

# HANDBOOK OF BEIJING SYNCHROTRON RADIATION FACILITY

# 北京同步辐射装置 操作手册

# 1W2A 束线和小角散射实验站

北京正负电子对撞机国家实验室办公室编印

2010年09月

# 1W2A 束线和小角散射实验站

## 一. 实验站功能

北京同步辐射 1W2A 小角 X 射线散射站可开展以下实验:

- 1. 常规小角 X 射线散射, SAXS (Small Angle X-ray Scattering)。
- 2. 小角散射和广角衍射, SAXS/WAXS (Small and Wide Angle X-ray Scattering)。
- 3. 时间分辨小角 X 射线散射, Time-resolved SAXS。
- 4. 掠入射小角 X 射线散射, GISAXS。

#### 二. 束线结构和实验站参数

1W2A 束线与实验站结构如图1(示意图)和图2所示:



图 1.1W2A 光束线和实验站设置示意图



图2.1W2A光束线FOE照片(左)和实验站Hutch内部照片(右)

1W2A 小角站的主要物理参数如表 1 所示:

表1 1	W2A小角X射线散射站主要物理参数
------	-------------------

物理参数	设计要求
SAXS测量范围	分辨尺度d: 1~100nm, d <sub>min</sub> ≈1nm, d <sub>max</sub> ≥100nm
小角散射分辨率	$d_{max}$ : $\geq 100 nm$
角分辨率	$\Delta(2\theta) \leq 1 \operatorname{mrad}(0.057^{\circ})$
入射X射线波长	λ≈1.54Å, 0.943Å
能量分辨率	$\Delta E \neq 10^{-3}$
样品处入射光束强度	$\geq 1 \times 10^{11} \text{cps}$
样品至探测器距离	L <sub>s-d</sub> : 0.65~4m,移动样品实现可调。
样品处光束尺寸	$b_o (H \times V) \le 10 \times 5 \text{ mm}^2 (FWHM)$
探测器上光斑尺寸	b (H×V) (FWHM): 1.4×0.2 mm <sup>2</sup> (线光源); 0.5×0.5 mm <sup>2</sup> (点光源)
样品处光束发散度	点光源: α(H×V)≤0.6×0.6 mrad <sup>2</sup> ; 线光源: α(V)≤0.6mrad

# 三. 探测器配置

探测器是实验站的核心部件,1W2A小角X射线散射实验站配备有如下探测器:

(1) 电荷耦合探测器(CCD): Mar 165



(2) 二维面形气体探测器: Vantec 2000 XL



(3) 一维弧形气体探测器: 1D curved gas detector



三种探测器的主要指标如表2所示:

	Mar 165 CCD	Vantec 2000 XL	1D Curved 200mm/90°
生产商	Mar USA	Bruker AXS	D2L, France
有效探测面	直径165 mm	直径200 mm	314× 8 mm
空间分辨率	≤ 100 µm (FWHM)	≤ 230 µm	150 μm (0.043°)
总计数率	无限	$2 \times 10^6$ cps	$10^6 \text{ cps}$
读出时间	2.5sec@800kHz, 3.5sec@400kHz	$\leq 0.2 \text{ sec}$	
动态范围	16 bits (@12keV, 400 kHz, 2048×2048 pixels	$\geq 10^8$	10 <sup>6</sup>
读出噪音	9e- @ 400 kHz, 13e- @ 800 kHz	$< 5 \times 10^{-4} \text{ c/s/mm}^2$	$< 2 \times 10^{-5} \mathrm{c/s/mm^2}$
主要用途	SAXS; WAXS	SAXS	WAXS

#### 表2.1W2A所配探测器的主要指标

#### 四. 实验操作规程

#### 1. 检查设备

在开始实验前,首先要彻底检查各实验设备和部件的位置、状态是否正确。

#### 2. 抽真空

1W2A 束线在运行前首先要抽真空,运行期间需持续抽真空,光束线真空度达到并维持 10-8~10-9 托; 棚屋内的准直真空管道和散射真空管道则保持 10-1~10-3 托的低真空度即可, 因此可以每隔一段时间抽一次。

#### 3. 调光

单色器:调整弯晶的位置和曲率从而改变光路和水平方向聚焦状态。

聚焦镜:调整反射镜的位置和纵向曲率,使得光斑的位置和垂直方向聚焦达到最优状态。

说明:使用线光源时,使水平和垂直方向共焦点于小角探测器上。

使用点光源时,使水平焦点位于小角探测器上,垂直焦点位于探测器之后。

- 狭缝:1W2A 线站共有三组狭缝,单色器和聚焦镜之间的狭缝称为第一狭缝或限光狭缝,束
  线出口铍窗后的狭缝称为第二狭缝或准直狭缝,样品前的狭缝称为第三狭缝或反散狭
  缝。调整第一狭缝和第二狭缝实现光束准直,调整第三狭缝去除杂散光。
- 说明:综合调整单色器、聚焦镜和各个狭缝即可控制探测器上光斑尺寸,具体尺寸则需视各 光源和各光学元件的特点及样品对分辨率和光强的要求而定。
- 束流阻挡器(Beam-stop): 其尺寸应为探测器上光斑尺寸的 3~5 倍。通过束流阻挡器或散射真 空管(相机真空管)的水平和垂直驱动机构调整 Beam-stop 的位置,使其挡住直通光, 以保护探测器。

以上各光学元件均由工控机控制调节,只准实验站人员操作,用户由于特殊需求预调节 光路、光斑尺寸、光强、焦点位置时,请与实验站人员联系。

- 4. 准备样品
- 粉末样品:可采用如下方法制样:直接压片、丙酮火棉胶稀释制薄膜、涂抹在进口 3M 胶带上等。
- **2 固体样品**:根据样品大小及其对光的吸收程度,可直接安装在光路上,或采用叠加、削

片、研碎等方法,使样品具有最佳厚度,且样品表面尽量光洁。

8 液体样品:封装在特制的液体样品池或用 3M 胶带封装的简单样品池内。样品浓度、尺寸及厚度需根据样品量的多少、光束尺寸和样品对光的吸收进行选择。

#### 5. 实验步骤

#### 5.1 常规小角实验步骤

- 首先在本实验站记录本上记录用户单位名称、实验人员姓名、联系电话、实验日期、简 单说明将要进行测试的样品成分和实验目的等。
- (2)选择合适的实验方法和探测器,安装必要的辅助设备,如拉伸机、变温设备、动力学混合装置等。
- (3) 安装样品,确保样品处在光路上。
- (4) 曝光,选择合适的曝光时间。
- (5) 采谱。
- (6) 存储数据,包括样品名称或编号、曝光时间、电离室数据、探测器数据等。
- (7)每次重新注入后需要对直通光进行测量(即不放样品,直接曝光),以做比较,同时要记录储存环电流强度。
- (8) 对本底的测试应尽量与样品测试条件一致。
- (9)可以适时将数据传入数据存储与初级处理专用计算机中(或用户自带计算机中),进行初步 处理,以判断实验效果。如出现干涉效应,可以制备不同浓度的样品进行测试,然后用 外推法进行数据处理。

#### 5.2 GISAXS 实验操作步骤:

- 1. 放置样品,一般将样品放在转台中间位置。
- 2. 用铁板挡住 CCD,以防止 CCD 饱和受损。
- 3. 安全连锁后,提起光子光闸,将光引入实验站。
- 4. 点击 Open, 打开 Shutter。
- 5. 切光。

A. 垂直扫描: 一般从-1mm 扫描到 1mm, 步长可初步选为 0.1mm。此过程经历了从 完全透光到完全挡光的过程, 将垂直位置移动到最大强度一半的位置并定义为零。 B. 转角 Theta 扫描: 一般从-1°扫描到 1°, 步长可初步选为 0.1°。将转角移动到最顶 点位置并定义为零。

C. 反复进行垂直扫描和转角扫描,逐步减小扫描步长,提高精度。直至达到可重复的精度。

- 6. 点击 Closed,关闭 Shutter。
- 7. 进入实验站,撤掉挡板后开光进行实验。
- 8. 将 Theta 转到所需位置(如 0.2°), 先曝光 1S 进行试验, 根据探测器上的最大计数来确定 最佳的曝光时间。
- 9. 曝光并保存图像。同时应做好记录,如样品名称、曝光时间等信息。
- 10. 若还需要做其它角度,就重复上述第8步和第9步进行实验。
- 11. 测试完毕后,将转角转回 0°,然后换样品进行实验(重复上述步骤)。

#### 6. 探测器操作步骤

目前已装配的探测器有电荷耦合探测器(CCD)Mar165 和一维弧形气体探测器 1D curved gas detector。

## (1). 电荷耦合探测器(CCD)Mar 165 操作步骤:

电荷耦合探测器(CCD)Mar165 采谱程序采用 linux 操作系统。

#### ① CCD 控制程序启动

- (a) 打开 CCD 控制计算机。
- (b) 在"user:"和"password:"中均输入"marced", 回车确认。
- (c) 点击屏幕下方"terminal",在弹出窗口中键入"marced"。



(d) 回车后将出现下列画面:

an Danka Tanyanan	m: - m> +				
nar	eren m	arecen	7		
nam	recal m	arcen	7		
nan	red m	arce	7 == 1	da e	
nan	recal			Tala.	
nan	ped m				
non				4E.	
		a GGU	J 10000 1000 1	LAN.	
I BIT	GCGQ III	ar-GGU	/ =		
	eccu m	arccu	7		
nar (	ccu m	arcca	7		
nar(	FGQ M	arccu	/		
nar	ccd m	arcca	7		
-	Prod m	-	7		

# ② 单幅图像的采集与保存

此种模式是小角散射最常用的。点击屏幕上方的"Acquire",然后点击"Single Frame",即可打开数据收集对话框:



填写曝光时间、文件名和保存路径,选择保存模式(自动保存或手工保存),然后点击 "Start"开始曝光,由计算机自动控制快门的开关来完成曝光。如选择手工保存,则别忘记在 下次曝光前先保存前次曝光的图像。

# ③. 多幅图像的采集与保存

点击屏幕上方的"Acquire",然后点击"Data Set",即可打开数据收集对话框(见下图),然后填写曝光时间,两次曝光间隔,存储路径,文件名等,图像选择为自动保存模式。



④ 已保存图像的查看

点击菜单栏上的"File",然后点击"Load Data Frame(s)",在弹出的对话框中选择路径和文件名,再点击"OK",即可显示图像。



# ⑤ 控制程序的关闭

点击菜单栏上的"File",然后点击"Quit"。也可将鼠标指向"Terminal"窗口,点击"Ctrl+C"。 由于程序本身的开发不够完善,各个窗口的关闭尽量避免直接点击窗口右上方的"×",否则容 易造成程序"die",如果出现这种情况,需要重启计算机,或由实验站工作人员执行"kill"操作。

# (2). 一维弧形气体探测器 1D curved gas detector 操作步骤:

一维弧形气体探测器 1D curved gas detector 采用的是 window 操作系统。具体操作流程如下:

1.双击 <sup>Super\_NI.exe</sup> 应用程序图标,弹出下面界面。在界面中填写数据保存的路径后, 点击"OK"按钮

	×
C Sup	erSonic Version 1.1
Path for filenames for this session	E:\WAXS
Recent Changes	Better error messages from Display Parameters - Background During a session, if a DOS box print command was used on log files: e.g. print alog.sup this should now be replaced by e.g. copy alog.sup lpt1
Ver: 50001 PlatForm 2	c.f. 1 2

2.在弹出的如下界面中,点击"Parameters\Daq Modules"菜单,进行参数设置。

🔓 Untitled - S	uperSonic			
File Commands	Parameters Display Motors	Auxio Recover	Help	
🗋 🚅 🖬 🛛	General values		?	
Current:Frame	Filenames			A01001.106
Display:Fram	Detector parameters Eromo timos and signals	1		(1037,366)
	CAMAC addresses			
	Dag Modules			Status at Tue Jan 06 00:08:39 20 😑 🛄 👗
				Memory not cleared OK to Start
				Sustem idle
				System are
				Europie and time - 0 mW and
				Next Dump to : A01000.106
				Parameter file :
				- Directory Baramatara
				Left Right/Whole
				Frame No.
				Channels 1 1037 1 1037
				1 1037
				Linear 🝸 Linear 🝸
				© Frame C Cal
				C F+F C F+C C C+F C C+C
(1,0)		ch1037	=0	

3.一般用户可按照下图所示参数进行设置,然后点击确定:

PCI-DIO-32H	IS	N110 TDC module and related settings     Operation mode
Device numb	per 2 Test	C Linear (X)  C Linear (X)  C Area (X+Y)
NOTE:	Iffer size	
NUTE:	is three times this number	Detector and Delay line parameters
64 Kil	oBytes. Optimum 64	X Y
	1	Delay line (ns)
PCI 6602 (co	unter card)	Extra delay (ns) 0 0
Device num	ber 1 Test	
Output pulse		Bin time Offset. Now
Cycle polarit	y active low 💌	C 130.2 ps C 144.7 ps Signed no.
Trigger at fra	ame 1 of active low	C 136.4 ps C 158.9 ps 0
		C EXT Clock  144.7
Input signal	<b>T</b> I	Pattern
NOTE:	I he counter will count the specified edge of input pulses during the	X Y 4500 4147
	active period of each frame	Original size 4962 4147
	Input 1 rising edge	Compressing factor 1 4
	Inout 2 rising edge	Actual size 4562 1037
	Input 3 rising edge	
	Input 4 rising edge	NIM device
		● N110TDC ○ TSC_1002 ○ TSC_1001

4.点击 "Parameters\General values" 菜单,可填写参数说明,选择数据存储 格式,探测器的触发方式及延迟时间等

General Parameters	<u> </u>
General Parameters         Heading         Super Cycles         Cycles (Laps)         (<=4095)         Frames (defined elsewhere)         The channels (32 bit)         (<=2048)         1901         CalibrationChannels (<=128)         Result File         1st char         A         Index	Starting Method Signal /External Pulse Keyboard/mouse START Command Delay(seconds) after START 0 Restart method between cycles Signal Keyboard/mouse ReSTART Command Automatic
Index 4 Grand ASCI	C Automatic
Super cycle comment	

5. 点击 "Parameters\Frame times and signals..." 菜单,填写曝光时间等信息。 Number 选框中填写的数字大于 1 时,可做时间分辨测量。曝光时间不小于 10 微秒,然后点击确定。

Frame Pa	rameters				
Number	Frames	Time	Units		
0	1 1	Wait 10 Read 5	milli 💌	Trigger at frame	
					Cancel
					OK

6.设置完毕后,可点击"S"(start),开始收集数据。



ype of fluit	Result File	Channels to Dump, blank = ALL
Sample	C Binary C ASCII	LOW HIGH
C Axes	🙃 Raw 🤇 Masked	Y Bange
C Other	Clear after dumping C Yes ⓒ No	
L+L test with fe		1
	DUMP	and CLEAR CLEAR (no dump)

7.保存数据。可选择实验类型、数据类型,填写样品名称等。

8. 做样品前需要用同步辐射光照射 Fe 膜或玻璃碳,来收集探测器响应曲线。 然后用样品数据除以此数据(对应道数上的强度计数相除)来进行归一化。测试 条件要一致,并利用标准样品标定角度。

七. 联系人:

吴忠华 研究员 电话: 010-88235982 邮箱: <u>wuzh@ihep.ac.cn</u>
李志宏 副研究员 电话: 010-88235993 邮箱: <u>lzh@ihep.ac.cn</u>
默广 助理研究员 电话: 010-88235982 邮箱: <u>mog@ihep.ac.cn</u>

## 八. 注意事项:

(1). 1W2A 实验站免费向科研院所和高校开放,但需要向用户办公室提交 《北京正负电子对撞机国家实验室科研课题申请表》。

(2). 填写申请表时,尽量写清楚您需要的实验模式与实验参数。必要的话, 请和实验站工作人员进行沟通,以确保您的实验顺利进行。 (3). 用户在实验中涉及到有毒有害样品和气体时,需要事先向用户办公室 和实验站进行申报。

(4).新用户要接受辐射安全防护知识的培训,经考核合格领取剂量卡和门禁 卡后,方能进入实验大厅。

(5).严禁将食品带入实验大厅,严禁在实验大厅内吸烟。

(6).实验进行中不得擅自离开岗位,出现设备故障等意外情况时,请及时通知值班人员进行处理。

(7). 不要操作职权范围以外的仪器和设备,以免造成仪器损坏。

(8). 实验过程中要操作规范,实验记录要清楚详细,特别提醒记录以下信息:如电离室计数,标定波长,相机长度,并及时测量相关实验散射背底等。

(9). 实验完毕后,请认真填写《BSRF 实验用光记录表》、《北京同步辐射实验室用光情况登记表》以及《中国科学院大型仪器共享用户责任承诺书》,并交回计量卡和门禁卡。