



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

4W1A 束线和X射线成像实验站

北京正负电子对撞机国家实验室办公室编印

2023年06月

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，接受辐射防护安全培训、领取剂量卡，在实验期间随身佩戴剂量卡。
5. 实验中，爱护实验站设施和运行设备。
6. 发生故障时请及时与本站工作人员联系，并做好记录。
7. 实验完成后，请您认真填写《BSRF实验用光记录表》。
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。

4W1A 束线和X射线成像实验站操作规程

一、 概述

X射线成像实验站位于北京同步辐射装置 4W1A 光束线的末端，是白光和单色光兼用的实验站。在4W1A 光束线和实验站建成后的十余年中，主要用于进行晶体材料及其器件表面和内部的微观结构缺陷分析研究。2000年以后，随着X射线成像技术的发展，该光束线站又成为国内硬X射线相位衬度成像研究的基地，在生物、医学和材料等领域相位衬度成像研究方面发挥着日益重要的作用。实验站还建成了X射线纳米分辨三维成像显微镜，利用标准样品，纳米显微镜可获得空间分辨率最高可达30纳米（实际样品可获得的空间分辨率随样品特性而异），可为生命科学、能源科学、材料科学、微电子产业、微加工技术和纳米科技等众多学科领域提供先进的研究手段。

4W1A 光束线发光点来源于储存环上的 4W1 扭摆磁铁，束线长度为 43m，最大接收角为 1.0mrad (水平) \times 0.3mrad (垂直)。光束线由真空管道连接而成，设有四个200微米厚度的铍窗和出口处一个10微米厚度的铝窗。在BEPCII专用运行条件下 (2.5GeV@250mA)，束线的理论光谱及经铍窗、铝窗吸收过的光谱图如图 2 所示。

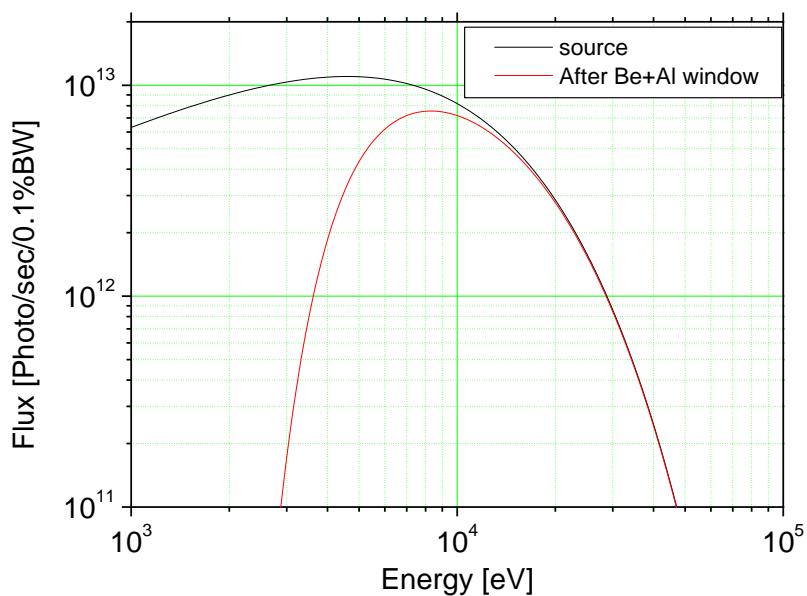


图1 4W1A 光源的理论光谱曲线和经铍窗、铝窗吸收后的光谱曲线

实验站的主要设备有双晶单色器、多维运动平移旋转样品台、成像探测器、纳米分辨成像设备等。主要开展的实验方法有晶体白光形貌术、微米分辨成像和波带片纳米分辨全场成像以及相应的 CT 实验方法，此外实验站还可开展相位衬度成像方法研究，包括衍射增强成像和同轴相位衬度成像。

二、实验站主要设备

1. 双晶单色器

双晶单色器的主要功能是将宽谱的白光X射线单色化为特定能量的单色X射线，是光束线实验站的主要光学部件。双晶单色器由两块完美的硅单晶以及两套高精度平移旋转台组成，硅单晶的衍射面为Si(111)，晶面间距 $d_{111} = 3.1353\text{\AA}$ 。单色器晶体选取单色X射线的过程是晶体衍射面对X射线的布拉格衍射，单色X射线波长 λ 与X射线能量 E 的关系可通过 $E = hC/\lambda$ 计算出，简化计算为 $\lambda = 12.4/E$ （其中 λ 和 E 的单位分别为 \AA 和keV），利用布拉格衍射公式 $2d \sin\theta = \lambda$ 可计算出布拉格衍射角与X射线能量的关系；单色器能量的选择可利用微米分辨成像控制软件自动调节。

2. 运动调节系统

实验站运动调节系统是对实验站主要设备包括单色器、样品台和探测器实现精细调节的关键设备，采用KOHZU高精度位移台和旋转台搭建而成。样品台采用五维调节机构，包含样品台的旋转和水平、竖直调节以及样品旋转轴的二维调节，样品台旋转和平移调节精度分别达到 ± 0.005 度和 ± 0.3 微米；探测器包含水平和竖直的二维调节。利用步进电机及控制器，实验站开发了运动调节系统控制程序，可实现样品的自动调节和CT数据的高效采集。

3. 探测器

实验站常用的探测器有X射线胶片、电离室和X射线sCMOS探测器等。

1) X射线胶片

实验站备有FUJI-IX50、IX80型工业用X射线胶片，显像前胶片乳胶颗粒的直径约为 $0.3\sim 0.8\mu\text{m}$ ，配合X射线显影、定影液使用，主要用于单晶材料的白光形貌术。

2) 电离室

实验站所用电离室为充Ar气的电离室，常用于调光或扫描晶体摇摆曲线时测量X射线的相对光强。

- 使用时，确保X射线入射到电离室的窗口；
- 对电离室两极板施加一定的偏压（400V）；
- 电离室测定的光电流信号由微电流计（KEITHLEY 6517）放大后传输到计算机进行数据采集和显示；

3) X射线sCMOS探测器

实验站常用探测器为一套日本滨松的光纤耦合的sCMOS成像探测器C12849，和一套自研的可切换放大倍数的镜头耦合成像探测器，镜头耦合探测器可切换1X、2X、4X、10X的镜头，图像信号的采集常用Hamamatsu Flash4.0 sCMOS和Hamamatsu C15550 qCMOS探测器。

三、主要实验方法

1. X射线微米分辨成像

通过实验站的双晶单色器，将束线出口的白光X射线单色化，选取特定能量的单色X射线照射在样品上，经过样品吸收后，在探测器上获得样品内部微观结构的二维投影像，微米分辨成像实验光路图如图2所示。由于4W1光源的高亮度、高准直性、发光点尺寸小以及超长的物源距离等优点，因此能获得高分辨率的图像，比如采用10X镜头的探测器，可获得约 $1\mu\text{m}$ 的空间分辨率。

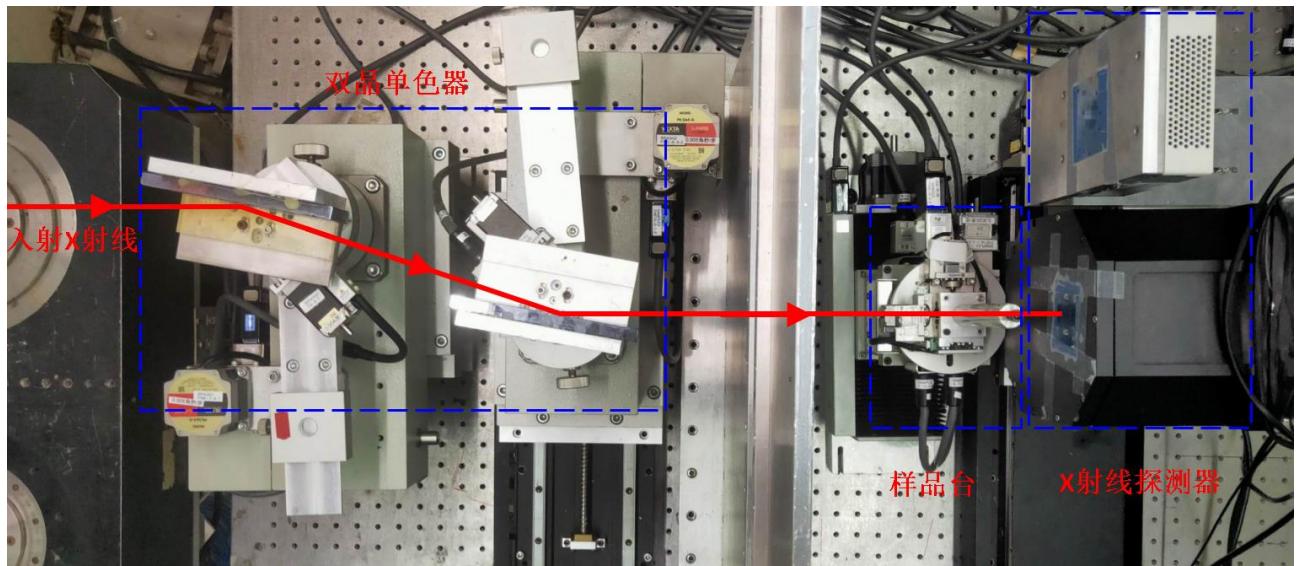


图2 微米分辨成像及CT实验装置

实验站开发了基于EPICS控制系统的微米分辨成像数据采集软件，可实现了多种成像数据采集功能，例如：单图像采集、实时采集；设定间隔时间的连续采集（适用于原位实验）；单能量点的CT采集以及基于外触发的飞扫CT采集，软件界面如图3所示。

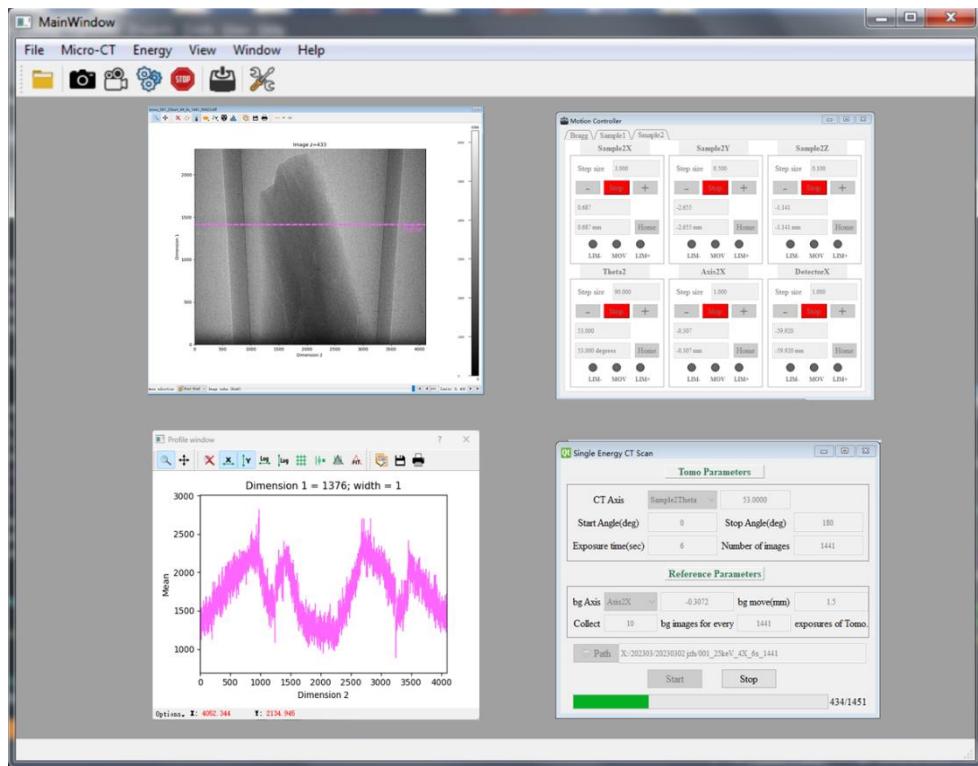


图3 微米CT数据采集主界面及部分控件示意图

(从左上到右下: 图像实时显示、电机控制、profile显示、单能量CT扫描)

2. X射线纳米分辨三维成像

X射线纳米分辨三维成像的原理如图4所示, 通过波带片“透镜”放大成像, CCD探测器配合精密样品转台拍摄样品不同角度的放大投影像, 利用CT重建算法, 获得样品的三维密度分布。这台X射线显微镜目前提供高分辨模式和大视场模式两种实验模式: 高分辨模式成像视场大小为 $15\mu\text{m} \times 15\mu\text{m}$, 可达到的分辨率为50nm (标准样品), 大视场模式成像视场大小为 $65\mu\text{m} \times 65\mu\text{m}$, 可达到的分辨率为150nm (标准样品)。

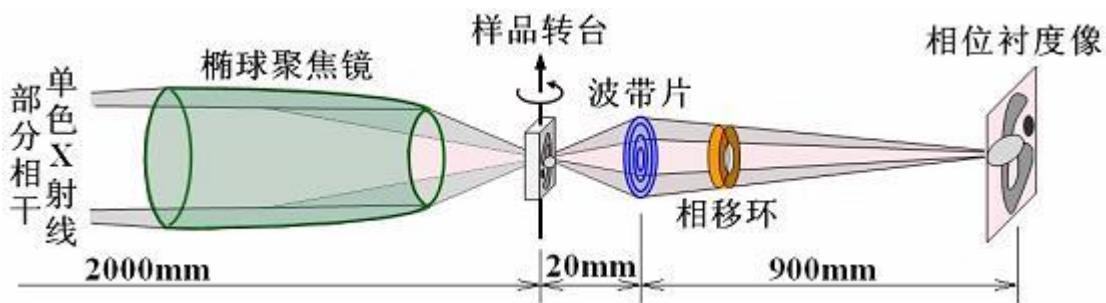


图4 X射线纳米分辨三维成像显微镜

3. 白光形貌术

X射线形貌术是根据晶体中衍射衬度变化和消像规律，来检查晶体材料及器件表面和内部微观结构缺陷的一种方法，广泛用于晶体材料完整性的研究。其中白光形貌实验利用劳厄衍射方法，入射X射线是连续的宽谱X射线，获得的每个劳厄斑点都代表了相应衍射面的结构信息。白光形貌实验中的要点有：

- 白光形貌实验的研究对象为单晶材料；
- 实验站提供的白光X射线界面尺寸最大为 $25 \times 14 \text{ mm}^2$ ，可应用于较大尺寸样品的研究；
- 白光形貌实验中，可利用精密四刀狭缝将入射光斑调整到合适尺寸，对于某些散射较大的样品，入射光斑的尺寸应小于样品的尺寸。
- 对于透射样品的直通X射线，必须在底片盒对应部位粘贴铅皮进行阻挡；
- 白光形貌实验采用X射线胶片拍摄劳厄衍射斑，胶片的曝光时间一般为几秒；
- 为防止散射光对成像的影响，白光形貌实验中可用铅皮阻挡杂散光；
- 白光形貌实验样品制备时应尽量降低样品内部的残余应力；
- 获得白光形貌实验结果后，须对劳厄衍射斑点进行指标化后才能确定各衍射斑点代表的晶体结构信息。

四、 注意事项

1. 实验站棚屋进出规程

实验站棚屋（Hutch）进出的具体规程如下：

- 1) 当棚屋内一切安排就绪并确认无人后，按下棚屋内“搜索”按钮，此时屋内警报灯闪动；
- 2) 关闭棚屋门，按下棚屋外的“搜索”按钮，此时有鸣声响起；
- 3) 鸣声结束后，机箱面板的光子光闸显示绿灯“可以开”状态，则光子光闸可以打开；
- 4) 如搜索进程失败，重复上述步骤重新搜索；
- 5) 欲进入棚屋内部，须先按光子光闸“关”按钮关闭光闸，然后打开棚屋门，避免在光子光闸“开”的状态直接开门（会导致束线前端安全光闸自动关闭）。