



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

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：

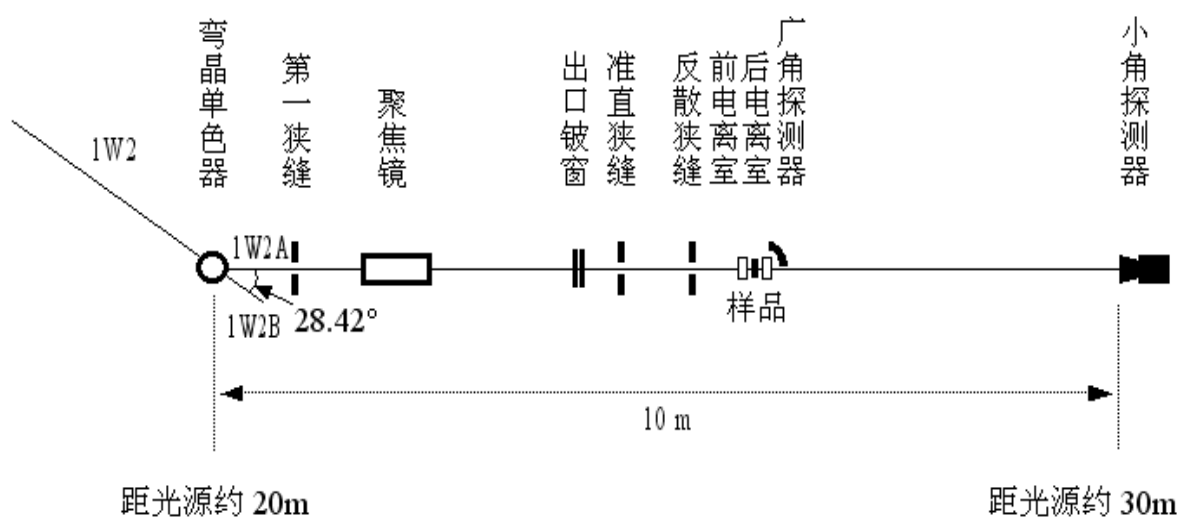


图 1. 1W2A 光束线和实验站设置示意图

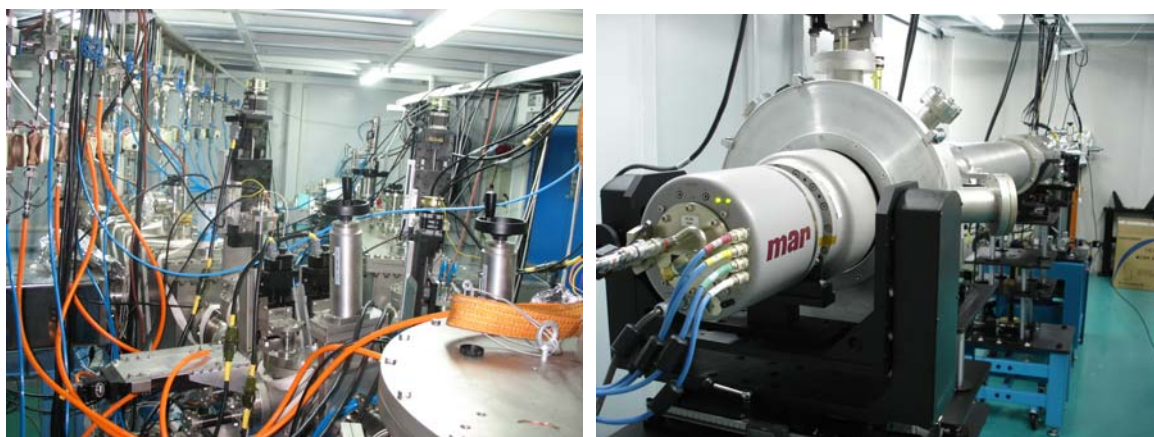


图2. 1W2A光束线FOE照片（左）和实验站Hutch内部照片（右）

1W2A 小角站的主要物理参数如表 1 所示：

表1 1W2A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, $d_{\min} \approx 1\text{nm}$, $d_{\max} \geq 100\text{nm}$
小角散射分辨率	$d_{\max}: \geq 100\text{nm}$
角分辨率	$\Delta(2\theta) \leq 1\text{mrad}$ (0.057°)
入射X射线波长	$\lambda \approx 1.54\text{\AA}$, 0.943\AA
能量分辨率	$\Delta E/E \leq 10^{-3}$
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_{s-d} : 0.65~4m, 移动样品实现可调。
样品处光束尺寸	b_0 (H×V) $\leq 10 \times 5\text{ mm}^2$ (FWHM)
探测器上光斑尺寸	b (H×V) (FWHM): $1.4 \times 0.2\text{ mm}^2$ (线光源); $0.5 \times 0.5\text{ mm}^2$ (点光源)
样品处光束发散度	点光源: α (H×V) $\leq 0.6 \times 0.6\text{ mrad}^2$; 线光源: α (V) $\leq 0.6\text{mrad}$

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:

表2. 1W2A所配探测器的主要指标

	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 ×10 ⁶ cps	10 ⁶ cps
读出时间	2.5sec@800kHz, 3.5sec@400kHz	≤ 0.2 sec	
动态范围	16 bits (@12keV, 400 kHz, 2048×2048 pixels	≥10 ⁸	10 ⁶
读出噪音	9e- @ 400 kHz, 13e- @ 800 kHz	< 5×10 ⁻⁴ c/s/mm ²	< 2×10 ⁻⁵ c/s/mm ²
主要用途	SAXS; WAXS	SAXS	WAXS

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

① **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。

- ③ **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

- (1) 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

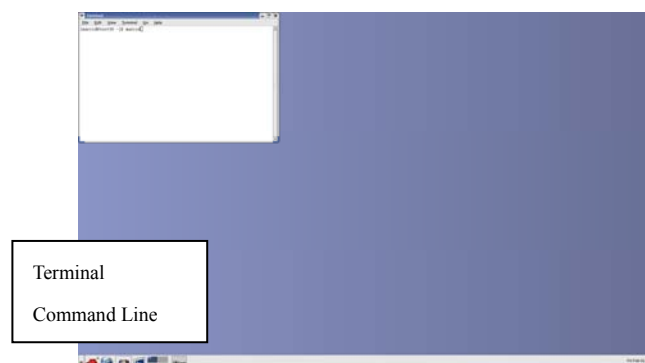
目前已装配的探测器有电荷耦合探测器(CCD)Mar165 和一维弧形气体探测器 1D curved gas detector。

(1). 电荷耦合探测器(CCD)Mar 165 操作步骤：

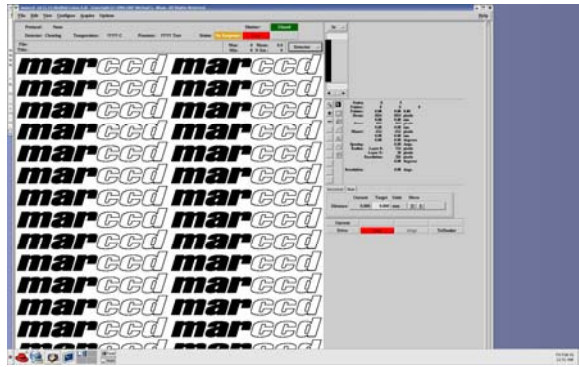
电荷耦合探测器(CCD)Mar165 采谱程序采用 linux 操作系统。

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“marccd”，回车确认。
- (c) 点击屏幕下方“terminal”，在弹出窗口中键入“marccd”。

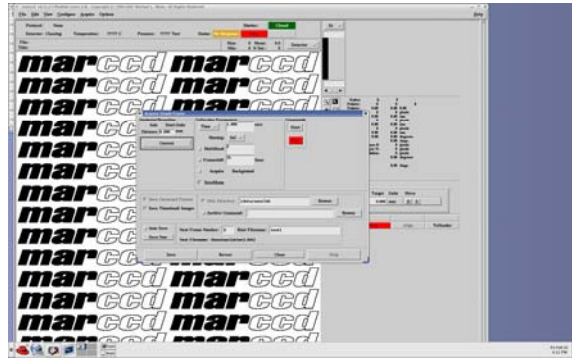


- (d) 回车后将出现下列画面：



② 单幅图像的采集与保存

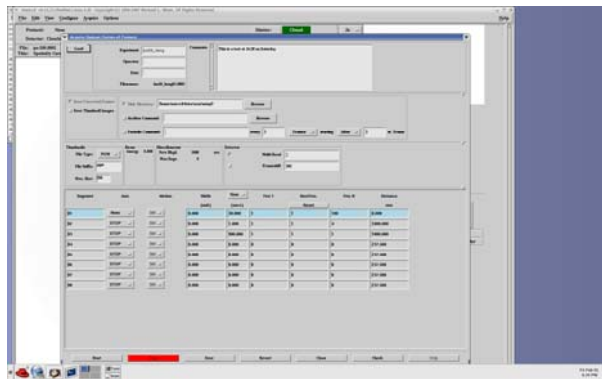
此种模式是小角散射最常用的。点击屏幕上方的“Acquire”，然后点击“Single Frame”，即可打开数据收集对话框：



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。

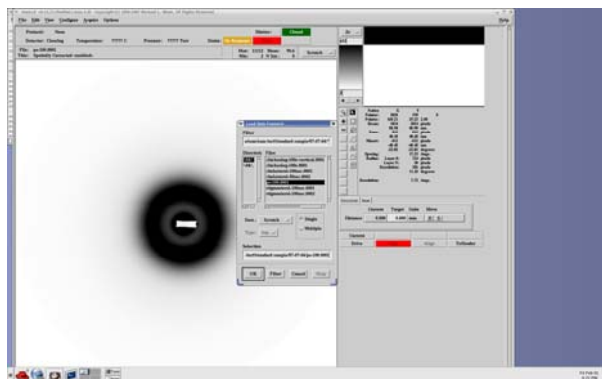
③. 多幅图像的采集与保存

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。




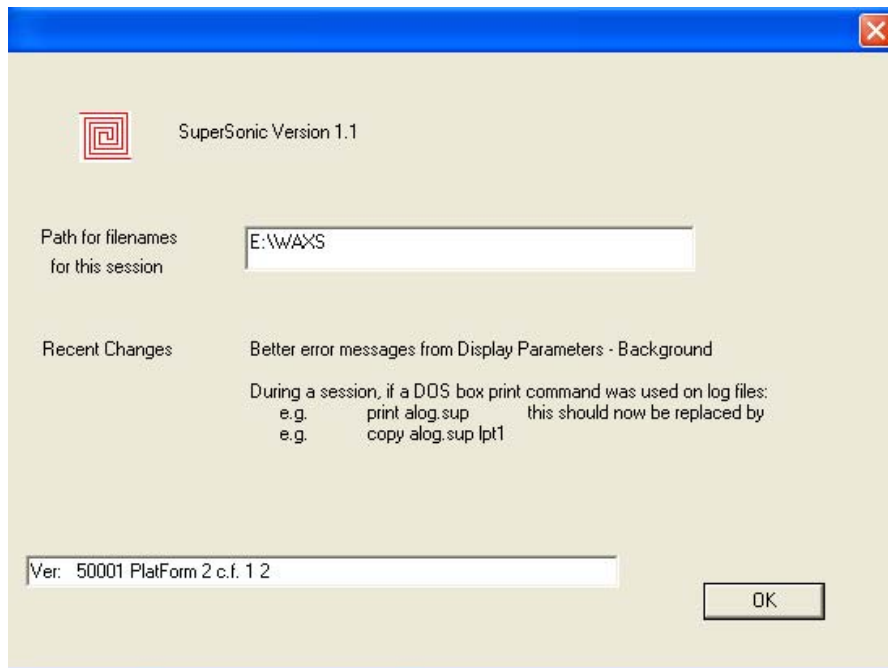
⑤ 控制程序的关闭

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。

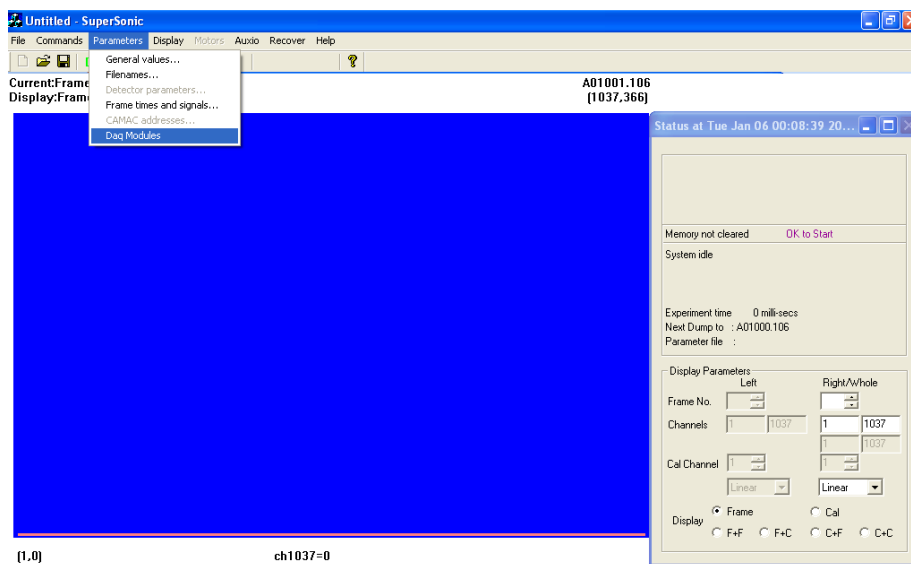
(2). 一维弧形气体探测器 1D curved gas detector 操作步骤:

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:

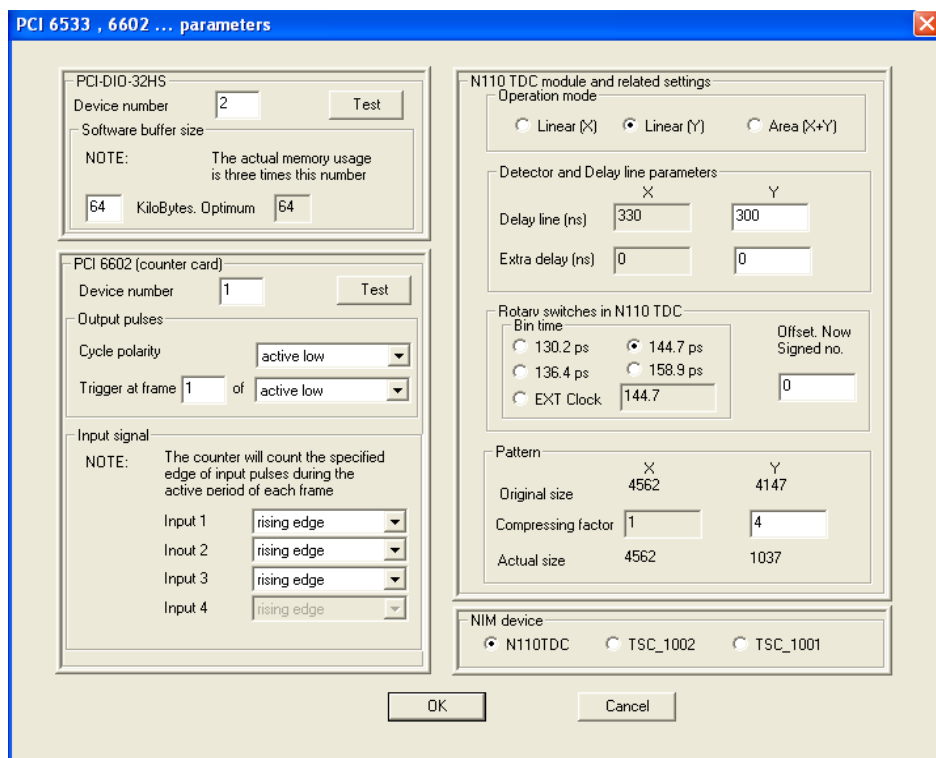
1. 双击  Super_NI.exe 应用程序图标，弹出下面界面。在界面中填写数据保存的路径后，点击“OK”按钮



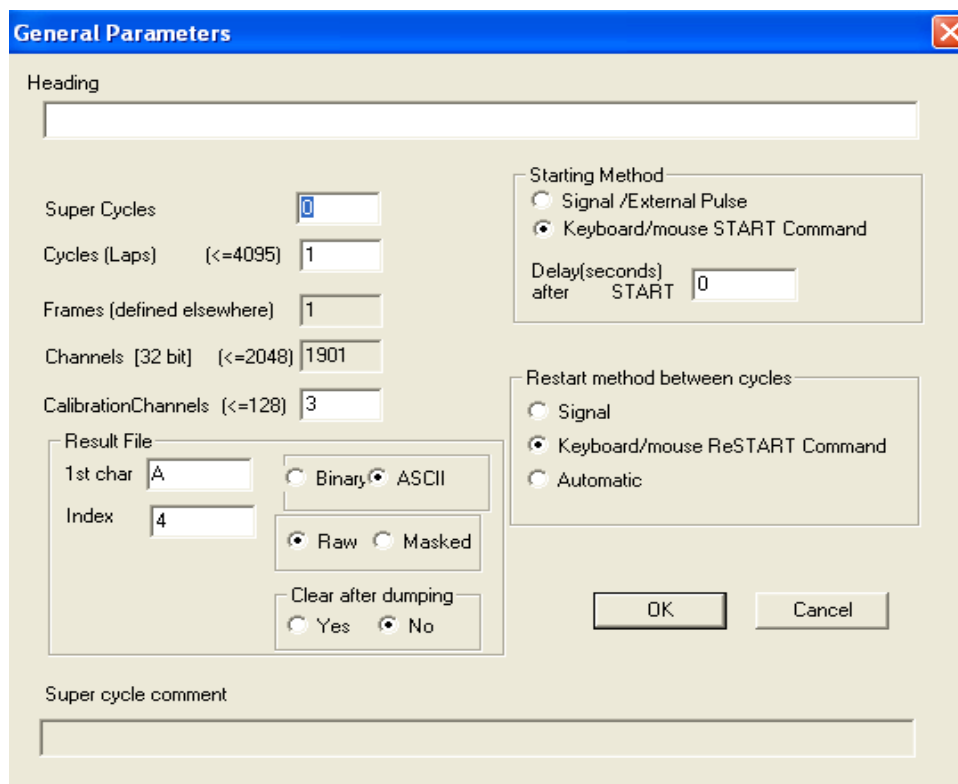
2.在弹出的如下界面中，点击“Parameters\Daq Modules”菜单，进行参数设置。



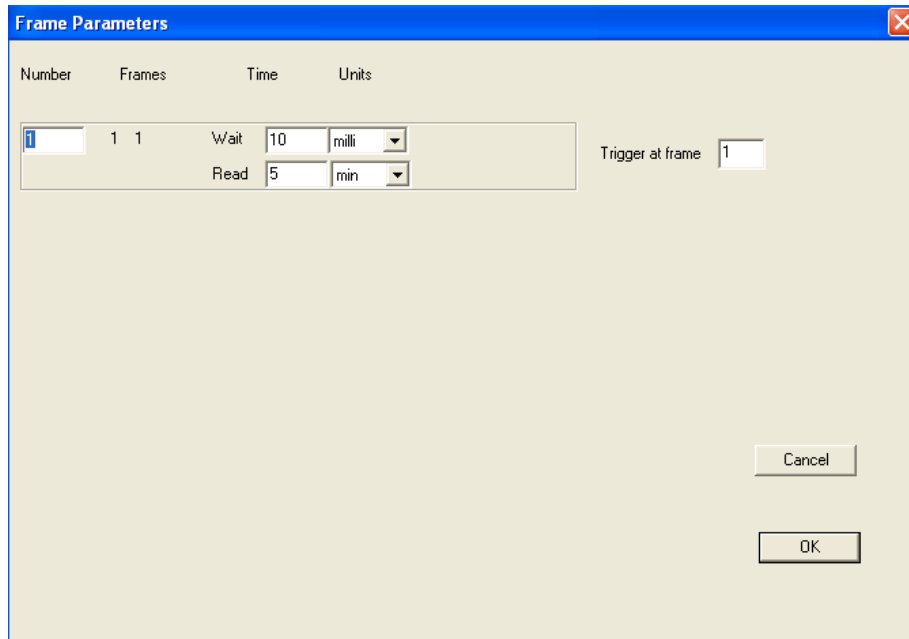
3.一般用户可按照下图所示参数进行设置，然后点击确定：



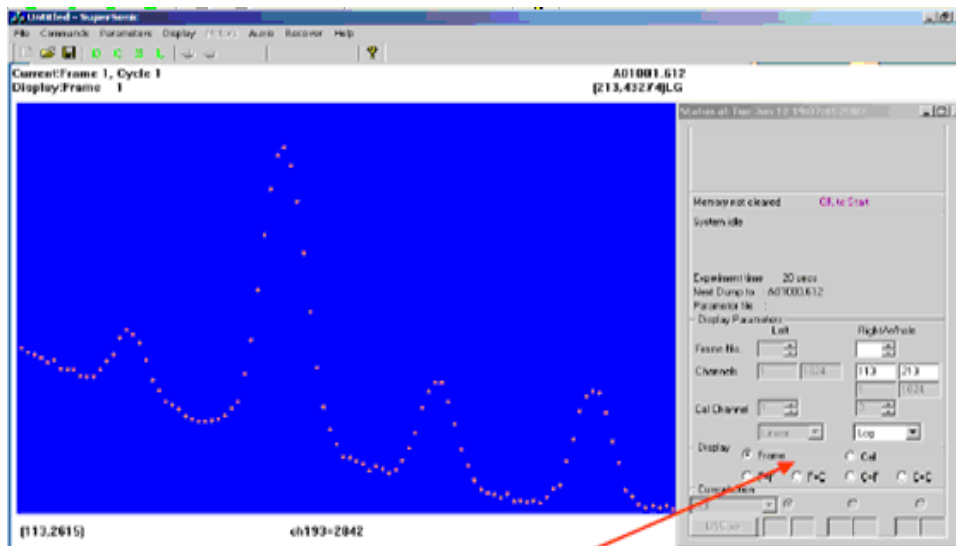
4.点击“Parameters\General values”菜单，可填写参数说明，选择数据存储格式，探测器的触发方式及延迟时间等



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。



6. 设置完毕后，可点击“S”（start），开始收集数据。



7.保存数据。可选择实验类型、数据类型，填写样品名称等。

The screenshot shows a software dialog box with the following fields and options:

- Type of Run:** Radio buttons for Sample, Background, Axes, **Detector** (selected), and Other.
- Result File:** Radio buttons for Binary and **ASCII** (selected). Below are radio buttons for **Raw** (selected) and Masked, and a section for "Clear after dumping" with radio buttons for Yes and **No** (selected).
- Channels to Dump, blank = ALL:** Input fields for X Range and Y Range, each with sub-fields for LOW and HIGH.
- Comment:** A text box containing "L+C test with fe55".
- Buttons:** Cancel, DUMP, DUMP and CLEAR, CLEAR (no dump), and RESTART (no Dump, no Clear).

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: wuzh@ihep.ac.cn

李志宏 副研究员 电话: 010-88235993 邮箱: lzh@ihep.ac.cn

默广 助理研究员 电话: 010-88235982 邮箱: mog@ihep.ac.cn

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》，并交回剂量卡和门禁卡。