



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

4W2 束线和高压实验站

北京正负电子对撞机国家实验室办公室编印

2010年12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。

# 4W2 束线和高压实验站

## (一) 光束线和实验站 HUTCH 安全联锁

1. 同步辐射光会对人身造成严重的危害，用户必需严格按照安全联锁操作规程出入实验站 HUTCH，以免造成人身伤害。
2. 实验站 HUTCH 的防护门为自动推拉门，控制箱位于 HUTCH 防护门右侧墙上，上有三个控制按钮，分别控制门的开启、关闭和停止（右侧图一）。
3. 用户进入实验站 HUTCH 前，须首先按压安全联锁控制箱（位于系统控制柜 A 上）上的光子光闸“关闭”按钮，切断同步光辐射光源，方可开启 HUTCH 门。



图一 HUTCH 门右侧的推拉门开关及搜索按钮

4. 当门处于开启状态，用户需要用光时，须在确保 HUTCH 内无人的情况下按下棚屋内的搜索按钮（此时屋内警告灯闪动），迅速退出 HUTCH 并关闭防护门。确认门关闭后，按下防护门控制箱上方墙上的搜索按钮（图一）。以上步骤须在规定的时间内（约为 15 秒钟）内完成。
5. 在第 4 步正确完成后，按下安全联锁控制箱上的光子光闸“开启”按钮（右侧图二）即可引入同步辐射光。



图二 光子光闸和安全光闸开关

6. 如果操作正确却打不开光子光闸时，有可能是真空联锁系统收到报警信号，请及时联系实验站值班人员或真空联锁专业人员进行相应处理。
7. 如果有人被意外地锁在实验站棚屋里面的话，立刻按下 HUTCH 内的“急停”按钮，安全联锁系统会自动发出报警信号并及时中断安全联锁系统的控制功能，使得安全光闸或光子光闸不能被打开，避免意外事故。
8. 在电子储存环需要注入要求用户离开大厅或用户中断实验离开大厅时，应关闭安全光闸和光子光闸。

## (二) 实验站主要设备及操作步骤

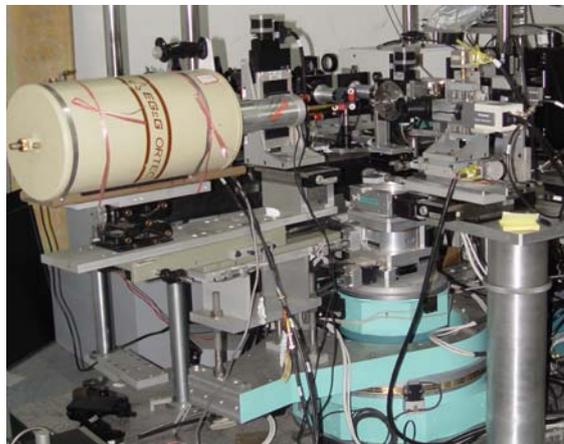
实验站主要设备包括：光路准直系统、能量色散衍射系统、角色散衍射系统、激光加温系统、离线红宝石测压系统、电子学与计算机控制系统、样品准备设施等。

## 2.1. 光路准直系统

光路准直系统主要包括 K-B 聚焦镜及显微定位装置。这部分系统主要由实验站人员负责操作。

## 2.2. 能量色散 X 射线衍射系统

1. 能量色散衍射系统硬件由一圆测角仪、固体探测器（高纯锗或硅锂）、多道分析器和控制电子学组成。多道分析器在控制计算机内，硬件连接与参数设置由实验站人员事先设好，用户不得改动。
2. 固体探测器的电子学系统要求低温保护，用户须按照实验站的要求定时向探测器杜瓦灌注液氮，并做好记录。灌注时间间隔以实验站届时提示为准。
3. 固体探测器在使用前须做能量标定，实验站人员在交付用户使用前已做好，标定公式记在实验站实验记录本上，用户随时可以抄用。
4. 固体探测器安放在一圆测角仪的转臂上，转动转臂可在  $6-23^\circ$  范围内改变衍射角。一圆测角仪的角度控制机箱为 HUBER MC9300 控制机箱，控制程序为“一圆二圆转台”（见实验站控制软件一节），用户可根据实验的需要选择合适的角度。



图三 能量色散 X 射线衍射系统



图四 探测器主放及电子学参数设定插件

### **重要提示:**

**在做这一操作时，探测器最好退出。同时用户要有人在 HUTCH 内监视不要碰到其它的设备。**

5. 衍射角  $2\theta$  由一圆测角仪编码器的显示器以度、分、秒的形式给出。为减少机械精度带来的实验误差，建议用户在选取合适的  $2\theta$  角后用标准样品的衍射谱对角度进行标定。
6. X 射线衍射谱由数据采集程序“MAESTRO\_32”获得，它是一个 Windows 系统环境下的应用程序，双击 Windows 桌面上的“MAESTRO”图标即可启动该程序。取谱计算机里装有电子版的“MAESTRO\_32”操作手册，供用户参考使用。
7. “MAESTRO\_32”程序自动生成的数据文件为 .chn 格式，部分数据处理软件可以辨认。

实验站提供的数据转换文件“chn2data.exe”可以将“.chn”格式转换为“.dat”格式的文件。用户可以免费拷贝此文件。

**提醒：**

用户在拷贝数据文件时，同时拷贝角度标定文件和能量标定文件（或能量标定公式）。

### 2.3. 角色散 X 射线衍射系统

1. 角色散 X 射线衍射系统的二维探测器是 Mar345 成像板，单色光一般选用 20keV。单色光的能量标定通过 Mo 片的吸收边扫描完成。
2. 成像板到样品的距离通过标准样品 CeO<sub>2</sub> 不定期进行标定。用户可以将实验前的 CeO<sub>2</sub> 衍射谱拷贝走自行进行标定。

### 2.4. 激光加温系统

#### 2.4.1. 循环水制冷机组的操作

1. 循环水制冷机组位于 12# 大厅内高压站样品操作间的前面，它为激光加温系统的 YLF 激光器和红宝石测压系统的氙离子激光器提供前级冷却水。
2. 在启动循环水制冷机组之前先向冷却水箱中注水。注水前要打开冷却水箱的放水阀把水箱和水管内变质的残余水排入下水道，然后再将放水阀关闭。放水阀在水箱的下面，共有两个，扳上为关闭，扳下为放水。
3. 当水达到白色浮标以上，即可开机。当循环水箱中水量不足时，会有报警声响起，需要给水箱再加水至报警停止。
4. 开机过程：
  - 1) 检查配电箱内 60A 闸刀是否合上（配电箱位于红宝石测压室内墙上），若未合上把闸刀合上；
  - 2) 开启机组电源，一个是控制电源，把插座插在墙上的配电盘上即可。另一个是动力电源，开关在冷却水箱的侧面。
  - 3) 在机箱前面板上设定所需温度值（16-18 度）；
  - 4) 把机箱前面板上的“RUN/STOP”开关拨到 RUN，制冷机组自动运行；
5. 关机过程：
  - 1) 机箱前面板上的“RUN/STOP”开关拨到 STOP。
  - 2) 关闭机箱侧面的电源开关。
  - 3) 拔掉墙上配电盘上的电源插座，不要关闭配电盘的电源开关。

6. 如果循环水制冷机组长时间不用，要放掉水箱中的水，以免变质。

## 2.4.2. Fiber 激光器的操作

### 1. 开机过程：

- 1) 打开控制电脑上桌面上的“Fiber Laser”软件；
- 2) 将激光器后面板上的开关向上扳起到“On”的位置。面对激光器，开关位于后面板左上角；
- 3) 待激光器面板上的指示灯停止闪烁后，将前面板上的控制钥匙顺时针扭至“On”，面板上 Enable 指示灯变为绿色；
- 4) 将位于激光器前面地板上的 5v 电源开关向右扳至“开”，激光器面板上 Laser Emission 指示灯变为红色；
- 5) 进入控制程序“Setup”页面控制激光器功率。0%为关闭出光，100%为最大功率（100W）输出，激光器启动功率需大于 1%输出。选定百分比后，单击“Set”改变激光器状态或输出功率。

### 2. 关机：

- 1) 在控制程序中将激光器输出降为 0%；
- 2) 关闭控制软件；关闭 5V 电源开关；
- 3) 将激光器面板上的控制钥匙逆时针旋转至“Off”；
- 4) 将激光器后面板上的开关向下扳至“Off”。

### **重要提示：**

**Fiber 激光器为大功率红外激光器，人眼看不到激光束。在激光器工作时，进入 HUTCH 必须佩戴专用的防护镜，以免伤害眼睛。**

## 2.5. 红宝石测压系统

### 2.5.1. 氩离子激光器的操作

1. 如果循环水制冷机组没有打开，先启动循环水制冷机组（见 2.4.1.节）。

#### 2. 开机步骤

- 1) 开启实验站 Hutch 前面柱子上的配电箱内 60A 电源开关（向上扳）；
- 2) 开启激光器功率电源箱/内循环水控制机柜（光学平台里侧地上）后方面板上的电源开关；然后再打开前面板上的电源开关；
- 3) 将激光器控制器（置于光学平台上）上的钥匙顺时针从“|”旋转为“—”；

- 4) 待控制盒液晶面板显示准备完毕后方可按“on/off”开机。开机后约 50 秒在氩离子激光器出口可看到激光束输出。
3. 激光器的功率输出通过调节工作电流的大小改变。电流大小的调节通过控制盒上的“上⇧”、“下⇩”方向按钮完成，注意调节时严禁快速改变电流大小。
4. 关机步骤
  - 1) 将激光器电流调至 20A；
  - 2) 按“on/off”按钮关闭激光器；
  - 3) 冷却水继续循环 3 分钟以上后，将激光器控制箱面板上的钥匙顺时针从“—”旋转为“|”；
  - 4) 关闭激光器功率电源箱/内循环水控制机柜前面板上的电源开关，然后再关闭后面板上的电源开关；
  - 5) 如激光加温系统未在工作，则关闭外循环冷却水系统。

#### **重要提示:**

- 1) **在关闭循环水制冷机组前要确认激光加温系统不在工作。**
- 2) **氩离子激光光束虽然功率较低，但对人眼仍有伤害，操作时要注意防护！**



图五 红宝石测压系统

### 2.5.2. 光谱测量系统

1. 光谱测量系统由 Acton 光栅光谱仪和 CCD 探测器组成。光谱仪配备 300 刻线和 1800

刻线光栅。CCD 探测器为液氮冷却的背照明探测器。

2. 在使用光谱测量系统取谱前，要对 CCD 探测器进行液氮冷却，具体方法为：打开光栅驱动器（黑色的盒子）的电源，并在 CCD 杜瓦内灌满液氮。通过控制 PC 上安装的操作软件 Winspec 监视 CCD 冷却温度，当温度低于 $-110^{\circ}\text{C}$ 后方可使用；
3. CCD 采谱时应选择合适的狭缝宽度。狭缝宽度可通过光谱仪进光孔处的螺旋调节，一般在专用光开放期间实验站人员已设置好狭缝大小，用户不需再进行调整；长时间不用 CCD，必须将狭缝关闭以免进入灰尘；
4. 采谱前首先要建立自己的背底文件（background）。背底文件要根据不同的中心波长（700nm、705nm、710nm 等）和采谱时间（0.1s、0.2s、0.5s、1s 等）建立。实验的采谱过程中要根据不同的中心波长和曝光时间选择相应的背底文件。

**重要提示：定时向 CCD 探测器杜瓦灌注液氮，灌注时间间隔以实验站提示为准。**

## 2.6. 样品准备设施

1. 实验站提供两台体视显微镜供用户准备样品和加压过程中的样品观察。两台显微镜一台放在样品操作间内，一台位于实验站 HUTCH 前面的实验台上。
2. 用户在操作过程中暂时不用体视显微镜时，应将显微镜照明灯的亮度调到最小，使用完毕应关闭照明灯电源。
3. 实验站备有 DAC 样品装填的简单工具和消耗品，如酒精、镊子、改锥、普通针、棉花等。并备有小型超声波清洗机供用户使用。
4. 实验站目前不提供封垫打孔的设备，用户自行解决样品孔的制备。
5. 实验站提供少量的红宝石微粒供用户使用，放在载波片上，需要时用户向值班人员索取，用完后及时交还给值班人员以备其他用户使用。用户在装载样品时，注意不要将红宝石污染。
6. 因压标材料如 Pt、Au 等比较昂贵，且用户交叉使用容易污染和浪费，实验站不提供压标材料，请用户自备。
7. 实验站提供传压介质甲醇:乙醇:水，其它种类介质用户自己解决。
8. 实验站提供 DAC 液态氩装填设备，如图六，用户如需装填 Ar 介质，请与实验站人员联系获得帮助。



图六 DAC 液氩填充装置

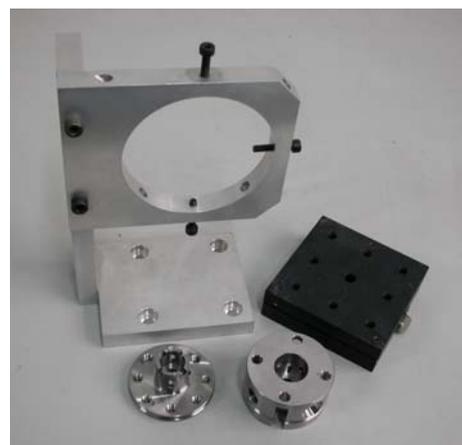
9. 为保证您的样品准备充分，提高实验效率和成功率，提倡用户装好样品带来，尽量避

免利用实验机时的时间准备样品。

### (三) 实验操作

#### 4.1. 光路的准直和样品就位

1. 高压站使用的同步辐射 X 光由插入件 4W2 多级扭摆磁铁引出，经过多级限束和微聚焦，引至样品位置。X 光分单色光和白光(多色光)两种，分别用于角色散衍射(ADX)和能量色散(EDXD)两种方法。
2. 在提供给用户用光前，实验站人员已将 X 光与样品台的旋转中心对准，并建立显微镜基准。用户只须按照以下步骤将样品置于旋转中心上。
3. 将 DAC 固定在实验站提供的专用样品架(图七)上后，把样品架放在多维样品台上。样品架底部的复位板能够使 DAC 方便地从样品台上取下和放回并使样品复位。调节样品台的 X、Y、Z 滑台找到样品，并使样品中心对准显微镜十字中心。
4. 根据金刚压砧的厚度计算由于金刚石折射引起的光程差，沿光轴方向修正样品位置。
5. 退出调节显微镜，气动置入样品后面的光二极管探测器。关闭 HUTCH 门，打开同步辐射光。
6. 启动二维样品扫描程序，优化样品水平和垂直位置的准直。
7. 启动样品 Center 扫描程序，优化样品旋转中心的准直。
8. 在完成以上步骤后，退出准直光二极管探测器便可进入实验程序(见实验操作一节)。
9. 更换样品时，重复步骤 3-8。



图七 DAC 支架及复位块

#### **特别提醒:**

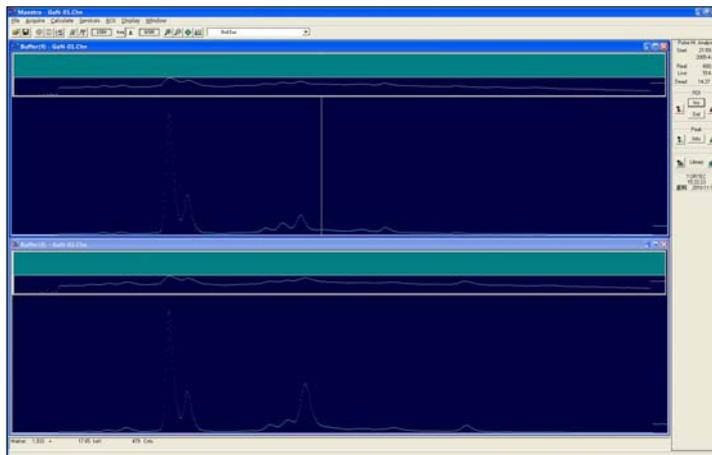
**在进行以上操作步骤时，EDXD 状态下要确保固体探测器和激光加温系统的光学元件已退出。ADX 状态要保证成像板探测器已保护，同样退出激光加温系统的光学元件。**

#### 4.2. 能量色散 X 射线衍射(EDXD)实验

1. EDXD 实验使用的探测器为 ORTEC 公司的固体高纯锗探测器，探测器前放置 30 $\mu$ m 的屏蔽管(tip)。根据高压实验站 4W2 光源的特性，探测器的能量范围一般设定为 0-35keV

之间。固体探测器位于一个与衍射方向重合的导轨上，在取、放 DAC 之前必须将导轨移至远端，以免 DAC 与 tip 发生碰撞。

- 2、在 EDXD 实验中，采谱所用软件为 Maestro.exe，软件界面如图八所示。采谱软件的快捷方式位于控制电脑的桌面上，可双击后运行。



图九 Maestro.exe 软件界面

- 3、根据衍射公式  $E_d=6.199/2\sin\theta$  可知，改变衍射角  $2\theta$ ，样品的衍射峰的位置 (E) 会相应的发生变化。因此，在正式采谱前，需要通过转动探测器改变  $2\theta$  衍射角以便获得最佳的衍射谱。

- 4、确定衍射角  $2\theta$  后，通过标准样品对衍射角进行标定。为节省时间，这一步可以在完成实验后进行。

- 5、Maestro 软件的使用可参考软件自带的帮助文件。

#### 4.3. 角色散 X 射线衍射 (ADXD) 实验

- 1、ADXD 实验所用探测器为 Marresearch GmbH 公司的 Mar345 成像板，如图九所示。ADXD 实验所用单色光一般设定为 20keV，通过 Mo 吸收边扫描确认。成像板到旋转中心（实验时样品所处位置）的距离用标准样品  $CeO_2$  标定。



图九 Mar345 成像板

- 2、ADXD 实验采谱用软件为 Linux 环境下的 Mar345 程序。实验站工作人员会在采谱前设置好 Mar345 程序的运行环境，用户可直接在采谱计算机上使用。

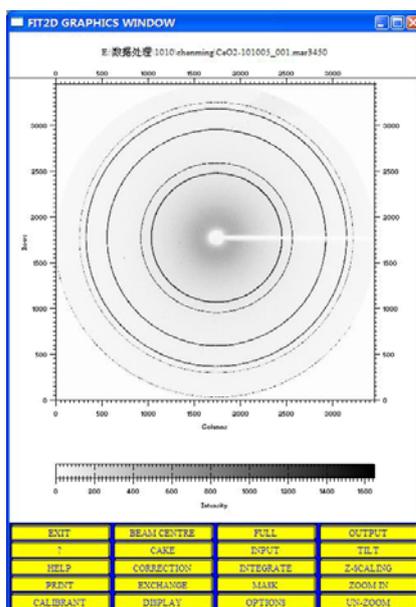
- 3、图十所示为 Mar345 程序的主窗口和参数设置窗口。用户在采谱时主要使用的就是这两个界面。关于程序的具体使用方法，请咨询实验站工作人员或参考程序帮助文档

<http://www.marresearch.com/pdf/mar345-manual.pdf>。Mar345 程序生成的衍射谱文件后缀为.mar3450。



图十 Mar345 程序的主界面（左侧）与参数设置界面（上）

- 4、实验站提供了专门的电脑对衍射谱进行临时处理，处理程序为 fit2d.exe，快捷方式位于电脑桌面。图十一为 fit2d.exe 程序的控制界面，使用方法请参考程序帮助。



图十一 fit2d.exe 程序界面

#### 4.4. 激光加温

因激光加温实验操作较为复杂，我们不建议用户自己进行实验。如果样品确实有加温需求，请联系实验站工作人员进行协助。

#### 4.5. 红宝石测压

##### 1、样品对准

- a) 将 DAC 装在实验站专用的样品支架上，把 DAC 固定在实验站提供的专用样品架上，将样品架放在三维可调样品台上。样品架底部的复位板能够使 DAC 方便地从样品台上取下和放回并使样品复位；
- b) 挡掉激光光束，打开光路中的照明光源，将光路中的半透半反镜移入光路；
- c) 先调节样品台的 X、Y、Z 方向滑台，直到从监视器屏幕上看到清楚的样品成像，找到待测的红宝石微粒；
- d) 关掉光路中的照明光源，放开激光光束，在监视器屏幕上可以看到激光束的成像斑点；
- e) 细调 X、Y 滑台，使红宝石位于激光斑点位置。
- f) 根据实验需要调节激光功率的大小。因为红宝石的荧光信号很强，一般情况下取常压谱时功率 $<100\text{ mW}$ 。
- g) 退出半透半反镜，关闭室内照明等，进入取谱程序。

##### 2、获取红宝石的荧光谱

- a) 红宝石荧光谱的获取由光谱仪厂家提供的“WinSpec”程序完成。在采谱桌面上双击“WinSpec”图标即可打开此程序。
- b) 参数设置：
  - i. 采集时间：根据红宝石荧光信号的强度选取；
  - ii. 光栅选择：1800 线光栅；
  - iii. 光栅位置：1800 线光栅时的取谱宽度约为 20 nm，取零压谱时放在 700 nm，随着压力升高峰位会逐渐移出窗口范围，这时须移动光栅到适当的位置。
- c) 点击 WinSpec 命令栏中的数据采集图标，获取荧光谱。
- d) 读出峰位，计算压力。

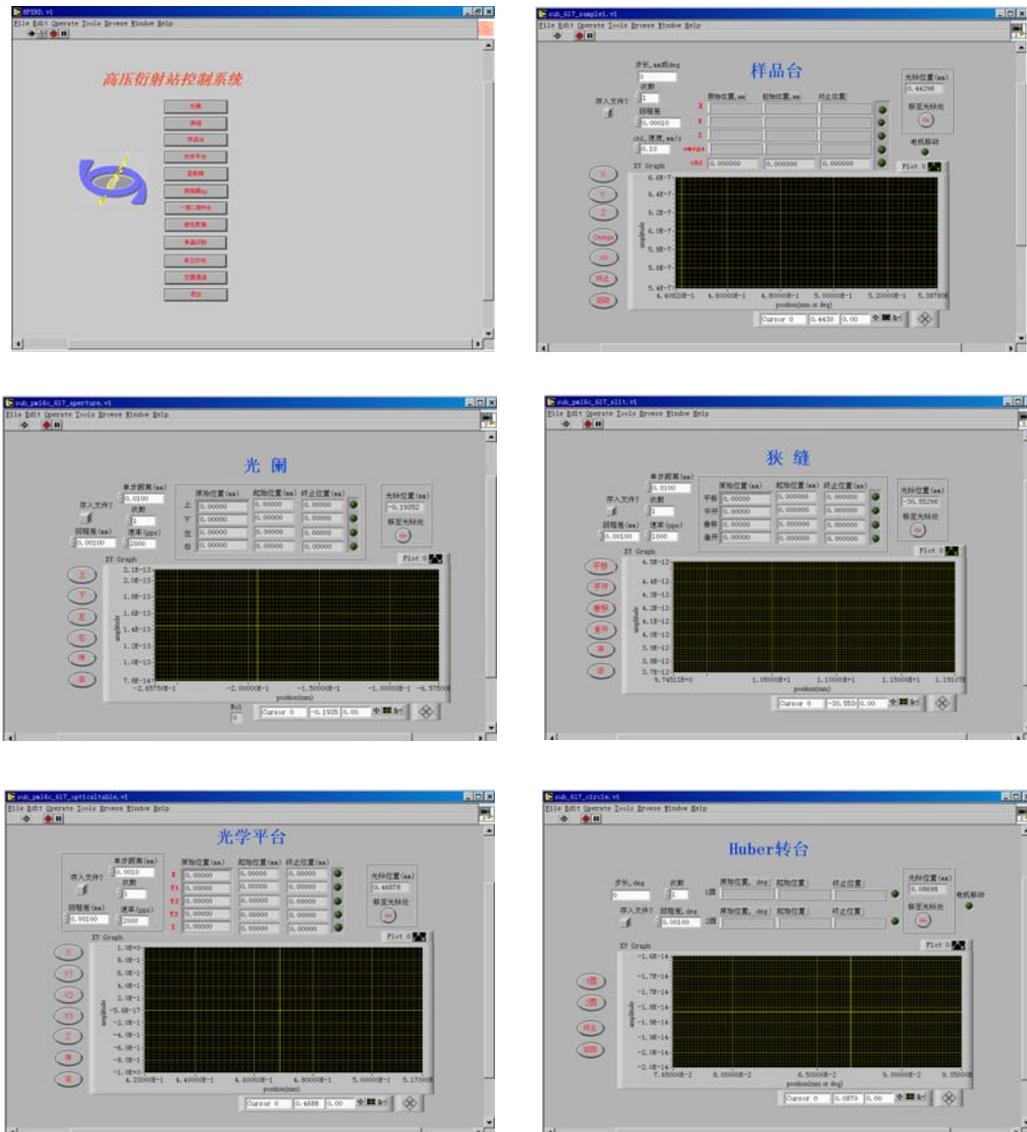
#### 建议:

如果对压力测量的精度有较高的要求，建议在常规环境下测量你使用的红宝石

的常压谱，作为计算压力的基准。

#### (四) 实验站控制软件

图十二中所示为高压实验站主要控制软件的主界面以及一些常用程序。



图十二 高压实验站主要控制软件的主界面及常用程序

#### (五) 实验数据和文件管理

1. 用户须按照实验站要求，认真做好实验记录及用光情况记录，实验结束后，及时交给实验站人员。实验记录用户复印后带走，原件留作装订备案。
2. 实验数据文件存入指定目录下，实验结束后，用户可将数据文件及相应数据转换软件进行备份，但不得擅自删除数据文件。