



北京正负电子对撞机国家实验室

HANDBOOK OF BEIJING SYNCHROTRON RADIATION  
FACILITY

# 北京同步辐射装置 操作手册

1W1A 束线和漫散射实验站

北京正负电子对撞机国家实验室办公室编印

2010年09月

## 用户注意事项

1. 课题申请时，尽量写清楚您所需要的实验设备、实验模式与实验参数，并注明您的样品是否具有危险性（毒性、放射性、腐蚀性、易燃易爆等）。
2. 实验前请尽量与实验站沟通，确保您的实验进展顺利。
3. 请您按预先通知的时间来做实验，准时与其他用户交接班。新用户最好提前到实验站熟悉实验设备、操作方法等。
4. 实验前请认真学习实验站操作手册，并接受辐射防护安全培训、领取计量卡。
5. 实验中，爱护实验站设施和运行设备。
6. 请您认真填写《北京同步辐射实验室用光情况登记表》和《北京同步辐射装置实验情况记录表》，记录字迹要工整清楚。
7. 发生故障时请及时与本站工作人员联系，并做好记录。
8. 实验完成后，请您搞好用光期间的实验站卫生，将样品回收处理，保持实验台桌面整洁。
9. 实验结果发表后，请您将发表文章的相关信息发送给用户办公室和实验站工作人员，以便我们对您的课题进行存档和评价。
10. 欢迎您参加北京同步辐射装置组织的同步辐射应用用户会和学术讨论会。

# 1W1A 束线和漫散射实验站

## 一、概述

北京同步辐射装置 1W1A 光束线是一条双聚焦的单色 X 光束线，主要光学元件是一个斜切的三角形弯晶单色器和一个压弯平面镜组成。单色器有两组晶体：Si (220) 和 Si (422)，分别选择 1.54 埃和 0.89 埃波长的单色光，完成同步辐射光的单色化和水平聚焦功能。目前主要使用 Si (220) 晶体，选择 1.54 埃的单色光。反射镜为 Al 基础上镀 500 埃的 Pt 膜，实现同步辐射光垂直聚焦功能并消除高次谐波。1W1A 束线装置和光路分别如图 1、及图 2 所示。

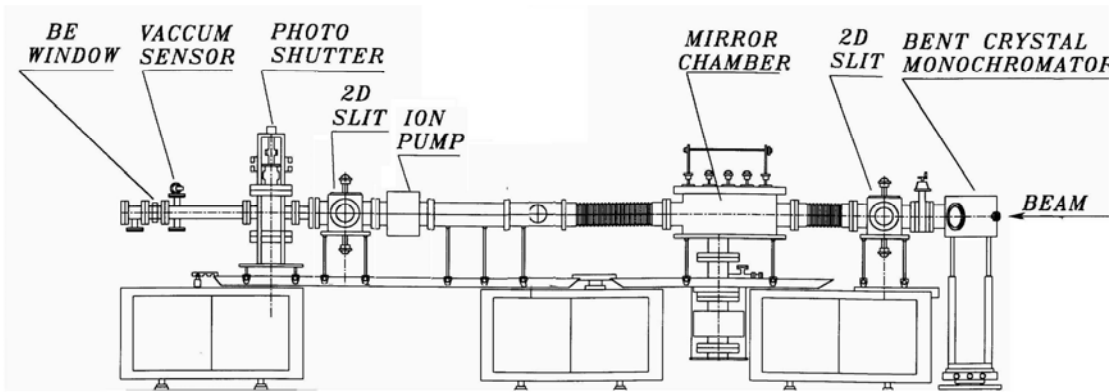


图 1 1W1A 束线装置图

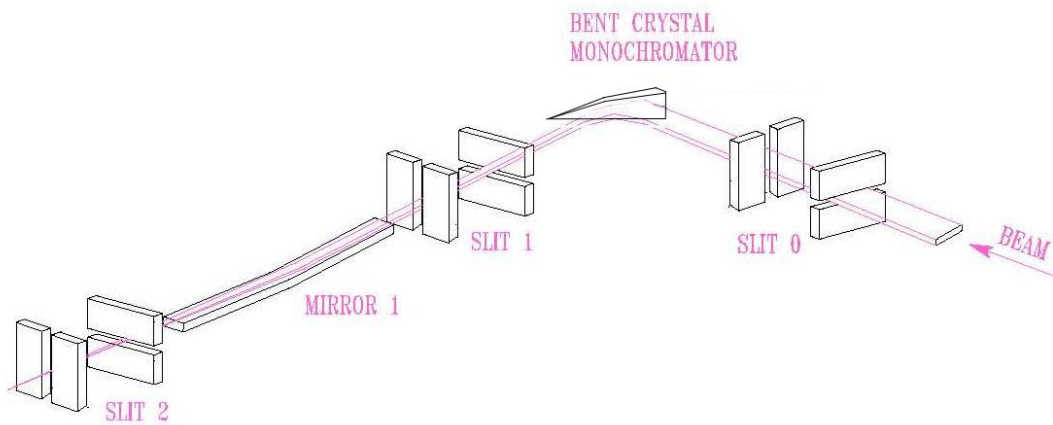


图 2 1W1A 束线光路图

### 1W1A 光束线性性能参数:

单色器:

尺寸 (mm <sup>3</sup> )	---	100(l) × 30(w) × 1(t)
斜切角 (°)	---	14.7
衍射角 (°)	---	23.65
晶体压弯曲率半径 (m)	---	31

光源到晶体距离(m)	---	20
晶体到样品距离(m)	---	5
反射镜:		
尺寸(mm <sup>2</sup> )	---	800(l) × 80(w)
掠入射角(°)	---	0.2 - 0.35
镜子压弯曲率半径(m)	---	1740.87 - 994.78
光源到镜子距离(m)	---	21.6
镜子到样品距离(m)	---	3.4
样品点:		
聚焦光斑尺寸(mm <sup>2</sup> )	---	0.7(l) × 0.4(w)
单色光能量分辨率(Si(220))	---	< 4.4 × 10 <sup>-4</sup>
二次谐波(Si(220))	---	< 0.2%

### X 射线漫散射实验站:

实验站的主要设备有: 五圆衍射仪、探测器系统。

五圆衍射仪: 一个可以绕入射光在水平和垂直位置翻转的 Huber 四圆衍射仪, 其中 $\theta$ 圆的最小步长为 9", 2 $\theta$ 圆的最小步长为 9", 绝对转动精度为 30", 重复精度为 2" (图 3 是处于掠入射状态下五圆衍射仪的照片)。

探测器: NaI 闪烁计数器。

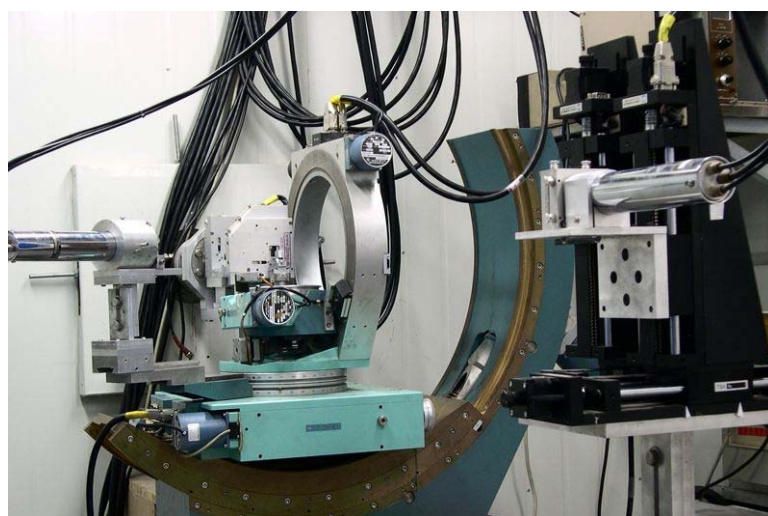


图 3 掠入射状态下五圆衍射仪的照片

X 射线漫散射实验站主要用来开展晶体材料中各种缺陷(空位、杂质或填隙原子、位错、位错环、层错、原子团或空位等等)的分布和组态的结构研究, 薄膜和多层膜结构的表面和界面研究, 高分辨 X 射线衍射研究, 以及新实验技术方法的探索性研究。

### 二、1W1A 光束线的调节 (调节前将光束线上的后狭缝全部打开)

1W1A 光束线的调整主要是三角弯晶单色器和压弯平面镜位置的调整, 使其更好地接收到同步光并达到双聚焦的最佳条件。

## 1、三角形弯晶单色器的调节

首先将单色器垂直上移拦截同步光，调节 Bragg 角，由轴角编码器读出，通过看监视器后观察窗中的荧光靶可见一长形光斑。此时若观察不到光斑，还可调整单色器的平移、俯仰、侧摆，这些均通过步进电机驱动完成。能量可由 Si(Li) 能谱仪来标定。能量定好后，调节压弯晶体的步进电机来获得水平聚焦的单色光。具体步骤如下：

### 1) 单色器切入光路

驱动单色器调节机构的马达，将晶体切入光路，位置通过监视器监测单色器底座上的荧光来确定，从聚焦镜后面窗口中的荧光靶可观察到由单色器出射的单色光光斑的情况。

若看不到光斑或光斑的光强很弱，可调节单色器的测角头和 Bragg 角使得光强最大。

### 2) 单色器测角头的调节

通过 PM16C - 04S 控制器调节测角头的俯仰角和倾斜角。

### 3) 单色器 Bragg 角的调节

通过计算机控制 KOHZU 滑台来实现。

## 2、反射镜的调节

压弯平面镜的调整，在获得了水平聚焦的单色光后，将平面镜的前后边同时升起切入光斑下缘，保证镜子同光束平行，还要保证光束由镜子中央反射。接着抬起镜子的后缘使光斑产生反射，逐渐改变镜子的位置，反射光斑的位置随之改变。通过计算反射光斑同原光斑的距离，可得到掠入射角的大小。根据抑制高次谐波的要求，可选择不同的入射角。确定好掠入射角后，压弯平面镜得到垂直方向的聚焦光斑。用一维位敏探测器可测量双聚焦光斑的光强分布。具体步骤如下：

### 1) 反射镜切入光路

将反射镜的上游（沿光束线方向：离光源近为上游，远为下游）和下游升起切入光路，步进电机驱动电源的操作如同调节单色器，两电机分别运动相同的步数。此时可观察到光斑的下缘平齐。

### 2) 反射光斑的调节

将反射镜的上缘抬起，可看到直通光斑正上方出现反射光斑。继续调节反射镜直到直通光斑全部消失，荧光屏上可看到上缘平齐的反射光斑。

### 3) 抑制高次谐波

由直通光斑和反射光斑中心的距离及反射镜和光斑点的距离可得到同步辐射光的掠入射角，根据要求选择不同入射角以实现高次谐波抑制。

### 4) 反射镜的聚焦

压弯反射镜，在垂直方向上聚焦光斑。从 Hutch 中样品中心的荧光靶上可观察到光斑逐渐变小。

## 3、真空系统

1W1A 光束线系统运行在高真空状态，真空度为  $10^{-8}$  托。

### 三、控制和数据获取系统

实验站衍射仪控制和数据获取系统的硬件部分包括：主机、PM16C - 04S 控制器、步进电机驱动器、NaI 探测器，主放大器、单道分析器、计数定时器；

控制和数据获取系统的软件包是 SPEC，运行在 Linux 系统下，可以实现四圆衍射仪的各种扫描模式。

数据预处理可以通过 CPLOT 来实现。



图 4 实验站控制台

### 四、实验模式

- 1、低角反射
- 2、高角衍射
- 3、漫散射
- 4、粉末衍射
- 5、掠入射散射/衍射（掠入射实验布置见图 4）

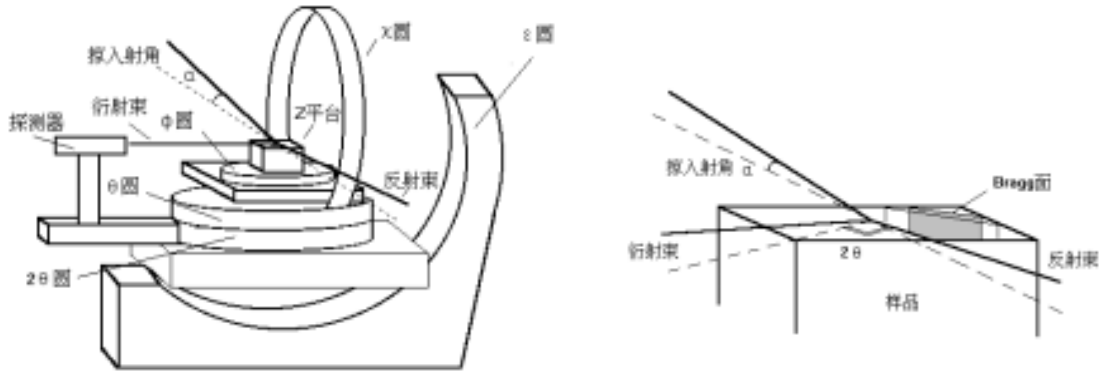


图5 掠入射实验布置和光路原理图

## 五、实验操作规程

### (一) 反射测量

确定  $2\theta$  零点（实验站管理员已经完成，用户不需要再做）

注 1：一般情况下，用户不需要设  $2\theta$  角的零点。

注 2：未加吸收片之前请勿将探测器对准直通光，即  $2\theta$  禁止置于零位。

在将  $2\theta$  置于零点之前，一定要加适量吸收片，一般为 16 以上

mv att 16

#### I、试样调平

1、放置样品

2、移动  $\theta$  为  $-9$  度位置处：

mv th -9 （经验值，使光反射两次后位于合适位置）

3、移动  $2\theta$  到合适位置，以避免探测器阻挡光路：

mv tth 60

4、开激光，脱开  $\Phi$  圆（样品圆）的电机，记录初始反射光斑位置，然后将试样自转  $180$  度，再次记录光斑位置，调整试样仰俯使光斑位于两次位置连线中心处，反复调节，直至转动试样，反射光斑没有明显移动即可；

5、合上  $\Phi$  圆（样品圆）的电机，关激光器。

#### II、切光

切光的目的是将试样表面与入射光束平行，并且在竖直方向上位于阻挡入射光一半位置处。

1、将  $2\theta$  和  $\theta$  移至零点；

an 0 0

2、降低  $z$  让全部光通过，并记录此时电离室的计数

```
umvr zz - 1
```

```
ct
```

### 3、逐步升高 zz 样品台并计数

```
mvr zz 0.1
```

```
ct
```

重复上面操作，直至光强度减为大约一半

### 4、试样进行仰俯扫描，目的是使试样表面与光束平行；

```
ascan th -2 2 100 0.1
```

```
mv th CEN
```

```
set th 0
```

5、再次切光，将 zz 放置在挡住光束一半的位置，即电离室的计数降为全部光束通过时计数的一半。此时可用很小的步长逐步向上移动 zz，并时刻注意电离室的计数是否已减为一半：

```
mv zz 0.01
```

```
ct
```

## III、反射角确定

仪器  $2\theta$  零点已经严格确定，但是由于试样放置关系，使得  $\theta$  零点并非真正零座标，需要重新确定  $\theta$  零点，原理为利用反射光最强来确定入射角：

```
mv tth 0.6
```

```
ascan th 0 0.6 60 0.1
```

```
mv th CEN
```

```
set th 0.3
```

## IV、开始扫描

开始进行试验即可，例如：`a2scan tth 2 4 th 1 2 100 5`

注意是否需要增减吸收片。

### 注意事项及其它说明：

- 1、探测器读数必须小于 100 万/秒，以防止过饱和损伤；
- 2、严格禁止未加吸收片时将探测器放置于  $2\theta$  零点处，防止损伤；
- 3、 $\theta$  最小步长为 0.0025， $2\theta$  最小步长为 0.0025，注意步长设置防止低于最小步长，为节约时间请在实验分辨率允许的范围内尽量增加步长，减少步数；
- 4、ct 为观测探测器读数，wa 为观察各个角度的位置，可以在扫描之前或者扫描之后随时使用。



## (二) 普通 XRD 测量

按照与反射测量相似的顺序将样品切入光路后，接下来是寻找衍射峰，可按如下操作进行（以单晶 Si 片（004）样品为例）：

**调节目的：**  $\theta$ - $2\theta$  置于 Si（004）的衍射峰位

**调节方法：**

- 1: 将  $2\theta$  角度运行至 69.1 度，将  $2\theta$  探测器狭缝打开尽量大，并加上吸收片防止探测器饱和；
- 2: 做  $\theta$  扫描，在  $\theta$  为 A 附近可以观察到一个明显的衍射峰，然后在峰位 A 附近精细扫描  $\theta$ ，确定峰值  $A^*$ ，将  $\theta$  置于峰位  $A^*$  处；
- 3: 在一定的角度范围内扫描  $\chi$  角，找到衍射的最强位置  $\chi_0$ ，并将样品放置在这一位置。
- 4: 将  $2\theta$  探测器狭缝设置为合适大小，一般为 0.2~0.5mm，探测器前加适当吸收片，在 69 度附近做  $2\theta$  精细扫描，确定峰值  $B^*$  将探测器运行至峰位  $B^*$  处，设置  $2\theta$  为 69.1 度，调节完毕。

**【注意】** 在  $2\theta$  探测器狭缝打开时一定要加吸收片

上述调节完成后，入射 X 射线、Si（004）晶面及探测器的位置满足 Bragg 衍射条件，调节完毕，用户根据自己的实验目的进行实验。

## (三) 掠入射衍射（GID）测量

### I、确定 $2\theta$ 探测器以及后探测器零点；

**【说明】**  $2\theta$  探测器用于实验测量，后探测器用于切光和掠入射角标定。

- 1、取掉样品台，将  $2\theta$  探测器狭缝设置为 0.2mm，后探测器狭缝设置为 0.2mm
- 2、加适量吸收片（一般为 12~15 片）

**【注意】** 未加吸收片之前严禁将探测器置于对准直通光位置

- 3、通光，进行  $2\theta$  探测器扫描

例如：`ascan tth -1 1 200 0.1`

扫描得到  $2\theta$  峰位在 CEN 处，则将  $2\theta$ 探测器放置于此位置，并设定此位置为零点，操作如下：

mv tth CEN           （将  $2\theta$ 探测器放置刚才扫描的峰位处）

set tth 0           （将峰位设置为  $2\theta$ 零点座标）

4、将  $2\theta$ 探测器移开，同时作图探测器选择为后探测器

mv tth 60           （移开  $2\theta$ 探测器）

plotsselect         （作图选择后探测器）

在提示选项中选择 bdet

ascan psdy -0.2 0.2 40 0.1

同设置  $2\theta$ 探测器零点一样，设置后探测器零点坐标

mv psdy CEN

set psdy 0

如果此时扫描找不到峰位，可扩大扫描范围

然后 ct ，记录读数，为切光使用

**【提示】**常用的两个命令：

ct           （记录各个探测器和电离室的读数）

wa           （用以观察各个电机，也即探测器的位置）

## II、放置试样

1、放置样品。将样品台放置仪器上

2、移动  $2\theta$ 探测器 60 度位置处，防止挡光 mv tth 60

3、移动 chi 为-9 度位置处：

mv chi -9           （经验值）

4、开激光，脱开  $\Phi$  圆（样品圆）的电机，记录初始反射光斑位置，然后将试样自转 180 度，再次记录光斑位置，调整试样仰俯使光斑位于两次位置连线中心处。再反方向转动 180 度，反复调节，直至转动试样，反射光斑没有明显移动即可。在转动的过程中注意背面样品升降电机的连线，不能连续向同一个方向转动试样，否则会引起电机连线的缠绕，造成事故。

5、合上  $\Phi$  圆（样品圆）的电机，关闭激光器。

## III、切光

**【说明】**切光的目的是将试样表面与入射光束平行，并且在竖直方向上让样

品位于阻挡入射光一半位置处，切光采用后探测器进行。注意后探测器的读数要远小于前探测器，不能超过 20 万/秒。

1、采用后探测器， 将其移至零点：mv psdy 0

2、降低 zz 让全部光通过，并记录此时电离室的计数

```
umvr zz - 1
```

```
ct
```

3、逐步升高 zz 样品台并计数

```
mvr zz 0.1
```

```
ct
```

重复上面操作，直至光强度减为大约一半

4、试样进行仰俯扫描，目的是使试样表面与光束平行；

```
ascan th - 2 2 100 0.1
```

```
mv th CEN
```

```
set th 0
```

5、再次切光，将 zz 放置在挡住光束一半的位置，即电离室的计数降为全部光束通过时计数的一半。此时可用很小的步长逐步向上移动 zz，并时刻注意电离室的计数是否已减为一半：

```
mv zz 0.01
```

```
ct
```

#### IV、 反射角确定

反射角确定原理为利用反射光束来确定入射角：

1、根据试样反射率不同，保留 2~3 片吸收片或者完全去掉吸收片

2、确定入射角

```
mv psdy 0.4
```

```
ascan chi 0 0.4 40 0.1
```

找到峰位 CEN

```
mv chi CEN
```

```
set chi 0.2
```

#### V、 衍射角确定

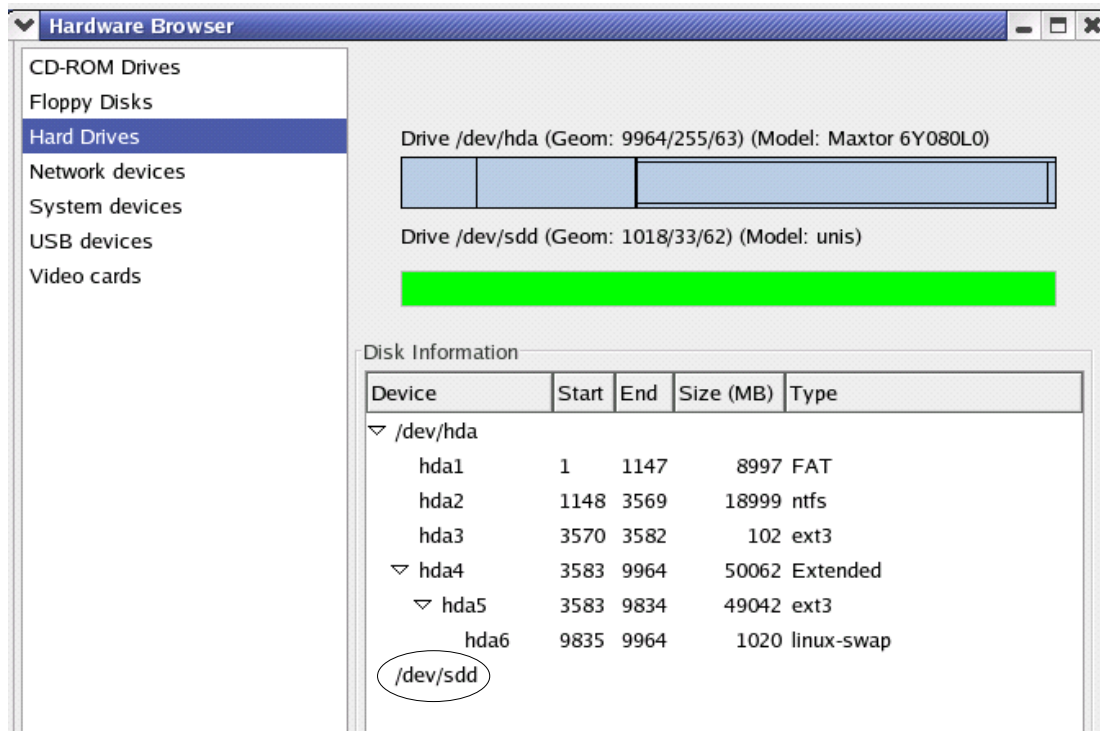
【说明】一般利用基底来确定衍射角位置，为方便说明，本说明采用 Si (400) 衍射面为例

- 1、【注意】去掉前吸收片；放置厚吸收铝片遮挡后探测器；将 2 $\theta$ 探测器狭缝完全打开；
- 2、将作图探测器选择为 2 $\theta$ 探测器：  
plotsselect  
在选项中选择 det；
- 3、将 2 $\theta$ 探测器放置 Si (400) 晶面峰位：69.1 度，扫描 $\phi$ 角  
例如 ascan phi 0 90 450 0.1  
为寻找峰位时可以大范围快速扫描，大致确定峰位后再进行精细 $\phi$ 扫描，确定 $\theta$ 衍射峰位
- 4、将  $\phi$  放置最大峰位处，例如 mv phi CEN，然后将 2 $\theta$ 探测器狭缝缩小为 0.3~0.1mm，进行 2 $\theta$ 精细扫描，
- 5、将 2 $\theta$ 探测器放置精细扫描的峰位处，然后再精细扫描试样  $\phi$  角，将上述 2 $\theta$ 探测器位置设为 69.1 度，试样 $\phi$  角设置为 34.55 度；
- 6、如果认为上述 $\phi$  角峰强不足，可以将试样 $\phi$  角增加 90 度或者 180 度，重复进行第 4、5 步测量；

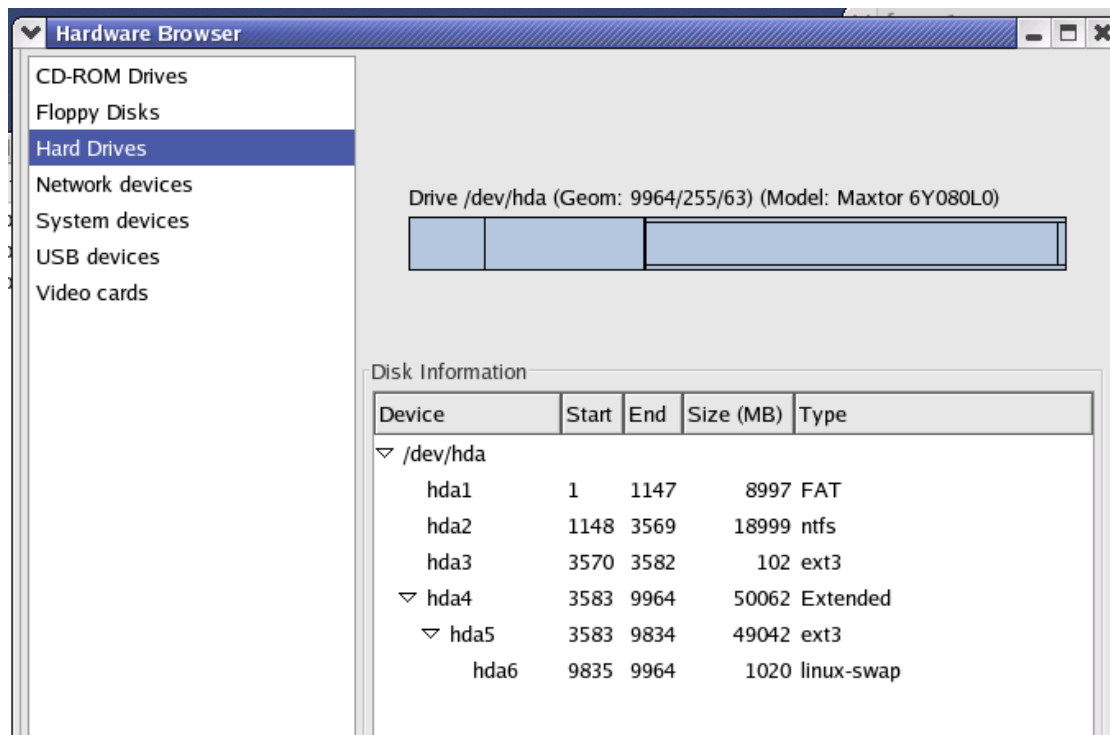
标定后根据需求开始进行试验即可。

### 【注意事项】:

- 1、前探测器读数必须小于 100 万/秒，以防止过饱和损伤；通常情况下，当探测器读数大于 50 万时，就需要观察分析是否已经过饱和；后探测器的读数则必须小于 20 万/秒，超过 10 万时就要加以注意。
- 2、严格禁止未加吸收片时将各探测器放置于直通光位置处，防止饱和损伤；
- 3、 $\phi$  最小步长为 0.005， 2 $\theta$  最小步长为 0.0025，注意步长设置防止低于最小步长，为节约时间可增加步长，减少步数。
- 4、数据的文件名不能是“log”这个单词。
- 5、如何利用 U 盘拷贝数据：  
点击电脑左下角的开始菜单（图像为小红帽），依次定位到：System tools→hardware browser→hard drives，会出现以下图像：



注意上图最后一行的三个字符“sdd”，不同的 U 盘对应的字符也不相同。如果你所用的 U 盘不被系统识别，则没有这行字符的显示，如下图所示：



打开一个新的命令终端，在命令行内输入：`Mount -t vfat /dev/sdd /mnt/usb`，即可将 U 盘挂载上，注意“sdd”这三个字符是会随不同的 U 盘而变化的；拷贝完实验数据之后，卸载 U 盘时在命令行内输入：`Umount /mnt/usb`