

RapidXAFS HE Ultra用户手册



安徽吸收谱仪器设备有限公司

Anhui Absorption Spectrometry Analysis Instrument Co., Ltd

● 注意

该仪器属于实验室专用设备，需要获得授权的操作运行人员操作，操作人员需经过专业的训练。

操作人员在使用仪器之前，**请仔细阅读本手册。**

仪器内置高压，禁止私自打开机箱；在需要检查仪器内部或修理时，请联系我们的售后工程师。

在清洁仪器前，请断开电源和供气，并用干布或吸尘器清洁仪器。

请使用我们随机提供的电源插头连接电源，操作人员不能随便改变电源电路。

主机需要有接地线，接地电阻**小于5欧姆**。

● 仪器的运输

在仪器的拆箱和搬动的过程中，需要特别的小心，防止刮伤仪器和摔坏。

在仪器的搬运过程中需要采取适当的保护措施。如果需要长距离搬动或运输仪器，需联系厂家进行移机。

● 整机保修条例

安徽吸收谱仪器设备有限公司提供（1）从仪器安装调试完毕开始合同规定期限**保修服务**；（2）提供永久的**技术支持**；（3）我们还特别提供**现场标准培训**，以及标准操作手册。

在仪器出厂之前，我们（1）对仪器经过严格的出厂检验；（2）严格的按照《用户手册》来操作我们的仪器。

我们将切实遵从上面保修条款，并且及时提供售后服务。

保修条例的范围限制为仪器修理或更换仪器的零部件。因滥用、误用、事故、改动、疏忽、擅自修理和安装等原因造成的仪器损坏不在保修之列。安徽吸收谱仪器设备有限公司有权保留对仪器缺陷的最终解释。

当仪器有更换或修理部件的时候，保修条例原始设备的其余部件仍有效。

安徽吸收谱仪器设备有限公司有权对我们的仪器进行改进和更新换代，我们没有义务对客户之前购买的仪器进行改进或更新换代。

● 零配件保修条例

由安徽吸收谱仪器设备有限公司提供的仪器的零部件或相应的耗材等在出厂之前都经过严格的测试和遴选，符合测试要求。在测试过程中要正确的安装或使用提供的零配件及耗材。零部件（不包括易损部件，如靶材等）的保修期为在安装调试完毕之后的**12个月之内**。

保修条例的范围限制为仪器修理或更换仪器的零部件。因滥用、误用、事故、改动、疏忽、擅自修理和安装等原因造成的仪器损坏不在保修之列。安徽吸收谱仪器设备有限公司有权对仪器缺陷的最终解释。

安徽吸收谱仪器设备有限公司有权对我们的仪器进行改进和更新换代，我们没有义务对客户之前购买的仪器进行改进或更新换代。

目录

1 概述.....	1
1.1 用途.....	1
1.2 仪器使用条件.....	1
1.3 技术指标.....	2
1.4 技术支持.....	2
2 安全指南.....	3
2.1 一般安全事项.....	3
2.2 电离辐射安全.....	3
2.3 电气安全.....	4
2.3.1 主电源.....	4
2.3.2 高压.....	4
2.4 Be金属安全.....	5
2.5 温度安全.....	6
3 Rapid-XAFS基本理论.....	7
3.1 罗兰圆和单色器.....	8
3.2 仪器的能量分辨.....	9
3.3 单色器.....	10
3.3.1 单色器选择.....	10
3.3.2 单色器优化.....	12
3.4 X射线管.....	13
4 使用说明.....	15
4.1 仪器结构.....	15
4.2 射线发生装置.....	16
4.2.1 X射线源安装和维护.....	16
4.2.2 单色器的更换.....	18
4.2.3 氦气腔体安装和使用.....	19
4.2.4 样品轮盘的安装.....	21
4.2.5 原位池的安装.....	22
4.2.6 水冷.....	22

4.2.7 X射线快门.....	23
4.3 线缆.....	24
4.3.1 X射线管线缆.....	24
4.3.2 探测器线缆.....	24
4.4 辐射防护设计.....	25
4.4.1 辐射防护主体设计.....	26
4.4.2 射线源防护设计.....	27
4.4.3 主光路防护设计.....	27
4.4.4 次级荧光防护设计.....	27
4.4.5 防护罩设计.....	28
5 Rapid XAFS软件.....	29
5.1 光源控制.....	29
5.2 探测器设置.....	30
5.3 能量调节.....	31
5.4 扫描参数.....	31
5.5 能量校准和粗扫.....	33
5.6 数据采集.....	34
5.7 数据文件格式.....	36
5.8 探测器能量校准.....	37
5.9 错误代码.....	40
6 XAFS采集.....	42
6.1 XAFS采集流程.....	42
6.2 连续多样品采集.....	43
7 X射线源和探测器的使用.....	44
7.1 X射线源的使用.....	44
7.2 探测器的使用.....	45
8 主机功能.....	46
8.1 触摸屏使用说明.....	46
8.2 系统X射线保护功能.....	48
8.2.1 声光报警.....	48

8.2.2 冷却水循环装置.....	48
8.2.3 安全装置.....	49
9 注意事项.....	49

1 概述

本手册为微尺度结构分析谱仪（原位工况X射线吸收-发射光谱表征系统）（规格型号为RapidXAFS HE Ultra，以下统称为RapidXAFS HE Ultra）系统的安全使用、操作和维护提供说明。本文包含了对仪器设计，操作和性能、软件操作、数据收集和简单维护的详细说明。操作者应仔细阅读说明文件进行使用，并严格遵守安全规范进行操作。

1.1 用途

X射线吸收精细结构谱（X-ray absorption fine structure, XAFS）是一种用于研究物质的原子、电子结构的表征方法。通过测量物质对X射线的吸收特性，XAFS提供了关于物质中原子的信息，包括其化学价态、电子轨道、配位环境以及结构对称性等。

XAFS在不同领域有着广泛的应用：

材料科学：XAFS可用于研究材料的晶体结构、表面化学反应和材料的电子结构。它可以提供关于材料中原子的氧化态、配位数、晶体结构、杂质元素等信息，有助于了解材料的性质和功能。

生物和生命科学：XAFS可用于研究生物体系中的金属离子和过渡金属离子的配位环境、催化活性和电子结构。它在生物催化、生物矿化、蛋白质结构和功能等方面有广泛应用。

地球科学和环境科学：XAFS可用于研究地球和环境中的元素的赋存状态、迁移和转化。它在地球化学、环境污染研究、岩石和土壤化学等领域中具有重要的应用价值。

能源和催化科学：XAFS在能源储存和转化、催化反应和电化学领域中发挥关键作用。它可以帮助研究电池材料、催化剂活性中心的结构和化学状态、电催化过程中的反应机理等。

物理学和凝聚态物理学：XAFS可用于研究凝聚态物质中的电子结构和原子间相互作用。它对于研究金属、半导体、磁性材料、超导材料和表面物理等领域具有重要意义。

XAFS可以提供关于物质中原子的信息，从而在许多科学领域中发挥着重要作用。它与其他表征技术（如X射线衍射、光电子能谱和中子散射等）相结合，可以从原子、电子尺度研究材料结构和性能之间的联系。

1.2 仪器使用条件

- (1) 工作环境温度：10~30℃；

- (2) 环境相对湿度：10%~50%；
- (3) 供电电源：单相AC220 V±10%、50 Hz±1，电源容量不低于8 kW；
- (4) 供电线路中不能有电焊机、高频炉等设备引起的高频和电弧的干扰；
- (5) 接地装置：接地阻抗不大于5 Ω；

1.3 技术指标

RapidXAFS HE Ultra满足以下指标，所有指标经过严格的出厂测试。

表 1-1 RapidXAFS HE Ultra技术参数

能量范围	4.5-25 keV
谱学能量分辨率	XANES能量分辨率0.5~1.5 eV，EXAFS能量分辨率1.5~10 eV
重复性	< 50 meV 能量尺度漂移，无需重复单色仪校准
检测限	1.0%质量分数EXAFS
最大X射线通量	≥2,000,000 photons/sec @8keV; ≥200,000 photons/sec @20keV
X射线管	采用Mo/W靶，高压范围10~60 kV，电流1~40 mA，功率≥1.6 kW
探测器	高精度SDD硅漂移探测器，铍窗厚度不大于25μm，有效探测面积不小于150 mm ²
谱仪噪音控制	< 65 dB
操作软件	基于Labview的系统集成软件（调试，控制，测试，数据采集等），易于和外接设备集成（用户可按需集成其他功能）

1.4 技术支持

请联系安徽吸收谱仪器设备有限公司提供技术服务支持：

- 地址: 安徽省合肥市高新区明珠大道198号星梦园创业园G6栋
- 联系电话: 400 801 9538 0551-62559099
- 邮箱:rapidxafs@rapid-xas.com
- 网址:http://www.rapid-xas.com

2 安全指南

2.1 一般安全事项

本仪器在正常操作下可确保用户的安全。所有可能操作RapidXAFS HE Ultra仪器系统的管理员和用户都应意识到该设备内部和周围存在的潜在危险。本章将说明这些潜在的危险以及如何避免受到潜在危害。

2.2 电离辐射安全

RapidXAFS HE Ultra器采用固定靶X射线源，可以产生高能量的X射线（最高电压50kV）。仪器主体结构采用2 mm以上的钢板进行辐射防护，正面使用8 mm厚度铅玻璃，有效铅含量>2 mm厚度。综合考虑了射线源、次级荧光、二次散射和衍射进行多次的辐射防护设计，确保在防护腔体外侧，任何位点的辐射剂量<1μSv，等同于自然辐射本底。估计人体年平均吸收剂量： 2.2×10^{-7} mSv，远小于B18771-2002《电离辐射防护与辐射源安全基本标准》规定：

- (1) 由审管部门决定的连续5年的年平均有效剂量20 mSv；
- (2) 任何一年中的有效剂量不大于50 mSv。



这个设备包含X射线发生装置。设备的所有者和操作人员有责任遵守与X光设备相关的任何当地、国家或国际规则和准则。故意或鲁莽的滥用X射线发生装置或其安全装置，包括安全联锁、安全灯和外壳屏蔽，可导致潜在的电离辐射危害。



主机右侧的急停按钮，是特殊情况下的保护措施。拍下此按钮可以立刻断开X射线电源，保证没有X射线产生。



上翻门左侧下方的门舌用于安全联锁，请勿私自调整。当按下standby按钮时，门舌会自动锁死，无法打开防护门，锁死情况下才允许X射线管开光。

操作人员应学习了解X射线的基本危害，了解仪器辐射安全设计：仪器采用门机安全联锁实现操作人员的安全防护，确保在正常使用的情况下，操作人员都不会存在辐射危险。与辐射安全相关的仪器改装，需要联系安徽吸收谱仪器设备有限公司进行。

2.3 电气安全

本设备使用220 V标准电压，高频变压器产生5 kV到60 kV的高压给X射线管，在仪器操作过程中，需要遵守本说明的操作要求，保障自身安全。

2.3.1 主电源

仪器主电源为220 V交流电（220-240 VAC/50 Hz），控制系统为24 V直流电。在正常操作下，用户不会存在电气危险。我们建议在使用过程中严格遵守相关规定。



请勿从电气设备上拆下外壳、保护罩或接地线。当设备通电时，请勿触摸电气连接器。如果不遵守这些预防措施，可能会导致受伤或死亡。



使用前查看输入电源线是否有切断或磨损。如果它被切割或磨损，请不要使用该设备。轻轻拉动输入电源线。如果存在松动，请不要使用该设备。确保地线正常接入，而且地线的电阻<5欧。如果有需要的话，联系安徽吸收谱仪器设备有限公司售后人员。



不要在电源附近操作液体

2.3.2 高压

高电压（高达60 kV）是由变压器产生，给X射线源使用。高压源不允许私下打开，只有安徽吸收谱仪器设备有限公司的专业人员才能进行服务和维护。

为了确保您在处理高压设备和操作过程中的安全。请仔细阅读并遵守以下内容，以确保您的个人安全以及设备的安全运行。

理解高压设备：在开始操作高压设备之前，确保您对该设备的工作原理、操作步骤和安全要求有清晰的了解。如果您对设备的操作或维护有任何疑问，请咨询安徽吸收谱仪器设备有限公司售后。与高压设备工作时，请确保工作区域干燥，并避免接触潮湿或有漏电的表面。

正确操作高压设备：

(1) 在操作或维护设备之前，请将其完全断电，并采取适当的措施确保设备无法意外启动。

(2) 严禁在高压设备的内部进行任何维修或更改，除非您是经过专门培训和授权的人员。

。

(3) 在操作设备时，始终遵循正确的操作程序和顺序。不要强行操作设备或使用不合适的工具。

紧急情况处理：

(1) 如果发生任何设备故障、漏电或其他紧急情况，请立即切断电源，并通知相关人员。避免使用设备直到问题得到解决。

(2) 知道紧急救援电话号码，并确保在紧急情况下能够迅速寻求帮助。

(3) 在紧急情况下，切勿尝试使用水或其他液体扑灭火源。使用适当的灭火器材。



高压源具有较大危险性，使用中需要格外小心。



高压源需要保持接地，不能在非常潮湿情况下工作，如果安装环境发生液体泄漏，第一时间关闭主机后的空开，完全切断设备电源。

2.4 Be金属安全

金属Be有剧毒，使用过程中应该了解哪些部分使用的Be材料，避免皮肤和Be金属的直接接触，并学习Be金属毒理性质，遵守相关操作规范。

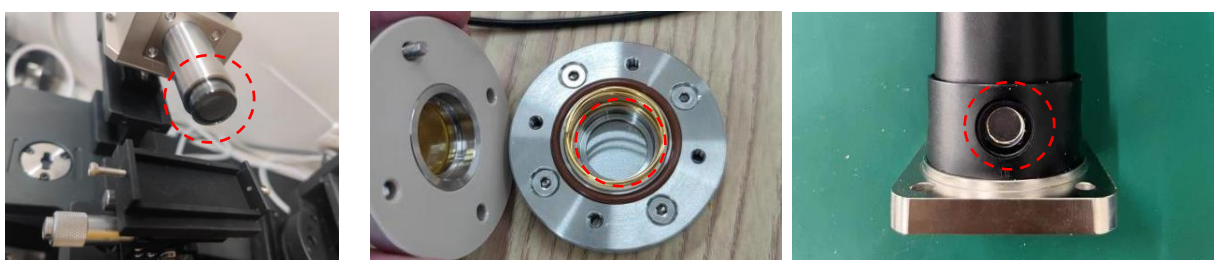


图 2-1 仪器中使用Be的设备

包含Be金属的设备和配件（图2-1）：探测器探头封装；X射线管的四个出光孔位置；二次电池原位装置的窗口。



不允许任何异物碰到金属Be窗，探测器和X射线管Be窗内部是真空状态，且Be窗非常薄，任何外力都可能导致Be窗真空爆裂。



铍颗粒具有剧毒。如果Be窗口发生破裂，一定不要吸入、吞咽或允许这些颗粒接触到皮肤、伤口或眼睛。如果有接触或者吸入，请立即去医院进行处理。如果有破损，请不要尝试修理。请联系售后服务，将损坏的组件返回给安徽吸收谱仪器设备有限公司进行维修。

2.5 温度安全

X射线靶材在高温下工作 (>1000摄氏度)，在靶材寿命到或者损伤需要更换靶材时，应该等待1 h以上，等靶材外盒冷却到正常温度才能进行X射线靶材的更换；

如果配备高温的原位池，在使用中需要准守原位池的操作规范，确保原位池的水冷通路正常运行，在接触高温原位池的时候避免烫伤。更换样品时，需要等样品加热支架和恢复到室温，或者佩戴隔热手套进行操作。

3 Rapid-XAFS基本理论

Rapid XAFS仪器基本组成部分包括X射线管、球面分析晶体和X射线探测器。X射线管通过高能电子撞击靶材，产生宽波长范围（5-25 keV）连续X射线光（韧致辐射）和特征X射线荧光（图3-1），所产生X射线的通量一般与光管功率成正比，高功率小型化光管的发展极大的促进了Lab XAFS的应用。球面分析晶体可以将X射线管产生的全立体角发散X射线进行单色和聚焦，并应用于XAS探测。探测器一般使用具有能量分辨的SDD探测器，可以将其他能量散射信号屏蔽掉，从而实现高信噪比的探测。

仪器采用Johann型罗兰圆结构进行Rapid XAFS采集(图3-2)。X射线源、分析晶体和探测器分布在半径为R的罗兰圆上，分析晶体弯曲为曲率半径为2R的球面。调节分析晶体上入射光的角度可以实现不同能量的单色和聚焦。Johann罗兰圆结构的优势在于较大的X射线接收立体角，可以产生高通量高能量分辨的单色X射线用于XAS测试。

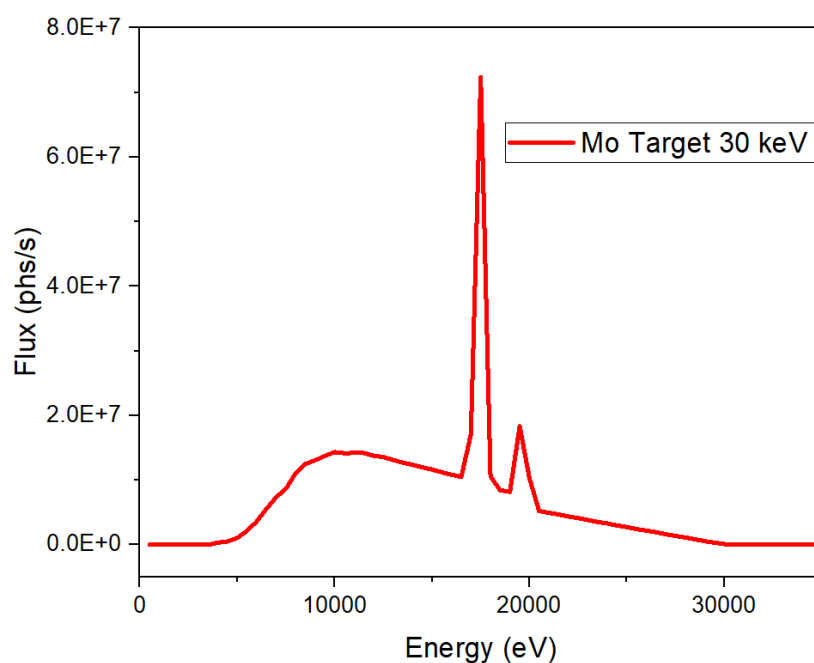


图3-1 X射线源光通量分布

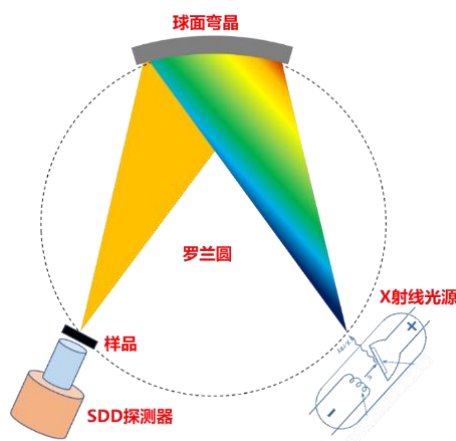


图3-2 Rapid XAFS 基本原理示意图

3.1 罗兰圆和单色器

X射线的单色均基于布拉格衍射或者劳埃衍射，可以用布拉格方程表示为：

$$n\lambda = 2d \sin(\theta)$$

其中， n 是衍射级数， λ 是X光波长， d 为晶面间距， θ 是入射的布拉格角。对于理想晶体，满足布拉格方程一定角度范围 $\Delta\theta$ 都可以被反射， $\Delta\theta$ 称为达尔文宽度。在XAFS实验中，X射线源是 4π 立体角发散的，对于这种光源使用平面晶体进行单色的效率非常低。为了提高效率，就需要将分析晶体加工成弯曲的形状，来增加满足布拉格条件的有效晶体面积。

常用的反射几何分析晶体谱仪(CAS)有三种：von Hamos、Johann和Johansson谱仪(图33)。von Hamos谱仪使用柱面分析晶体，在样品、分析晶体和探测器构成的平面上进行能量色散，垂直的平面内进行聚焦，而Johann型和Johansson型谱仪都是点对点单色型谱仪。这两者使用球面弯曲分析晶体单色器，样品、分析晶体和探测器的位置采用罗兰圆的几何结构放置，从而保证从圆上任何一点出发的光都可以通过分析晶体反射到探测器上，晶体表面所有的反射角几乎都是相同的，以满足相同的布拉格条件。Johann型谱仪分析晶体弯曲半径为 $2R$ ，而样品、分析晶体和探测器则分布在半径为 R 的罗兰圆上。然而，因为晶体弯曲半径是罗兰圆的两倍，晶体表面和罗兰圆并不重合，只有表面一点相切，导致Johann像差的存在。当然，在接近背散射的条件下，Johann像差可以忽略不计。Johansson型谱仪是改进的Johann谱仪，分析晶体弯曲成半径 $2R$ 的球面后，然后将晶体内部加工出一个半径为 R 的球面，这样可以保证分析晶体的每一个点都在罗兰圆上，从而消除了Johann像差。

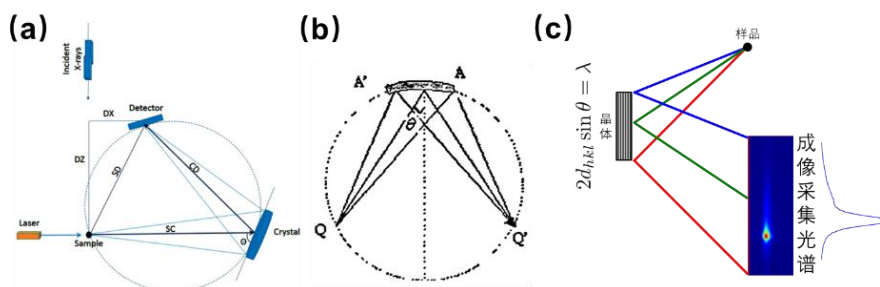


图3-3 Johann(a)、Johansson(b)和von Hamos(c)分析晶体谱仪反射光路示意图

对于实验室源X射线的单色，最重要的两个因素是：能量分辨率和立体角效率。Johann罗兰圆结构是目前最适合Rapid XAFS的单色结构，有着最成熟的商业应用。Von Hamos结构单个能量收集立体角小，需要结合位置分辨的探测器使用，难以实现低含量的样品测试，而Johann结构整个分析晶体满足相同的布拉格条件，单位能量的单色效率比Von Hamos谱仪要高两个量级。Johansson谱仪分析晶体加工困难，成本很高，加工本身的面型误差也会影响谱仪的能量分辨能力，目前成熟的技术仅可以实现柱面结构，无法同时进行单色和聚焦，使得X射线传输效率大大降低。

3.2 仪器的能量分辨

Johann结构的Rapid XAFS能量分辨能力主要由谱仪本征能量分辨、Johann像差和样品光源点尺寸决定。本征能量分辨 ΔE_{int} 主要和弯曲应力、加工工艺和弯曲半径有很大关系。在已经商业化的生产分析晶体中，已经发展出很多不同的加工手段来消除球面弯曲产生的应力：Spherically bent-stripped、Spherically bent-diced、Spherically diced。Spherically bent-stripped晶体先将晶面切割成条状，然后键合在球面基底上；Spherically bent-diced晶体则是先将晶体键合在基底上，然后将晶面切割成小方块，从而基本上消除弯曲应力；而Spherically diced晶体是先将晶体切割成1*1或者2*2的小方块，然后一片片贴合在球面基底上，同样可以完全消除弯曲应力导致的展宽。Johann像差主要源自光束在晶体边缘反射导致的能量偏移，Johann像差导致的能量分辨可以表示为：

$$\Delta E_j = \frac{1}{2} E \left(\frac{r}{R} \right)^2 \cot^2 \theta$$

其中，r为分析晶体半径，R为分析晶体曲率半径， θ 入射布拉格角。

光源点尺寸 δx 、 δy 和 δz 引起的能量分辨可以表示为：

$$\Delta E_x = \frac{1}{8} E \left(\frac{\delta x}{R} \right)^2$$

$$\Delta E_y = E \left(\frac{\delta y}{R} \right)^2 \cot^2 \theta$$

$$\Delta E_z = E \left(\frac{\delta z}{R} \right) \cot \theta$$

3.3 单色器

3.3.1 单色器选择

每个元素吸收边能量不一样，根据布拉格定律，对应的单色器晶面间距不一样，所以需要选择合适指数面的分析晶体进行单色。晶体的晶格常数可由下列公式计算：

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

其中h, k, l是晶面的米勒指数，a是晶格间距，对于Ge晶体，a= 5.6574 Å;对于Si晶体，a=5.4309 Å。根据3.1节所述，布拉格角 θ 可以变换为：

$$\theta = \arcsin \frac{6.19926}{dE}$$

其中E为X射线能量，单位为keV。

本仪器的布拉格角扫描范围为85度到55度，选择的分析晶体应该在仪器扫描的角度范围可以实现吸收边后>600 eV的能量扫描范围。同时，吸收边对应的布拉格角度越小（图3-4），可以实现的能量分辨率就越差，会极大的影响数据分析的能力。因此，我们为每个元素，选择了最优的分析晶体进行XAFS数据采集。表3-1列举了几种常见元素在XAFS测试中对应的单色器。

本产品使用的单色器为单晶Si或单晶Ge晶体，具体参数如下：

单色器类型	高纯度Si/高纯度Ge	单色器尺寸	半径500 mm
单色器曲率半径	500 mm	单色器布拉格角度	85~55°
分析能量分辨率	XANES: 0.5-1.5 eV	EXAFS: 1.5-10 eV	

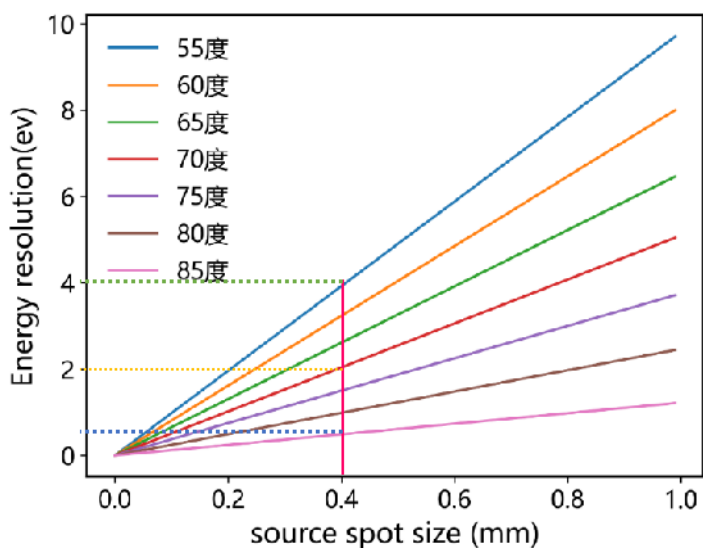


图3-4 单色器Bragg角度与光源点光斑尺寸和能量分辨率之间的关系

表3-1 待测元素与单色器的选择

Element	Edge	Energy	Best	Theta
Cr	K edge	5989	Si(333)	82.03
Mn	K edge	6539	Si(440)	80.92
Fe	K edge	7112	Si(531)	77.02
Co	K edge	7709	Si(533)	76.15
Ni	K edge	8333	Si(551)	78.02
Cu	K edge	8979	Si(553)	77.5
Zn	K edge	9659	Si(733)	75.31
Ga	K edge	10367	Si(840)	80
Ge	K edge	11103	Si(139)	78.72
As	K edge	11867	Si(771)	73.15
Se	K edge	12658	Si(1042)	81.05
Br	K edge	13474	Ge(777)	80.41
Kr	K edge	14326	Si(777)	75.14
Rb	K edge	15200	Ge(888)	87.19
Sr	K edge	16105	Si(599)	75.72
Y	K edge	17038	Si(1280)	75.09
Zr	K edge	17998	Si(1460)	75.05
Nb	K edge	18986	Si(1640)	82.56

Hf	L3 edge	9558.286	Si(733)	77.74
W	L3 edge	10200.1	Si(751)	75.57
Re	L3 edge	10531.1	Si(840)	75.72
Os	L3 edge	10868	Si(466)	80.06
Ir	L3 edge	11215	Si(844)	86.17
Pt	L3 edge	11564	Si(771)	79.31
Au	L3 edge	11919	Si(771)	72.43
Hg	L3 edge	12286.4	Si(953)	85.18
Tl	L3 edge	12660.3	Si(953)	75.25
Pb	L3 edge	13035.064	Si(953)	69.9
La	L3 edge	5483.5	Ge(422)	78.22
Ce	L3 edge	5724	Si(422)	77.71
Pr	L3 edge	5963.3	Si(333)	84.38
Nd	L3 edge	6209.36	Ge(440)	86.58
Pm	L3 edge	6460.44	Ge(440)	73.62
Eu	L3 edge	6980.59	Si(531)	75.44

3.3.2 单色器优化

采用罗兰圆结构，X射线源、单色器和探测器分布在一个直径500 mm的罗兰圆上，从X射线源发出的X射线经由单色器反射到探测器上。但是晶体斜切角和安装误差的存在，因此实际单色器的姿态需要经过优化才能确保探测器可以采集到分析晶体的单色光信号。由于晶面法线和晶体表面法线的斜切角差异，晶体绕表面法线旋转一周时，反射光在探测器上的光斑也会形成一个圆（图3-5）。

每一块球面晶体单色器在出厂前已经完成预校正，使得晶面法线保持在罗兰圆的平面内。所有球面弯曲晶体都不能从安装底座上拆除下来，否则会导致无法正常使用，需要联系厂家重新进行预校准调节。

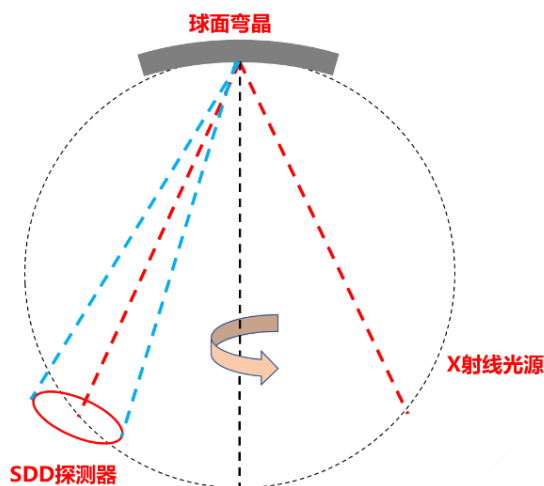


图3-5 谱仪单色器校准原理图

3.4 X射线管

固定靶X射线管是一种常见的X射线生成装置，包括一个由金属制成的靶和一个阴极。在靶上产生了快速移动的电子束，在碰撞靶材料时会发生离子化和激发过程，从而产生了X射线辐射，它可以通过调整靶材料和电子束能量来改变其频率和强度。

X射线管一般由真空玻璃管、阴极灯丝、阳极靶、铍窗以及聚焦栅极组成，并利用高压电缆与高压发生器相接，同时对高功率光管还需要配有冷却系统。侧窗 X 射线光管结构如图 3-6所示。当电流流经 X 射线管灯丝线圈时，引起阴极灯丝发热发光，并向四周发射电子。一部分电子被加速，撞击 X 射线光管阳极，大约99%的能量转化为热能；另一部分撞击电子则产生连续X射线谱和特征谱。电子以高能高速的状态撞击靶材，高速电子到达靶面，运动突然受到阻止（库仑力），其动能的一小部分便转化为辐射能，以 X 射线的形式放出，以这种形式产生的辐射称为韧致辐射（连续X射线谱）。改变灯丝电流的大小可以改变灯丝的温度和电子的发射量，从而改变管电流和 X 射线强度的大小。改变 X 光管激发电位或选用不同的靶材可以改变入射 X 射线的能量或不同能量处的强度。由于受高能电子轰击，X 射线管工作时温度很高，需要对阳极靶材进行强制冷却。

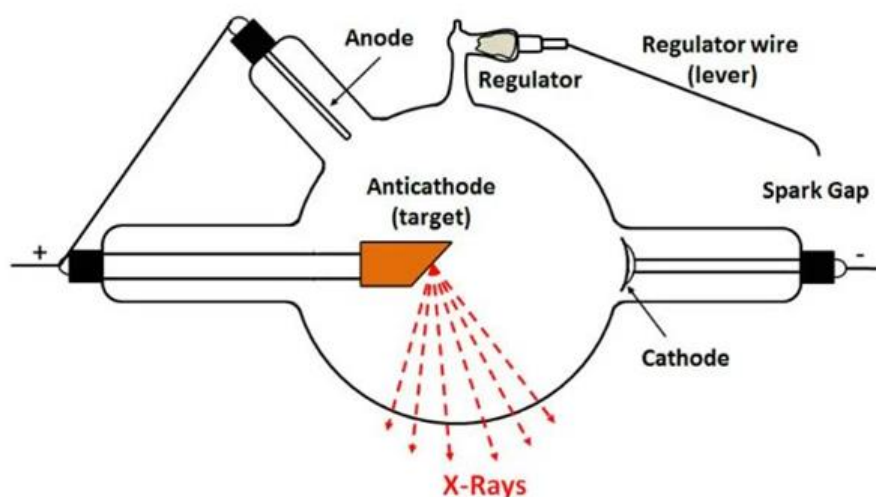


图3-6 X射线管工作原理示意图

本产品采用的光源为标准产品，光源的最大功率为2.4 kW，最大管电压 60 kV，最大管电流为 40 mA。本光源同时配置多种靶材，靶材更换采用拔插方式，可以根据需要进行快捷更换。

参数如下表所示：

最大功率	2.4 kW	焦点尺寸	0.4×10 mm和 0.4×0.4 mm
管电压	60 kV	靶材	W、Mo、Ag、 Cu
管电流	40 mA	冷却方式	水冷

注：最高管电压60 kV，管电流为40 mA，请不要人为上调，否则易导致设备损坏。

4 使用说明

4.1 仪器结构

外观设计：仪器主体外形尺寸为 1595mm×1150 mm×1980 mm（长×宽×高），仪器上部为设备主体结构及防护罩，仪器下部为设备柜。



图4-1 设备外观设计图

罗兰圆结构：X射线吸收谱仪器采用罗兰圆的光学结构设计，整体结构如图4-2所示。X射线源、单色器和探测分布在罗兰圆上，从X射线源发出的X射线（红线），经过单色器的反射和聚焦打到探测器上，通过运动机构改变X射线在单色器上的布拉格角度，可以获得连续变化的X射线单色光，进行XAFS的扫描。与此同时，在光路上设置了一个氦气腔体，可以减少X射线在空气中的吸收以增加X射线到样品处的光传输效率。样品放置在探测器的探头前面，还有一个16位的样品轮盘，可以实现多样品的连续测试。

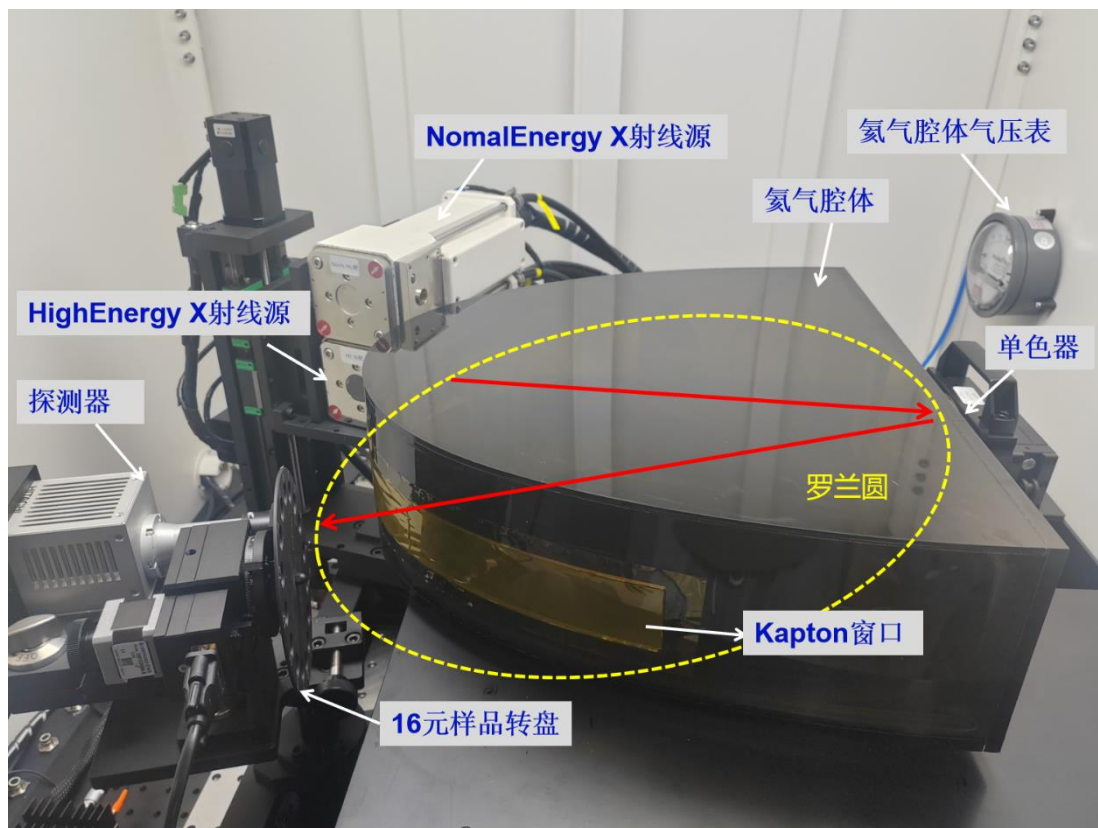


图4-2 仪器结构图

4.2 射线发生装置

4.2.1 X射线源安装和维护

用接地线连接光管腔室接地端和高压发生器接地端，并连接到接地排或接地棒，接地电阻 $< 5 \Omega$ 。使用P4硅脂涂满光管侧电缆端高压插头，将插头插入接触头，确保触点没有硅脂。注意不要对灯丝触点施加任何扭力。

X射线管套的安装：

X射线管套需要在设备完全断电的情况下操作，且需要切断电源30 min以上，确保高压电源内部完成放电。如图4-3所示，X射的管套由一个背部的立板进行安装，将管套安装到托板上后，拧紧四个安装螺钉即可。

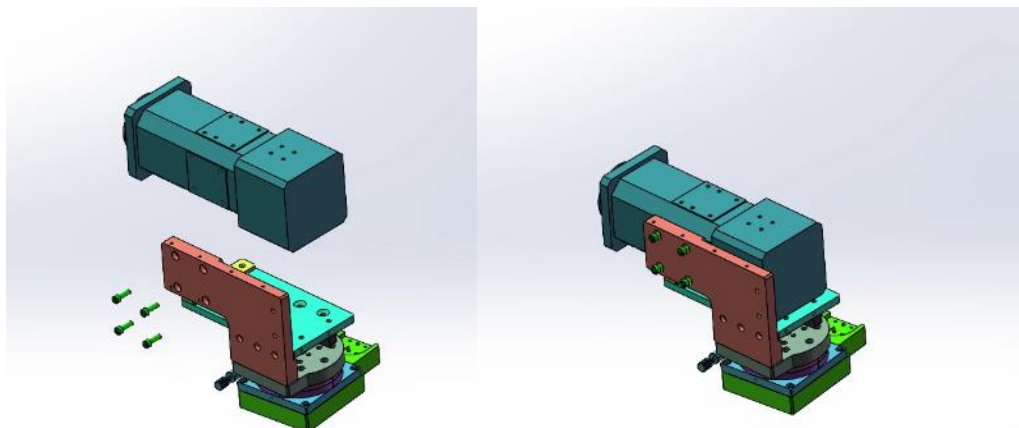


图4-3 X射线管套安装孔位：左图，管套安装前；右图，管套安装后

X射线高压线缆安装：将有高压插头的触点插入到X射线管腔室，拧紧端盖螺母。如必要，将控制模块和高压发生器，安装在X射线管腔室附近的合适位置。使用P4硅脂涂满高压发生器侧高压插头，将插头插入到高压发生器插座中。确保插头灯丝触点与插座触点正确对准。插座上的销钉必须卡在电缆法兰上的一个定位孔中，这样才能拧紧帽螺母。

注意：不要对灯丝接触级施加任何扭力！为了建立冷却水连接，一定要使用提供的专用软管，并将其末端推到相应软管适配器的停止位置，不需要额外的设备来保护这些连接。如要从适配器上取下软管，必须将其切断，小心地将留在适配器上的软管部分剥落，以免损坏适配器的切削边缘。



图4-4 左图：高压线和高压源的连接；右图：高压线和管套的连接

注意：由于电磁兼容的原因，下文所述设备连接必须使用专用屏蔽电缆，腔室和接地端也必须屏蔽，将X射线设备主电源连接电缆连接到高压电源上。单相电源供电时，L1必须接相线、N必须接中性线、PE必须接保护地。

靶材更换：靶材存在一定使用寿命，在到达使用寿命后，需要进行靶材的更换。**靶材更换时，必须确保主机电源（后侧空开断闸）处于关闭状态，同时，关闭水冷机。**

在软件能量调节选项卡，将能量调节电机走到40000的位置，当光源和探测器之间张开足够大的距离可以拆下靶材。拧开靶材上的两个安装螺钉，双手小心翼翼的取下靶材，然后换上新的靶材。

注意：靶材采用玻璃或者陶瓷真空封装，取下靶材时必须谨慎操作，皮肤不能直接与靶材窗口处的Be窗接触，避免磕碰导致碎裂，万一碎裂及时通知厂家人员。

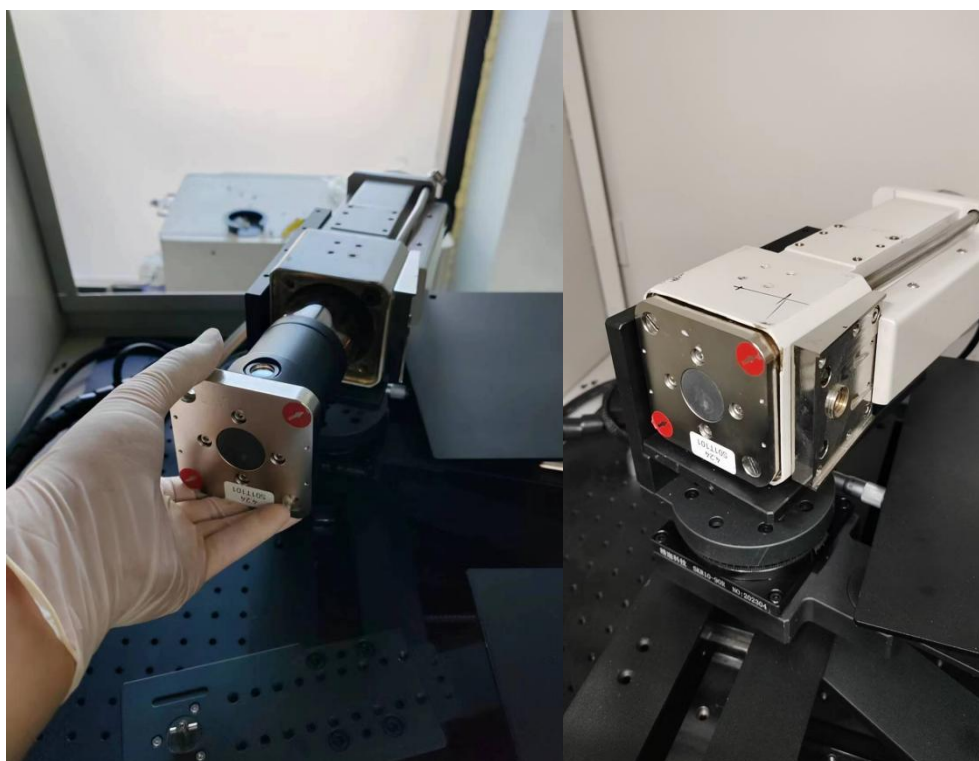


图 4-5 左图：靶材的拆卸；右图：靶材安装完成

4.2.2 单色器的更换

厂家配备的每一块单色器均已安装在快插底座上，并进行了姿态校准。**切勿旋转快插底座后侧的定位螺丝，否则将导致光路偏差。**

在单色器切换时，先拧松两个固定螺栓，取下之前的单色器放置好，操作过程轻拿轻放，避免晶面划伤。然后取待测元素对应的单色器，双手托举插入单色器燕尾槽位置，并对称拧紧螺母，保证单色器在谱仪运行过程中保持稳定。

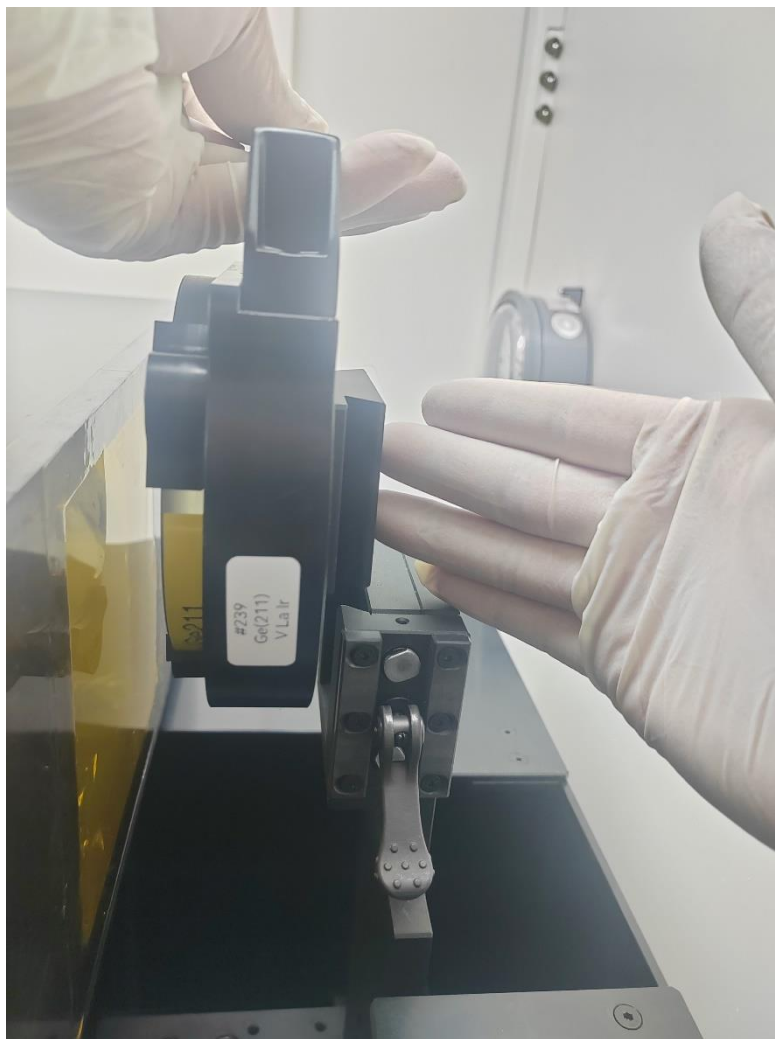


图4-6 单色器的切换

4.2.3 氦气腔体安装和使用

为了有效降低空气对光路的衰减，需安装氦气腔体。腔体通过定位螺孔安装于谱仪连杆上，腔体将随机构扫描同步运动，并通过快插连接好进气、出气管路以及压力表。其中压力表可以实时监测腔体内氦气的压力。

氦气气路连接：

仪器一般使用40 L的氦气钢瓶，首先需要连接一个二级减压阀，主阀量程应大于20 MPa，二级阀门可以选量程稍微小一些的（例如0.25 MPa或者0.16 MPa）。使用时主阀打开，减压阀压力控制在0.05 MPa左右。



图4-7 氦气通路减压阀

在减压阀后，依次连接一个针阀和一个流量计，针阀可以控制流量不会太大，并精确调节氦气流量，流量计提供流量的监控，调节针阀控制流量在10-20 ml/min之间即可。流量计后面接入氦气腔体入气口，由于氦气较轻，应连接上方接口，出气口设置在下方，并连接一个压差表，保持氦气腔体内部始终处于正压。通气一段时间后，氦气腔体出气口处的压差表示数应 >200 Pa,如果压差不够，则表示氦气腔体密封性不好，需联系厂家进行更换。



图4-8 氦气通路流量控制

换气： 如果因长时间不使用关闭了氦气，腔体内部会被空气填充，或者初次安装的时候，需要将腔体内部气体置换为氦气。

气体置换方式为：

- (1) 断开氦气腔体压差表的连接，防止氦气腔体压力过大而损坏；
- (2) 将针阀的流量开到最大（300 ml/min），持续换气10 min以上；
- (3) 换气完成，将针阀流量控制到10-20 ml/min，然后将氦气腔体出气管道连接至压差表。
- (4) 安装上单色器，优化分析晶体角度，观察计数是否达到理想值；

4.2.4 样品轮盘的安装

为了提高样品探测效率，厂家配置了样品轮盘，具有16个样品托，可以实现同一元素多样品的连续测试，满足过夜测试需求，提升仪器使用效率。样品轮盘支架可以方便的进行快拆，以解决原位测试和常规测试的空间冲突。样品盘采用磁吸结构，也可以便利的进行安装和更换。

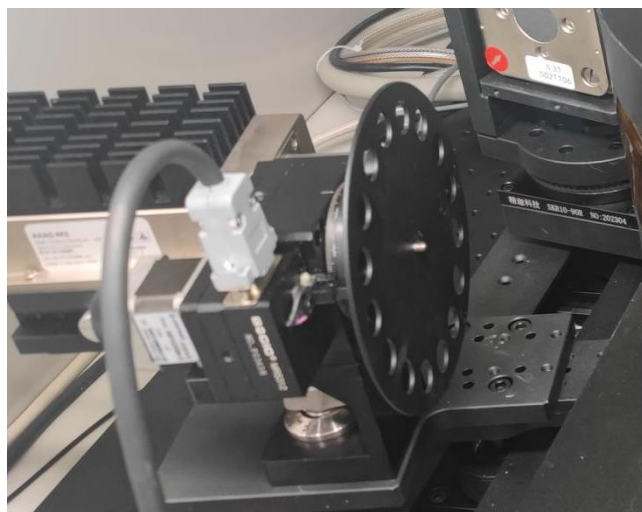


图4-9 多样品轮盘

4.2.5 原位池的安装

将原位池安装在探测器前侧的支撑架处，通过微调升降台确保原位池的样品点位置对准探测器中心。对于热催化原位池，需要离线测试样品池窗口外侧温度，确保探测器外盒温度不高于40摄氏度。涉及到液相的原位池，需要离线验漏，避免强酸、强碱等腐蚀性溶液损坏精密运动、控制装置。涉及到危险气体（如 H_2 、 CO 、 NO 等）的原位实验，原位池的气路、水路、电路则需要通过谱仪腔体侧面的迷宫口馈出。



图 4-10 原位池的安装

4.2.6 水冷

X射线源运行期间高能电子长时间连续轰击靶材，产生大量热量，需要连接水冷进行靶材冷却。冷水机出水口连接至X射线光机进水口，X射线光机出水口连接至冷水机进水口，连接处缠绕生胶带，确保不漏水。冷水机中加入高纯水至水位限位处，接通电源，开机。设定冷水机温度为 $24^{\circ}C \pm 1^{\circ}C$ ，并开启循环机。

X射线靶材的水冷流向非常重要，冷却水从水冷机出口流出，接入X射线管套下侧入水口，回流水出口则在X射线管套上侧。应定期检查水冷管道接口处是否存在漏水的情况，一旦发现漏水，应第一时间关闭仪器电源和冷水机（主机和冷水机后侧空开）

水冷机参数：

(1)循环水温度设置范围： $+23^{\circ}C \sim +25^{\circ}C$ 。

(2)循环水温度偏差设置范围：最低差值+2℃。温度偏差设置范围会影响压缩机频繁启动时间。

(3)温度报警上限：+45℃。当循环水温度高于温度报警上限阈值时，输出报警信号，同时关闭X射线高压。

(4)流量调节范围：0~20 L /min。

(5)流量报警下限设置范围：1~10 L /min。当回水流量低于流量报警下限阈值时，输出报警信号，同时关闭X射线高压。

(6)压力监控：出水压力1~4 bar(0.1~0.4兆帕)。

(7)压力报警下限设置范围：1~4 bar(0.1~0.4兆帕)。当实际出口管水压力值低于压力报警下限阈值或高于4.0bar（0.4兆帕）时，输出声光报警信号，同时关闭X射线高压。

(8)制冷方式：压缩机制冷（制冷剂R22）。

(9)循环水泵：高压旋转叶片泵，额定功率：0.55 KW

(10)供电电源：AC220 V±10% ,50 HZ±1，输入功率：2 KW。

(11)安全防护：压缩机过热保护、过流保护、高低压力保护、超温保护、流量保护、排气过热保护。

(12)水箱容积：20 L。

4.2.7 X射线快门

X射线出光口位置设置了一个快门，不管发生任何意外情况导致仪器防护门打开时，快门都会在10 ms内关闭，然后切断X射线管电源，避免操作者受到任何辐射。在使用时，需要打开快门（SHUTTER），探测器才能采集到数据。



图4-11 左图：X射线管出口快门；右图：中间为快门控制按键

4.3 线缆

4.3.1 X射线管线缆

X射线管后线缆包括：高压线、水冷循环接口和接地线。高压线给X射线靶材提供高压，使用时需要确保接地线正确接地。入水口和出水口也必须按正确方式接入，否则对X射线管的寿命会产生很大影响。

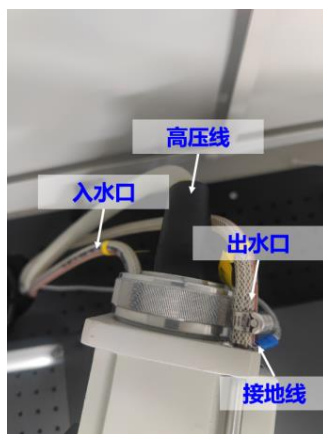


图4-12 X射线管连接线缆

4.3.2 探测器线缆

SDD探测器系统包括一个SDD探测器和一个控制器，SDD探测器通过一个电源线和一个lemo信号线相连。在控制器的另一侧，有220 V电源线和与电脑通讯的USB连接线。

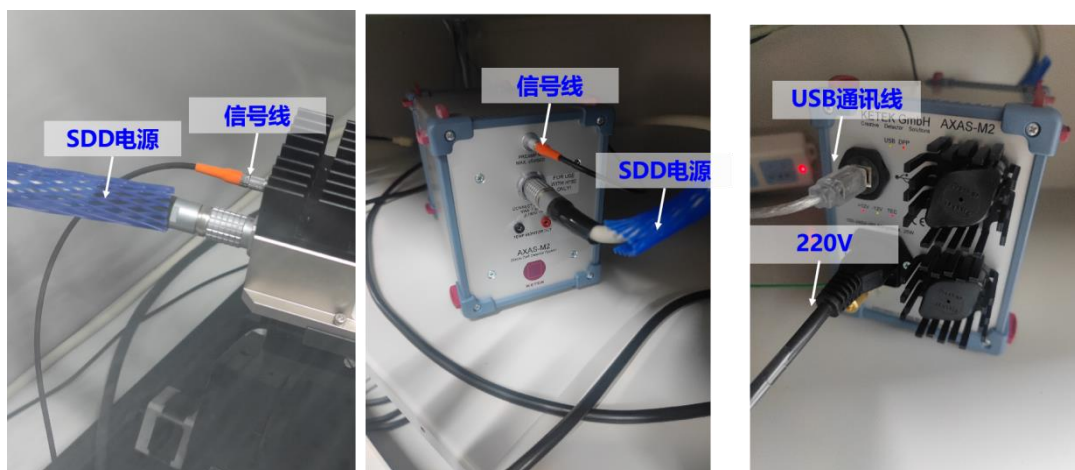


图4-13 SDD探测器线缆

高能探测器系统包括高能探测器、控制器和电子学和基于Linux系统的主机。高能探测器和控制器之间通过电源线相连，给探测器提供电源和控制，控制器必须接地，控制器电源打开后会控制探测器的X射线探头降温到-40摄氏度的工作温度，此过程大概需要10min左右，降温到工作温度后，控制器上的TEC指示灯会从红色变为绿色，此时探测器才允许进行采集。

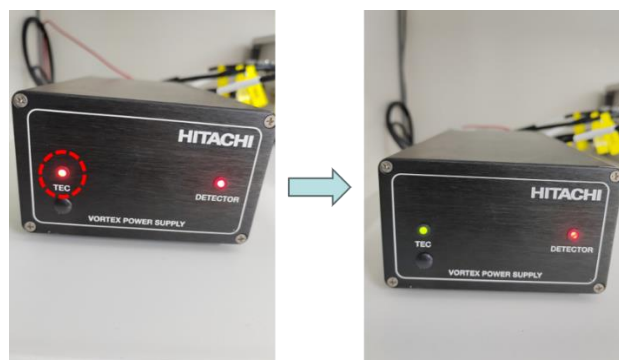


图4.14 探测器TEC指示灯

探测器的信号线和电子学通过同轴信号线相连，探测器端为BNC接口，电子学端为Lemo接口。电子学和Linux PC端通过网线相连，接入linux PC端右侧网口，linux PC端左侧网口和工控机PC端相连。

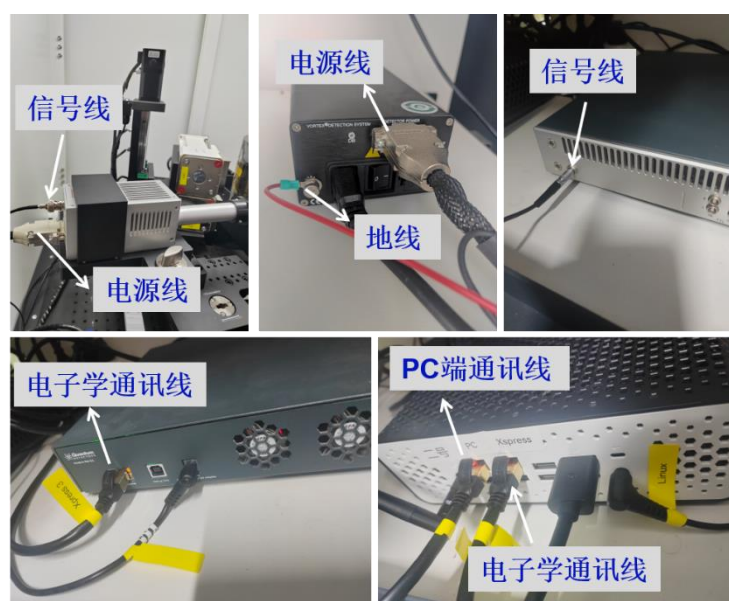


图4.15 高能探测器线缆

4.4 辐射防护设计

辐射防护计算空气比释动能率 Ka 表示 X 射线剂量率： $Ka = I \cdot \delta_x (r_0/r)^2$ 其中， δ_x 为发射率常数； r 为离阳极距离； I 管电流； $r_0=1$ ； Ka 的单位 mGy/min 。

管电压取 30 kV，管电流取 30 mA，人员离阳极距离 $r=1\text{ m}$ ；

发射率常数选取 $=5.26\text{ mGy}\times\text{m}^2\times\text{mA}^{-1}\times\text{min}^{-1}$ ；

工作时间 $8\text{ h}\times 300\text{ 天}$ ；铅当量为 2 mm 的铅板透过率： 7.2×10^{-15} ；

空气比释动能为： $2.2\times 10^{-7}\text{mGy}$ ；

X 射线人体吸收系数为 1，人体年平均吸收剂量： $2.2\times 10^{-7}\text{ mSv}$ ，远小于 GB18771-2002《电离辐射防护与辐射源安全基本标准》规定：由审管部门决定的连续 5 年的年平均有效剂量 20 mSv；任何一年中的有效剂量不大于 50 mSv。

4.4.1 辐射防护主体设计

X 射线吸收谱仪主体部分主要包含：X 射线源、光阑、弯晶、防护铅版和聚四氟乙烯板。外围是可封闭的腔室，正面封闭板设计有铅玻璃观察窗。

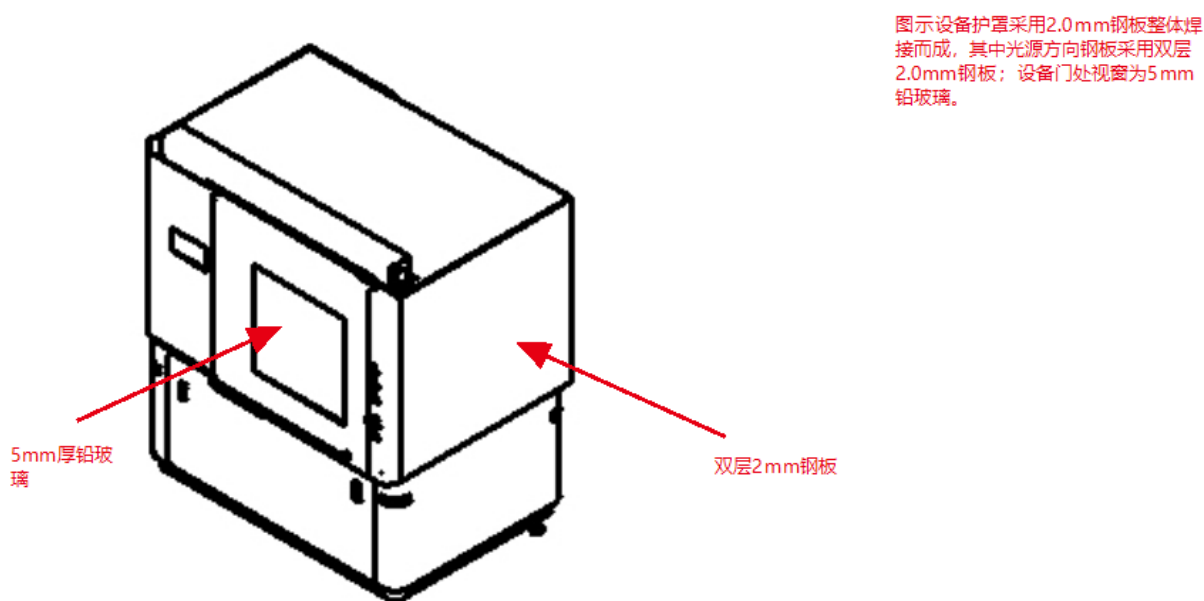


图 4-16 设备外部防护

4.4.2 射线源防护设计

本仪器采购 X 射线源为标准产品，本身已有充分的防护设计并经过了防护检测。

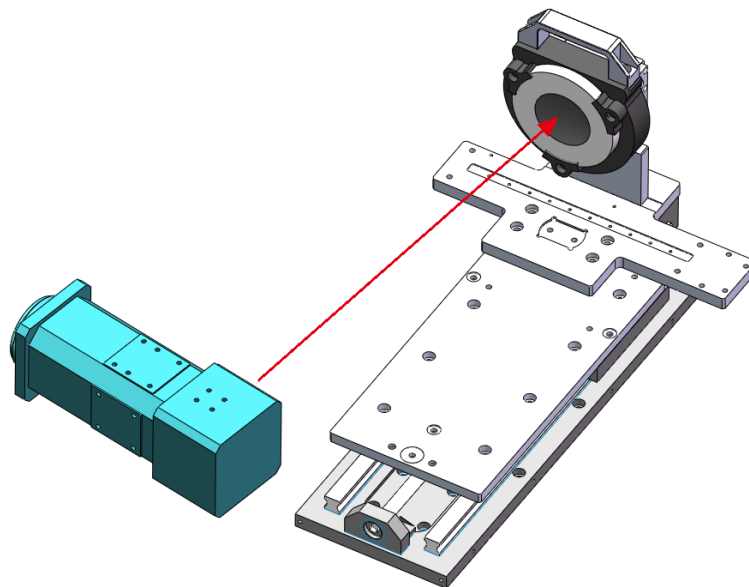


图 4-17 内部核心部件实体防护设计

4.4.3 主光路防护设计

由 X 射线吸收谱仪原理可知，X 射线经过大尺寸弯晶反射聚焦后照射到样品之上，激发特征光谱，由末端的探测器接收。大尺寸弯晶位于 X 射线光路上，即使考虑 X 射线的发散角，经光源发出的 X 射线仍然能够全部照射到弯晶之上，不会外溢。照射到弯晶上的 X 射线绝大部分会被吸收，只有微量的单色光反射到样品上，该单色光比光源光能量低 3 个量级以上，最大能量 $< 20 \text{ keV}$ ，无法透过 1.5 mm 的普通钢板。主光路四周均有 1.5 mm 的普通钢板包裹。

同时，为了保险起见，我们在弯晶后方设计有铅当量为 2 mm 的铅板遮挡，可以有效屏蔽可能透过晶体组件的 X 射线外溢。

4.4.4 次级荧光防护设计

对于本系统来说，除了要考虑直接 X 光的屏蔽外，还有次级荧光需要防护。X 射线照射到物体上会产生次级荧光，金属上产生的荧光强度高于非金属，因此，由于弯晶位置作为收光/分光主要器件，此处需要特别注意避免高能次级荧光的产生，我们在弯晶前面设计聚四氟乙烯板，可有效避免高能次级荧光的产生。

4.4.5 防护罩设计

通过辐射防护设计，仪器可以有效避免 X 射线直通外溢，也能防止高能次级荧光产生，同时考虑到一些不可避免的次级散射，我们用最外层仪器防护罩进行防护。因散射线无法穿透 1.5 mm 的钢板，因此整个仪器主体均用 1.5 mm 的钢板防护起来，防护罩的所有焊接处采用满焊处理预防射线泄露；扫描机构防护罩正面采用 10 mm 铅玻璃门设计，在屏蔽射线的同时又可以观察设备的运转状况。

5 Rapid XAFS软件

Rapid XAFS 软件菜单栏包含以下七个部分：光源控制、探测器设置、能量调节、扫描参数、能量校准/粗扫、数据采集（精扫）和帮助。

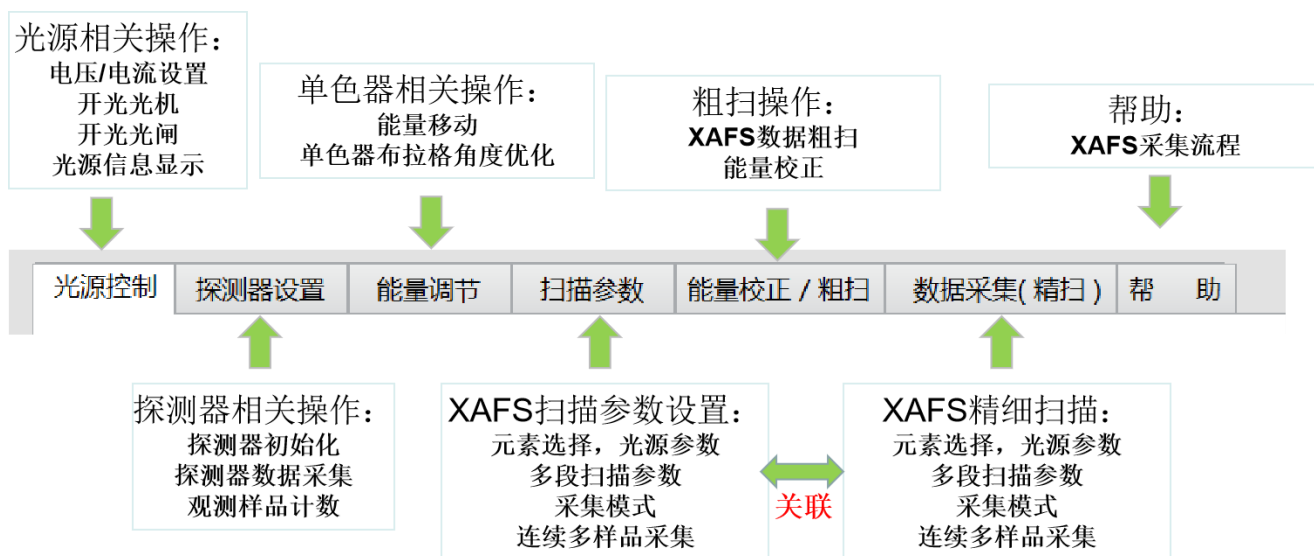


图5-1 Rapid XAFS软件选项卡

5.1 光源控制



图 5-2 光源控制选项卡

实现 X 射线源电压电流的控制，左侧包括开关高压、开关光闸、切换 X 射线源和故障复位。右侧是光源状态显示信息，开高压后，可以实时看到 X 射线管的电压电流、管温和灯丝

电流。关高压后，电压电流变成 0，灯丝电流变成 2 mA 保持待机状态。如果灯丝电流小于 2 mA，一般会出现欠流报警，表示灯丝寿命到了，或者高压线的接触不好。右下侧光机的运行时间，是开高压的累计运行时间，更换靶材后，应将运行时间清零重新累计。

5.2 探测器设置

探测器设置选项卡可以进行探测初始化，单色光的信号采集。点击开始采集，即可按照设定的采集时间采集探测器上的光谱数据。设定正确元素后，单色光信号应在红线和蓝线之间（吸收边前后 300 eV），如果不在区间范围内，应该注意是否安装了错误的单色器或者扫描参数中的元素选择错误。此选项卡主要用于观察测 IO 后或者样品后的信号强度，测 IO 时，计数应保持在 30000-60000 光子左右。另外死时间（Dead Time）是一个需要我们关注的参数，在数据采集过程中，应当尽量保持 Dead Time 小于 0.3 以内，否则探测器工作在非线性区间，可能导致数据的异常。

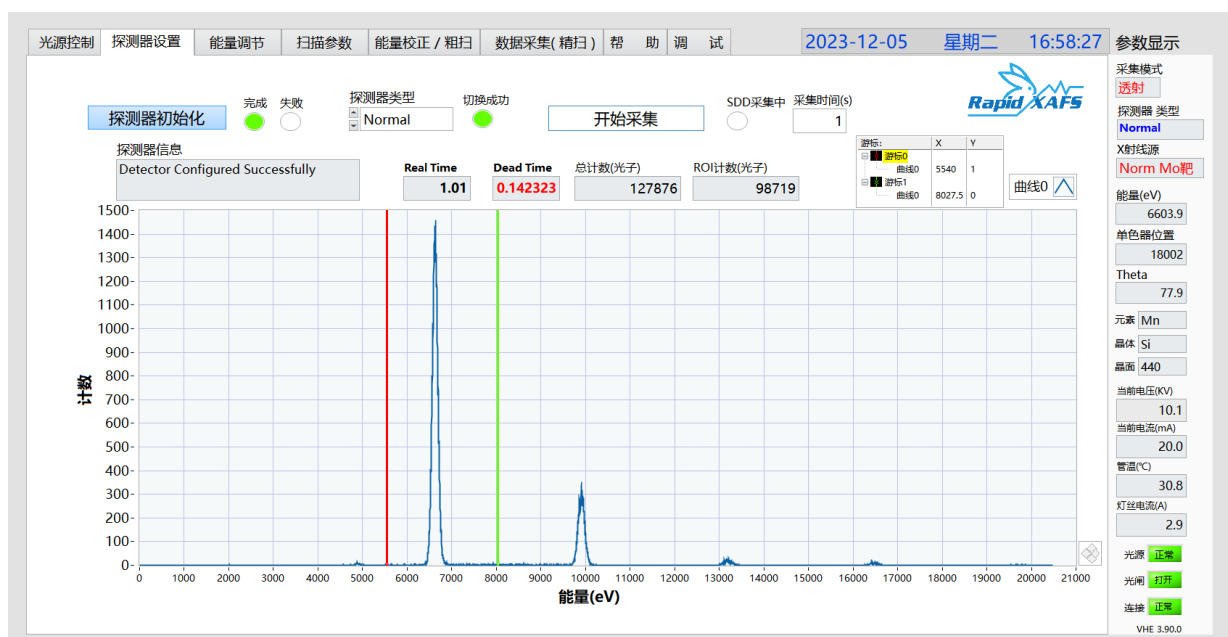


图 5-3 探测器设置选项卡

5.3 能量调节

能量调节选项卡主要用于 X 射线能量移动和单色器的优化。软件界面右侧是通用参数显示区域，能量、单色器位置和 Theta 值三者相互关联，进行能量移动时，都可以看到三者的实时变化。

布拉格角移动实现单色器的布拉格角转动，由于 X 射线能量对布拉格角度非常敏感，每次切换单色器，需要对布拉格角度重新进行优化。选择一定角度范围进行扫描，可以得到一个接近高斯分布的峰，将布拉格角度移动到峰值处即可完成优化。

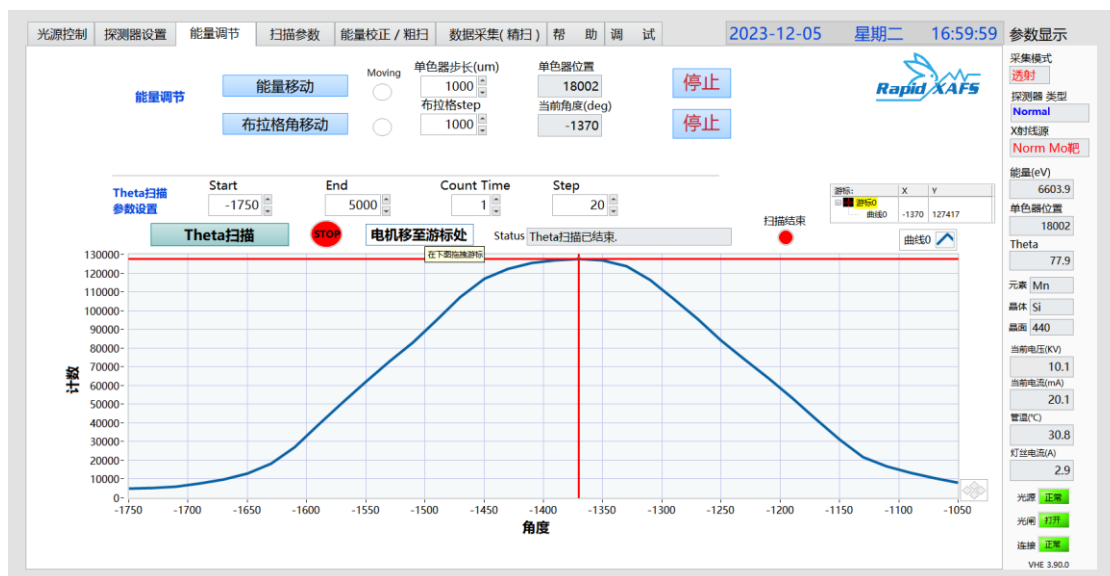


图 5-4 能量调节选项卡

5.4 扫描参数

扫描参数选项卡可以进行每个元素的参数设置，包括使用的单色器指数面、X 射线管的电压电流、XAFS 扫描参数设置和多样品扫描参数设置。

软件设置了每个元素默认的仪器参数，一般使用默认设置即可，同时支持自定义的单色器参数。自定义参数需要对仪器有足够了解的情况下才可以进行设置，否则不建议进行修改。

在选择元素接口输入待测元素名称，软件会读入自动设置的默认参数，软件右侧的能量、元素、晶体、晶面也会对应改变。

精细扫描参数设置可以设定 XAFS 的透射或者荧光采集模式，分段进行 XAFS 数据采集，采谱参数是相对待测元素吸收边进行设置，设置过的采谱参数可以保存到本地，以便下次使用时导入。点击精细扫描参数设置后，会计算出本次测试的 K 空间范围 (Kmax)，采样点数

和预估的采样时间。如果采谱参数设置不合理，可能会超出仪器测试能量范围，软件也会给出对应提示，需要重新设定扫描参数，此时应关注 Motor 位置最小值和最大值，最小值应该大于 0，最大值应该小于 112000。如果超出，应该缩小能量采集范围。

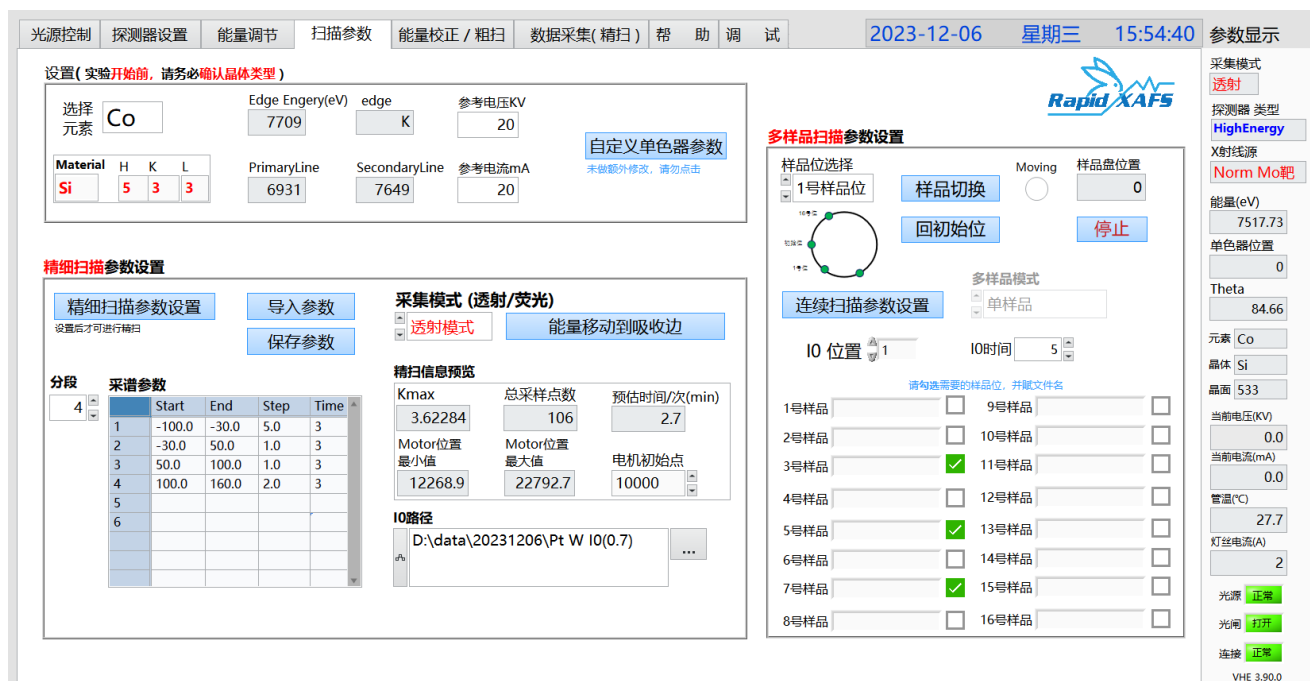


图 5-5 扫描参数选项卡

多样品扫描参数设置进行多样品连续测试设置：选择切换样品的名称，点击样品切换，可以切换到样品转盘上设定的样品位置。如果样品位置出现偏差，可以点击回初始位重新进行初始化。

进行连续的多样品测试时，需要将模式切换到多样品连续测试，可以分别设置 16 个位置的样品名称，并进行任意几个样品的测试，点亮样品名称后的信号灯（点亮后为绿色），将对这些点亮的样品进行测试。

多样品扫描参数设置

样品位选择: 1号样品位 样品切换 Moving 样品盘位置: 9307

回初始位 停止

连续扫描参数设置 多样品模式: 多样品连续测试

IO 位置: 1 IO时间: 5

请勾选需要的样品位, 并赋文件名

1号样品	<input type="checkbox"/>	9号样品	<input type="checkbox"/>
2号样品	<input type="checkbox"/>	10号样品	<input type="checkbox"/>
3号样品	<input checked="" type="checkbox"/>	11号样品	<input type="checkbox"/>
4号样品	<input type="checkbox"/>	12号样品	<input type="checkbox"/>
5号样品	<input checked="" type="checkbox"/>	13号样品	<input type="checkbox"/>
6号样品	<input type="checkbox"/>	14号样品	<input type="checkbox"/>
7号样品	<input checked="" type="checkbox"/>	15号样品	<input type="checkbox"/>
8号样品	<input type="checkbox"/>	16号样品	<input type="checkbox"/>

图 5-6 扫描参数选项卡

5.5 能量校准和粗扫

此选项卡主要用于能量校准和样品粗扫。

在使用中, 可能存在能量的漂移, 此时需要基于金属标样进行能量的重新校准 (一般建议用 CuFoil): 放置好 Foil 和对应的单色器后, 依次点击粗扫参数设置和开始粗扫, 可以扫描到 Foil 的吸收边数据, 将蓝色的游标线移动到吸收边一次导数最大处, 然后点击 Calibration 即可。重新点击粗扫参数设置和开始扫描, 再次扫描吸收边数据可以检查能量校准是否正确, 此时游标应该在一次导数最大点。

一般我们可以根据样品中的元素含量计算压片所需的样品量, 但是很多时候会存在元素含量不清楚的情况, 此时可以估计一个样品量进行压片, 然后粗扫一次, 看看吸收边的跳高是否在仪器测试的最优范围, 如果不在这个范围, 减少或者增加样品量进压片, 重新粗扫直到跳高和样品信号到一个最优范围。仪器跳高的合理范围在 0.6-2.6 之间, 最优的跳高在 2 左右。在吸收边后计数大于 3000 以上时, 应该调整跳高尽量接近 2, 在吸收边后计数低于 3000

时，此时探测器上的计数优先，跳高可以较低。极限情况下，样品跳高也应该在 0.4 以上进行测试。

注：跳高的计算方式，吸收边后 50 eV 左右的吸收系数减去吸收边前的吸收系数。

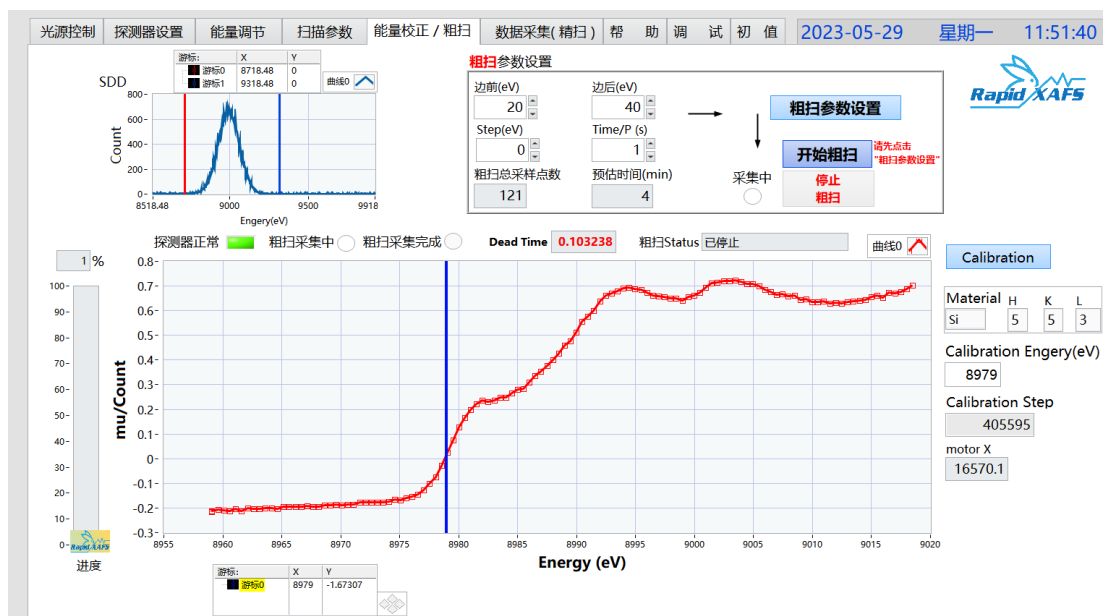


图 5-7 扫描参数选项卡

5.6 数据采集

此选项卡进行 XAFS 数据采集。在采集样品 XAFS 信号之前，需要先采集一遍 I0 信号。I0 信号采集的是每个能量的光强，样品 XAFS 需要用 I0 信号进行光强的归一化，同一元素的 I0 信号采集一遍即可。采集 I0 信号后，切换到 XAFS 采集，进行样品数据的采集。如果信号较差，可以进行多次的重复扫描，获得多次平均数据以提高数据信噪比。

注意：和同步辐射测试不同，仪器测试 I0 和样品 XAFS 测试时设置的采谱参数必须严格的一致，而且 X 射线的光路需要一样，尤其是在原位测试的时候，需要放上空的样品池进行 I0 的采集，以确保光强信号的准确可靠。

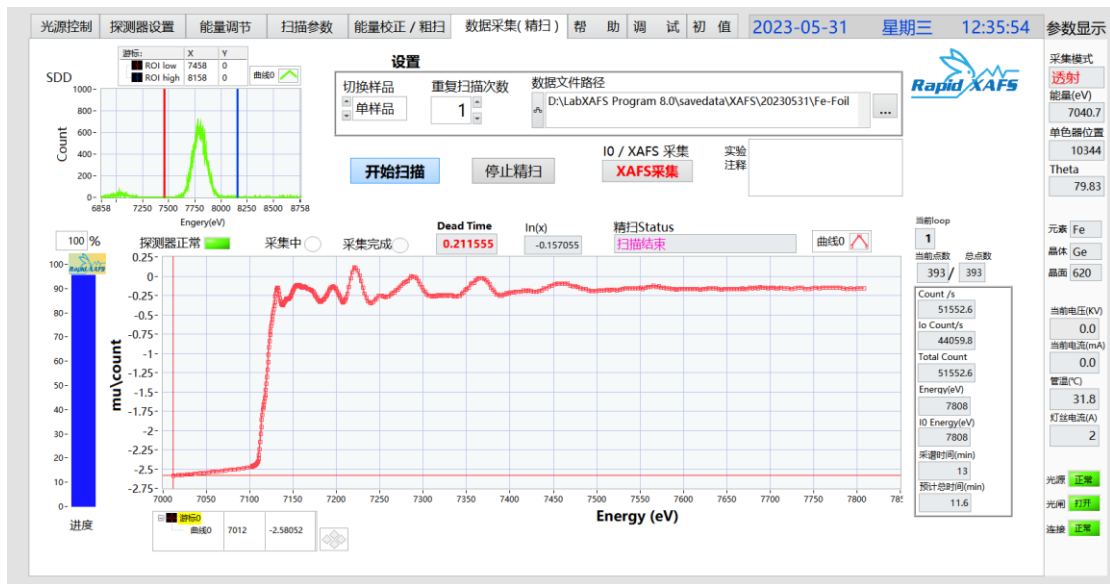


图 5-8 数据采集选项卡

5.7 数据文件格式

数据文件前几行为用户自定义的样品信息，XAFS 数据保存为 5 列

Energy: 扫描点的能量。

I0: 对应能量的点的光强数据。

ITorIF: 如果是透射模式，记录的是透射的光强信号；如果是荧光模式，记录的样品的荧光信号。

Time: 每个点的积分时间。

mu: 计算出来的吸收系数。

```

1
2 Comment:
3
4 *****
5
6 Energy I0 ITorIF Time mu
7 11464.00 92158.1 190783.2 5.051 -0.727632
8 11469.00 91991.8 190181.4 5.051 -0.726278
9 11474.00 90917.7 189160.4 5.053 -0.732641
10 11479.00 91061.6 189624.4 5.053 -0.733508
11 11484.00 90182.8 185918.4 5.052 -0.723469
12 11489.00 89489.2 184787.5 5.052 -0.725089
13 11494.00 89085.8 183535.5 5.052 -0.722808
14 11499.00 88159.4 181619.9 5.052 -0.722770
15 11504.00 87694.6 179857.6 5.052 -0.718306
16 11509.00 87309.0 178918.6 5.052 -0.717477
17 11514.00 86819.7 177525.2 5.053 -0.715279
18 11519.00 86504.8 176310.9 5.054 -0.712049

```

图 5-9 数据格式

5.8 探测器能量校准

此能量校准仅针对于 Normal 探测器。探测器在关闭电源后，能量可能漂移，需要重新进行校正，需要校正的典型特征为，粗扫或者数据采集选项卡，左上角 SDD 的图，探测器的单色光峰不在两个标线的正中间：

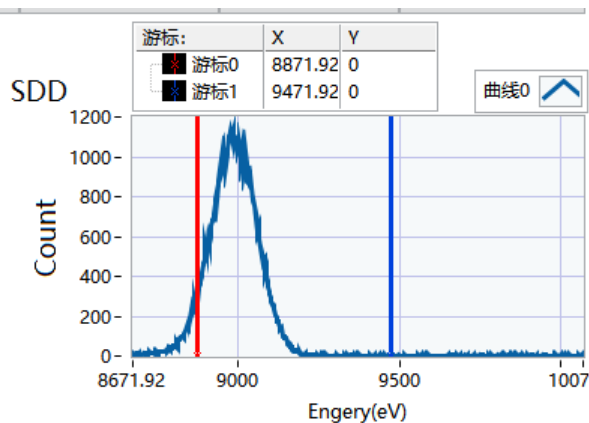


图 5-10 探测器能量偏移

校正流程为：

(1)以 Cu 为例，先进行粗扫：

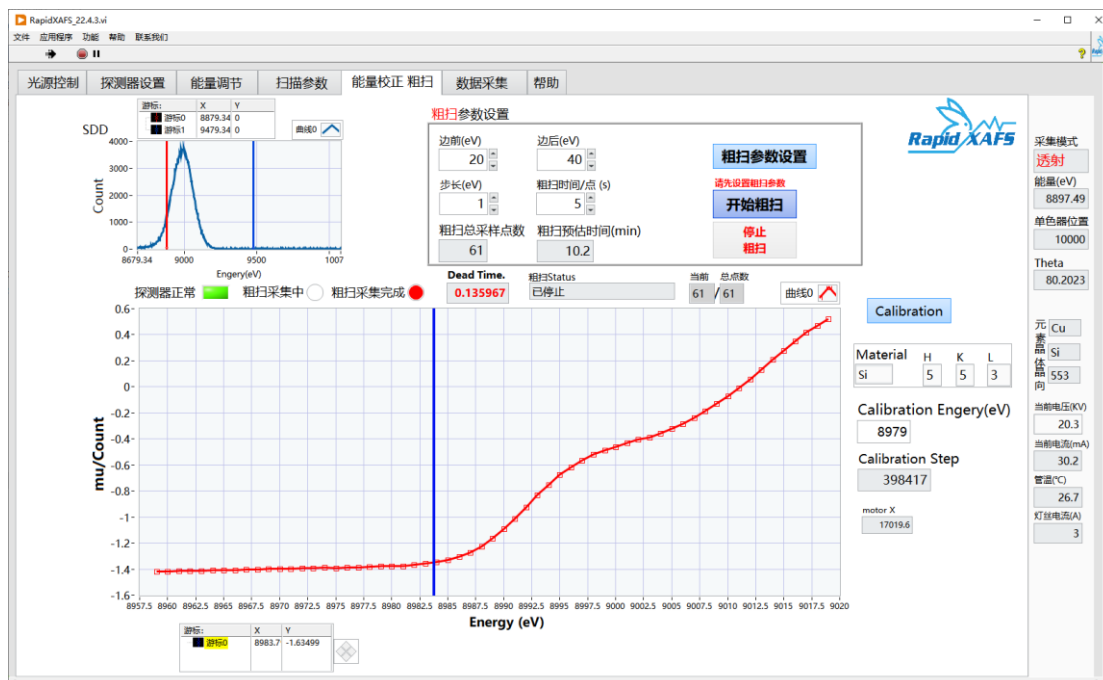


图 5-11 未校准情况下的粗扫

(2) 将蓝线移动到吸收边位置（导数第一个峰值处），点击 calibration，可见 calibration step 发生改变：

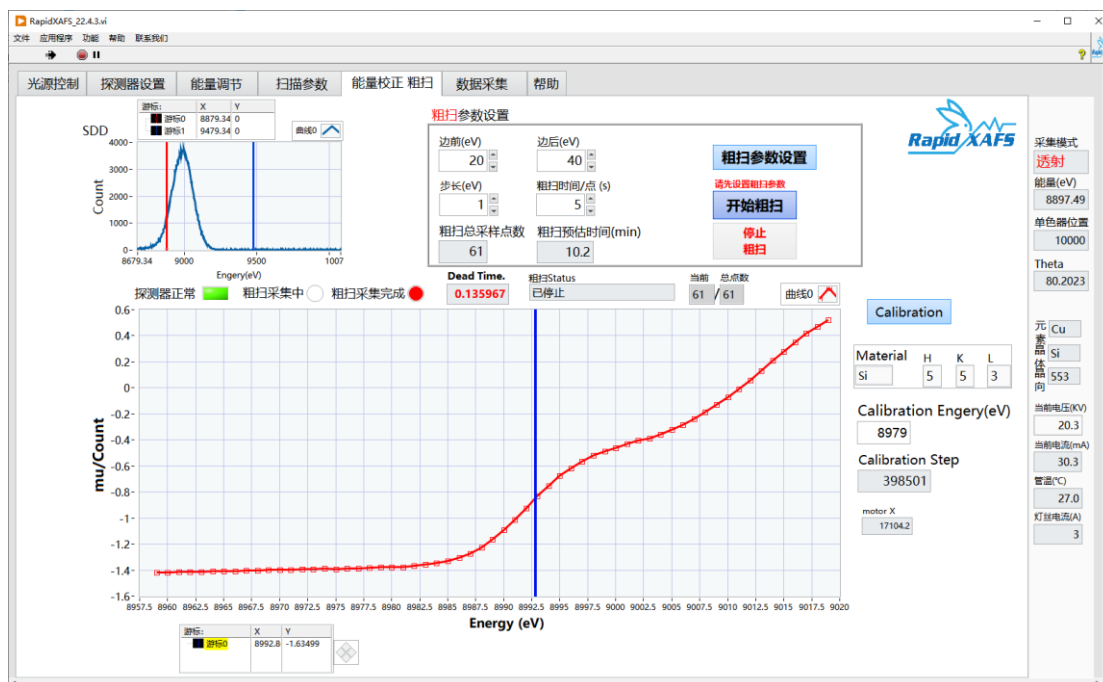


图 5-12 校准后的粗扫

(3) 重新扫描一遍，确认是否校正成功，此时蓝线应该在吸收边处了（无需移动）：

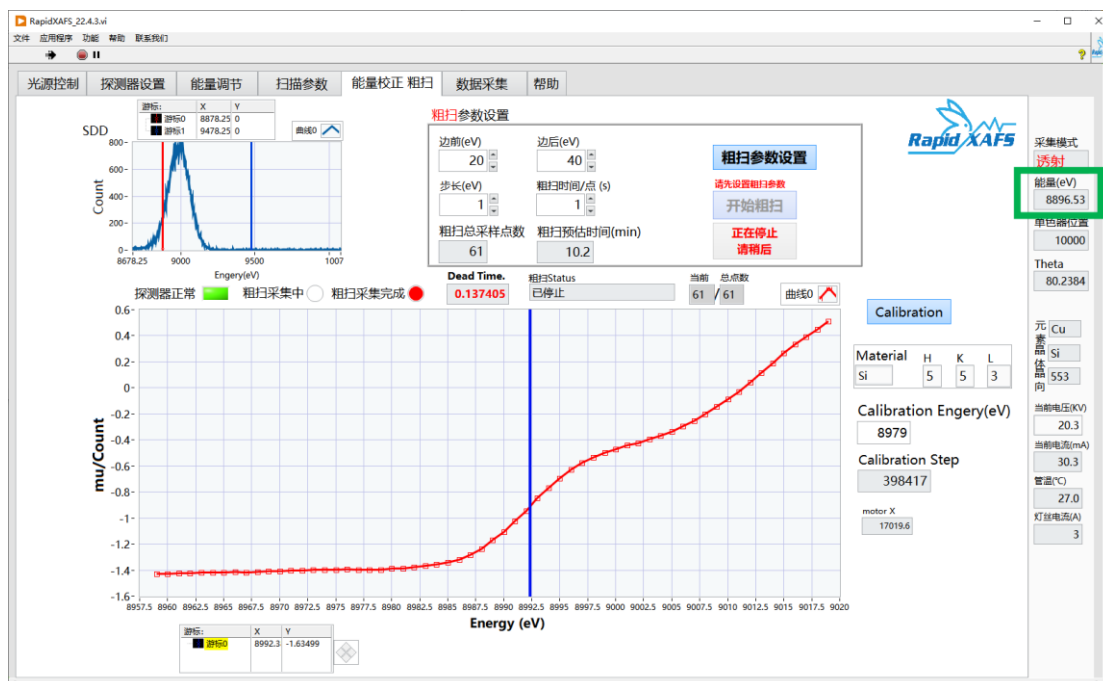


图 5-13 确认校正是否成功

(4) 记录当前能量值（上图绿框 8896），打开 prospect 软件：

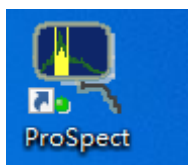


图 5-14 prospect软件

(5) 点击 start run, 过几秒 stop, 将两根标线移动到峰的两侧。

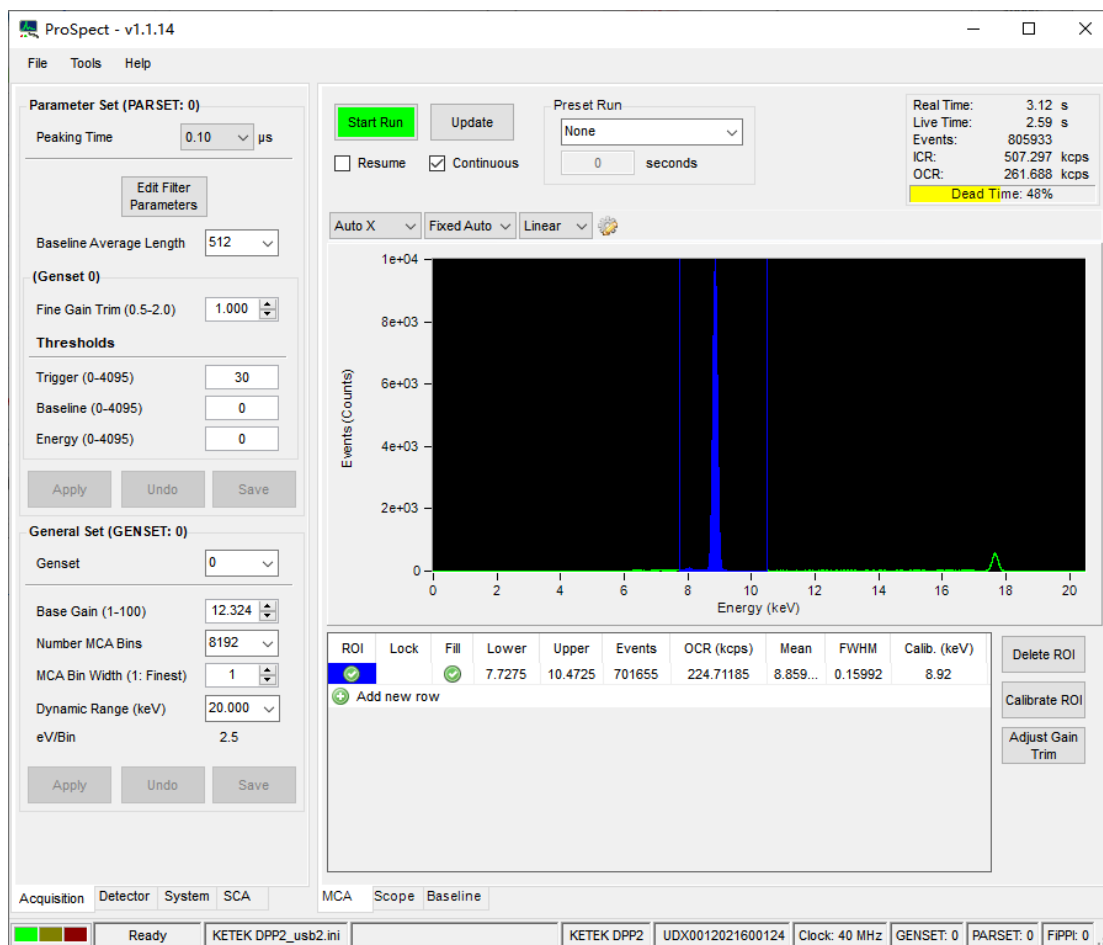


图 5-14 prospect软件进行能量校准

(6) 修改 Calib 的值为记录的能量值, 注意单位为 keV, 点击 calibration ROI, 校正完成。



图 5-15 Calibration ROI

(7) 粗扫确认是否校正成功

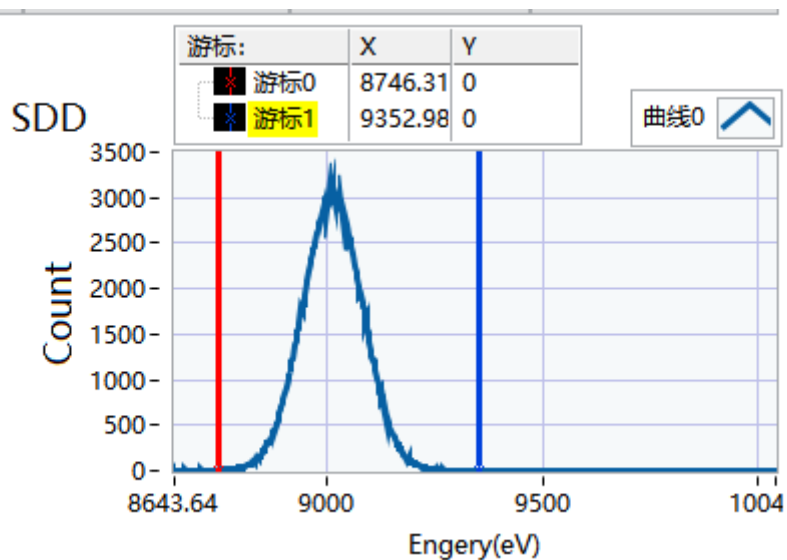


图 5-16 校正后的SDD数据

5.9 错误代码

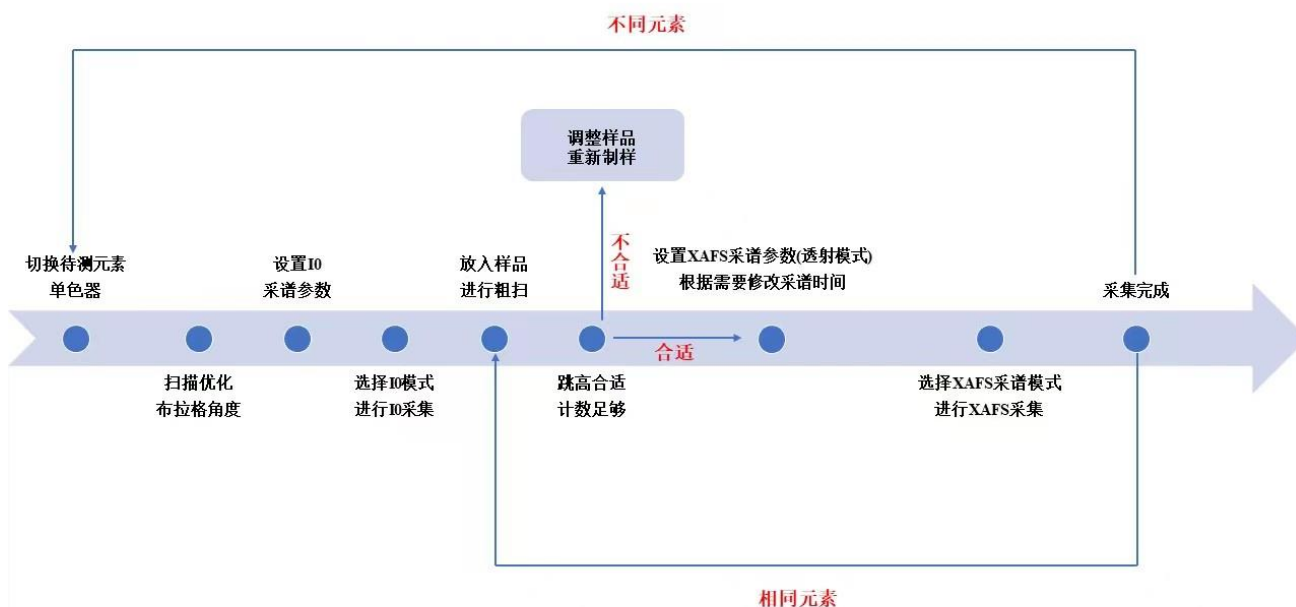
表5-1 错误代码

错误1	电机错误
	产生原因：电机端口被占用。
	解决方法： 1) 重新运行.exe程序 若还未解决，可能是其他新加入的设备占用了端口号，可联系相关人员解决
错误2	光机网络故障
	产生原因：电脑与光机失去连接。
	解决方法： 1) 查看光机到电脑的网线链接，是否有松动 2) 检查光机功能是否正常 3) 重启光机设备与电脑 联系厂商，并将以上信息告知
错误3	XXXXX配置文件缺失

	产生原因：通常为需要的某文件，被错误的删除了。
	解决方法：根据提示添加文件 或者 联系厂商修改。
错误4	电机端口未设置
	产生原因：软件未设置电机端口
	解决方法：根据提示，联系厂商修改，添加端口号并保存

6 XAFS采集

6.1 XAFS采集流程



- (1) 选择待测元素合适的分析晶体，插入单色器燕尾槽安装
- (2) 分析晶体切换之后，需要对布拉格角进行精细优化，扫描得到一个接近高斯分布的峰，将布拉格角度移动到峰值处即可完成优化。
- (3) 在扫描参数选项卡，可以设置扫描参数，选择透射或者荧光模式。
- (4) 放置衰减片，选择I0模式，进行I0的数据采集。
- (5) 制备样品，放入样品，进行粗扫观察跳高。（部分元素不可粗扫，比如Ni、Zn，可以将精细扫描时间设置为1s进行）。
- (6) 粗扫跳高高于2.6，减少样品量，回到第5步。跳高低于0.6，增加样品回到第5步。
- (7) 设置修改采谱参数中的时间，进行样品XAFS数据采集，除积分时间，其他采谱参数应和I0一致。
- (8) 采集完成后，同一样品回到第5步即可，若切换元素，回到第一步。

6.2 连续多样品采集

连续多样品采集流程与文中6.1小节描述的基本一致，但是多样品采集会自动测试I0，且固定每个点的积分时间为5s。

多样品采集界面设置如图6-1所示，首先我们需要将I0、Foil和样品固定到样品轮盘上，并在软件上设置对应标号的样品名。非常重要的一点是，需要输入I0对应的编号（红框）。

选择多样品连续测试模式，将需要测试样品后面的信号灯点亮，只有这些选中（绿灯）的样品才会进行采集，需注意的是，I0无需选中。样品的采谱时间还是在采谱参数那里进行设置。然后在精细扫描选项卡选择文件路径，点击开始扫描即可。



图 6-1 多样品采集参数设置

7 X射线源和探测器的使用

7.1 X射线源的使用

为满足不同元素测试需求，该设备配备Norm Mo靶（NM）和HE W靶（HE）两种类型的X射线源。在HE X射线源模式下，电压电流恒定为30kV 40mA，而NM X射线源电压电流最大不高于20 kV 20mA。不同元素下X射线源的使用条件请严格遵循表7.1，不得随意改变X射线源的电压电流，否则会对靶材造成损害。

元素	X射线源	参考电压	参考电流	I0厚度
Ti	NM	15 kV	20 mA	0.03
V		10 kV	20 mA	0.05
Cr	NM	20 kV	20 mA	0.05
	HE	30 kV	40 mA	0.35
Mn	NM	10 kV	20 mA	0.05
Fe		20 kV	20 mA	0.15
Co		20 kV	20 mA	0.2
Ni		20 kV	20 mA	0.25
Cu		20 kV	20 mA	0.25
Zn		20 kV	20 mA	0.3
Pt		NM	20 kV	20 mA
	HE	30 kV	40 mA	0.7
Zr	HE	30 kV	40 mA	/
Mo	HE	30 kV	40 mA	/

Ru	HE	30 kV	40 mA	/
-----------	-----------	--------------	--------------	----------

表7.1 不同元素下的X射线源使用条件及对应I0厚度

通过表7.1确定所使用的X射线源后，按下图7.1中开关，可自动完成X射线源的切换。需要注意的是，在设备断电重启后，需长按此开关10 s直至电机回到初始位。



图7.1 X射线源的切换

待要使用的X射线源切换完成后，在程序光源控制界面将X射线源切换成与设备内对应的类型，如图7.2，切换完成后光闸也会自动切换。

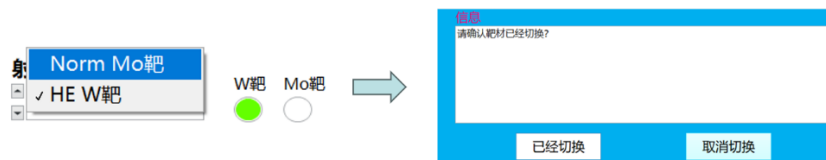
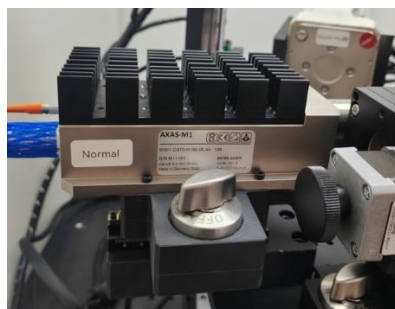


图7.2 程序内X射线源的切换

7.2 探测器的使用

该设备配备NormalEnergy (NE) 和HighEnergy (HE) 两种型号的探测器。测试能量小于18 keV使用NE探测器，大于18 keV则使用HE探测器。具体操作流程如下：

- (1) 确定使用探测器类型（以Normal探测器为例），切换为对应探测器；



- (2) 在程序中将探测器类型切换为对应探测器后，点击探测器初始化。



8 主机功能

8.1 触摸屏使用说明



图7-1 启动界面

前面板触摸屏亮起，显示向左滑动解锁控制器，向左滑动进入主界面。

显示屏亮起后会有一个十几秒的系统准备工作，界面上设备状态会显示红色灯亮起，代表系统未准备好，待变为绿色灯代表系统正常，灯丝电流会反馈回 (2.0 ± 0.1) A,可进行曝光设置。



图 7-2 光闸控制

光闸开关按键可测试光闸开关是否正常，光闸开启面板光闸灯亮，关闸关闭面板光闸灯

灭，设备状态按键按下后可跳转到各功能状态界面，包括水温状态 kV、mA 等状态及灯丝电流设置，默认 2A（正常工作设置），各状态出现故障会变红色灯，蜂鸣器响起。



图 7-3 电压设置

曝光前设置 kV 和 mA 以及曝光时间参数（1.0 代表 1 分钟，最大曝光时间可设置到 6000 分钟），门机关上，按下面板门机锁定键，关闭所有铅门，急停开关旋出状态。

触摸屏 kV 栏上端代表 kV 反馈，下端代表 kV 设定值，mA 栏同理。kV，mA，时间设定参数可直接点击数字会弹出一个键盘进行设置。



图 7-4 设置曝光时间

设备状态绿色灯下，设置好曝光时间，调整好 kV、mA 参数后，可进行开高压，高压开启后反馈到目标值后，如果光闸开启，那么时间倒计时开始（倒计时条件：kV 反馈到设定值，光闸开启），倒计时结束后自动关高压。



图 7-5 复位

复位按钮，出现故障后解决好故障来源如果还有红灯亮起，可按复位按钮进行清除故障状态，如按下未清除代表相应故障没有查明原因。

8.2 系统X射线保护功能

8.2.1 声光报警

报警类型包括：

- (1) 管电压过压和欠压；
- (2) 管电流过流和欠流；
- (3) 射线管温度故障；
- (4) 打弧；
- (5) 逆变器温度故障；
- (6) 通讯故障；
- (7) 软启动；
- (8) 设备状态；
- (9) 灯丝过流和欠流；
- (10) 高压锁定；
- (11) X光管过功率；

当发生报警时，输出报警信号，同时关闭X射线高压。

8.2.2 冷却水循环装置

报警类型包括：

- (1) 流量开关;
- (2) 水温故障。

8.2.3 安全装置

X射线防护系统具有防护功能，在X射线高压开启时，当铅门打开，高压自动关闭，门机报警。

安全装置包括以下两个部分：

- (1) 门机联锁
- (2) 光闸故障。

9 注意事项

(1) 显示屏亮起后会有十几秒的系统准备工作，界面上设备状态会显示红色灯亮起，代表系统未准备好，待变为绿色灯代表系统正常。

(2) 触摸屏后面电路板上有个网口插座（注意是显示屏后面电路板上的网口），可连接网线进行上位机操作，如需连接上位机操作设备，需先断电，然后连接好网线与电路板网口连接，然后上电，方可进行上位机操作。

(3) 如下位机与PC端建立链接通讯后，所有设定参数以PC端为主（PC端为主控权）。关掉上位机软件，触摸屏自动恢复到主控权控制(以触摸屏设定参数为主)。PC与触摸屏建立链接之后，双方都可以控制开关高压，光闸等控制。

安徽吸收谱仪器设备有限公司
Anhui Absorption Spectroscopy Analysis Instrument Co., Ltd.



微信公众号



400 801 9538 0551-62559099



rapidxafs@rapid-xas.com



<http://www.rapid-xas.com>



展示中心：北京市石景山区古城街道城通街26号院7号楼103（门面）

单位地址：安徽省合肥市高新区明珠大道198号星梦园创业园G6栋201