



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)

4B9A 束线和 X 射线衍射实验站

北京正负电子对撞机国家实验室办公室编印

2023年06月

4B9A 束线和 X 射线衍射实验站

一. 实验站功能

北京同步辐射 4B9A 衍射站可开展以下几种实验：

1. 常规X 射线衍射，Normal XRD（NXRD），步进扫描方式；
2. 时间分辨X射线衍射，Time-resolved XRD（TR-XRD），Mythen曝光方式；
3. 原位高/低温X射线衍射，In-situ high/low temperature XRD（HT/HL-XRD），步进扫描方式；
4. 常规X 射线反射，XRR，步进扫描方式；
5. 衍射异常精细结构，DAFS，步进扫描方式；
6. X 射线吸收谱，XAFS，步进扫描方式；
7. 原位高温X射线吸收谱，In-situ high temperature XAFS（HT-XAFS）。

二. 实验站参数

表一 4B9A 线站参数

参数	BEPCII
能量范围	5KeV≤E≤13KeV（专用光） 5KeV≤E≤9KeV（兼用光）
光子通量	10 ⁷ ~10 ¹⁰ cps，随能量变化
能量分辨	$\Delta E / E \approx 3\sim 7 \times 10^{-4}$
光斑尺寸	1.5 × 0.9 mm ²
θ 圆	角度范围：0° - 360°，步长：0.9 角秒
2 θ 圆	角度范围：0° - 120°，步长：0.9 角秒
ω 圆	角度范围：0° - 180°，步长：0.9 角秒
2 ω 圆	角度范围：0° - 120°，步长：0.9 角秒
ϕ 圆	角度范围：0° - 360°，步长：0.9 角秒
χ 圆	角度范围：0° - 360°，步长：0.9 角秒

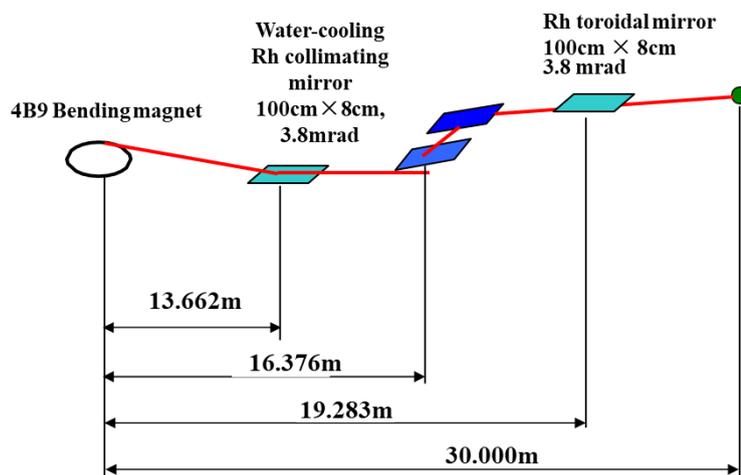


图 1 4B9A 束线光学元件示意图

三. 六圆衍射仪（步进扫描XRD实验）操作步骤

1. 切光操作

首先选择LabVIEW控制程序下的XRD，并在下拉菜单中6circle controller.vi，进入切光操作界面，如下图所示。

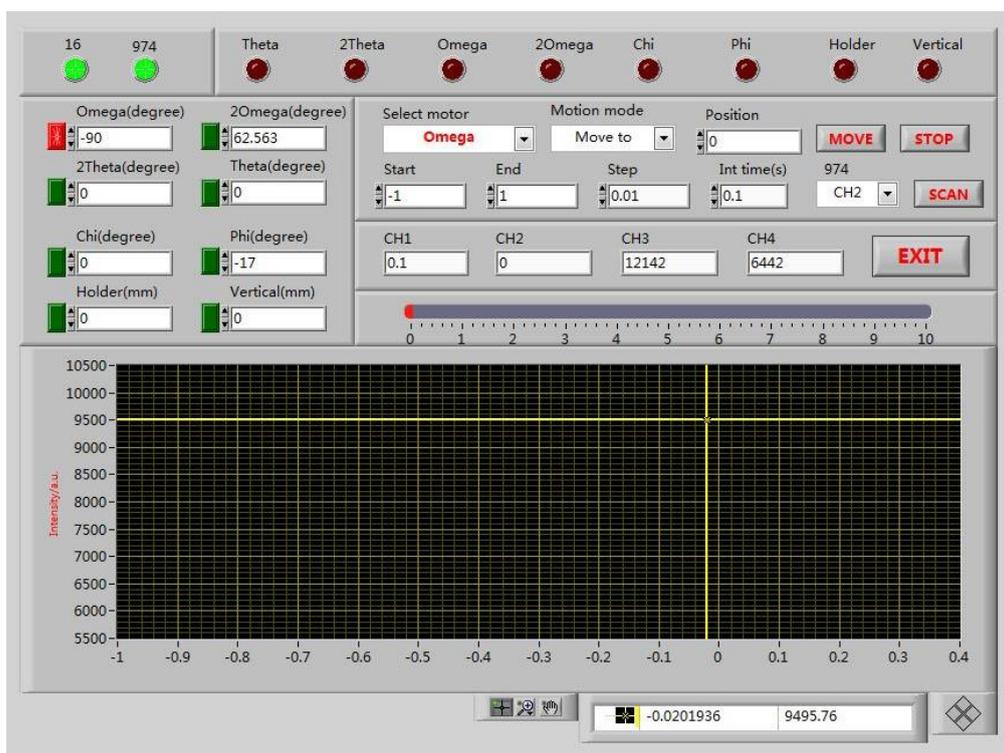


图 2 衍射切光操作控制程序主界面

先切直通光2Omega: 在select motor下拉菜单下选择2Omega，设置好起始位置、步长和积分时间后，点击扫描，找到直通光中心位置，将2Omega电机移到该位置后并左上角2Omega (degree) 当前位置设置为0。此操作重复1~2次，即可。

再交替切Vertical和Omega: 将平板样品放在样品位置，在select motor下拉菜单下选择Vertical，设置好起始位置、步长和积分时间后，点击扫描，找到最大光强一半处的位置，将

Vertical电机移到该位置后并左上角Vertical (mm) 当前位置设置为0。再在select motor下拉菜单下选择Omega，设置好起始位置、步长和积分时间后，点击扫描，找到峰的最大位置，将Omega电机移到该位置后并左上角Omega (degree) 当前位置设置为0。Vertical和Omega交替切光2~3次，直到各自对应的光位置都在0处。

2. 采谱界面

衍射采谱模式有Continue mode和Step mode两种，分别对应粗扫和细扫。

在Continue mode界面中，Start和End处对应衍射的起始角度和终止角度，Speed为扫描速度，通过下拉菜单可以选择12、6和1.2deg/min三种速度。右上角提前选择好文件的存储路径和文件名。配置好后，点击start开始采谱。

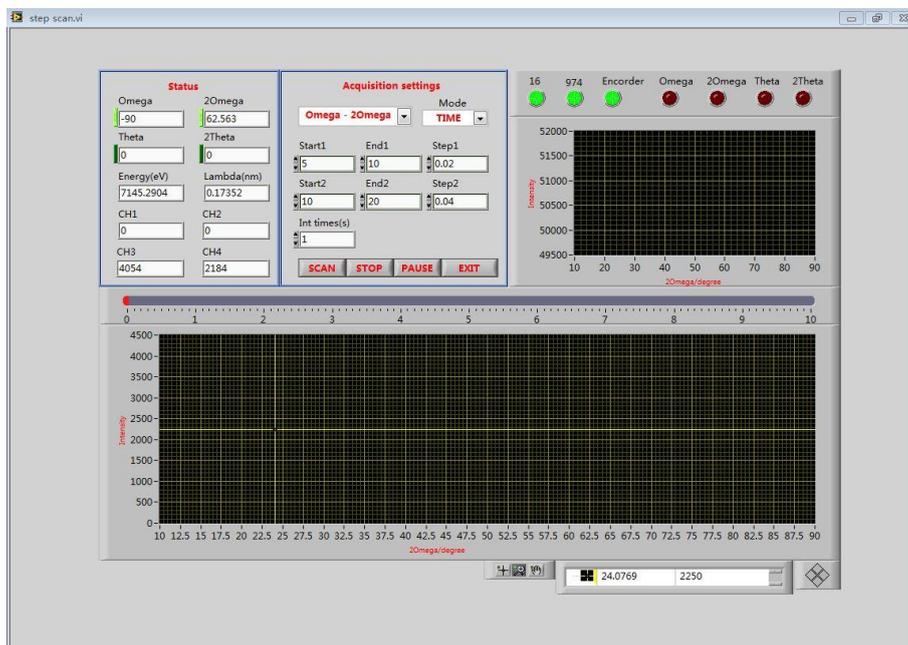


图3 (a) 衍射采谱界面-continue mode; (b) 衍射采谱界面-step mode。

在step mode界面中，Start1、End1和Step1处对应衍射起始角度的一半、衍射终止角度的一半和运动步长的一半，Start2、End2和Step2处对应实际衍射的起始角度、衍射终止角度和运动步长，Int time为积分时间。以上参数，根据样品本身情况，用户自行输入。实验参数配置好后，点击start开始采谱。采谱结束后，弹出对话框，保存数据。

除常规粉末衍射实验（图4（a））外，4B9A还配备有安东帕原位变温炉，可以进行原位高低温衍射实验（图4（b）和图4（c））。高温炉的温度范围为室温到1000°C，低温炉的温度范围为-190°C到400°C，可同时向炉体内通气。此外，实验站还配备有一维弧形Mythen探测器，可进行时间分辨衍射实验，时间分辨率能够达到ms量级。

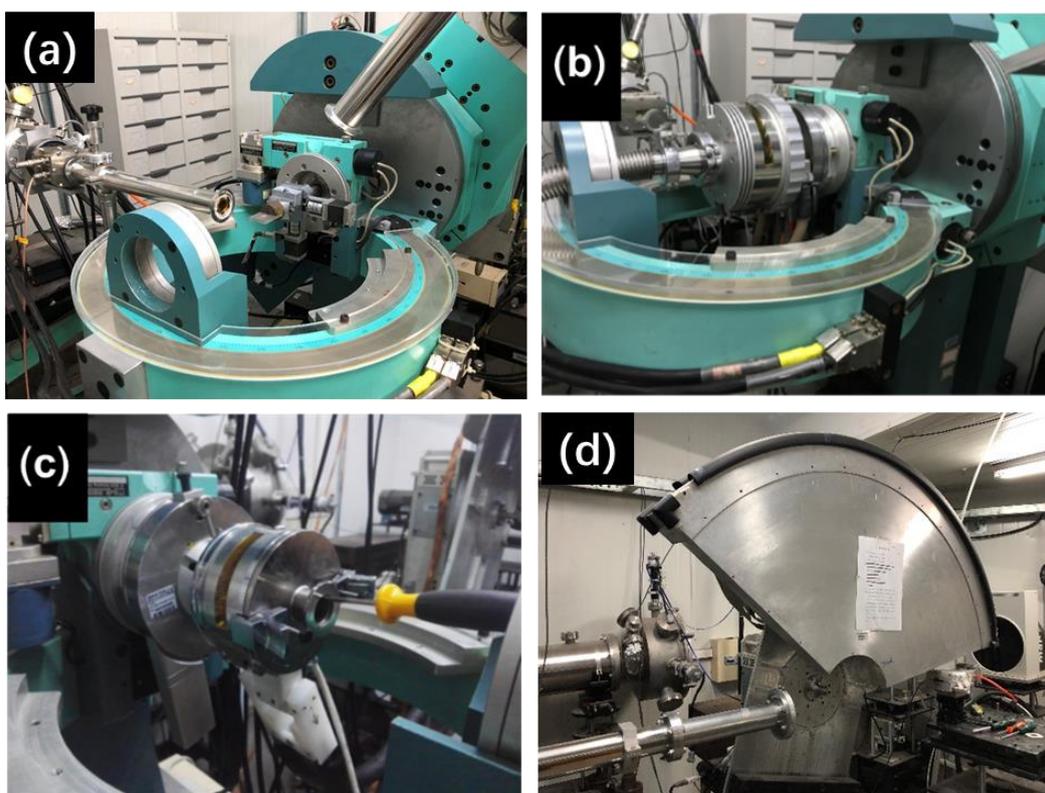


图4. (a) 常规衍射实验配置图； (b) 原位高温衍射实验配置图； (c) 原位低温衍射实验装备图； (d) Mythen探测器。

四. X射线吸收谱实验操作步骤

1. 样品制备

粉末样品可以压片或者抹胶带；溶液样品有专门的样品池，用Kapton膜封口，用注射器将溶液注入。

2. 采谱界面

XAFS采谱分为快扫和慢扫两种，针对样品中待测元素浓度，有透射和荧光两种模式。4B9A实验站的能量范围为5~13keV，可进行大部分含过渡金属元素的样品的吸收谱实验。

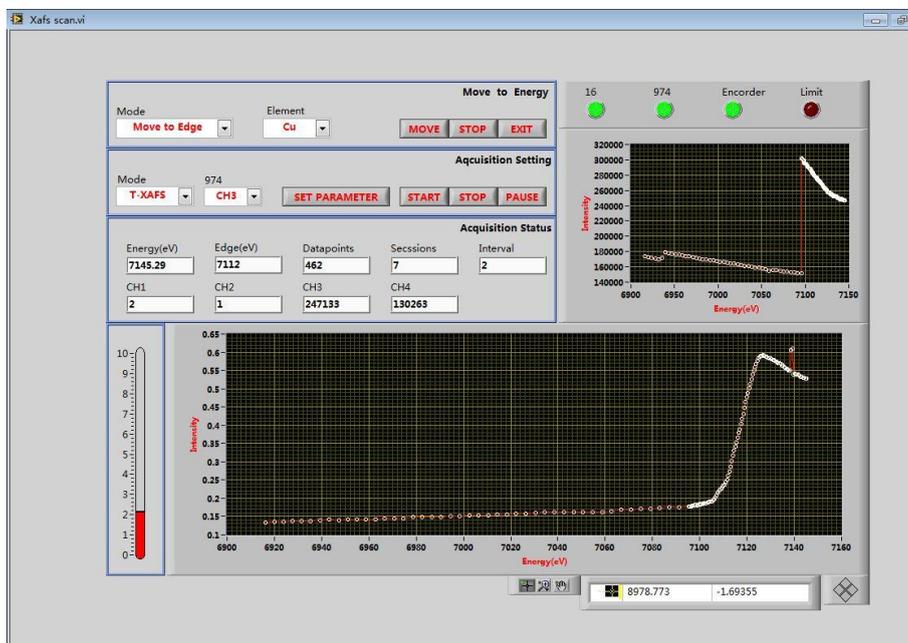
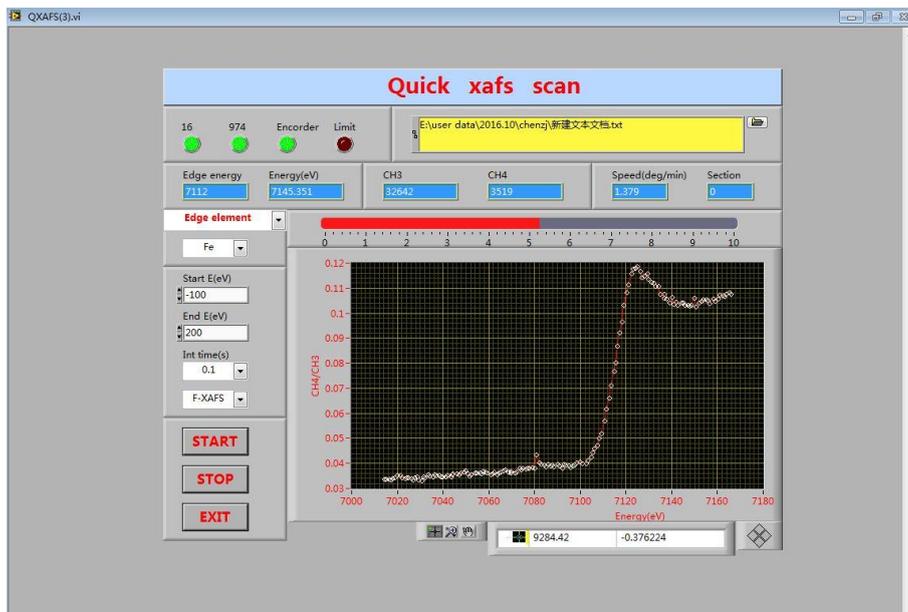


图5. 快扫XAFS采谱界面（上）；精细扫描XAFS采谱界面（下）。

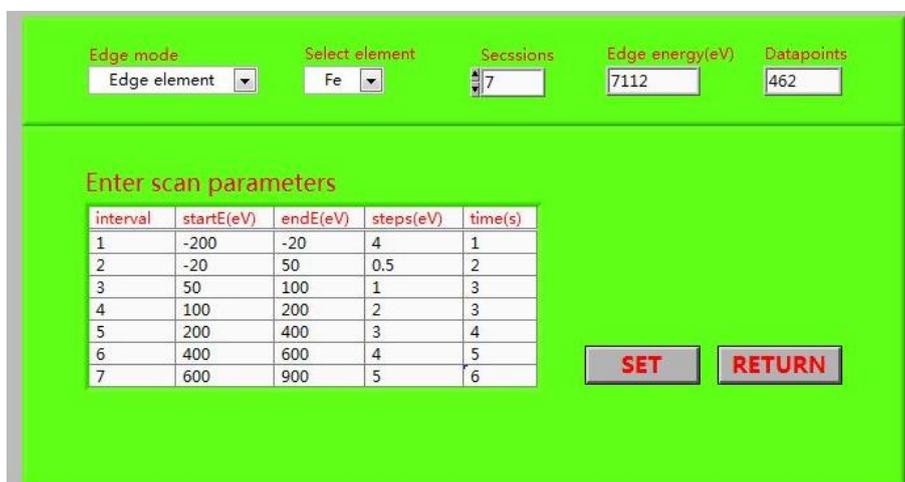


图6. XAFS实验参数配置界面。

4B9A实验站用气体前电离室来记录入射X射线的强度（如图7（a）），用气体后电离室记录透射X射线信号（如图7（b）），用荧光探测器来收集荧光信号（如图7（c））。在XAFS细扫界面中，用户首先要通过下拉菜单选定待测元素或者输入该元素的吸收边能量，在mode模式下选择对应的实验模式（T-XAFS对应的是透射模式。F-XAFS对应的是荧光模式），点击set parameter，来设置采谱段数、步长、能量间隔和积分时间这些参数（如图6），设置好后，一定先点击set，再点RETURN，这样设置的参数才会被记录。以上都设置好之后，点击采谱主界面的start按钮，开始采谱。采谱结束后，弹出对话框，保存数据。

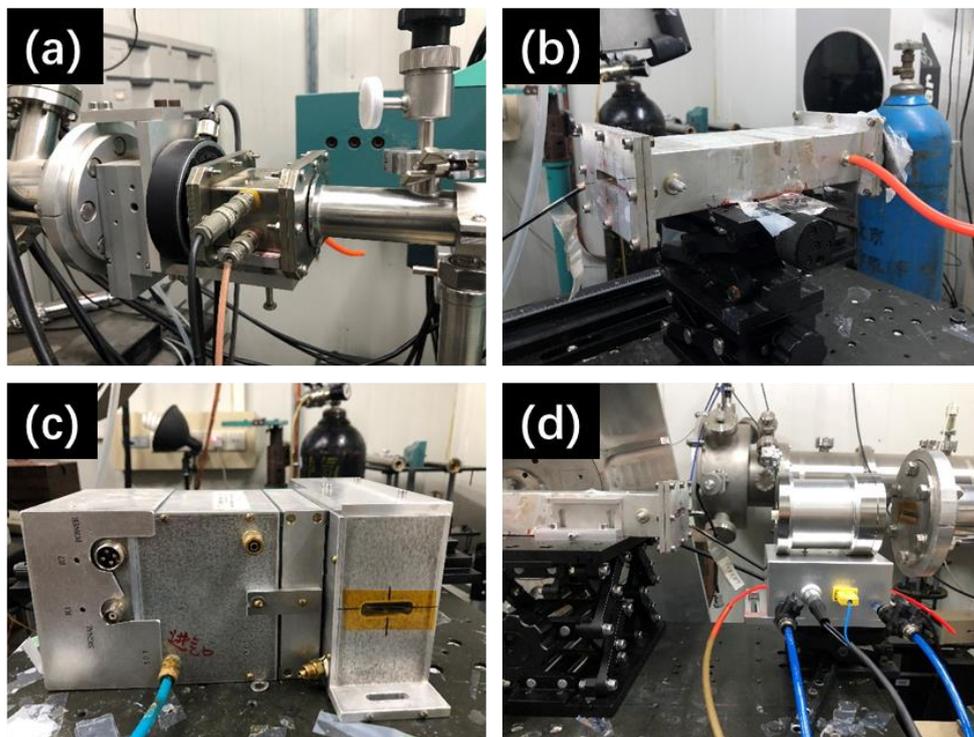


图7. (a) 前电离室； (b) 后电离室； (c) 荧光电离室； (d) 原位XAFS高温炉。

除常规XAFS实验外，4B9A还配备有适用于透射XAFS实验的原位高温炉，可以进行原位高吸收谱实验（如图7（d）），该高温炉也可往里面通气体，加热温度范围为室温到1000度。

五. 注意事项

1. 课题申请时，尽量写清楚你需要的实验模式与实验参数。
2. 实验前尽量与实验站沟通，确保您的实验进展顺利。
3. 实验前，用户首先需接受辐射防护安全教育与考试，领取计量卡。
4. 请您按预先通知的时间准时来做实验，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。
5. 实验中，爱护实验站公用设施和运行设备。
6. 请您认真填写用光记录，实验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，并做记录。
8. 实验后，请您注意在用光期间的实站站卫生，保持桌面整洁。
9. 请在您的大作中注明该工作在 BSRF 的小角实验站上完成，并在大作发表后，寄一份抽印本或复印件给本站以备案。
10. 请您积极参加有关同步辐射应用的用户会和学术讨论会。