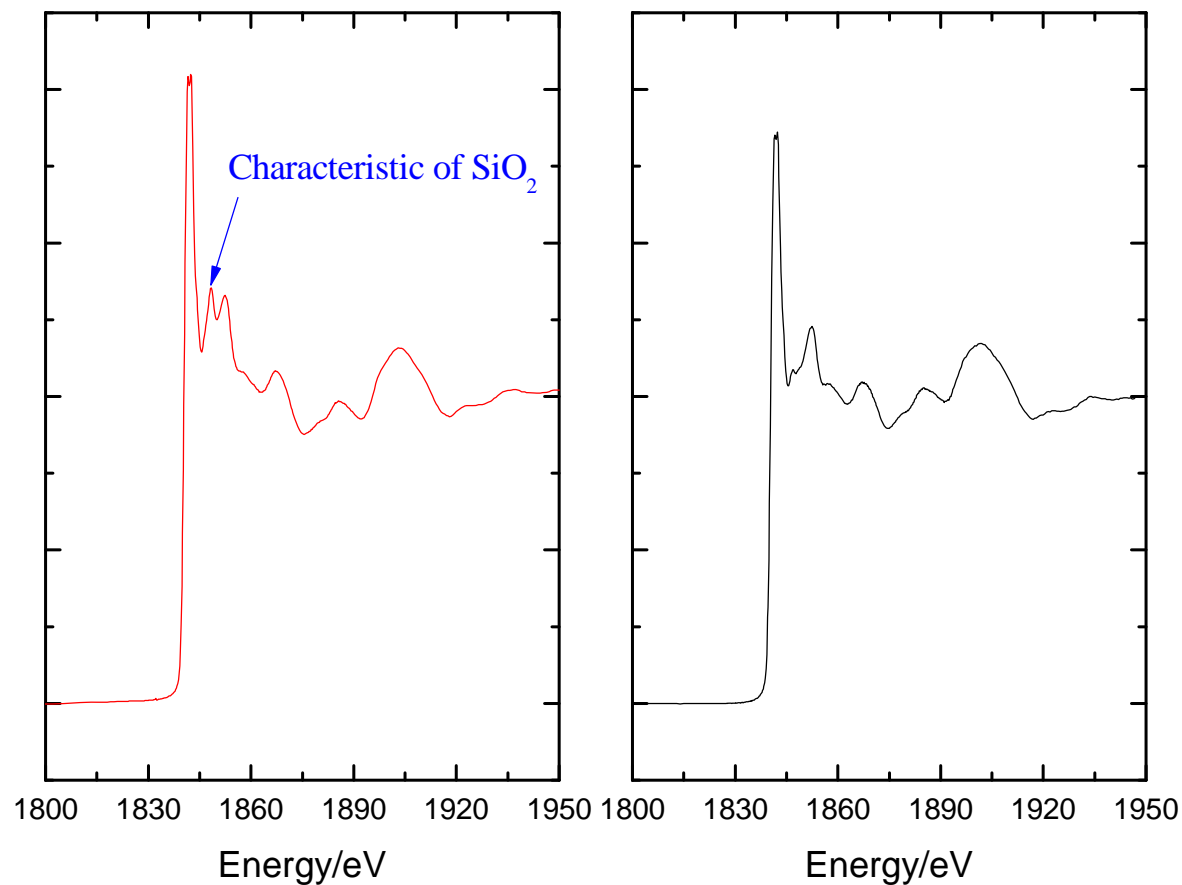
部分氧化Si

(a)



氢氟酸清洗过的Si

(b)



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



中国科学院高能物理研究所

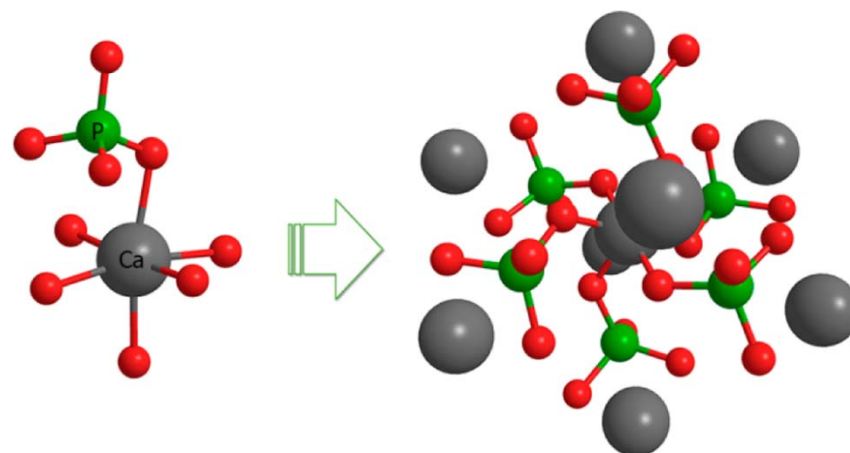
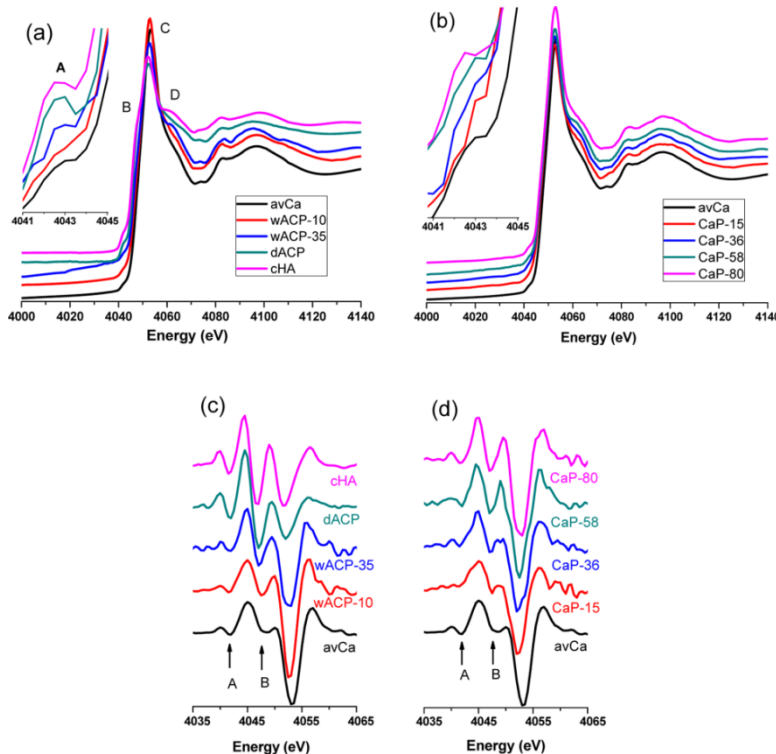


北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

×射线吸收谱学实验
和数据分折讲习班

武汉·2014

液体样品—无定形磷酸钙和羟基磷灰石的形成



他们提出：水溶液中的磷酸根逐级取代水合钙离子中的水分子，而配位后的磷酸根又作为桥联配体与其它钙离子结合，籍此可形成化学组成为 $\text{Ca}_9(\text{PO}_4)_6(\text{H}_2\text{O})_{30}$ 的磷酸钙离子簇（见上图）

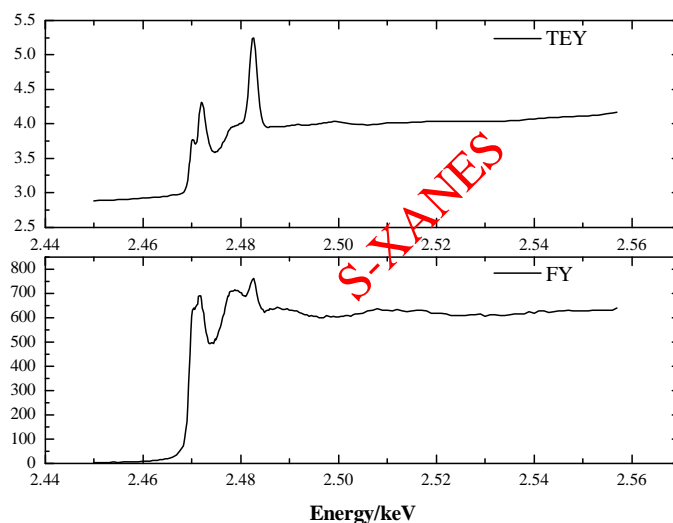
Lin-Wei Du et al., Crystal Growth & Design,13 (2013) 3103-3109.

注意1

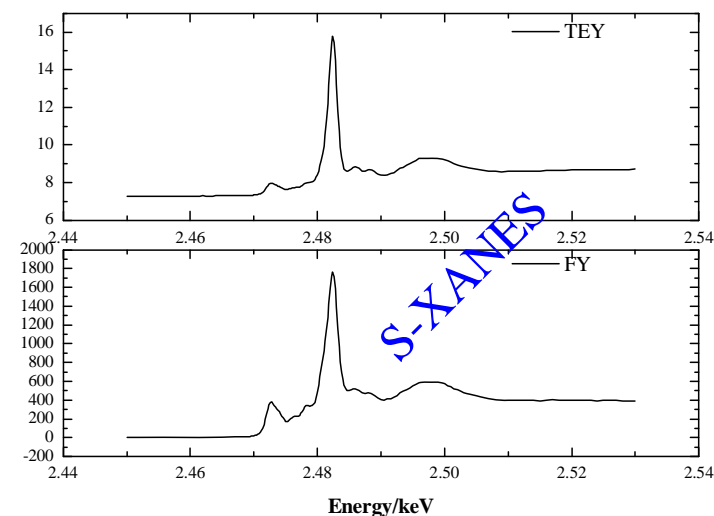


北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

北京 矿物样品



贵阳 植物样品



- 全电子产额模式 (TEY) : 表面信息
- 部分荧光模式 (PFY) : 体信息

×射线吸收谱学实验
和数据分折讲习班

武汉·2014

注意2



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

低含量元素测量需要考虑:

• 胶带

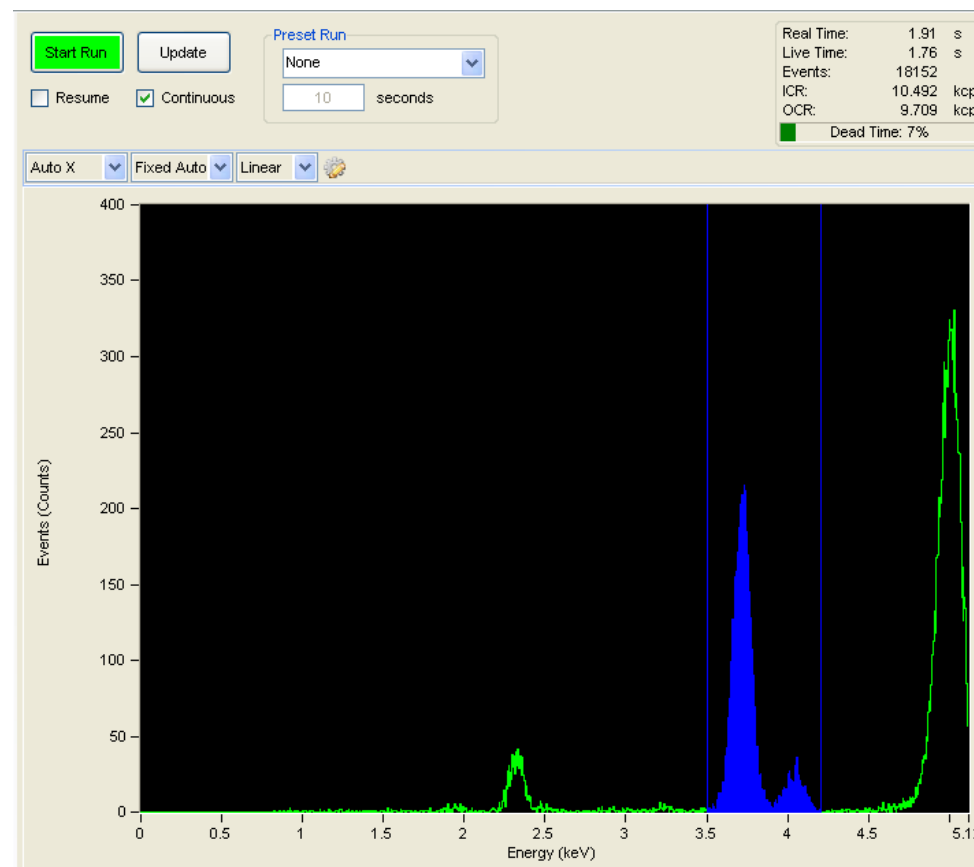
- 双面碳导电胶带
- 双面铜导电胶带
- Kapton胶带
-

• 溶剂

• 操作

• 薄膜

- 自封袋 (保鲜膜)
- Ultralene膜
- Polypropylene膜
- Mylar膜
- Kapton膜
-



保鲜膜的荧光谱



中国科学院高能物理研究所

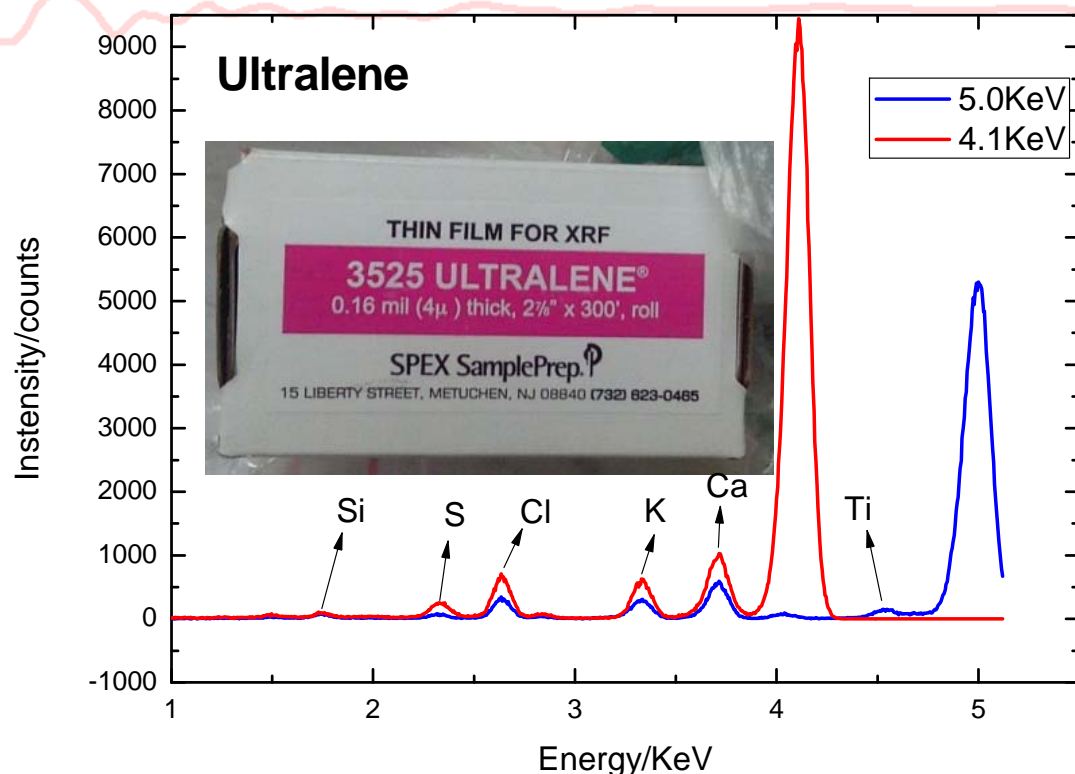
注意2



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



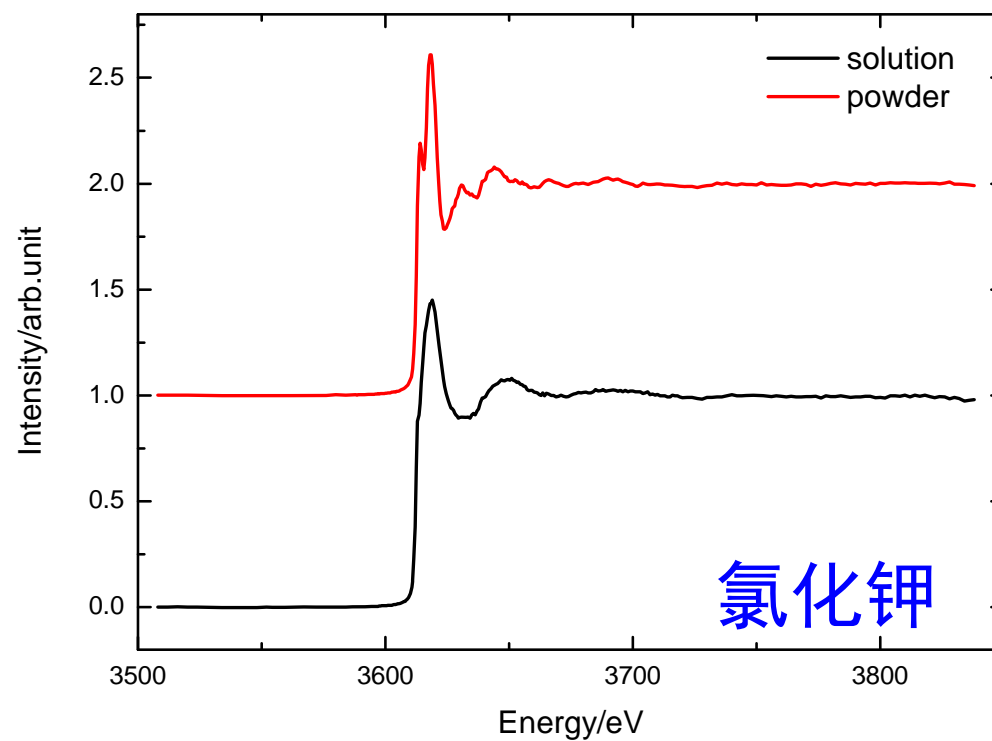
4. Purity: No XRF window film is absolutely free of metallic impurities, but some are cleaner than others. While Mylar film makes a suitable window for most analyses, it may contain trace levels (ppm) of Ca, P, Fe, Cu, Zn, or Sb. Polypropylene film has been known to contain trace levels of Ca, Zr, P, Fe, Zn, Cu, Ti, and Al. Our cleanest film overall is Ultralene. Kapton is clean in most respects but now includes a phosphate-based surface coating to improve its handling characteristics. Our best advice is that you run a blank from every new roll or box you open since impurities can be different not only between types of film but also between different lots of the same material. SPEX SamplePrep cannot be held responsible for variation in film composition.



中国科学院高能物理研究所

注意3

- 固体与溶液



氯化钾



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

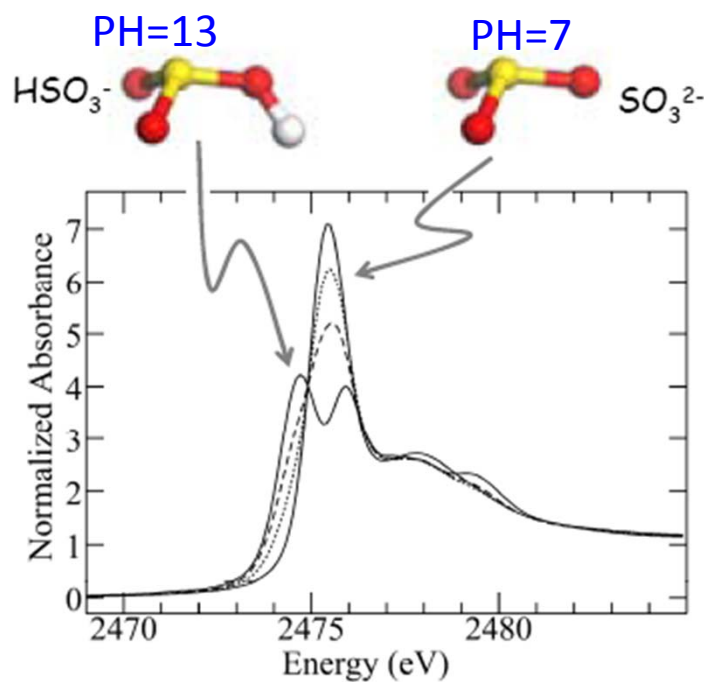
L. Zheng et al. / Spectrochimica Acta Part B 101 (2014) 1–5



中国科学院高能物理研究所

注意4

- 溶液PH值



I.J. Pickering et al./FEBS Letters 441 (1998) 11-14



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

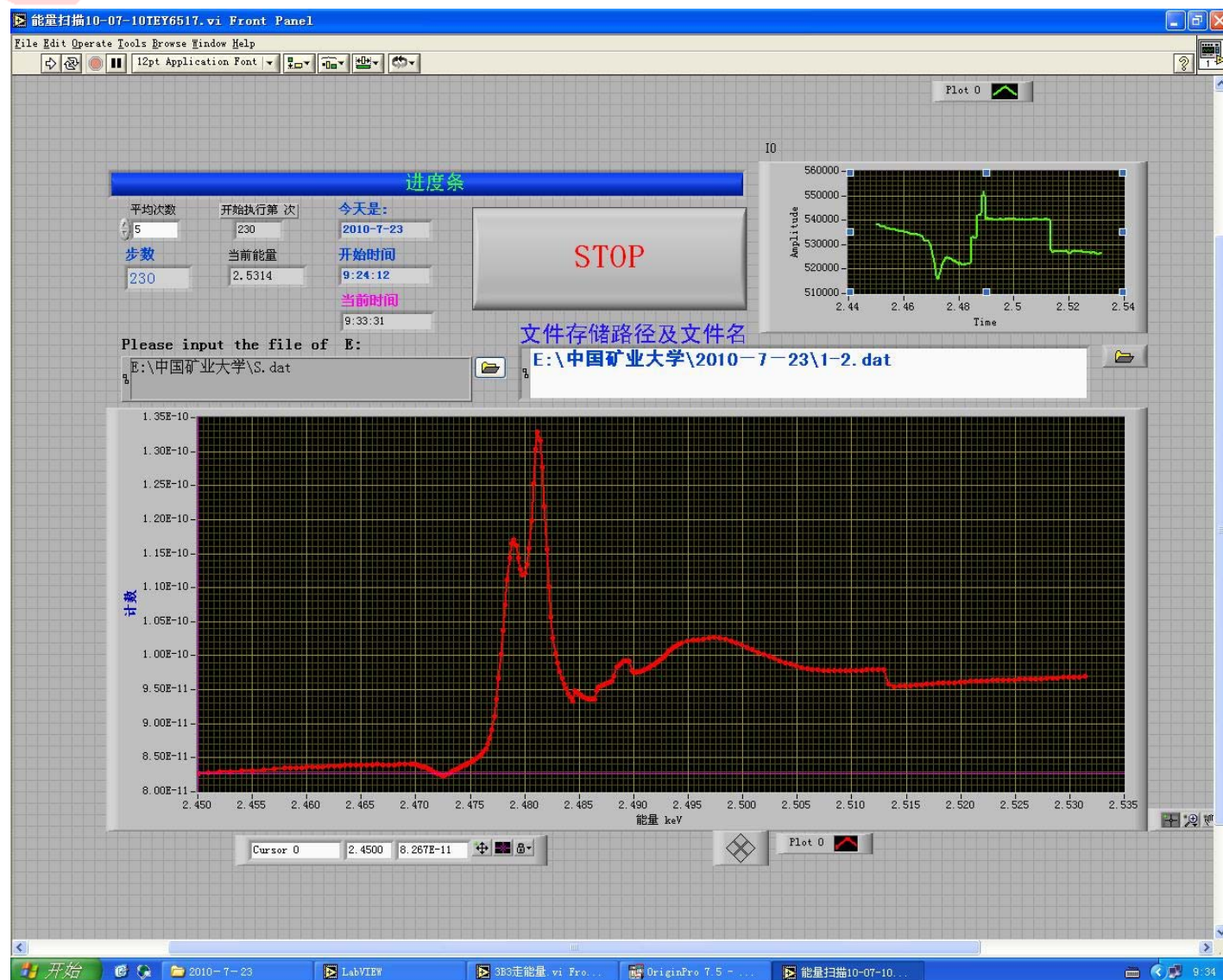


北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

×射线吸收谱学实验
和数据分折讲习班

武汉·2014

注意5



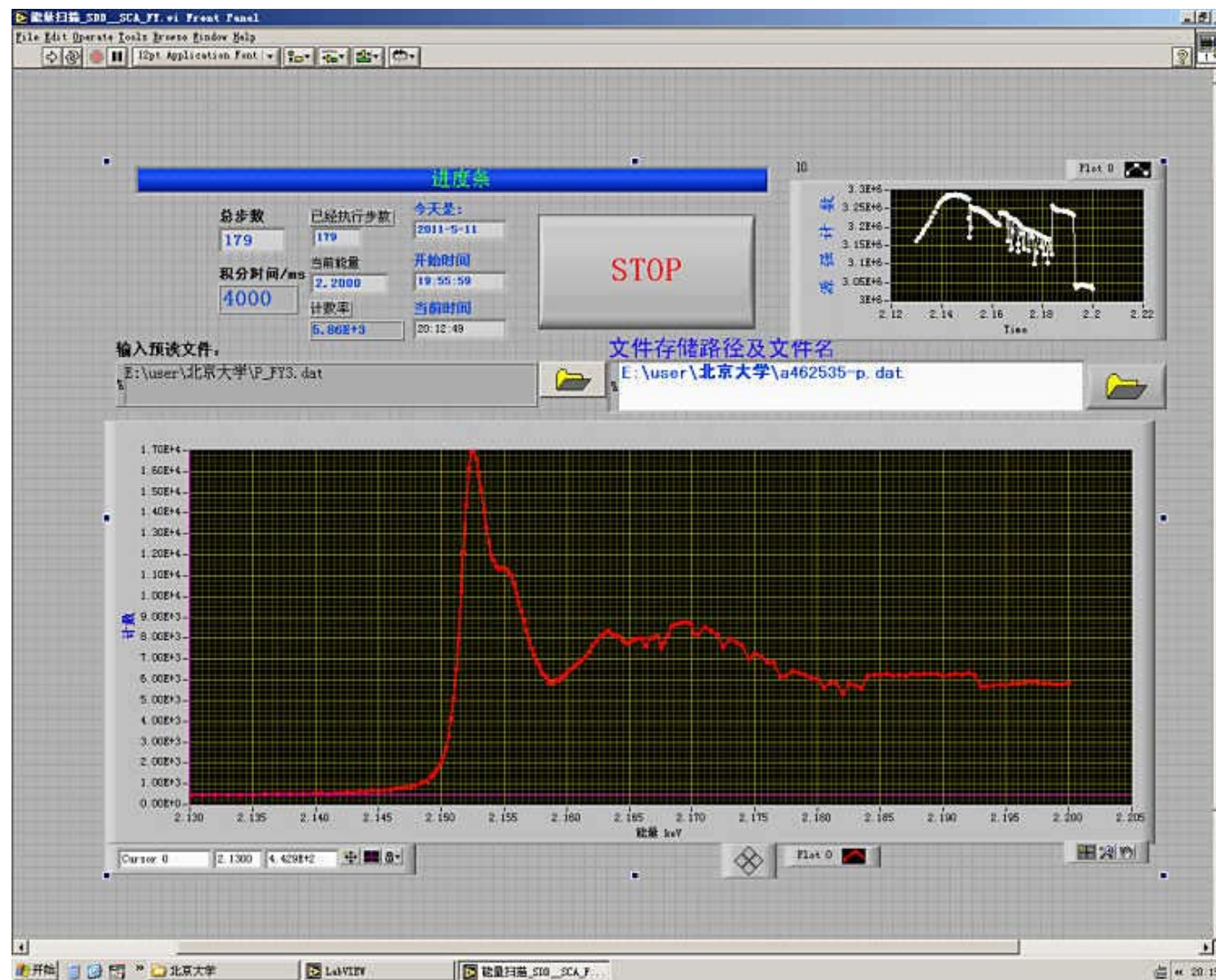
中国科学院高能物理研究所



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





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



展望



北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility

- 原位或准原位测试
 - 液体反应
 - 电池类
- 小光斑（3毫米~350微米~100微米？）
- 能量范围快速切换
 - Si(111): P, S, Cl...
 - InSb (111) : Si、P、S、Cl
- 基于波长色散的吸收谱测量装置

×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

总结



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

- 4B7A光束线输出X-ray能量范围：
 - Si(111): 2.1-6.0keV (P、S、Cl、Ar、K、Ca、Ti、Sn等)
 - InSb(111): 1.75-3.7keV (Si、P、S、Cl)
- 4B7B光束线输出X-ray能量范围：
 - 50-1600eV (C、O、N、Fe、Cu、Co、Ni)
- 提供样品信息：
 - 形态及可能形态
 - 数量
 - 样品组分及含量
 - 是否适合真空环境



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射线光学组成员及联系方式:

- 郑雷
010-88235979-3
zhenglei@ihep.ac.cn
- 赵屹东(组长)
010-88235979-2
zhaoyd@ihep.ac.cn

其他组员:

洪才浩、马陈燕、韩勇、唐坤

010-88235979-1



谢谢