

前沿 | 看新一代实验室台式XAFS谱仪如何在众多领域大放异彩!

随着同步辐射光源 (Synchrotron X-ray light sources) 的大量应用, XAFS技术 (包含XANES (X-ray absorption near-edge structure) 和EXFAS (Extended X-ray absorption fine structure)) 逐渐发展成为一种非常实用的结构分析方法。XAFS对中心吸收原子的局域结构 (尤其是在0.1 nm范围内) 及其化学环境十分敏感, 因而可以在原子尺度上给出某一特征原子周围几个临近配位壳层的结构信息, 包括配位原子种类及其与中心原子的距离、配位数、无序度等, 在物理、化学、材料、生物和环境科学等领域发挥着难以替代的作用。

然而, 由于XAFS技术通常依赖于同步辐射X射线光源, 极大地限制了XAFS技术在各领域的广泛应用。近年来, 实验室用台式XAFS谱仪的出现, 使得在实验室日常使用XAFS技术进行材料的精细结构分析成为了可能。2013年第一台实验室用台式XAFS谱仪诞生于美国华盛顿大学物理系Gerald T. Seidler教授课题组, 并于2015年成立了easyXAFS公司, 致力于实验室用台式XAFS谱仪在全球的推广和应用 (图1)。台式XAFS谱仪采用了独有的X射线单色器设计, 无需使用同步辐射光源, 在常规的实验室环境中即可实现X射线吸收精细结构的测量和分析, 以极高的灵敏度和光源质量, 得到了可以媲美同步辐射水平的X射线吸收谱图, 实现对元素的定性和定量分析、价态分析、配位结构解析等。

使用台式X射线吸收精细结构谱仪, 研究人员将不再依赖同步辐射光源, 可在实验室内日常使用XAFS技术研究材料中感兴趣的活性金属元素和电子结构信息, 包括氧化态和化学键共价性 (XANES), 以及配位数, 电子授体和原子间距等 (EXAFS)。主要用于催化剂、电池能源、陶瓷、环境材料、放射性核素、矿物、地质材料等价态和化学配位环境的变化表征。

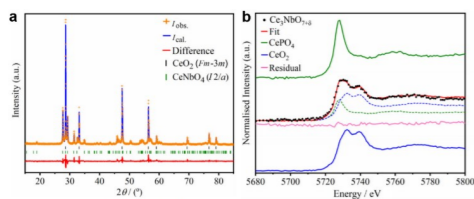
作为一项极具前途的应用领域, 电能储存的发展离不开XAFS谱学表征。X射线吸收近边结构 (XANES) 作为一种有力的表征, 可在不同的细节水平上研究电池材料的电子特性。例如, 常规方法使用XANES评估电池材料在循环过程中的氧化还原可逆性 (如图2); 此外, 许多XANES的例子也表明其可解决更复杂的形态研究, 包括镍钴铝氧化物正极材料的锂化动力学, 辨别在锂锰尖晶石电极中的可溶锰离子, 评估锂电池中硫化物沉淀和活性物质利用不足的情况, 并作为预测锂电池次充容量的重要依据。



扫码了解更多产品详情

成果速递 | 实验室台式XAFS谱仪用于精确分析多组分固体氧化物成分

CeO₂-Nb₂O₅复合氧化物, 作为一种复合稀土氧化物陶瓷材料, 常被应用于固体氧化物燃料电池、氧气传感器及异相催化等众多领域。之前不少的研究数据表明在高温固相法合成该复合稀土氧化物时, 会部分形成Ce₃NbO_{7.6}化合物。然而在大气环境下的高温固相法合成这种带有部分还原的Ce氧化物是不太合理的。为了更加精确合理的验证CeO₂-Nb₂O₅复合氧化物在高温固相法合成条件下得到的产物信息, 研究人员综合利用了粉末X射线衍射 (XRD) 和实验室级的X射线吸收谱 (XAFS) 等数据进行验证, 并证实了之前研究中的一些错误观点, 证明了Ce₃NbO_{7.6}化合物并不存在。相关研究成果发表于 *Journal of Rare Earths*, 2021, 39: 596-599。

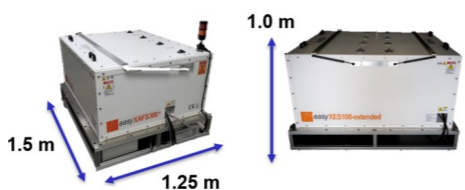


研究人员将化学计量比的CeO₂和Nb₂O₅作为原料, 利用基于大气环境的高温固相法进行合成, 得到产物。如图1所示, 图a为产物

及两种标准样的XRD图谱。图中数据和前人研究数据相吻合。经过XRD精修后, 得到该产物主要含有54.8% wt%的CeO₂和45.2 wt%的CeNbO₄, 对应的物质的量比为2.09:1。随后, 该研究人员借助实验室级台式XAFS谱仪测试了实验样品, CeO₂、CePO₄和Ce₃NbO_{7.6}三种样品的Ce L₃边XANES图谱, 如图1b所示。CePO₄的Ce L₃ XANES展现了很强的白线峰特性, 其吸收边位置在5725.8

eV。与之不同的是, CeO₂主要包含三个低强度的峰, 且吸收边位置在5726.7 eV。而合成产物的吸收边位置在5725.8 eV, 介于Ce⁴⁺和Ce³⁺, 说明样品中同时存在三价和四价的Ce离子。在通过线性拟合分析, 以CeO₂和CePO₄的XANES谱图为基准, 对样品的XANES谱图进行拟合, 最终得到非常理想的拟合结果。可以看出, 根据线性拟合的结果, 可以很好的重现样品的数据: 0.65CeO₂和0.35的CePO₄。这与之前XRD精修结果得到的四价和三价的Ce离子比例2:1较为吻合。综合精修XRD和XANES谱图, 可以判定该样品的主要组成成分为CeO₂和CeNbO₄, 而不会生成新的物质, 诸如Ce₃NbO_{7.6}等化合物。

文章中, 研究人员使用了美国easyXAFS公司的桌面式X射线吸收谱easyXAFS100+实现了对该样品的Ce L₃ edge的XANES测试, 同时结合Athena软件里面的线性组合拟合这一功能, 实现了样品中主要成分的鉴定, 得到了Ce⁴⁺和Ce³⁺的相对含量。该项研究为该领域中分析多组分的固体氧化物鉴定提供了重要的借鉴和指导意义。



扫码了解更多产品详情

新一代高性能激光浮区法单晶炉落户天津理工大学功能晶体研究院

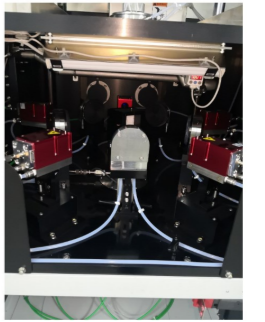
近日, 国内首套新一代高性能激光浮区法单晶炉-LFZ在天津理工大学功能晶体研究院顺利完成安装调试。该设备 (型号: LFZ-2KW) 是由Quantum Design Japan公司传承日本理化研究所 (RIKEN, CEMS) 的先进设计理念研发的, 具有功率高、能量分布均匀和性能稳定等诸多技术优势, 将浮区法晶体生长技术推向一个全新的高度! 该设备可广泛用于凝聚态物理、化学、半导体、光学等多种学科领域相关单晶材料制备, 尤其适合高饱和蒸汽压、高熔点材料及高热导率材料等常规浮区法单晶炉难以胜任的单晶生长工作。

与传统的激光浮区法单晶生长系统相比, Quantum Design Japan公司推出的新一代高性能激光浮区法单晶炉-LFZ具有以下技术优势:

- ▶ 功率更高 (激光功率2KW)
- ▶ 采用全新五束激光设计, 确保熔区能量分布更加均匀
- ▶ 更加科学的激光光斑优化方案, 可优化晶体生长过程中的温度梯度, 进而改善晶体开裂问题
- ▶ 采用了独特的实时温度集成控制系统

天津理工大学功能晶体研究院是在天津理工大学、天津市及

全国同行专家群策群力下成立的, 旨在响应国家创新驱动发展战略, 落实“双一流”建设等重大战略决策, 瞄准科技前沿和国家重大战略需求, 同时服务天津区域经济发展而设立。Quantum Design中国非常荣幸将新一代高性能激光浮区法单晶炉安装于该平台, 该系统将为用户单位在氧化物光学晶体及各种新材料等诸领域提供相关单晶样品制备支持!



扫码了解更多产品详情

高温高压光浮区法单晶炉落户中国科学院物理研究所 (怀柔园区)

近日, 德国SciDre公司推出的HKZ系列高温高压光学浮区法单晶炉在中国科学院物理研究所怀柔园区材料基因组研究平台顺利完成安装调试。HKZ系列高温高压光学浮区法单晶炉能够提供2200 - 3000°C甚至更高的生长温度, 晶体生长腔最大压力可达300 bar, 最低可实现10⁻⁵ mbar的高真空, 适用于生长各种超导材料单晶, 介电和磁性材料单晶, 氧化物及金属间化合物单晶等。

SciDre单晶炉技术特点:

- ▶ 采用垂直式光路设计
- ▶ 采用高亮度氙灯, 多种功率规格可选
- ▶ 熔区温度: 最高可达3000°C
- ▶ 熔区压力: 10 bar/50 bar/100 bar/150 bar/300 bar等多种规格可选
- ▶ 氧气/氩气/氮气/空气/混合气等多种气路可选
- ▶ 采用光阑控制技术, 加热功率从0-100%连续可调
- ▶ 样品腔可实现最低10⁻⁵ mbar真空环境
- ▶ 丰富的可升级选项

中国科学院物理研究所除了聚焦基础前沿问题, 扎根中关村科研攻关外, 还积极响应国家科技战略布局, 投入北京科创中心怀柔科学城、粤港澳大湾区科创中心松山湖材料实验室以及长三角物理研究中心的建设。Quantum Design中国非常荣幸将德国

SciDre公司推出的HKZ高温高压光学浮区法单晶炉安装于该平台, 该系统将为用户单位在氧化物晶体生长及各种新材料探索等诸领域的科研工作提供相关单晶样品制备支持!



扫码了解更多产品详情