

基于 LabVIEW 的高能量分辨谱仪数据采集系统

顾颂琦 段佩权 张 硕 姜 政 黄宇营 李 炯

(中国科学院上海应用物理研究所 嘉定园区 上海 201800)

摘要 在上海光源 BL14W1 线站, 成功搭建一套基于 LabVIEW 的高能量分辨谱仪运动控制和数据采集系统, 该光谱仪系统可以实现高能量分辨荧光探测 X 射线吸收谱(High Energy Resolution Fluorescence Detected X-ray Absorption Spectroscopy, HERFD-XAS)、X 射线发射谱(X-ray Emission Spectroscopy, XES)和共振 X 射线发射谱(Resonant X-ray Emission Spectroscopy, RXES)等主要实验功能, 分辨率达到亚电子伏。硬件系统采用上海光源统一的 VME 运动控制硬件系统和硅漂移固体探测器; 软件系统采用 LabVIEW 编写用户操作界面, 利用 DSC (Data logging and Supervisory Control Module)模块实现与运动控制使用的实验与物理工业控制系统(Experimental and Physics Industrial Control System, EPICS)系统的数据交换。利用基于该运动控制和数据采集系统的光谱仪, 开展了 Mn 化合物和 ThO₂ 铜系化合物的实验。结果表明, 该系统可以满足高能量分辨率实验的需求。

关键词 同步辐射, 高能量分辨谱仪, LabVIEW, 运动控制, 数据采集

中图分类号 TL8

DOI: 10.11889/j.0253-3219.2017.hjs.40.100102

A data acquisition system of high energy resolution spectrometer based on LabVIEW

GU Songqi DUAN Peiquan ZHANG Shuo JIANG Zheng HUANG Yuying LI Jiong

(Shanghai Institute of Applied Physics, Chinese Academy of Sciences, Jiading Campus, Shanghai 201800, China)

Abstract Background: High energy resolution spectrometer can perform high energy resolution fluorescence detected X-ray absorption spectroscopy (HERFD-XAS), X-ray emission spectroscopy (XES), resonant X-ray emission spectroscopy (RXES), and other experiments. The energy resolution could be sub-eV level and the system can get more fine electronic structure information compared with the conventional spectral experimental methods. **Purpose:** This study aims to develop a data acquisition system of high energy resolution spectrometer based on LabVIEW at BL14W1 X-ray absorption fine structure (XAFS) station in Shanghai synchrotron radiation facility (SSRF). **Methods:** The hardware system includes two parts: VME motion control system for multi-dimension adjusting and silicon drift detector (SDD) fluorescence detector. The software architecture of the spectrometer consists of two parts, the experimental and physics industrial control system (EPICS) for motor control system and LabVIEW for data acquisition system (DAQ). LabVIEW's data logging and supervisory control (DSC) module is used for data exchange between the motion control system and the DAQ. **Results:** The energy resolution of this spectrometer is 0.5 eV, which can distinguish different compounds in the mixture. **Conclusion:** It is proved by experiment that the energy resolution and counting rate of this high energy resolution spectrometer has reached the level of the same kind of devices in the world.

国家自然科学基金(No.11305250)资助

第一作者: 顾颂琦, 女, 1984 年出生, 2017 年于上海交通大学获硕士学位, 研究领域为同步辐射实验站电子学技术

通信作者: 李炯, E-mail: lijiong@sinap.ac.cn

收稿日期: 2017-05-19, 修回日期: 2017-06-13

Supported by National Natural Science Foundation of China (No.11305250)

First author: GU Songqi, female, born in 1984, graduated from Shanghai Jiao Tong University with a master's degree in 2017, focusing on synchrotron radiation beamline technology

Corresponding author: LI Jiong, E-mail: lijiong@sinap.ac.cn

Received date: 2017-05-19, accepted date: 2017-06-13

Key words Synchrotron radiation, High energy resolution spectrometer, LabVIEW, Motion control, Data acquisition

近年来,随着第三代同步辐射光源的逐渐建立,基于硬X射线高能分辨谱仪的实验研究也得到了迅速的发展。利用高能分辨谱仪,可以实现高能分辨荧光探测吸收谱(High Energy Resolution Fluorescence Detected X-ray Absorption Spectroscopy, HERFD-XAS)、X射线发射谱(X-ray Emission Spectroscopy, XES)和共振X射线发射谱(Resonant X-ray Emission Spectroscopy, RXES)等实验功能,获取亚电子伏级别的能量分辨率,从而得到常规的谱学实验方法无法得到的精细电子结构信息。例如HERFD-XAS得到的尖锐谱峰包含了能级劈裂信息;XES可以得到金属离子的自旋态和配体原子种类信息;而RXES可以获得电荷转移、元素价态、共价性等电子结构信息等。由于高能分辨实验方法在电子结构研究中的独特优势,近年来人们利用这些实验方法开展了广泛的研究。例如, Boubnov等^[1]利用HERFD-XAS方法研究了Fe-ZSM-5催化剂在一氧化氮还原中的选择催化机制; Nomura等^[2]利用XES方法研究了地幔含铁矿物中铁元素在压力下的自旋态转变现象; Lancaster等^[3]利用XES解决了金属蛋白中金属离子的配体种类问题; Butorin等^[4]利用RXES方法研究了铜系材料中的共价性问题。

由于高能分辨实验方法在科学研究中的重要应用价值,基于同步辐射的高分辨方法逐渐得到了普及和发展。高分辨方法其实是比较早提出的X射线实验方法,由于其对于光源的亮度、发射度等有很高的要求,一直以来并没有得到普遍应用,直到第三代同步辐射光源的建立才开始迅速发展起来。上海光源是世界先进的第三代同步辐射光源^[5],其高亮度、高准直性等特点,为开展高能分辨率的实验提供了光源基础。我们在上海光源BL14W1线站^[6]发展了一套单晶体谱仪,并完成了Eu在氧化锰界面上的高分辨XAFS的研究工作^[7]。本文是在此基础上,开发了一套基于竖直罗兰圆结构的三晶体高分辨X射线吸收谱和发射谱仪^[8],利用LabVIEW完成了整套谱仪的运动控制和数据采集。

1 三晶体高分辨谱仪

该三晶体高分辨谱仪是基于罗兰圆原理的Johann型谱仪系统,其原理如图1所示。实验样品、分析晶体和探测器放置在一个罗兰圆上,当X射线光束照射到样品上时,样品产生的部分荧光信号被

球面弯曲的分析晶体接收,此时球面弯晶既能通过波长色散将荧光信号进一步单色化,又兼具了聚焦的功能,将接收到的荧光信号汇聚到探测器上,这样探测器所接收到的荧光信号具有高能分辨的特点。我们采用了三组晶体、竖直罗兰圆的模式,一方面有效提高了实验的计数率,另一方面可以将散射平面同罗兰圆平面相分离,从而减少散射信号对探测结果的影响。

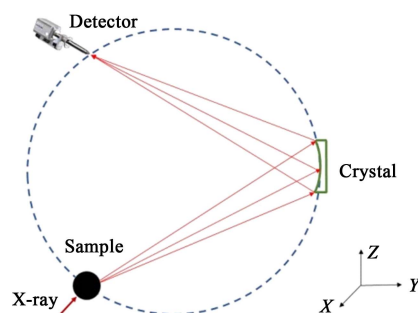


图1 罗兰圆原理

Fig.1 Rowland circle geometry.

根据以上的光学原理,在实验时要始终保持三组晶体和样品、探测器处于罗兰圆上,且三个罗兰圆相交于样品和探测器两点,这样才能得到最佳的谱仪能量分辨率和计数率。如图2所示,实验时样品位置是固定的,而晶体和探测器则需要连续运动,对它们的位置精度要求很高。

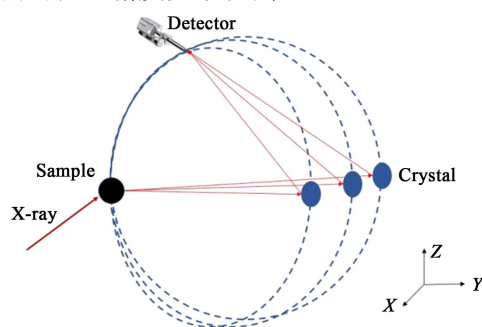


图2 三晶体谱仪原理

Fig.2 Schematic diagram of three crystals spectrometer.

三组分析晶体的中心相对于样品的位置由式(1)–(5)决定:

$$x_i = (i - 2) dx \quad (1)$$

$$y_i = R \sin^2 \theta \quad (2)$$

$$z_i = R \sin \theta \cos \theta \quad (3)$$

$$\theta_i = hc / 2dE \quad (4)$$

$$\beta_i = \pi / 2 \quad (5)$$

式中: i 为晶体的编号; dx 为晶体水平方向之间的

间距; R 为分析晶体的曲率半径; θ_i 为晶体的 Bragg 角; h 为普朗克常数; c 为光速; d 为分析晶体衍射面的晶格面间距; E 为入射光能量; β_i 为晶体与垂直方向的夹角。根据式(1)–(5), 晶体之间的间距 dx 为一固定值, x_i 方向不需要调节。晶体与样品之间的水平和垂直方向间距通过直线电机实现平动, 因此在 y_i 和 z_i 方向需要独立的调节机构。晶体的二维角度调节 (θ_i 和 β_i) 通过两个旋转电机实现。这样每个晶体需要四维调节, 从上到下依次为 θ_i 、 β_i 、 z_i 和 y_i 。在实验时, 为保证三组晶体高度的一致性, 所有电机安装在一个高精度、大负载的垂直电机 Z_c 上, 晶体的高度由该电机调节。

探测器相对于样品的位置和角度由式(6)–(9)决定:

$$x_d = 0 \quad (6)$$

$$y_d = -L \sin(\theta) \quad (7)$$

$$z_d = 2R \sin(\theta) \cos(\theta) + L \cos(\theta) \quad (8)$$

$$\beta_d = \pi/2 - \theta \quad (9)$$

式中: L 为探测器旋转中心与探头之间的距离; β_d 为探测器与水平方向的夹角。在实验扫描时, 探测器需要三维调节, 探测器的角度 β_d 需要一个旋转电机进行调节, 并伴随着 y_d 和 z_d 方向的二维平动调节。

2 系统硬件结构

如图 3 所示, 高能量分辨谱仪的系统硬件结构由两部分组成: 一部分是运动控制部分, 包括控制器、驱动器和电机; 另一部分是数据采集部分, 探测器通过插在电脑 PCI 槽内的数据采集卡与上位机进行数据通信。

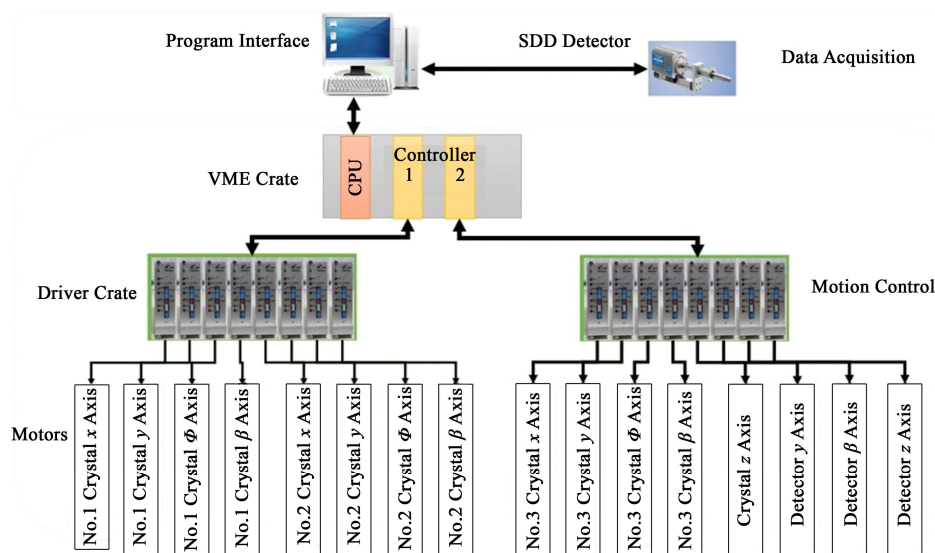


图 3 系统硬件结构

Fig.3 Block diagram of system hardware.

运动控制系统采用上海光源统一的 VME 硬件体系^[9]。这种系统由三部分组成: 控制器采用 Maxv8000, 将其运行在 VME 机箱中, VME 机箱运行 Tornado 实时操作系统; 驱动器是上海光源自行研制的 SMD 系列驱动器, 本系统中主要采用 5 相驱动器; 电机部分包括用于调节三组晶体的运动机组、晶体底座电机和探测器的运动机组。

1) 单晶体姿态控制。每个晶体需要 4 个控制参数 (4 个滑台) 控制, 分别标记为 y 、 z 、 θ 、 β 。三组晶体共需要 12 个滑台组控制。

2) 晶体组高度调节。三个晶体滑台组置于一个可以垂直移动的大滑台上, 该参数标记为 Z_c 。

3) 探测器姿态控制。探测器需要三个控制参数 y 、 z 、 β , 使探测器始终保持在同晶体一致的理论计

算的 Rowland 圆上。

探测器采用的是 Bruker 公司的四元硅漂移探测器 (Silicon Drift Detector, SDD), 型号是 XFlash QUAD 5040, 探头面积是 $4 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$, 在 Mn-K_α 处的计数率达到 10^6 s^{-1} , 分辨率达到 140 eV 。探测器分为三个部分: SDD 探头、多道数据处理系统、IO-MEGA 数据传输卡^[10]。多道数据处理系统将探头采集的弱信号放大、滤波、模数转换等预处理后, 储存于 4096 道的多道分析仪 (Multi-Channel Analyzer, MCA) 中。而 IO-MEGA 数据传输卡则插在计算机的 PCI 插槽中, 通过专有的 MegaLink 接口方便快速地和多道处理系统进行命令交换和数据的传输。

3 系统软件设计

高能量分辨谱仪系统软件架构由两部分组成。运动控制部分采用 EPICS, 其特点是分布式、开源、实时, 并与上海光源加速器和光束线的控制软件一致, 便于系统兼容和软件维护。数据采集部分采用 LabVIEW, 其用户界面友好、开发周期短。两者间通过 LabVIEW 公司的 DSC 模块进行数据交换^[11]。

如图 4 所示, 本系统的电机采用了 EPICS 系统中的 motor 模块和 auto_save 模块, 两者分别可以实现步进电机的运动控制和自动储存数据的功能。而过程变量(Process Variable, PV)用来表示某个电机, PV 的一个域对应一个电机的一个功能。例如 1 号

晶体的 Z 轴电机的 PV 是 X14W1:RXES:1:Z, X14W1 表示实验站名称, RXES 表示系统名称, 1 表示晶体编号, Z 表示维度。X14W1:RXES:1:Z.VAL 表示电机的绝对位置, X14W1:RXES:1:Z.RBV 表示电机位置回读值, 通过 PV 后面加域来表达不同的信息。PV 在分布式系统中必须是唯一的, 才能被其他上位机获得该 PV 代表的设备信息。与 EPICS 系统中的 PV 进行数据和指令交换的是 LabVIEW 系统中的过程变量(Shared Variable, SV)。SV 是 DSC 模块与其他软件系统数据共享的单元, 对于 EPICS 系统就是将 PV 名称和域名的信息封装在 SV 中, 在 LabVIEW 主程序中只要调用 SV 就可以方便地与 EPICS 系统进行数据共享。

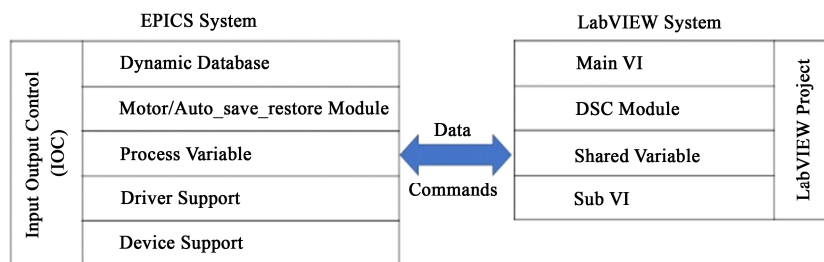


图 4 数据采集系统软件框架
Fig.4 The software architecture.

图 5 是 XES 和 RXES 的数据采集流程图。在 XES 数据采集, 根据设定的罗兰圆参数, 即起始能量值、终止能量值、采集点数, 计算出下一步需要走到的能量值; 再根据此能量值, 计算出每个晶体和探测器的运动量, 并发送相应的命令给相应的电机; 等所有的电机达到指定位置后, 探测器开始采集, 采集时间为预设的积分时间; 采集到的每个数据点, 根据需要在图谱上实时显示; 一次 XES 数据采集结束后, 再判断是否已经走到最终能量值, 若没有则继续下一次采集。RXES 数据采集过程包含了 XES 的数据采集过程, 仅增加了单色器能量值的扫描。RXES 数据采集系统在完成一轮 XES 数据采集后, 走到下一个单色器能量值处, 开启新一轮 XES 数据采集, 直到根据设定走到单色器的最终能量值, 整个采集才结束。

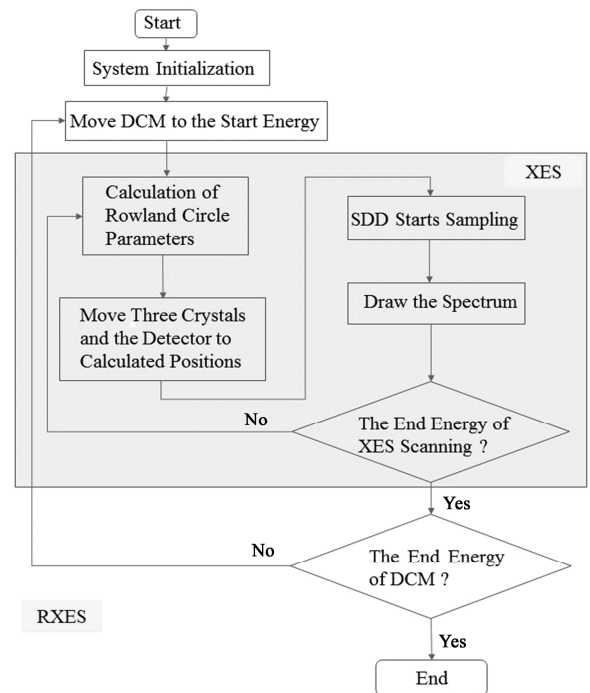


图 5 XES 和 RXES 数据采集流程图
Fig.5 Flow chart of data acquisition in XES and RXES.

4 用户界面

用户界面主要分为两大块，4 大功能。如图 6 所示，左边为参数设置界面，主要是三大类的参数，分别为谱仪系统参数、SDD 探测器参数、计数器状态。右边为数据采集系统 4 大界面，分别为：电机界面、电机扫描界面、XES 界面和 RXES 界面。

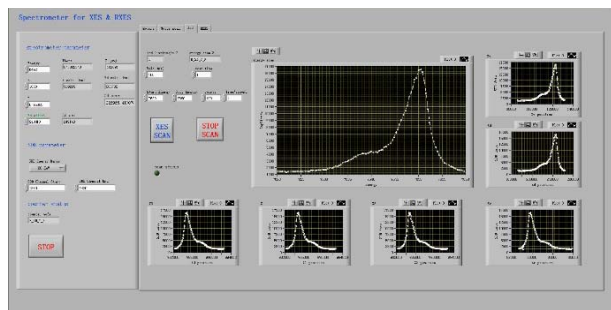


图 6 数据采集系统的用户界面
Fig.6 Graphic user interface of data acquisition system.

电机界面显示了系统所有的电机，包括了电机的主要参数信息和操作功能。该界面上可以操作电机的位置，同时系统返回电机位置信息。电机扫描界面是对各个电机进行单独扫描，将电机位置调整到系统工作的最佳位置。谱仪调试完成之后，可以开始 XES 和 RXES 的采集。图 6 的 XES 采集界面上，在“start energy”、“stop energy”和“points”分别设置 XES 的起始和终止能量及采集的总点数，点击开始按钮后即可在采集界面上实时显示 XES

谱，联动电机的位置信息也通过小窗口实时显示。RXES 的采集界面同 XES 相比，RXES 的采集需要单色器和谱仪的联动，因此在 XES 的界面基础上增加了单色器的起始能量、终止能量和采集点数。在单色器转动到起始能量后，采集一条 XES 谱，然后单色器根据设置进入下一个能量后，再采集一条 XES 谱，直到单色器走到终止能量处，采集结束。

5 实验应用

基于以上的高分辨谱仪装置和 LabVIEW 控制和数据采集系统，我们进行了部分样品的测试工作。首先，我们对谱仪的能量分辨率进行了测试。如图 7(a)所示，单色器为 Si(111)时，谱仪的总能量分辨率为 1.03 eV，如果扣去单色器分辨率的影响，谱仪本身的能量分辨率约为 0.5 eV，远优于目前常用的探测器分辨率(>120 eV)。在此基础上，我们尝试利用 XES 方法来区分混合物中的不同化合物成分。如图 7(b)所示，将已知量的 MnO_2 和 MnCl_2 进行混合，对混合物进行了 XES 测试，通过对 $\text{K}\beta_{1,3}$ 和 $\text{K}\beta'$ 的数据进行拟合，得到的成分结果与实际值符合得很好。此外，对铜系化合物 ThO_2 进行了 2p-6d RXES 实验测试，如图 7(c)所示，观察到了明显的主峰劈裂，从 RXES 数据中提取 HERFD-XAS 数据，如图 7(d)，可以看到晶体场下的能级劈裂作用，而这些信息在常规 XAFS 中是观测不到的。

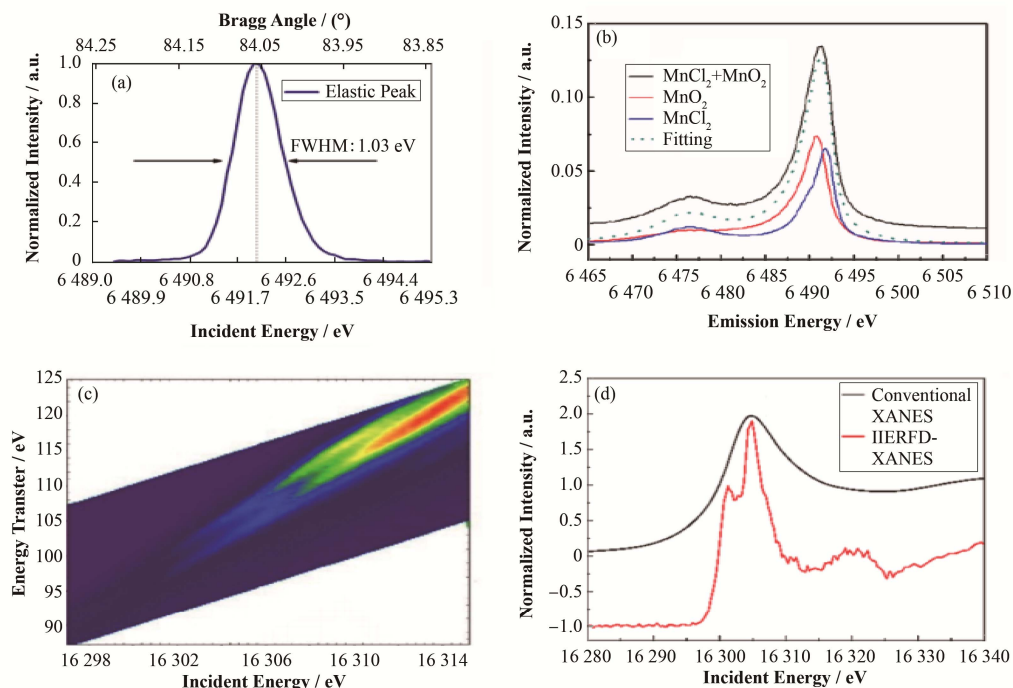


图 7 高分辨谱仪的弹性散射峰(@Mn- $\text{K}\beta_{1,3}$) (a)、Mn 化合物的 $\text{K}\beta$ -XES (b)、 ThO_2 的 RXES (c)、 ThO_2 的 HERFD-XAS (d)
Fig.7 Elastic scattering peak of the high resolution spectrometer for (@Mn- $\text{K}\beta_{1,3}$) (a), $\text{K}\beta$ -XES of the Mn compound (b), RXES of ThO_2 (c), HERFD-XAS of ThO_2 (d).

6 结语

本文发展了一套三晶体高分辨 X 射线吸收谱和发射谱仪的运动控制和数据采集系统。利用该系统可以完成大部分高分辨率的 HERFD-XAS、XES 及 RXES 的工作；其能量分辨率达到了亚电子伏级别，光子计数率达到了 10^5 s^{-1} ，性能达到了国际上同类装置的水平。在此基础上，可以对 3d 过渡金属元素的自旋态转变、铜系元素的价态变化等电子结构进行研究。

参考文献

- 1 Boubnov A, Carvalho H W P, Doronkin D E. Selective catalytic reduction of NO over Fe-ZSM-5: mechanistic insights by operando HERFD-XANES and valence-to-core X-ray emission spectroscopy[J]. *Journal of the American Chemical Society*, 2014, **136**(37): 13006–13015. DOI: 10.1021/ja5062505.
- 2 Nomura R, Ozawa H, Tateno S. Spin crossover and iron-rich silicate melt in the earth's deep mantle[J]. *Nature*, 2011, **473**(7346): 199–202. DOI: 10.1038/nature09940.
- 3 Lancaster K M, Roemelt M, Ettenhuber P. X-ray emission spectroscopy evidences a central carbon in the nitrogenase iron-molybdenum cofactor[J]. *Science*, 2011, **334**(6058): 974–977. DOI: 10.1126/science.1206445.
- 4 Butorin S M, Kvashnina K O, Vegelius J R. High-resolution X-ray absorption spectroscopy as a probe of crystal-field and covalency effects in actinide compounds[J]. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 2016, **113**(29): 8093–8097. DOI: 10.1073/pnas.1601741113.
- 5 Jiang M H, Yang X, Xu H J, *et al.* Shanghai synchrotron radiation facility[J]. *Chinese Science Bulletin*, 2009, **54**(22): 4171–4181. DOI: 10.1007/s11434-009-0689-y.
- 6 Yu H S, Wei X J, Li J, *et al.* The XAFS beamline of SSRF[J]. *Nuclear Science and Techniques*, 2015, **26**(5): 050102. DOI: 10.13538/j.1001-8042/nst.26.050102.
- 7 Gao X, Gu S, Gao Q, *et al.* A high-resolution X-ray fluorescence spectrometer and its application at SSRF[J]. *X-ray Spectrometry*, 2013, **42**(6): 502–507. DOI: 10.1002/xrs.2719.
- 8 Duan P Q, Gu S Q, Cao H J, *et al.* A three-crystal spectrometer for high-energy resolution fluorescence-detected X-ray absorption spectroscopy and X-ray emission spectroscopy at SSRF[J]. *X-ray Spectrometry*, 2017, **46**(1): 12–18. DOI: 10.1002/xrs.2719.
- 9 Jia W H, Ma S W, Zheng L F. The control system for water-cooled DCMS in SSRF[J]. *Nuclear Science and Techniques*, 2015, **26**(2): 22–26. DOI: 10.13538/j.1001-8042/nst.26.020103.
- 10 顾俊俊, 邹杨, 魏向军. BL14W1 光束线 XAFS 实验站极低浓度数据采集系统[J]. *核技术*, 2011, **34**(5): 341–344. GU Junjun, ZOU Yang, WEI Xiangjun, *et al.* The low concentration data acquisition system for BL14W1 beamline XAFS experimental station[J]. *Nuclear Techniques*, 2011, **34**(5): 341–344.
- 11 邹杨, 顾颂琦, 姜政, 等. 基于 LabVIEW 的 XAFS 光束线实验站数据采集系统[J]. *核技术*, 2009, **32**(4): 246–250. ZOU Yang, GU Songqi, JIANG Zheng, *et al.* Data acquisition system of XAFS beamline experimental station based on LabVIEW[J]. *Nuclear Techniques*, 2009, **32**(4): 246–250.