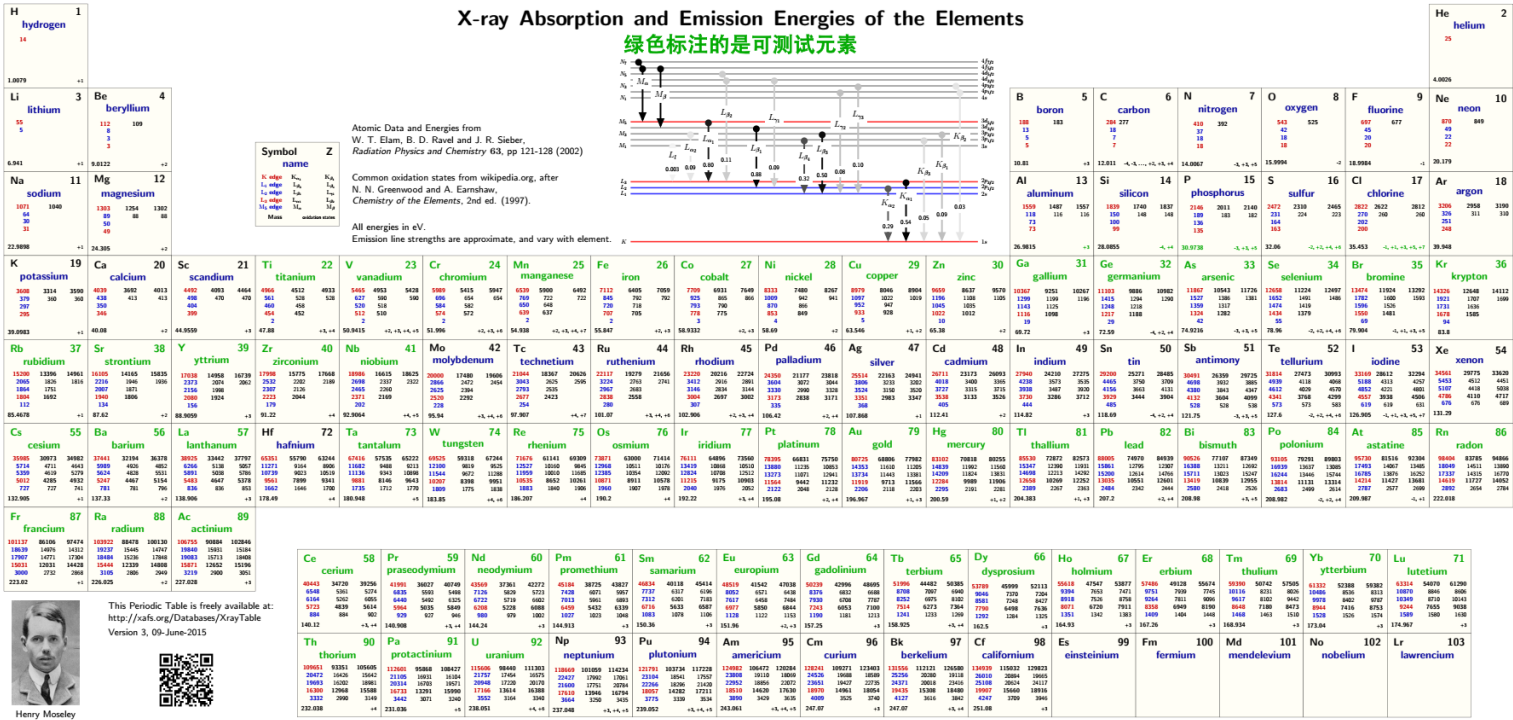


easyXAFS 制样 SOP

X-ray Absorption and Emission Energies of the Elements

绿色标注的是可测试元素



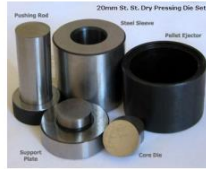
1. 只有周期表中绿色标注的元素可测试;

2. 使用红外压片工具, 压制 13mm 或 10mm 直径的薄圆片

Pellets for XAFS

Manual Hydraulic press

Pellet Dies



Pressure is variable, can change with sample & binder properties. ~1-4 tons is common

Typical pellet dimensions



thickness depends on material and concentration, typical around 0.5-2 mm

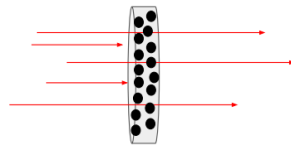
Mortar & pestle to grind/mix



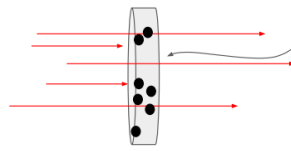
3. 样品压片前需要研磨均匀 (对数据十分重要), 如不均匀会出现 pinhole, 导致谱图信噪比低、峰强低。

Samples must be *uniform* (i.e. Pinhole effect)

Goal: Homogeneous sample



Bad Inhomogeneous sample



Pinhole

Samples should be ground/mixed



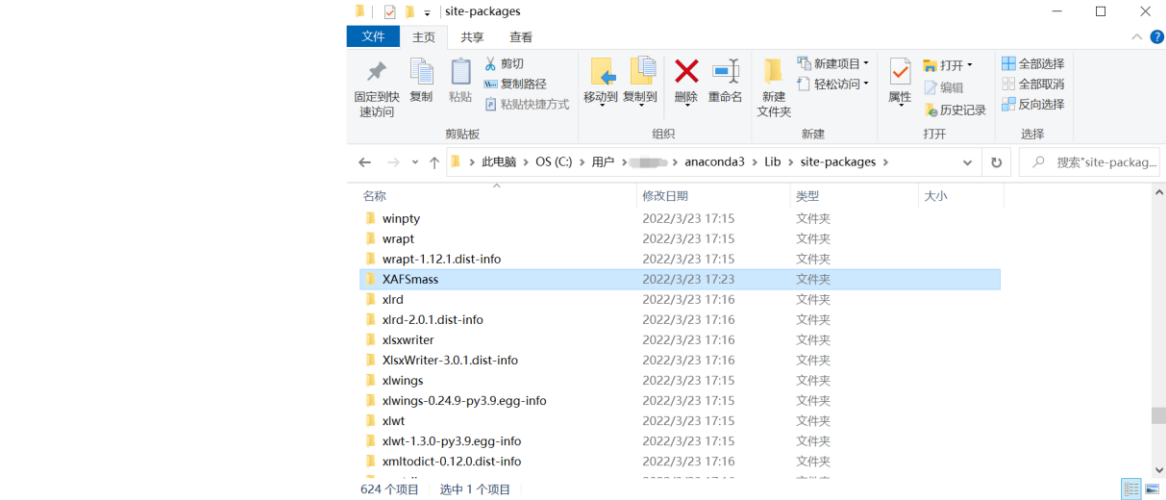
$$\ln\left(\frac{I_{01}}{I_{02}} + \frac{I_{02}}{I_{01}}\right) \neq \ln\left(\frac{I_{01}}{I_{01}}\right) + \ln\left(\frac{I_{02}}{I_{02}}\right) \Rightarrow \mu_{combined} \neq \mu_1 + \mu_2$$

4. 计算样品用量软件:

1) 官网下载安装 Anaconda3 (Python 入门软件, 汇集了数据科学领域常见的 Python 库, 无需单独安装 Python), 默认路径无需修改, 因为厂家的代码是按默认路径的。 https://repo.anaconda.com/archive/Anaconda3-2021.11-Windows-x86_64.exe

在《XAFS 样品测试计算软件--easyXAFS 版》文件夹中已包含了 Anaconda3.exe 安装包, 可直接安装

2) 解压附件, 把 XAFSmass 文件夹和 StartXAFSmass_v2.bat 放到 anaconda3\Lib\site-packages\ 内, 如下图



3) 解压附件, 运行桌面的 StartXAFSmass_v2.bat 即可。

如样品为 1%Ir/CeO₂ 应如下填写: (注意百分号位置) ; 如样品为 Na_{0.15}Al_{0.25}Mn_{0.65}O₂CaF 可直接填入化学式。

compound: e.g. Cu(NO3)2 or Cu%1Zn%1((Al2O3)%10SiO2)

再输入:Ir%1CeO2 后, 软件会自动转化为原子比 (摩尔比) , 如下图:

compound: e.g. Cu(NO3)2 or Cu%1Zn%1((Al2O3)%10SiO2)

XAFSmassQt

sample: powder

$$\nu = (\mu_T d) \cdot S \cdot \left(\sum_i N_A N_i 2 r_0 \lambda f_i^0 \right)^{-1}; \quad m = M \cdot \nu$$

compound: e.g. Cu(NO3)2 or Cu%1Zn%1((Al2O3)%10SiO2)

M (g/mol) = 173.85

$\mu_T d$ = S (cm⁻¹) =

E (eV) =

data table: Chantier total (NIST) Plot f^{*}

ν (mmol) = 0.161 m (mg) = 27.9

absorbance step =

ρ (g/cm³) = d (μm) =

Calculate About... Help...

其中 μTd 设定为 2~3 任意值即可。（最大不超过 4）

$S\text{ (cm}^2\text{)} = \text{压片样品的面积}$, $S = \pi r^2$, r 为压的圆片半径；如样品压片的直径为 13mm, 则 $S = \pi \times 0.65^2 = 1.326$

$E\text{ (eV)}$ 选择需要测试的元素, 如 Fe-K; Pt-L3...

$m\text{(mg)} = \text{需要最少的样品量}$

absorptance step = 1~2 都是可以接受的, 尽量不大于 2.5。图示的 Ir 跳高太低, 说明并不能在台式设备上实现 XAFS 透射模式的测量, 建议去同步辐射光源测试 XAFS 荧光模式。

4) 如果样品计算的粉末量不足以压片, 可以利用下列物质之一作为填充/粘结剂 (方便压制成片): BN、碳粉 (石墨) 或纤维素。这些物质对 X 射线吸收很弱, 可以加一些**研磨均匀 (30mins) 后**压片。建议粘结剂用量 30~50mg。粘结剂的添加对测试结果影响很小。

5) 最终样品如图: 薄圆片可以用 kapton 胶带(XRD 经常用的)粘在中间。

