



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

(修订稿)

4B7 光束线和实验站

北京正负电子对撞机国家实验室办公室编印

2023年06月

# 4B7A 光束线通用操作（用户必读）

## 开、关光操作

**开光** 指让同步辐射 X 射线照射到样品处。光束线开光操作步骤如下：

1. 打开“4 号插板阀”（按深绿色按钮，阀门红色指示灯灭，绿色指示灯亮）
2. 打开“安全光闸”（按绿色按钮，红色按钮灯灭，绿色按钮灯亮）

**关光** 指停止同步辐射 X 射线照射到样品上或者进入样品室。光束线关光操作步骤如下：

1. 关闭“安全光闸”（按红色按钮，绿色按钮灯灭，红色按钮灯亮）
2. 关闭“4 号插板阀”（按深红色按钮，阀门绿色指示灯灭，红色指示灯亮）

**开光关光操作注意事项：**

1. 安全光闸不要频繁开关，当用户长时间不使用束线时（例如吃饭、储存环故障等超过半小时的情况）再关闭。
2. 操作要准确，不要触碰其它开关

**实验数据拷贝：联系值班人员。**

**实验数据拷贝注意事项：**

1. **严禁**将任何**数据存储介质**（U 盘、移动硬盘、手机等）连接到控制光束线和数据采集的**工控机**上。
2. 用户在拷贝出自己的数据后，有权删除工控机上的自己的实验数据。
3. 实验站运行维护人员不对用户因为没有删除自己的数据而造成的任何不良后果承担任何责任。

## 严禁带食物和饮料（水除外）进入实验大厅！！！！

### 储存环状态：

1. 在中能实验站桌面上的最右侧的显示屏通过按视频切换系统的“CH1/5”键切换到1通道，可以看到储存环状态。同步辐射来自于电子，其束流决定光强。
2. 当储存环注入时，听到报警声和广播，用户应尽快离开实验站和实验大厅。
3. 当储存环注入完毕时，听到广播，用户可返回实验站继续实验。
4. 当发现程序采集的数据为0或者NONE或者不正常时，首先检查储存环状态，看电子束流（左上角蓝色数据）是否为零，如果为零，用户应离开大厅等待注入，如果不为零，则检查“安全光闸”和“4号插板阀”是否打开，打开后，如果还是没有信号，则联系实验站值班人员。

### 实验结束后的操作：

1. 关闭“4号插板阀”；
2. 关闭“安全光闸”；
3. 如果采用荧光模式测量，关闭“荧光探测器电源”；如果采用电子产额模式测量，按“LOCAL”和“Z-CHK”键；
4. 如实填写“实验用光记录表”，剂量卡编号写在实验人员姓名后；
5. 通知实验站值班人员，归还门禁卡和剂量卡；
6. 带走开展实验所产生的垃圾；

# He 测量室电子产额吸收谱测量操作规程

1. 按 6517B 电流计的“LOCAL”和“Z-CHK”键，以显示“ZeroCheck”
2. 放气：
  - a) 关闭 4 号插板阀，长时间离开则关闭安全光闸
  - b) 关闭 He 气测量室的角阀
  - c) 打开氮气阀门开关（逆时针旋转 90 度）
  - d) 打开 CF16 微调阀放气
  - e) 观察 He 气测量室顶部的气压表，指针指到接近 0 的位置，关闭氮气阀门开关和 CF16 微调阀。
3. 换样品：
  - a) 打开带窗的活页门
  - b) 取下鳄鱼夹，拧松紧固螺钉取出样品架。**注意：请务必带手套操作；当心碰到荧光探头!!!**
  - c) 放入样品架，拧紧紧固螺钉，将鳄鱼夹夹在样品架上。
  - d) 关闭带窗的活页门，并拧紧螺母。
4. 抽真空：
  - a) 确认关闭 CF16 微调阀
  - b) 关闭分子泵阀电源，打开旁抽阀电源
  - c) 缓慢打开 He 气测量室的角阀，当机柜右上角显示开始减小时，可快速将角阀全开
  - d) 当机柜右上角显示示数小于 10 时，关闭旁抽阀电源，打开分子泵阀电源。
  - e) 分子泵正常工作 10 分钟后可以进行实验
5. 实验：
  - a) 依次按 6517B 电流计的“LOCAL”和“Z-CHK”键，使显示电流值。注意：如果显示值不稳定或者显示“overflow”，再次按“Z-CHK”键，使显示“ZeroCheck”，然后联系值班人员解决问题。
  - b) 观察机柜真空计，正常则开 4 号插板阀
  - c) 开安全光闸
  - d) “He 三相电机定长\_sub.vi”调整、切换样品位置。
  - e) 使用 TEY 程序采集吸收谱。

2020-12-03 制作

## 注意：

1. 换样品或者短时间不进行实验，请关闭 4 号插板阀，不必关闭安全光闸
2. 长时间离开或者不进行实验，请关闭 4 号插板阀和安全光闸
3. 严禁在开光时实验站长时间无人值守！
4. 样品及样品架相关操作请佩戴手套（塑料、胶或者丁腈手套），**严禁裸手!!!**
5. 文件名中不要有特殊字符，例如“? : \* / \ > < |”
6. 有问题请及时通知值班人

# He 测量室荧光吸收谱测量操作规程

## 6. 放气：

- a) 关闭 4 号插板阀，长时间离开则关闭安全光闸
- b) 关闭 He 气测量室的角阀
- c) 打开氮气阀门开关（逆时针旋转 90 度）
- d) 打开 CF16 微调阀放气
- e) 观察 He 气测量室顶部的气压表，指针指到接近 0 的位置，关闭氮气阀门开关和 CF16 微调阀。

## 7. 换样品：

- a) 打开带窗的活页门
- b) 拧松紧固螺钉，取出样品架。**注意：请务必带手套操作；当心碰到荧光探头!!!**
- c) 放入样品架，拧紧紧固螺钉。**注意：样品架表面与入射光成 45 度角**
- d) 关闭带窗的活页门，并拧紧螺母。

## 8. 抽真空：

- a) 确认关闭 CF16 微调阀
- b) 关闭分子泵阀电源，打开旁抽阀电源；
- c) 缓慢打开 He 气测量室的角阀，当机柜右上角显示开始减小时，可快速将角阀全开
- d) 当机柜右上角显示示数小于 10 时，关闭旁抽阀电源，打开分子泵阀电源。
- e) 真空及设备没有问题，可以进行实验

## 9. 实验：

- a) 荧光探测器电源打开操作由值班人员完成
- b) 观察机柜真空计，正常则开 4 号插板阀
- c) 开安全光闸
- d) “He 三相电机定长\_sub.vi”调整、切换样品位置。
- e) “能量扫描\_SDD\_SCA\_FY\*.vi”采集吸收谱。

# 液体样品荧光吸收谱测量操作规程

## 1. 准备（本项操作由实验站值班人员操作!）:

- a) 依次关闭 4 号插板阀、He 气测量室的角阀和分子泵机组电源（按“工作”按钮，旁边指示灯灭）
- b) 打开氮气阀门开关（逆时针旋转 90 度）
- c) 打开 CF16 微调阀放氮气
- d) 观察 He 气测量室顶部的气压表，直到指针指正上方 0 的位置，关闭氮气阀门开关。
- e) 等分子泵停止后，关闭机械泵电源。拆下连接分子泵的快卸（断开压缩波纹管与分子泵的连接）
- f) 将氮气阀门与实验腔体连接
- g) 确认荧光探测器电源打开，预热 15 分钟。

## 2. 换样品:

- a) 打开带窗的活页门
- b) 拧松紧固螺钉，取出样品架。**注意：请务必带手套操作；当心碰到荧光探头!!!**
- c) 放入样品架，拧紧紧固螺钉，**注意：样品架表面与入射光成 45 度角**
- d) 关闭带窗的活页门，并拧紧螺母。

## 3. 充氦气:

- a) 确认打开 CF16 微调阀，然后打开 He 气测量室的角阀
- b) 打开氮气阀门开关。
- c) 打开 4 号插板阀，调节样品位置，使光斑打在样品上
- d) 将单色光能量走至 3.25keV，然后打开程序 Prospect，点击“start run”，观察荧光谱在 3.0keV 位置的 Ar 荧光峰
- e) 点击“stop run”后再点击“start run”，重复操作，直到 Ar 荧光峰变得很小，表明空气被排除干净。点击“stop run”，关闭 Prospect
- f) 依次关闭氮气阀门，关闭 CF16 微调阀，保持 He 气测量室角阀一直打开；

## 4. 实验:

- f) “He 三相电机定长\_sub.vi”调整、切换样品位置。
- g) 使用荧光程序采集吸收谱。

# 吸收谱数据文件说明

获得的数据文件均采用文本文件（扩展名 TXT）的格式存储。借助 Origin 或者 EXCEL 软件可打开数据文件，将第一列数据（单色 X 射线能量，单位：keV，千电子伏）作为 X 轴，最后一列数据作为 Y 轴作图，即可得到吸收谱。提取出第一列和最后一列数据后调入 Athena 软件可做进一步数据处理。测量吸收谱的常用方法有三种：荧光法、全电子产额法和透射法。每种方法得到的吸收谱数据文件内容略有不同：

## 荧光吸收谱数据文件

第一列为单色光能量，单位：keV（千电子伏）；第二列为荧光探测器记录的样品中待测元素的计数，单位：个/秒；第三列为前电离室测量的光强计数，单位：个/秒；第四列为预设的积分时间，单位：秒；第五列为实际的积分时间，单位：秒；第六列和第七列分别为日期和时间（精确到秒）；最后一列为第二列与第三列的比值。

Energy (keV)	Count rate	Intensity	Preset integration time (s)	Actual integration time (s)	Date	Time	Ratio
2.430000E+0	6.411739E+1	2.159717E+5	3.000000E+0	2.963315E+0	2014-4-28	20:30:38	2.968787E-3
2.434000E+0	7.043346E+1	2.167263E+5	3.000000E+0	2.967340E+0	2014-4-28	20:30:53	3.249880E-3
2.438000E+0	5.881935E+1	2.168483E+5	3.000000E+0	2.958210E+0	2014-4-28	20:31:01	2.712465E-3
2.442000E+0	6.094259E+1	2.168220E+5	3.000000E+0	2.953600E+0	2014-4-28	20:31:07	2.810720E-3
2.446000E+0	7.446856E+1	2.168620E+5	3.000000E+0	2.967695E+0	2014-4-28	20:31:12	3.433915E-3
2.450000E+0	6.637582E+1	2.169127E+5	3.000000E+0	2.967948E+0	2014-4-28	20:31:18	3.060025E-3
2.451000E+0	7.690284E+1	2.168380E+5	3.000000E+0	2.964780E+0	2014-4-28	20:31:23	3.546557E-3
2.452000E+0	7.333328E+1	2.167967E+5	3.000000E+0	2.959093E+0	2014-4-28	20:31:29	3.382583E-3
2.453000E+0	8.611538E+1	2.166787E+5	3.000000E+0	2.961143E+0	2014-4-28	20:31:34	3.974336E-3
2.454000E+0	7.961568E+1	2.167000E+5	3.000000E+0	2.964240E+0	2014-4-28	20:31:41	3.674004E-3
2.455000E+0	8.244585E+1	2.166320E+5	3.000000E+0	2.959518E+0	2014-4-28	20:31:48	3.805802E-3
2.456000E+0	9.450531E+1	2.165827E+5	3.000000E+0	2.962796E+0	2014-4-28	20:31:54	4.363475E-3
2.457000E+0	9.890273E+1	2.165030E+5	3.000000E+0	2.952396E+0	2014-4-28	20:31:59	4.563192E-3
2.458000E+0	1.036115E+2	2.165690E+5	3.000000E+0	2.962992E+0	2014-4-28	20:32:04	4.784225E-3
2.459000E+0	1.145179E+2	2.165227E+5	3.000000E+0	2.960238E+0	2014-4-28	20:32:11	5.283957E-3
2.460000E+0	1.280871E+2	2.164040E+5	3.000000E+0	2.951116E+0	2014-4-28	20:32:18	5.918889E-3
2.460500E+0	1.285376E+2	2.163697E+5	3.000000E+0	2.971893E+0	2014-4-28	20:32:25	5.940647E-3
2.461000E+0	1.435014E+2	2.163183E+5	3.000000E+0	2.961844E+0	2014-4-28	20:32:30	6.633807E-3

## 电子产额吸收谱数据文件

第一列为单色光能量，单位：keV（千电子伏）；第二列为样品的电流，单位：安培；第三列为样品电流标准偏差，单位：安培；第四列为前电离室测量的光强计数，单位：个/秒；第五列和第六列分别为日期和时间（精确到秒）；最后一列为第二列与第四列的比值。

Energy (keV)	Current	Standard deviation	Intensity	Date	Time	Ratio
2.450000E+0	1.923752E-10	1.331165E-14	2.214780E+5	2014-4-26	20:00:27	0.868597
2.450000E+0	1.623140E-10	9.027735E-15	2.654760E+5	2014-4-26	21:36:07	0.611407
2.451000E+0	1.631766E-10	2.830972E-15	2.649950E+5	2014-4-26	21:36:14	0.615772
2.452000E+0	1.632008E-10	3.207335E-14	2.640280E+5	2014-4-26	21:36:17	0.618119
2.453000E+0	1.633042E-10	2.368966E-14	2.629940E+5	2014-4-26	21:36:22	0.620943
2.454000E+0	1.634170E-10	1.972308E-14	2.621670E+5	2014-4-26	21:36:27	0.623332
2.455000E+0	1.633400E-10	6.000000E-15	2.612150E+5	2014-4-26	21:36:32	0.625309
2.456000E+0	1.636728E-10	1.518881E-14	2.606930E+5	2014-4-26	21:36:36	0.627837
2.457000E+0	1.634486E-10	3.992869E-14	2.595470E+5	2014-4-26	21:36:40	0.629746
2.458000E+0	1.634838E-10	9.391486E-15	2.587300E+5	2014-4-26	21:36:45	0.631870
2.459000E+0	1.636898E-10	7.429670E-15	2.579840E+5	2014-4-26	21:36:50	0.634496

## 透射吸收谱数据文件

第一列为单色光能量，单位：keV（千电子伏）；第二列为后电离室测量的光强计数，单位：个；第三列为前电离室测量的光强计数，单位：个；第四列为积分时间，单位：秒；第五列和第六列分别为日期和时间；最后一列为第三列与第二列的比值求  $\ln$ 。

文件(F)	编辑(E)	格式(O)	查看(V)	帮助(H)	
3.938000E+0	4.069000E+3	7.205400E+4	2014-3-7	19:11:46	2.874019E+0
3.942000E+0	4.125000E+3	7.180300E+4	2014-3-7	19:12:01	2.856860E+0
3.946000E+0	4.178000E+3	7.154300E+4	2014-3-7	19:12:05	2.840466E+0
3.950000E+0	4.232000E+3	7.127700E+4	2014-3-7	19:12:10	2.823899E+0
3.954000E+0	4.283000E+3	7.093600E+4	2014-3-7	19:12:14	2.807124E+0
3.958000E+0	4.335000E+3	7.065600E+4	2014-3-7	19:12:18	2.791101E+0
3.962000E+0	4.394000E+3	7.046400E+4	2014-3-7	19:12:22	2.774862E+0
3.966000E+0	4.456000E+3	7.021300E+4	2014-3-7	19:12:24	2.757282E+0
3.970000E+0	4.511000E+3	6.993600E+4	2014-3-7	19:12:28	2.741062E+0
3.974000E+0	4.563000E+3	6.959100E+4	2014-3-7	19:12:33	2.724655E+0
3.978000E+0	4.622000E+3	6.935700E+4	2014-3-7	19:12:38	2.708440E+0
3.982000E+0	4.684000E+3	6.908500E+4	2014-3-7	19:12:41	2.691185E+0
3.986000E+0	4.734000E+3	6.872100E+4	2014-3-7	19:12:45	2.675284E+0

## 荧光谱数据文件

荧光谱数据文件由 Prospect 软件获得，扩展名为.mca。文件中第一列为道数，第二列为计数，单位：个。第一列乘以 5 作为 X 轴（单位 eV，电子伏），第二列作为 Y 轴，使用 Origin 或者 EXCEL 软件作图得到待测样品的荧光谱。

```

InSb1900eV_paomo_8 - 记事本
文件(F) 编辑(E) 格式(O) 查看(V) 帮助(H)
MCA data = <Generated by xManager v1.0.5>
Title =
Setup =
Sample =
User Name =
Data Date = <Unknown>
Current Date = Wednesday, Jun 6, 2012
Sampling Interval = .005
Board Type = xmap
Channel = 8
eVPerBin = 5
Peaking Time = 3.04
Gap Time = .24
Trigger Threshold = 1184.08203125
Energy Threshold = 0
Histogram Bins = 1024
Events = 8629
Input Count Rate = 25.5299361153723
Output Count Rate = 71.6891264105233
Live Time = 183.23586784
Real Time = 183.26349696

1024
0
201
248
219
219
205
232
218
204
146
194
172

```

## 4B7B 光束线通用操作（用户必读）

### 开、关光操作

**开光** 指让同步辐射 X 射线进入测量室。光束线开光操作步骤如下：

1. 打开插板阀控制箱上除最左侧开关外的所有插板阀控制开关（开关上的一圈绿色指示灯亮）；
2. 打开“安全光闸”（按绿色按钮，红色按钮灯灭，绿色按钮灯亮）；
3. 打开“光子光闸”（按绿色按钮，红色按钮灯灭，绿色按钮灯亮）；

**关光** 指停止同步辐射 X 射线进入测量室。光束线关光操作步骤如下：

1. 关闭“安全光闸”（按红色按钮，绿色按钮灯灭，红色按钮灯亮）
2. 关闭“光子光闸”（按红色按钮，绿色按钮灯灭，红色按钮灯亮）
3. 关闭插板阀控制箱上从左侧数第二和第三个开关；

开光关光操作注意事项：

1. “安全光闸”不要频繁开关，当用户长时间不使用束线时（例如吃饭、储存环故障等超过半小时的情况）再关闭。
2. 操作要准确，不要触碰其它开关

**实验数据拷贝：联系值班人员。**

实验数据拷贝注意事项：

4. **未经允许，严禁**将任何**数据存储介质**（U 盘、移动硬盘、手机等）连接到控制光束线和数据采集的**工控机**上。
5. **拷贝数据联系实验站值班人员。**

## 严禁带食物和饮料进入实验大厅!!!

### 储存环状态:

5. 在衍射站棚屋门口旁机柜的上面有储存环运行状态显示，或者输入地址 <http://202.122.38.185:8081/> 查看，或者安装手机 APP：



6. 当储存环注入时，听到报警声和广播，用户应尽快离开实验站和实验大厅。
7. 当储存环注入完毕时，听到广播，用户可返回实验站继续实验。
8. 当发现程序采集的数据为 0 或者 NONE 或者不正常时，首先检查储存环状态，看电子束流（左上角蓝色数据）是否为零，如果为零，用户应离开大厅等待注入，如果不为零，则检查“安全光闸”和“光子光闸”或者插板阀是否打开，打开后，如果还是没有信号，则联系实验站值班人员。

### 实验结束后的操作:

7. 执行“关光”操作；
8. 对于所有 6517B 静电计，按“LOCAL”和“Z-CHK”键；
9. 如实填写“实验用光记录表”，剂量卡编号  
写在实验人员姓名后；
10. 通知实验站值班人员，归还门禁卡和剂量卡；
11. 带走开展实验所产生的垃圾；

# 4B7B 吸收谱操作规程

## 放气：

1. 执行“关光”操作；
2. 关闭 6517B 读数。按 6517B 电流计的“LOCAL”和“Z-CHK”键，以显示“ZeroCheck”
3. 关闭分子泵电源，等待其转速归零（可能时间较长）；
4. 关闭干泵电磁阀电源（也可关闭干泵电源）；
5. 拧松样品室进样窗旋钮，确保样品室内压强超过一个大气后可以顶开进样窗；
6. 开氮气阀门，打开干泵上的放气阀，对样品室充氮气；
7. 进样窗漏气后，关氮气阀门和干泵上的放气阀；注意在高温高湿的 7 月前后的一段时间建议一至通着氮气，防止潮气进入样品腔，可以显著减少抽真空时间；

## 更换待标定器件：

1. 打开带窗的活页门（也就是样品室的进样窗）；
2. 更换样品。**注意：请务必带手套（一次性或丁腈）操作；严禁裸手碰触处于真空内的组件和样品；**
3. 关闭氮气阀门和干泵上的放气阀；
4. 关闭带窗的活页门。

## 抽真空：

1. 确认放气阀关闭；
2. 打开干泵和电磁阀电源，开始粗抽样品室真空；
3. 干泵声音明显减小的 2 分钟后，开分子泵电源；
4. 分子泵转速达到额定转速后，开真空计，示数应好于某一经验值例如  $3E-4Pa$ ，以此初步判断没有漏气；
5. 当样品室真空度达到好的  $1e-6Pa$  量级，可以开展谱学实验；
6. 执行“开光”操作后，开始实验。

## 问题：

1. 关于静电计 6517B：如果 6517B 显示“overflow”，请按“Z-CHK”键，使显示“ZeroCheck”，检查信号线是否短路。如果上述问题还是不能解决，找值班人员。
2. 样品室的真空度达到一定阈值才能接通光束线开展实验；真空度受到真空部件的干净程度、材料或者样品的放气、暴露大气的时间长短、天气和泵的抽速等因素影响；如果真空度异常，请联系实验站值班人员。
3. 请确保放入样品室的样品或者连接该室的外接设备干净，防止污染样品室及上游光束线!!!