

软X射线XAFS实验方法

王嘉鸥

北京同步辐射装置

中国科学院高能物理研究所

北京, 2011.12.7



北京同步辐射装置EXAFS谱分析讲习班, 2011年12月7-8日, 北京

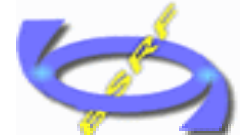
主要内容



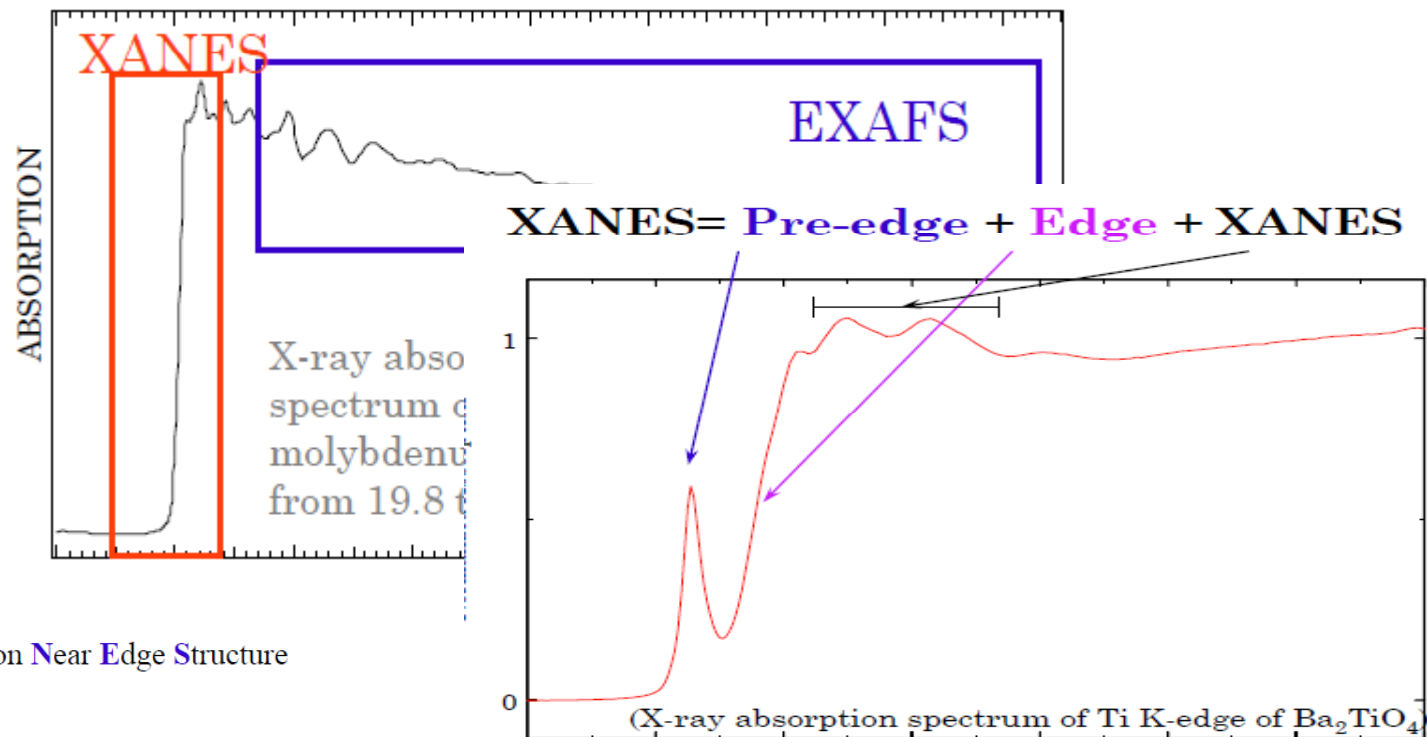
- ◆ 软X射线XAFS简介
- ◆ 实验技术与实验方法
- ◆ 实验过程与注意事项



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

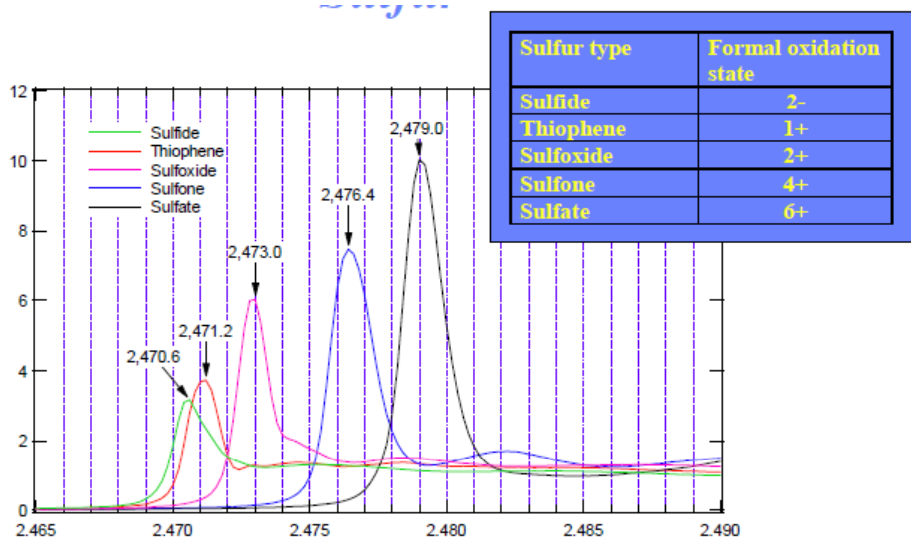
NEXAFS

- Near-Edge X-ray Absorption Fine Structure



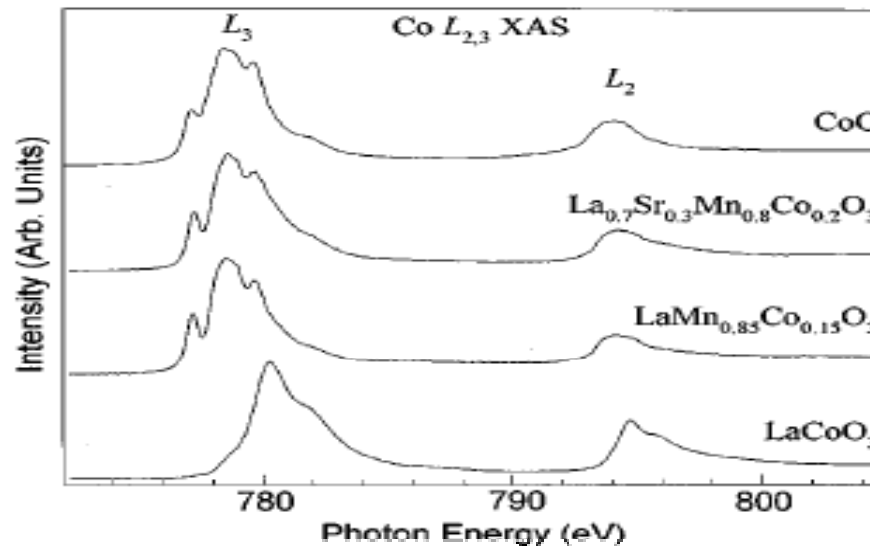
北京同步辐射装置EXAFS谱分析讲习班，2011年12月7-8日，北京

软X射线XAFS简介



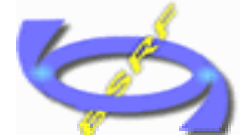
硫化物的价态改变时，跳边位置发生移动 (chemical shift)

Co离子的化学环境发生变化



北京同步辐射装置EXAFS谱分析讲习班，2011年12月7-8日，北京

软X射线XAFS简介

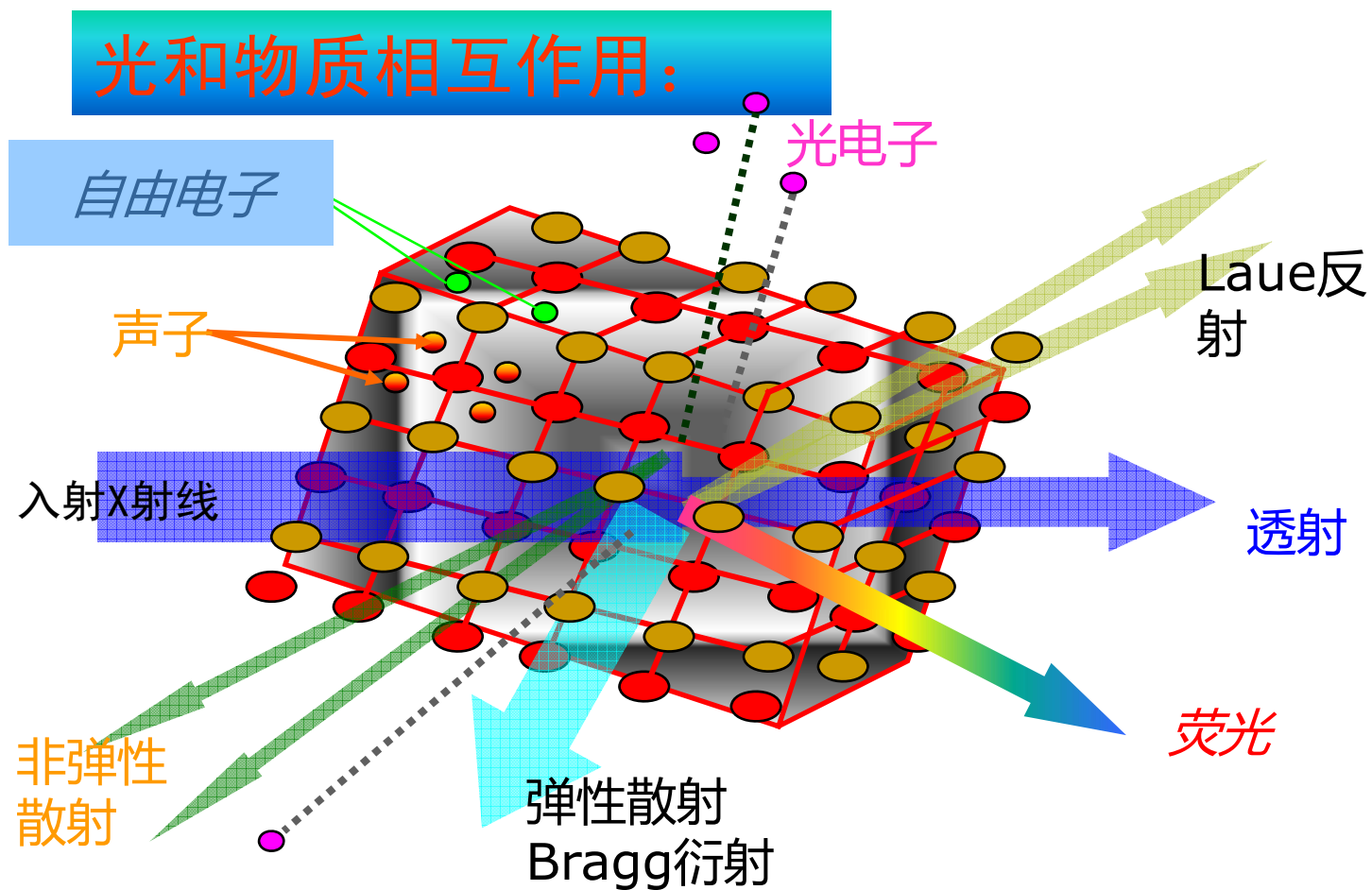


在软X射线波段（100~2000eV），吸收谱研究工作主要集中在：

- 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



实验技术与实验方法

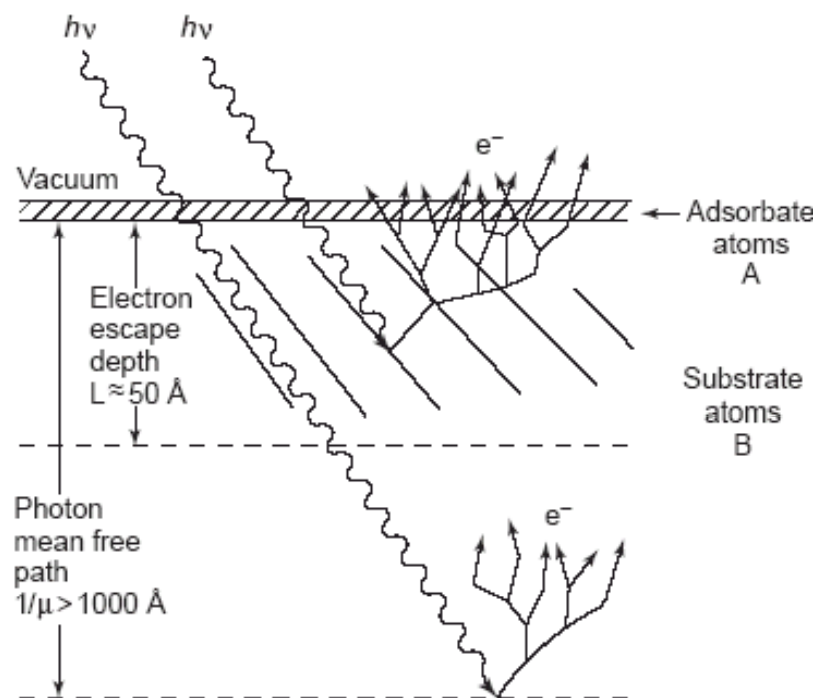
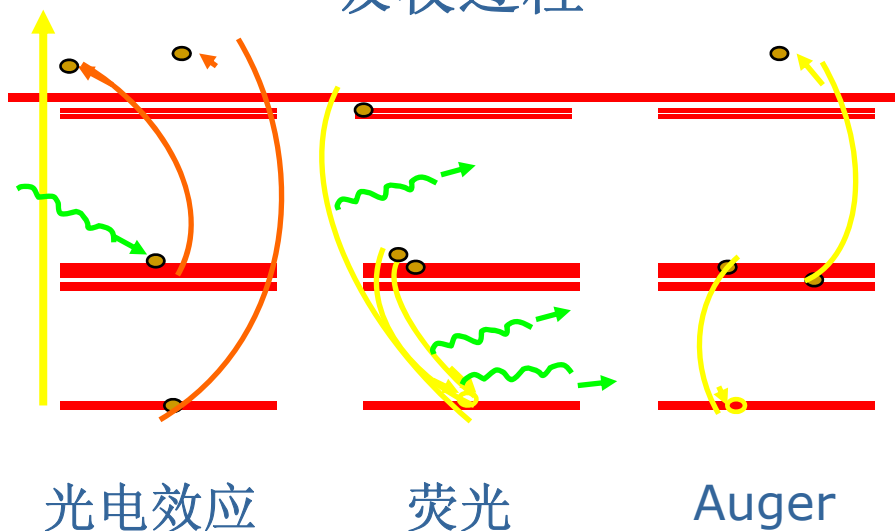


北京同步辐射装置EXAFS谱分析讲习班, 2011年12月7-8日, 北京

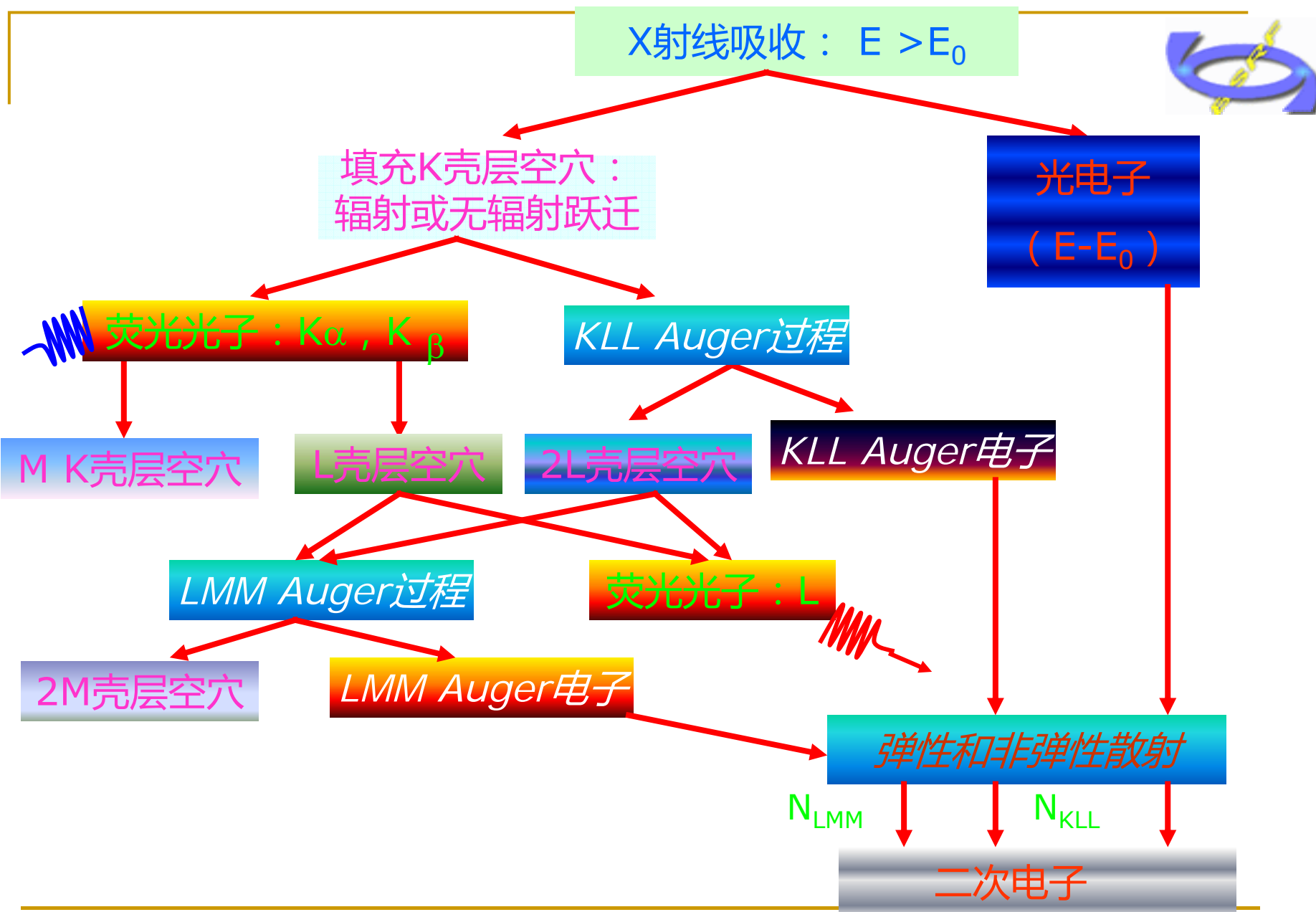
全电子产额 (TEY) Total Electron Yield

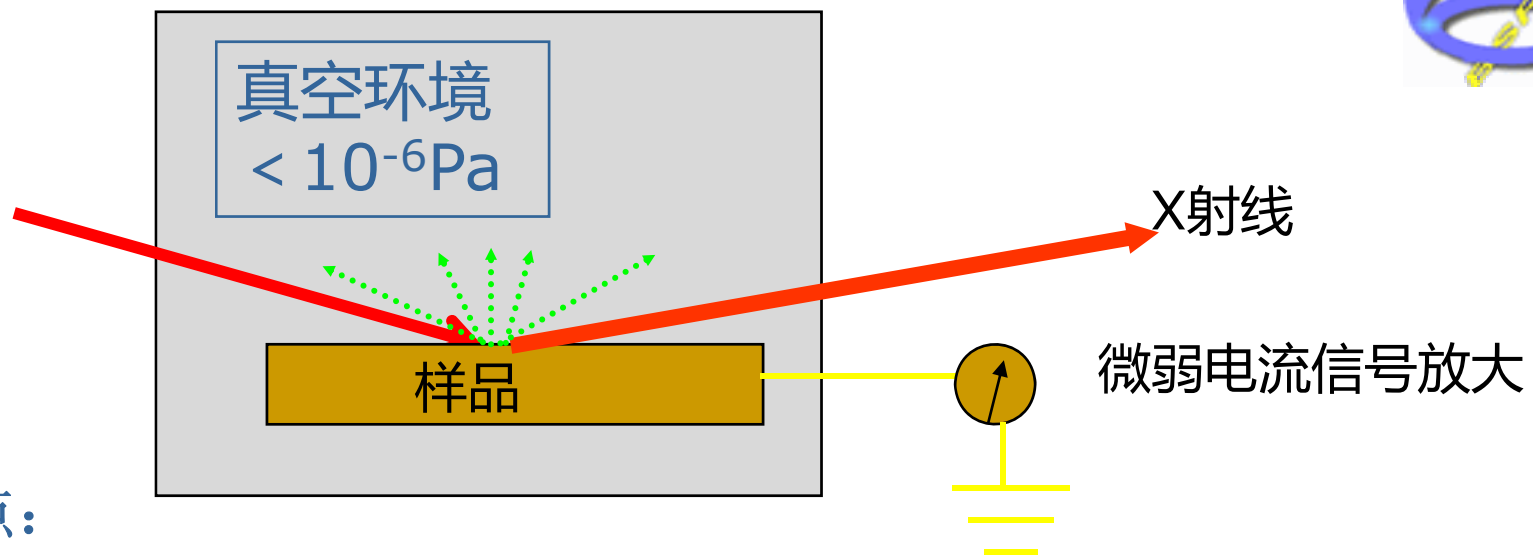
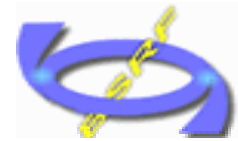


吸收过程



北京同步辐射装置EXAFS谱分析讲习班, 2011年12月7-8日, 北京





■ 优点:

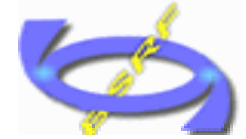
- 简单
- 信噪比高
- 具有一定的表面分析能力优点

■ 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



实验过程与注意事项



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 $< 0.2 \text{eV}$

薄膜样品的原位生长与测量

支持同步辐射兼用模式

北京同步辐射4B7B光束线

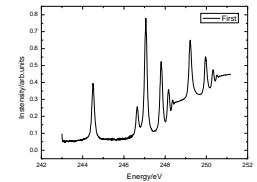
软x射线吸收谱研究与计量测量研究

光子能量 50~1700eV 连续可调

光斑尺寸~ $1 \times 0.1 \text{mm}^2$

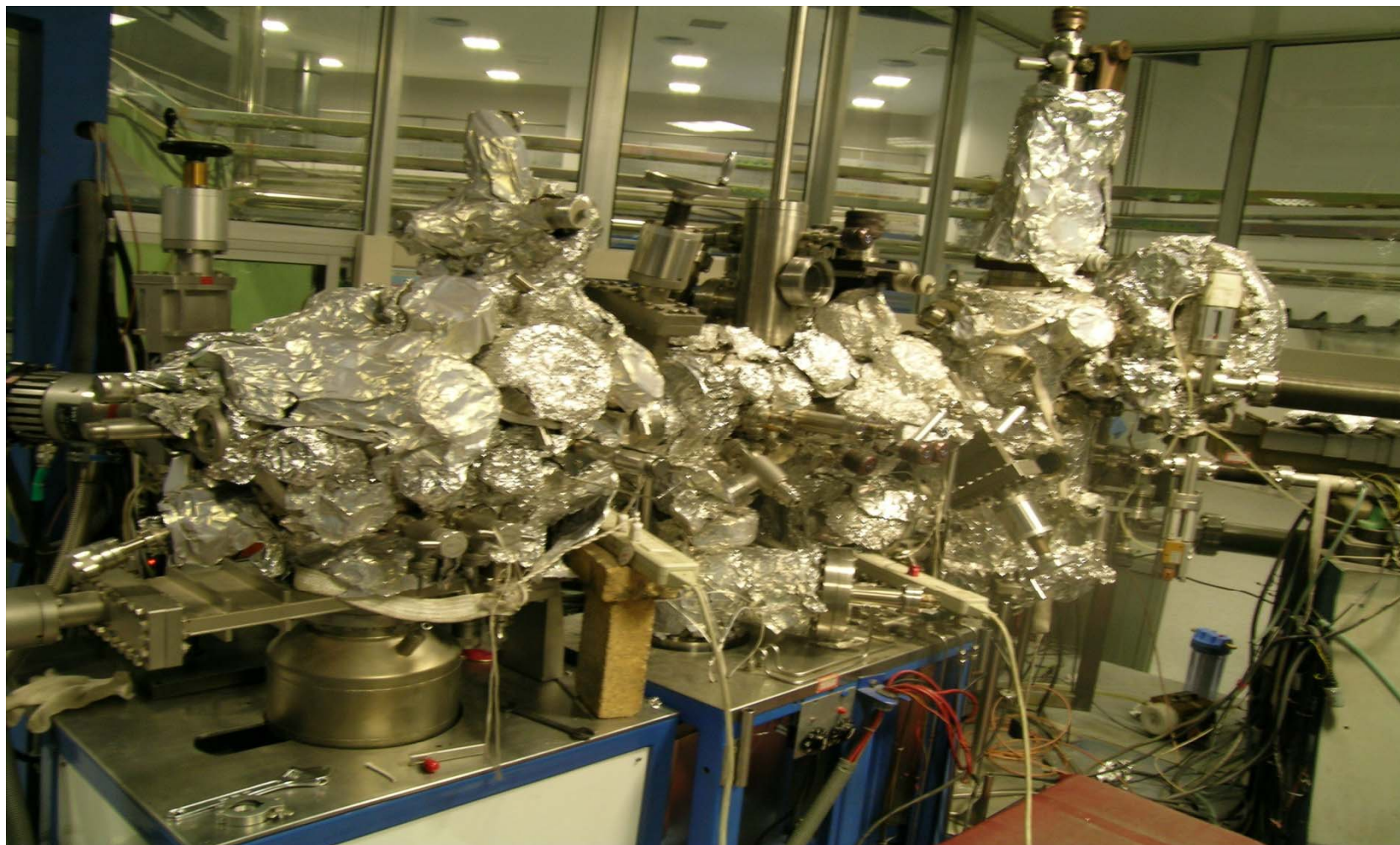
TEY与PFY (荧光模式)

支持同步辐射兼用模式



北京同步辐射装置EXAFS谱分析讲习班, 2011年12月7-8日, 北京

实验过程与注意事项



*** 目前改造中。**



北京同步辐射装置EXAFS谱分析讲习班，2011年12月7-8日，北京

实验过程与注意事项



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



PLD薄膜生长并原位电子结构测量



VG五维真空样品架：可原位加热或降温

真空退火、Ar+刻蚀等真空表面处理等。。。



北京同步辐射装置EXAFS谱分析讲习班，2011年12月7-8日，北京

实验过程与注意事项

第一步 样品准备

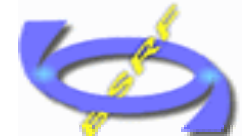
粉末样品 $\xrightarrow{\text{导电胶带}}$ 固定在样品托上
 $\xrightarrow{\text{滴定在Si片}}$ 固定在样品托上

单晶样品 \rightarrow 固定在样品托上

薄膜样品 \rightarrow 固定在样品托上



样品托



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

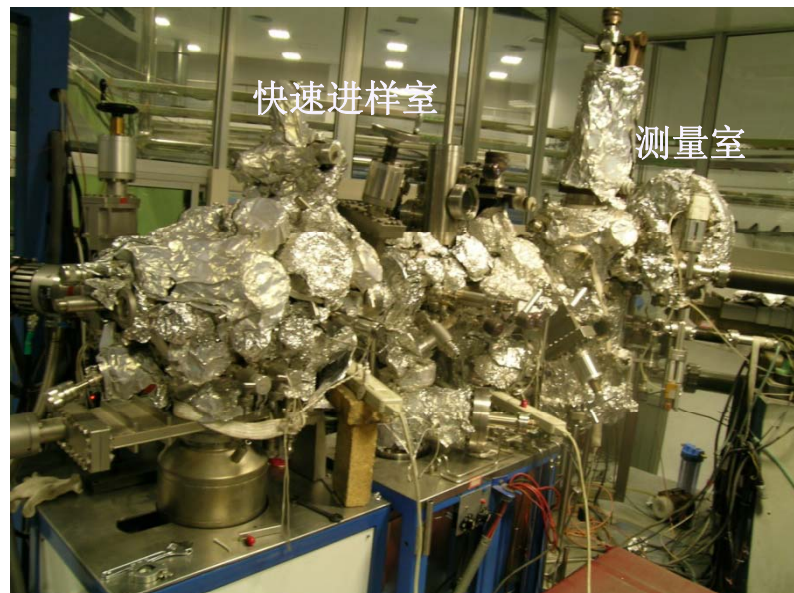


第二步 样品进真空

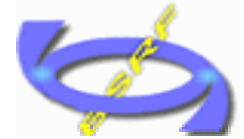
此过程通常为实验站人员协助完成。

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



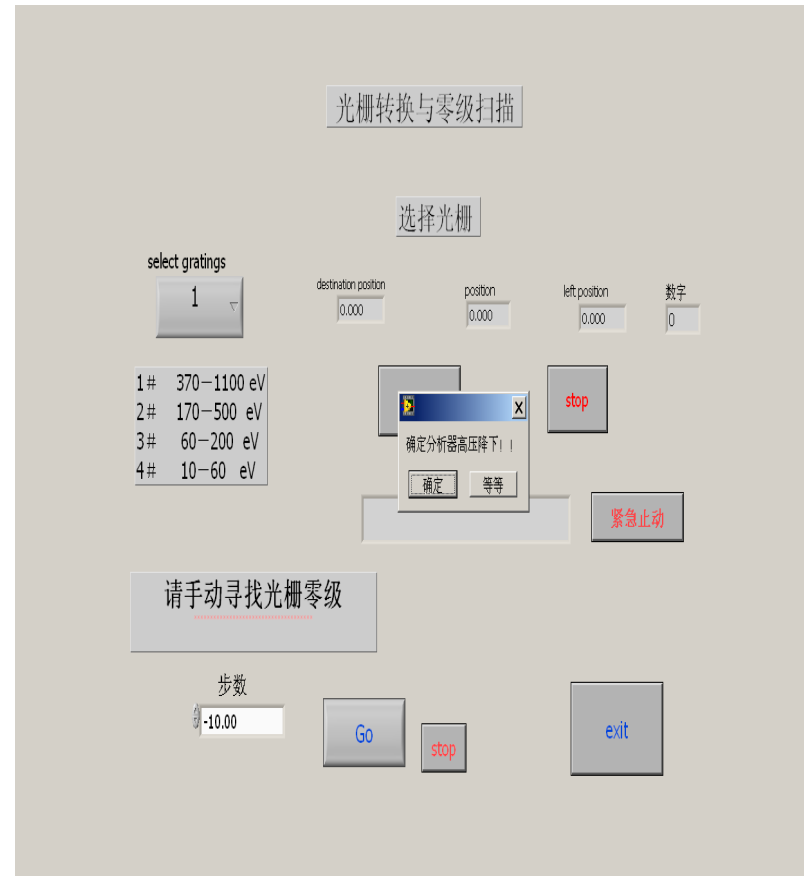
实验过程与注意事项



第三步 样品测试



选择光栅



扫描白光调整样品位置



实验过程与注意事项

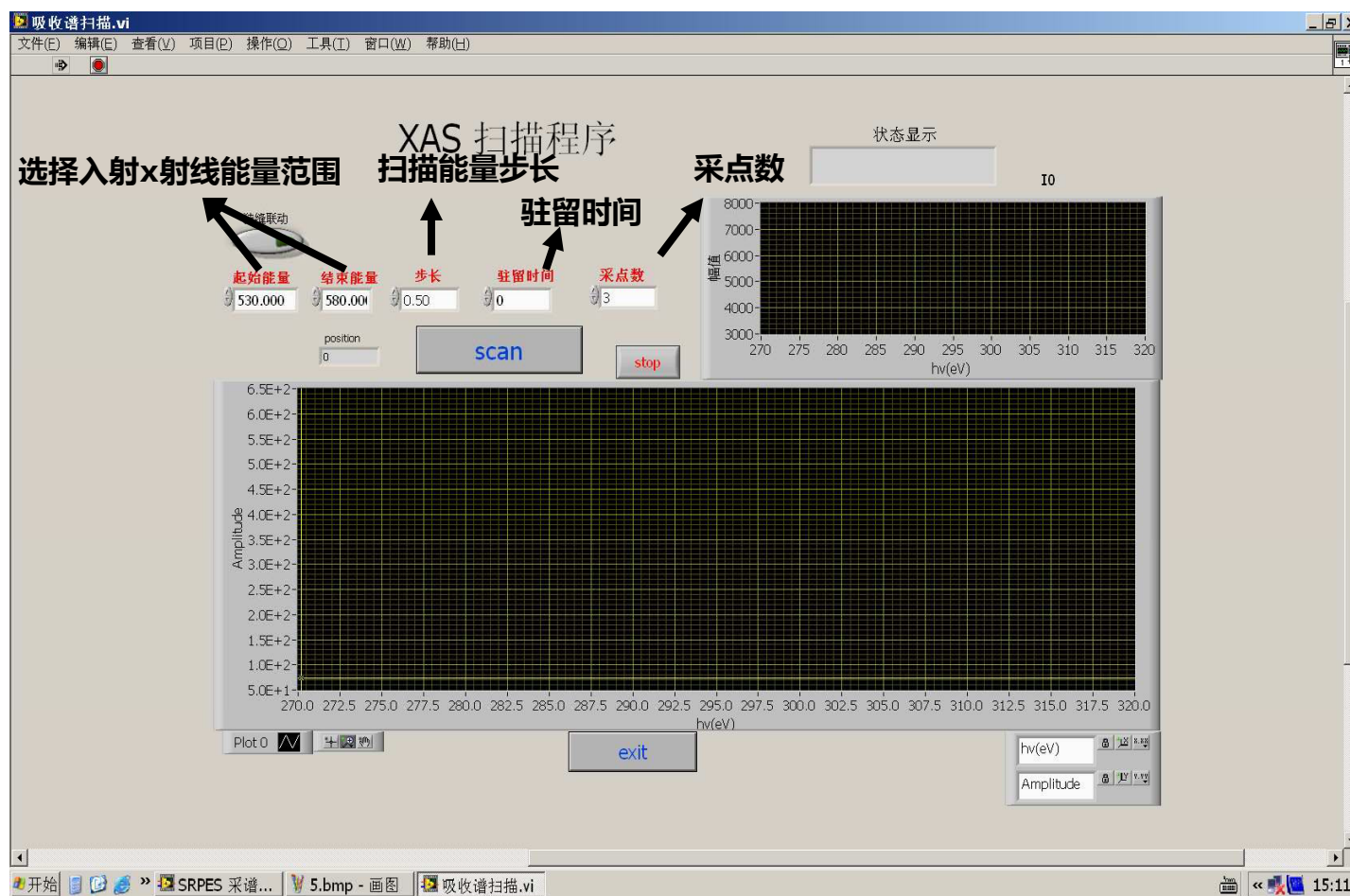


第三步 样品测试

输入参数

开始采谱

采谱结束后，
自动存储数据



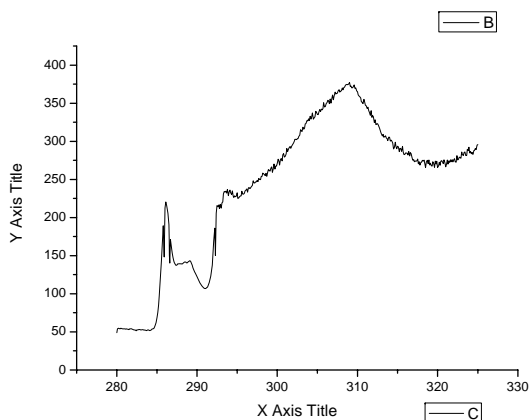
北京同步辐射装置EXAFS谱分析讲习班，2011年12月7-8日，北京

实验过程与注意事项



第三步 样品测试

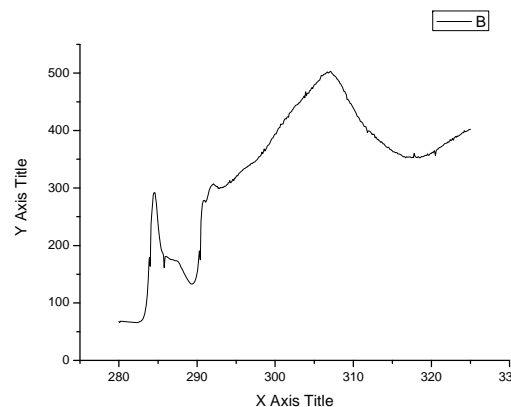
储存环或束线不稳定，信号差



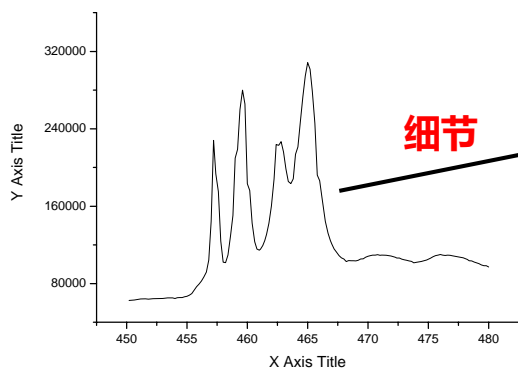
等待光源稳定
调节狭缝位置
改变样品位置



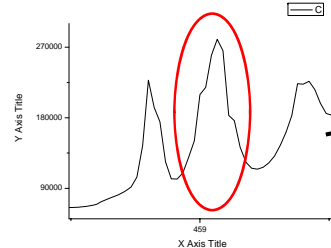
重新测量



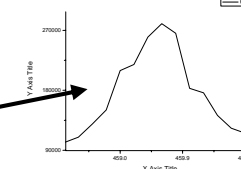
实例一



细节

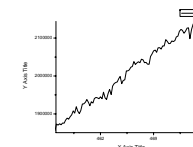


细节



后来发现是束流有小规模周期性跳动导致

实例二



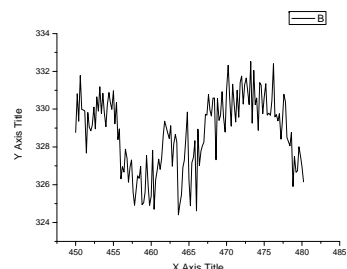
北京同步辐射装置EXAFS谱分析讲习班，2011年12月7-8日，北京

实验过程与注意事项

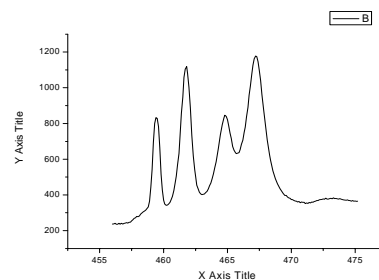


第三步 样品测试

样品导电性差，导致荷电现象

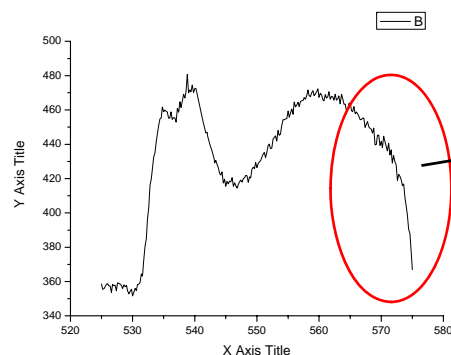


SrTiO₃不导电



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

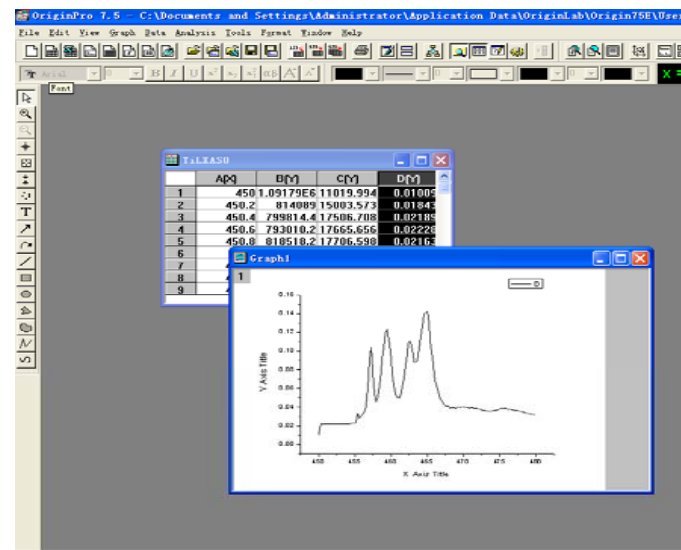


第四步 数据信息

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[M]	CM
1	450.109179E6	11019.994	
2	450.2	014009	15003.573
3	450.4	799814.4	17506.708
4	450.6	793010.2	17665.656
5	450.8	810510.2	17706.590
6	451	817786.2	17719.355
7	451.2	816401.6	17760.232
8	451.4	809711.3	17799.969
9	451.6	819674.6	17840.326
10	451.8	814230.4	17884.840
11	452	811686.8	17910.964
12	452.2	817189.6	17940.636
13	452.4	825924.9	17911.564
14	452.6	815355	17984.242
15	452.8	824316.7	18069.009
16	453	838405.6	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	846420.9	18440.591
24	454.6	832366.3	18624.356
25	454.8	834330.4	18835.194
26	455	840159.4	19093.824
27	455.2	832780.9	19667.79
28	455.4	841724	20479.41
29	455.6	839515.7	23459.58
30	455.8	827072.2	24996.74
31	456	843669.1	25990.80
32	456.2	851935.8	29441.45
33	456.4	847014.9	30845.37
34	456.6	845948.5	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	843980.0	70301.56
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	1086064.600	21402.220
450.700	1074558.600	21476.080
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



北京同步辐射装置EXAFS谱分析讲习班，2011年12月7-8日，北京



谢谢

北京同步辐射 王嘉鸥

wangjo@ihep.ac.cn



北京同步辐射装置EXAFS谱分析讲习班，2011年12月7-8日，北京