

同步辐射技术和应用

- 同步辐射简介
- 同步辐射的应用
- BSRF的现状和发展

2009/3/26

用波来研究客观世界的的一个基本原则：

使用的波长应与被研究的对象有相同的尺度



研究微小物体



短波长的波



高能量的粒子

直线加速器



环形加速器

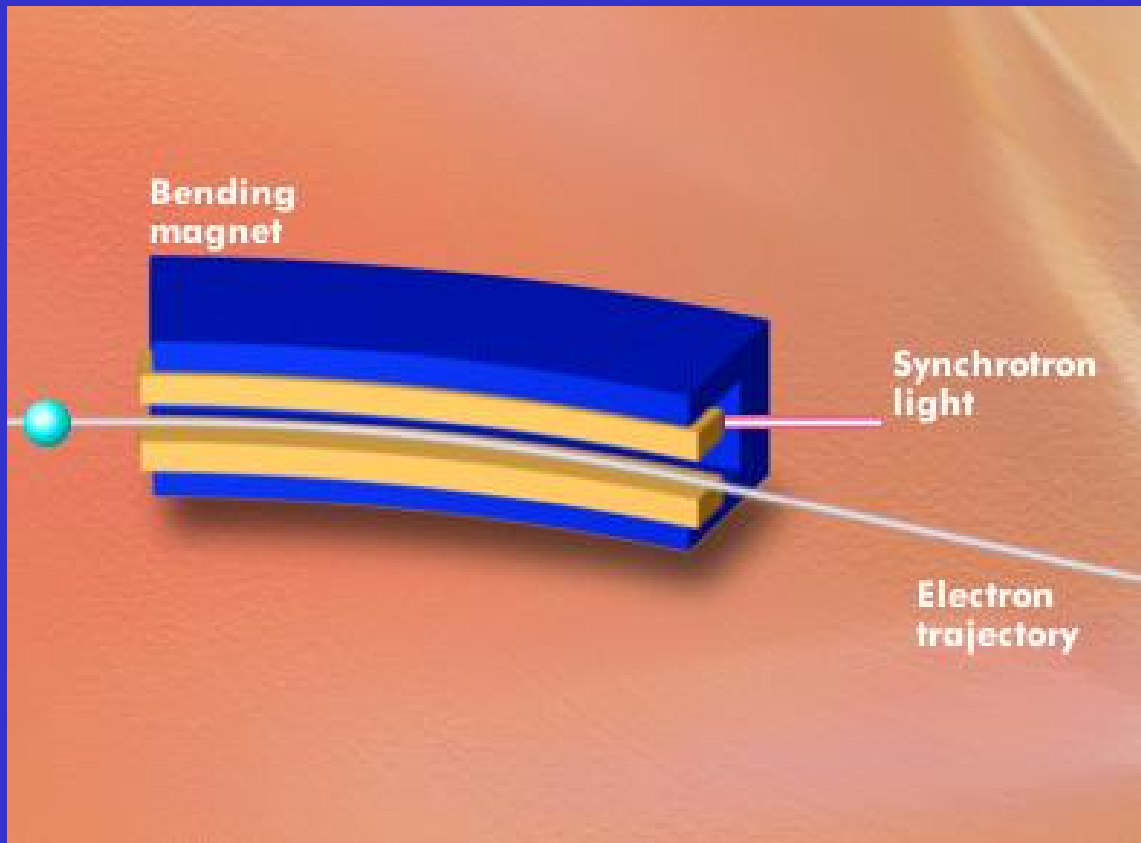
同步辐射的实验发现:

1947年:

在700MeV的电子
同步加速器观察到
同步辐射

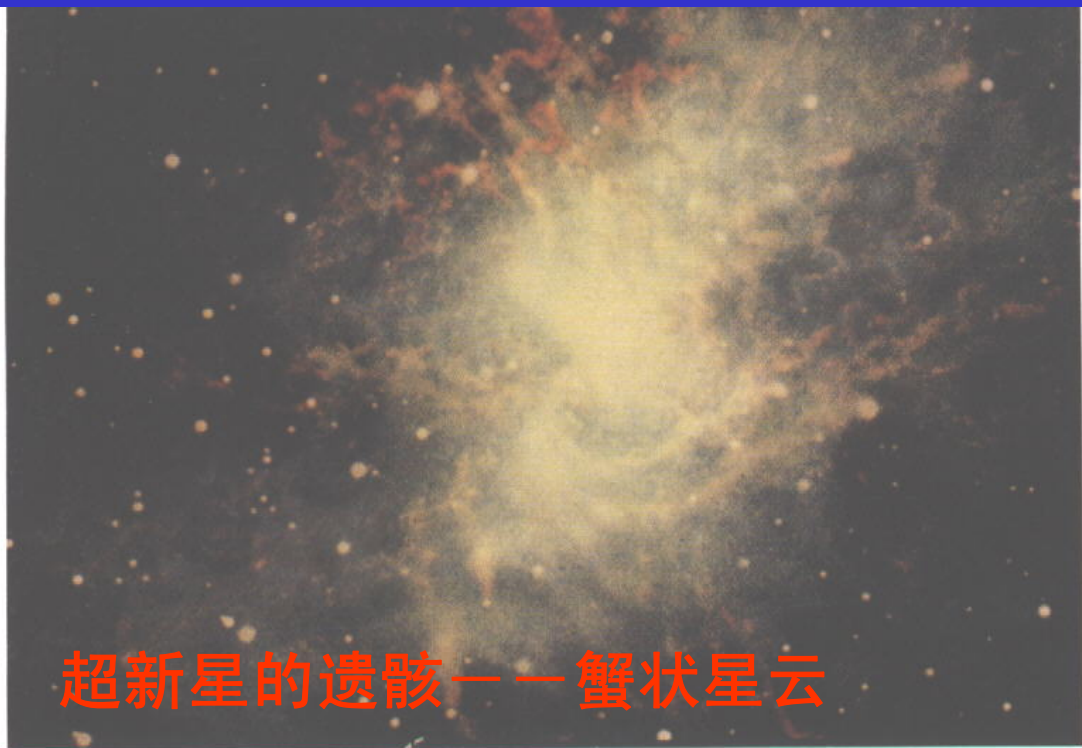


Around the vacuum chamber
of the first synchrotron in 1947



接近光速度运动的带电粒子在改变运动方向时放出的电磁辐射，因为这一现象是在同步加速器上发现的。所以称为同步辐射。

天上的同步辐射：



超新星的遗骸——蟹状星云



1054年（宋朝至和元年5月乙丑日）：**世界上天文史上第一次对超新星爆发的第一次最详尽的记录：日期、位置、爆发时间、亮度、颜色形状变化等**

星云内有极强的磁场，星云内接近光速运动的电子在磁场的作用下作旋进运动，放出同步辐射光

• 同步辐射装置

- 六十年代：作为高能物理的副产品，同步辐射开始用于科学研究。
- 七十年代：第一代同步辐射光源（寄生）
- 八十年代：第二代同步辐射光源（专用）
- 九十年代：第三代同步辐射光源



ESRF (法国)

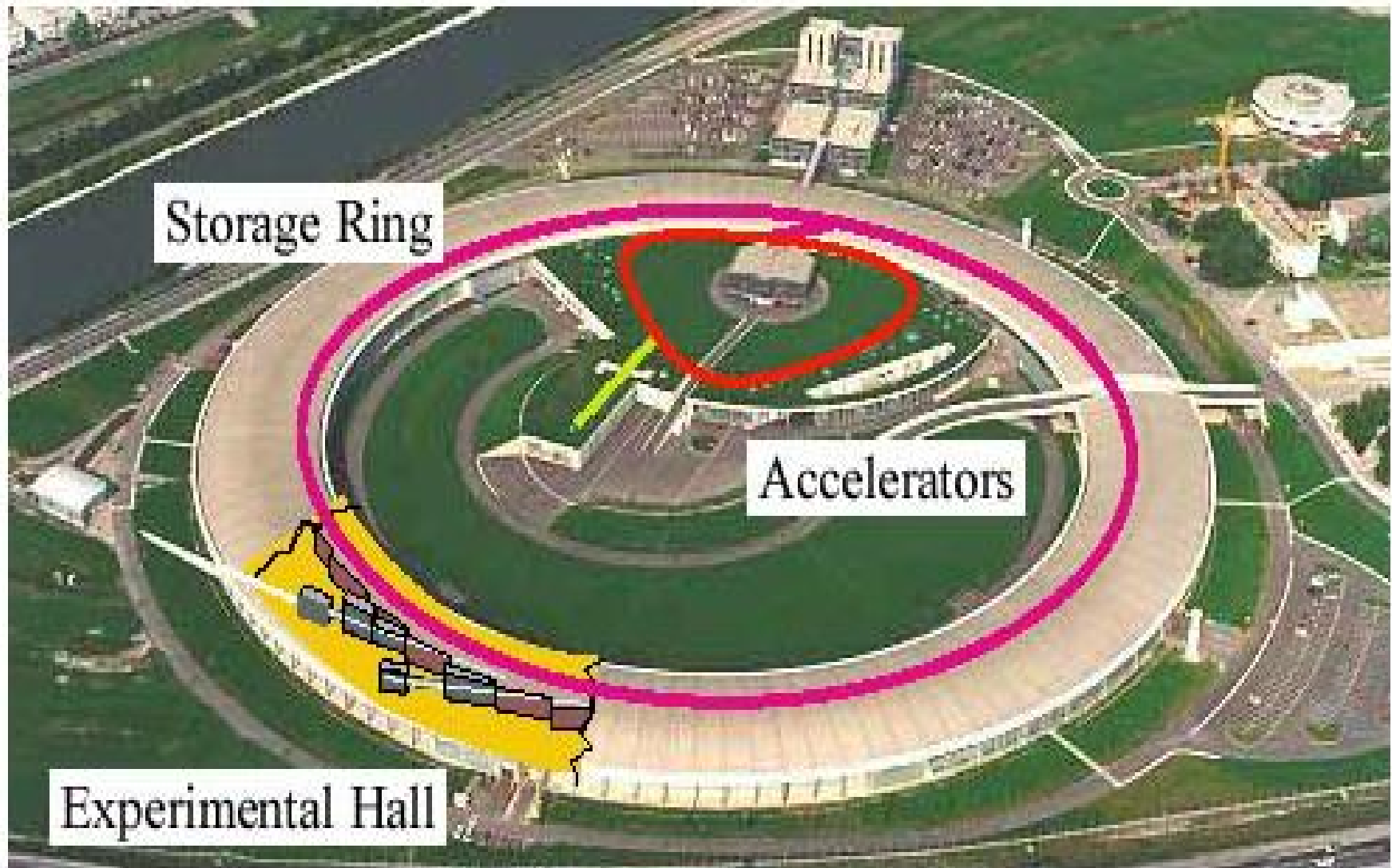


日本 Spring-8

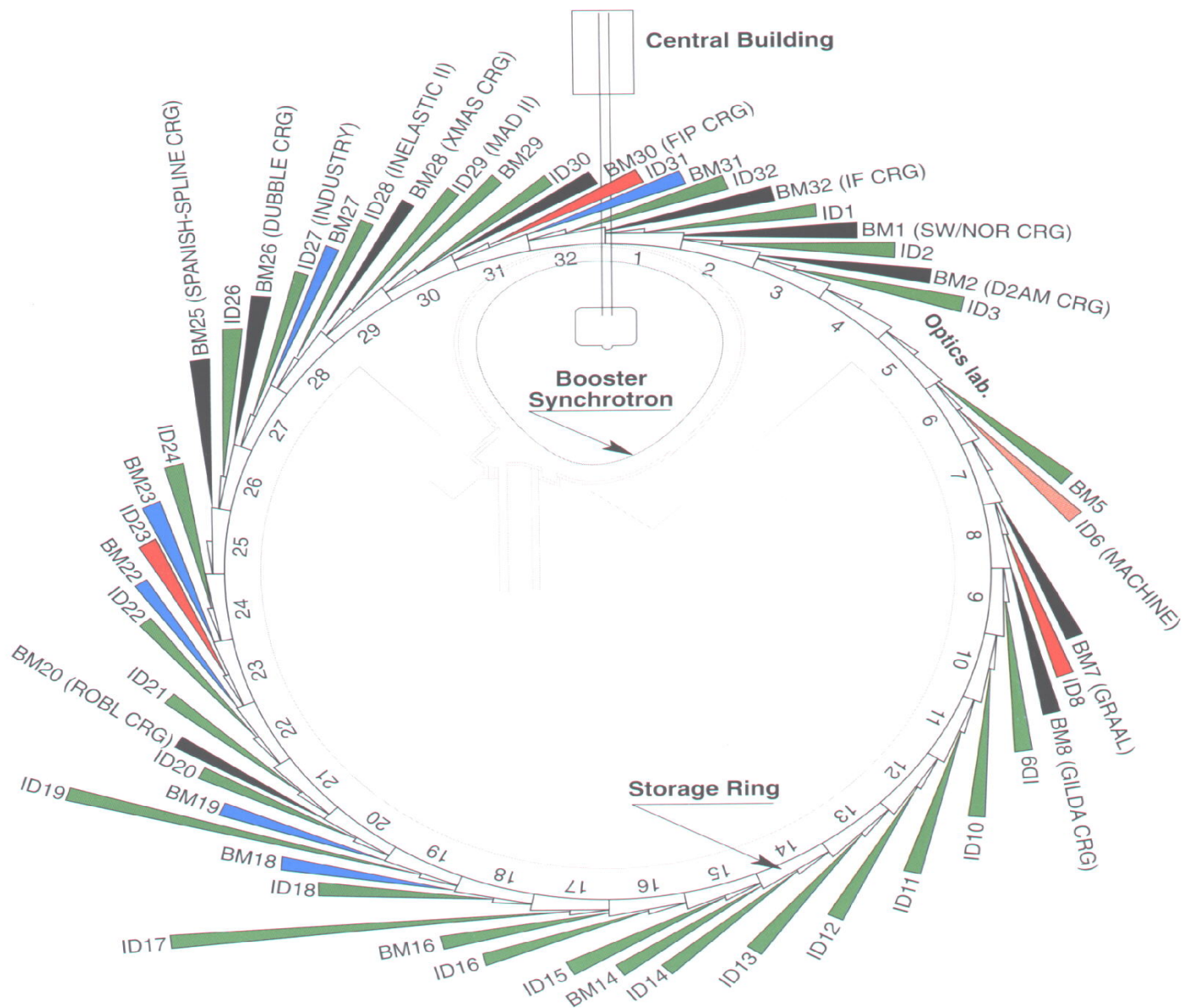


APS (美国)

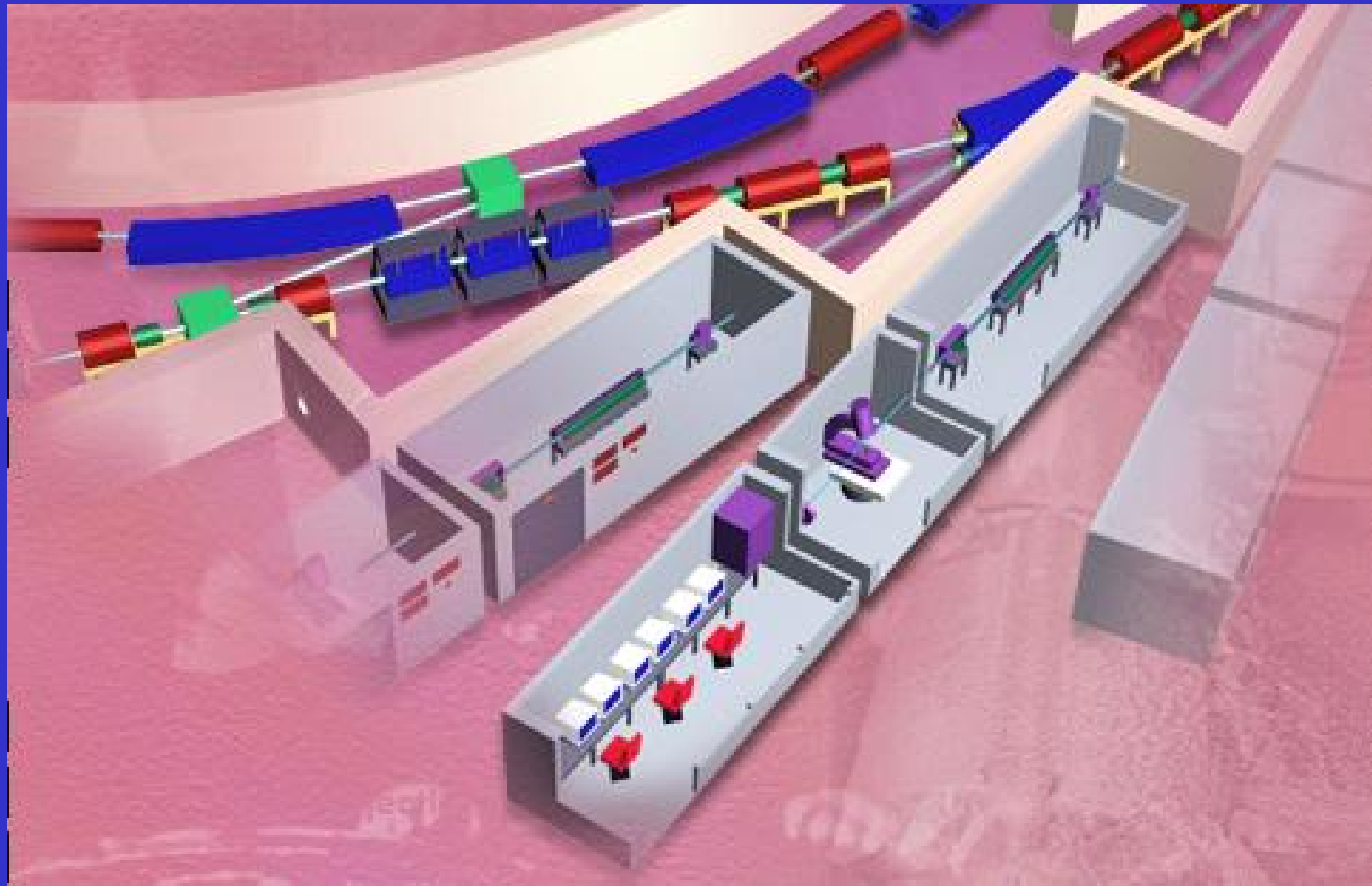


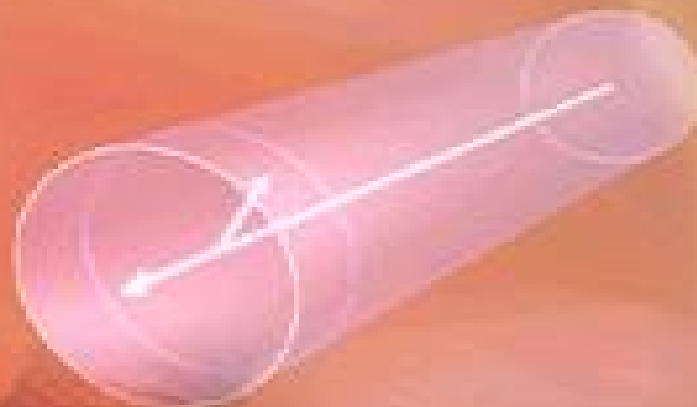


同步辐射装置 示意图

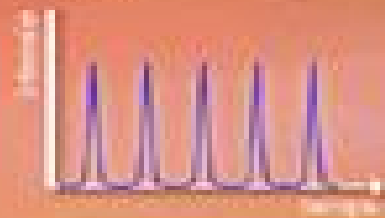
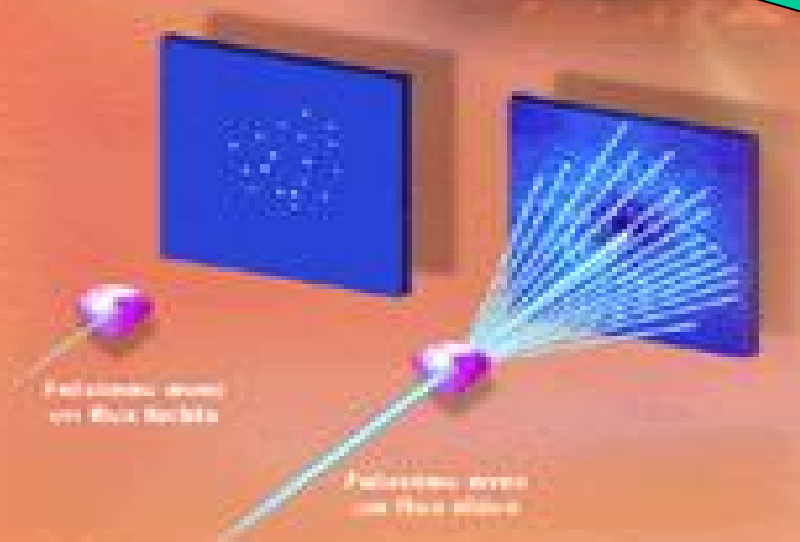


ESRF 光束线示意图



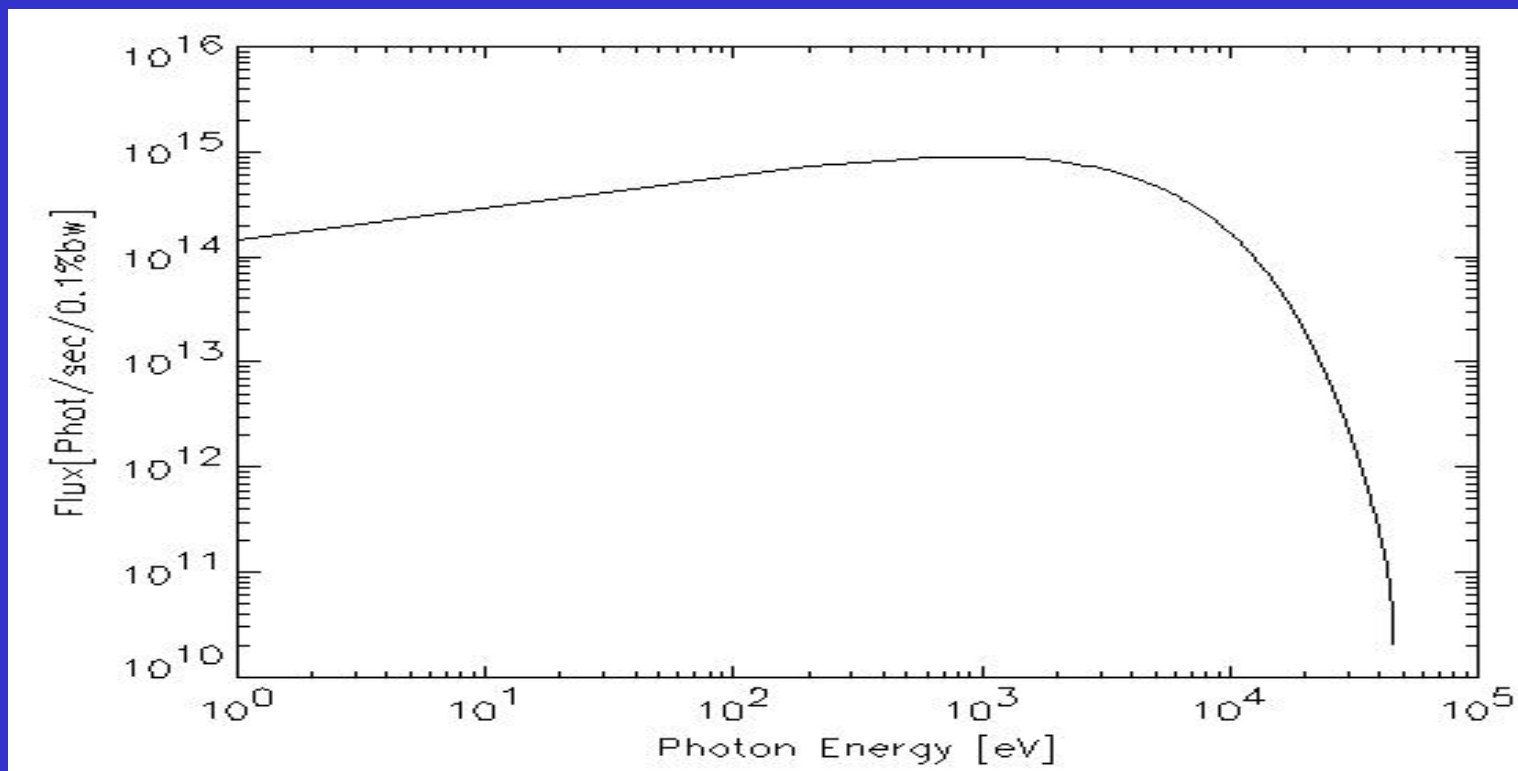


同步辐射特点

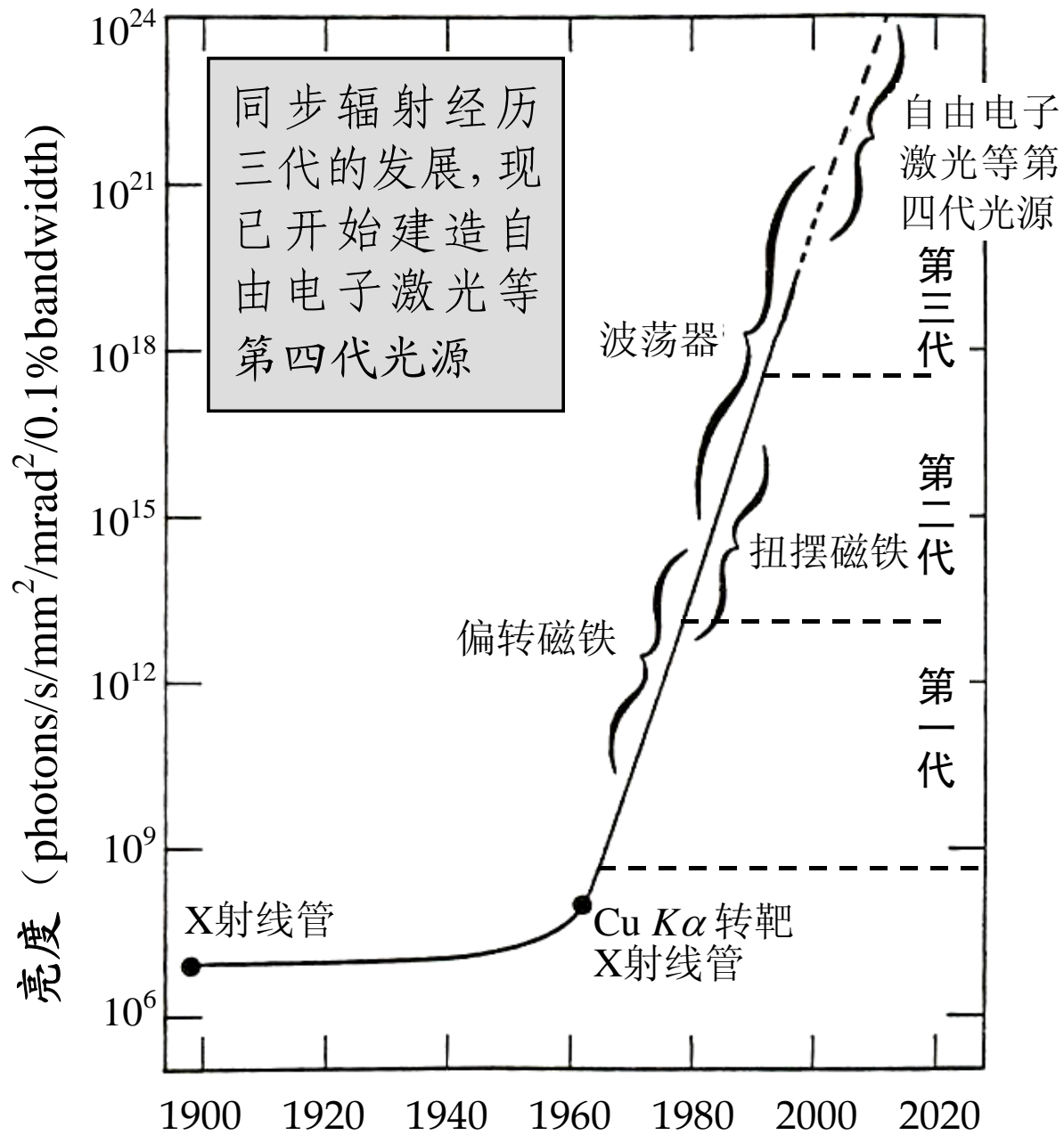


• 光谱连续

光谱分布

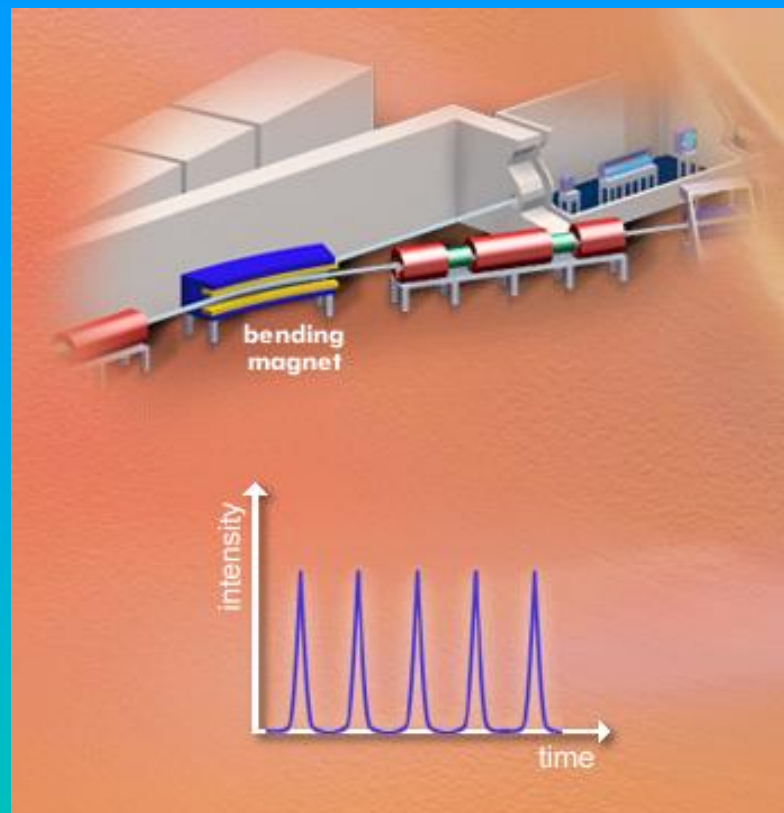
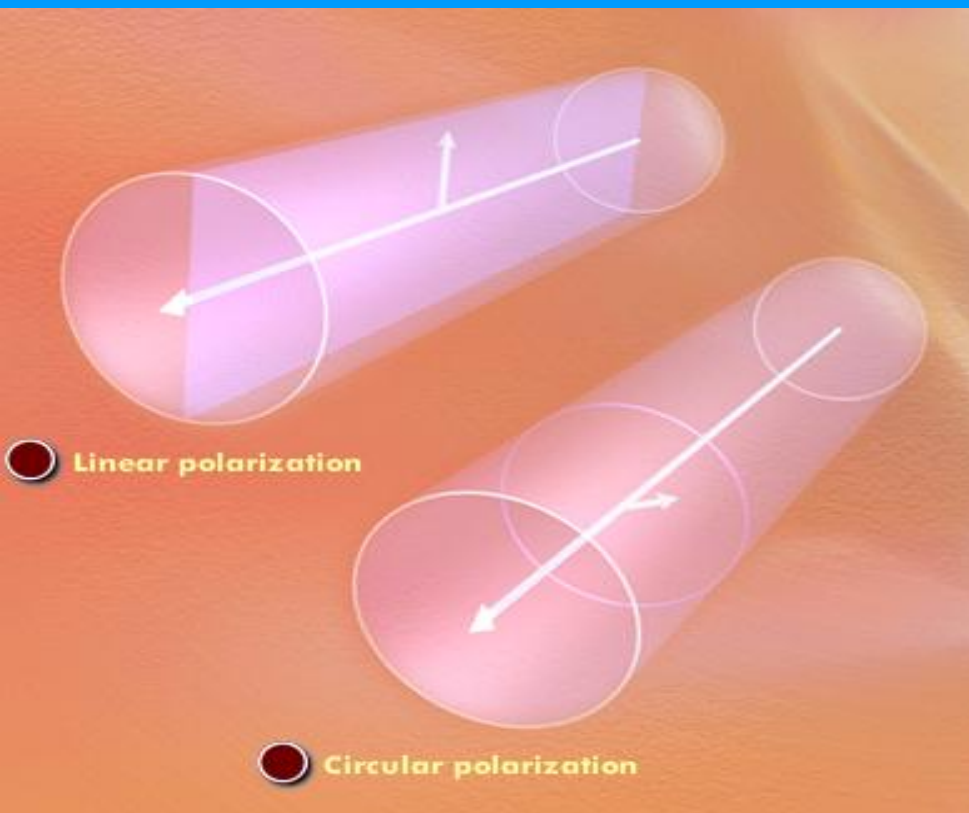


同步辐射光源有很宽的波谱，从红外线、可见光、真空紫外、软X射线一直延伸到硬X射线，是目前唯一能覆盖这样宽的频谱范围又能得到高亮度的光源。



- 准直性好

很高的亮度



- 特定的偏振特性

- 特定的脉冲结构

脉冲宽度几十ps

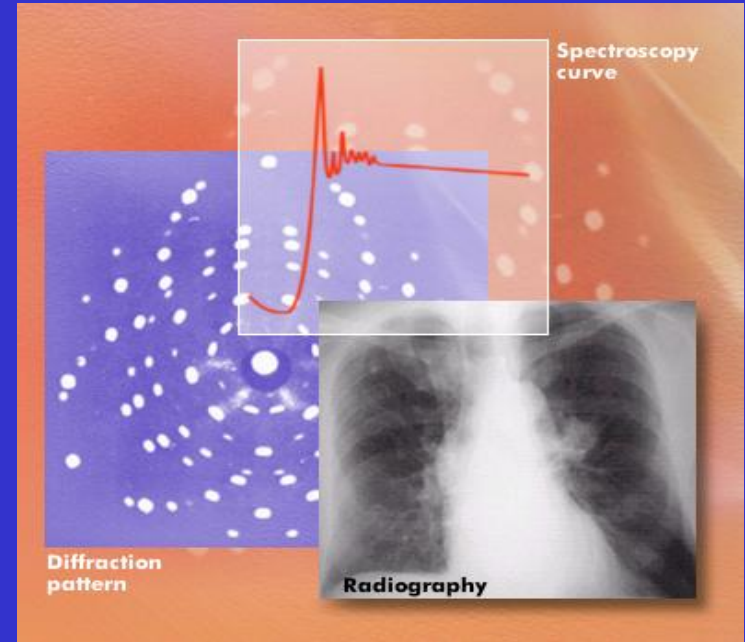
二、同步辐射的应用

X射线:



**Röntgen, Wilhelm
Conrad (1845-1923)**

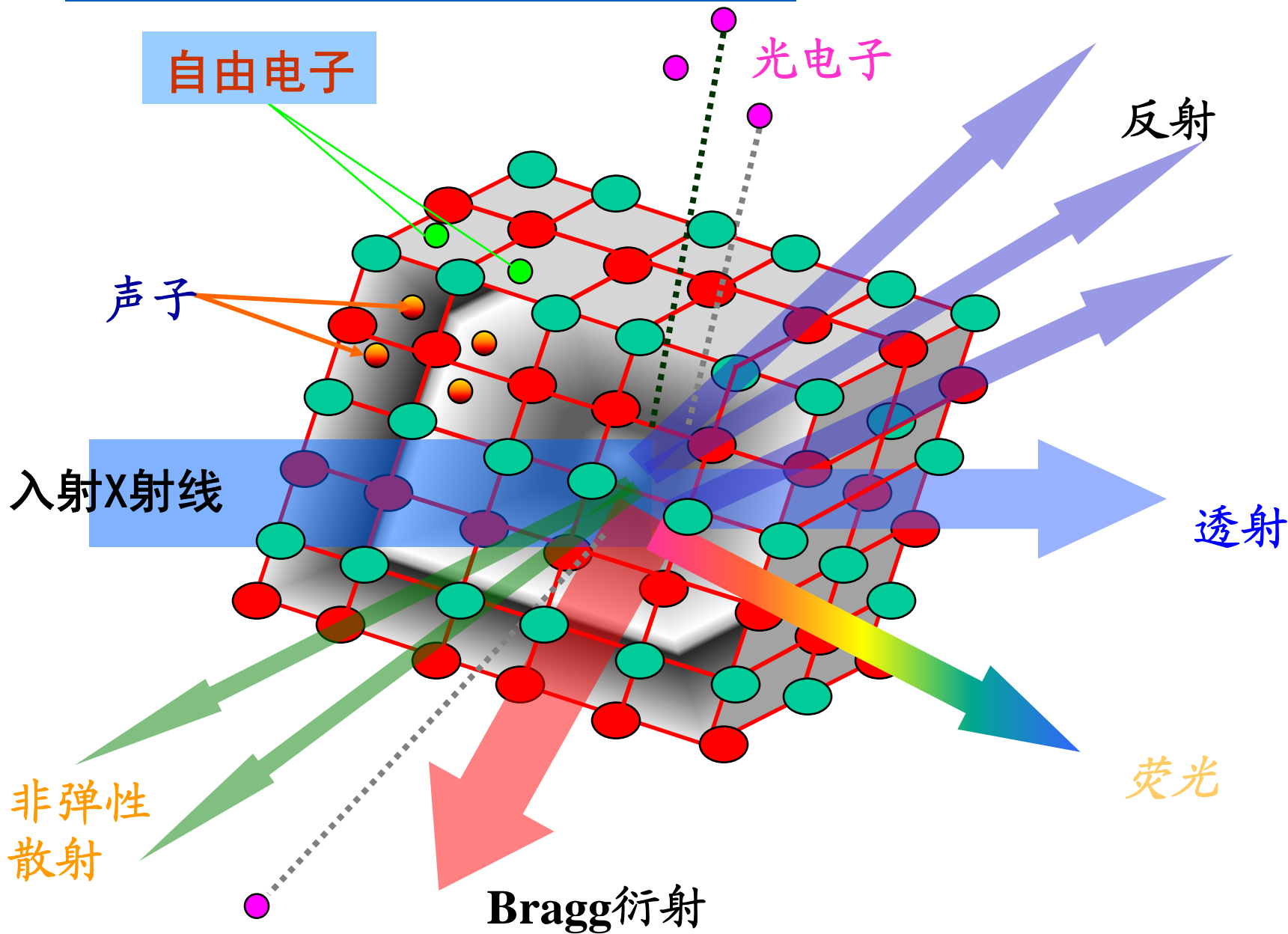
German physicist.
He discovered x-rays in
1895, opening the way
for the field of radiology
and the discovery of
radioactivity. Nobel prize
winner for physics in
1901.



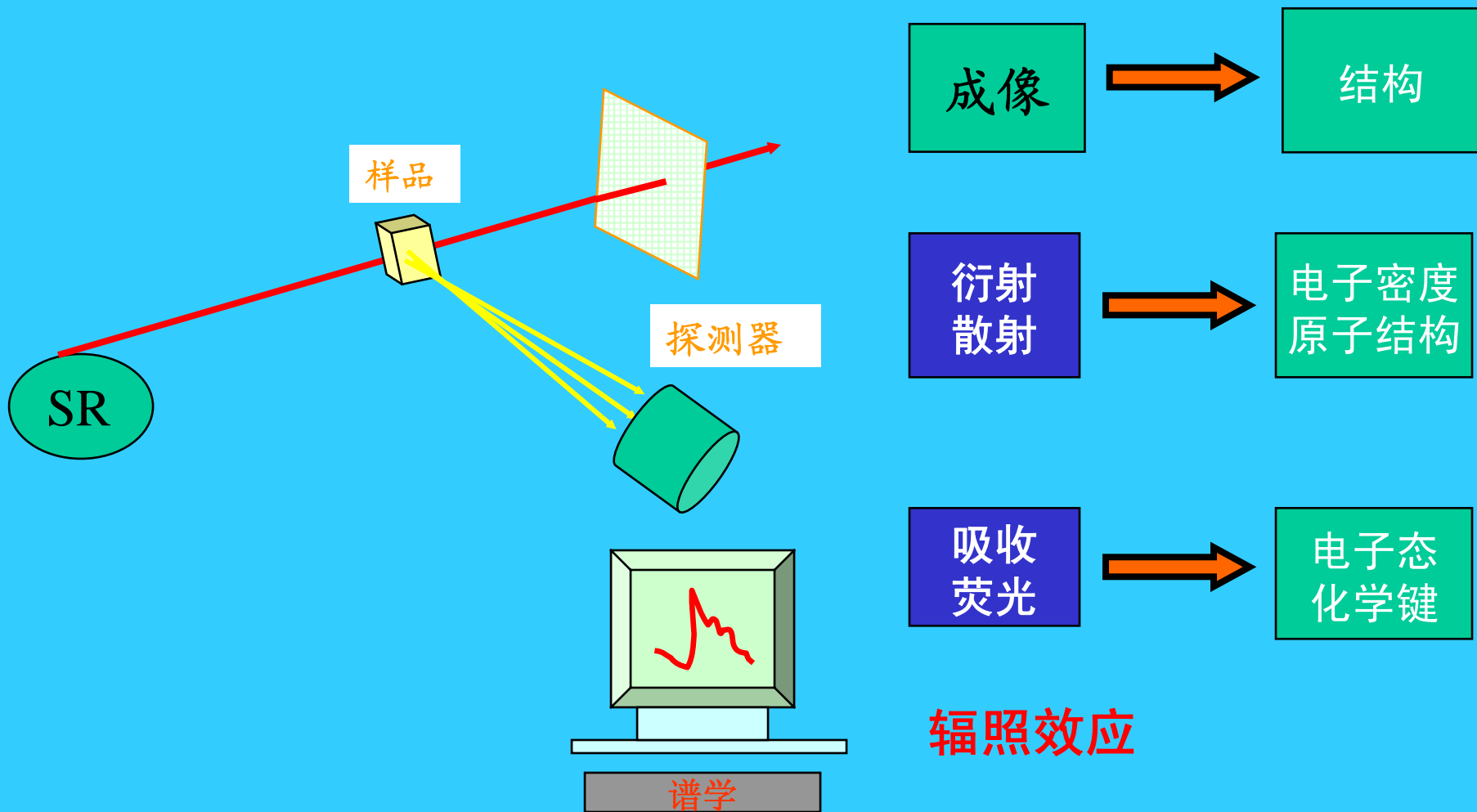
特点： 波长短、 穿透性强

与X射线有关的Nobel奖： 17项

光和物质相互作用：



实验方法



原子结构 (原子空间分布)



电子结构 (能带, 波函数空间分布)



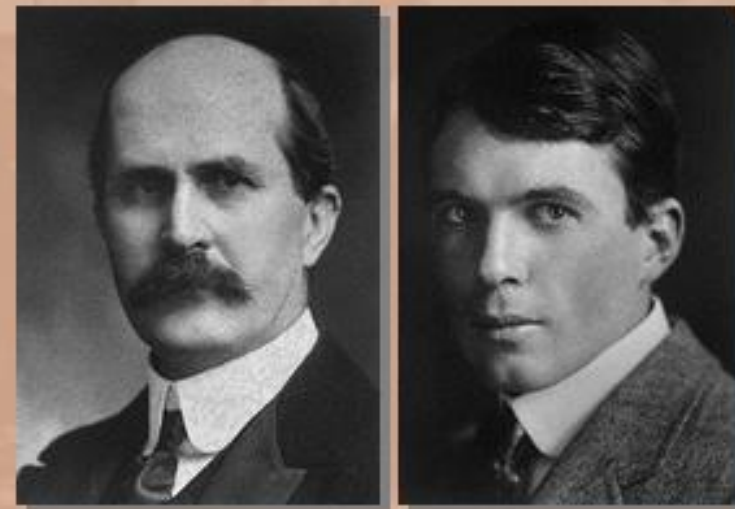
物理性质 (电, 磁, 光, 热, 力等)

金刚石, 石墨, 富勒烯, 碳纳米管

1. X射线衍射和散射

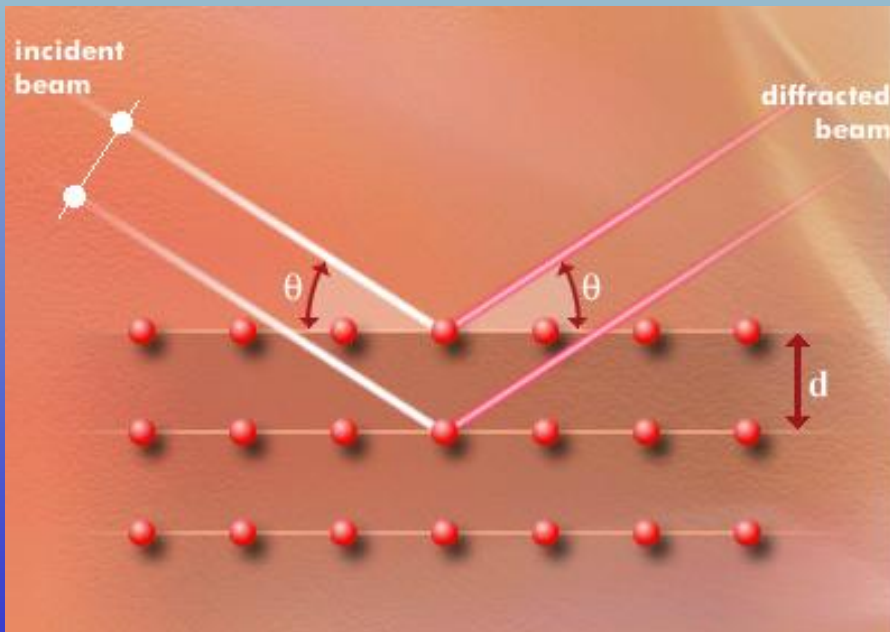
X 射线衍射

Bragg, William Henry (1862-1942) and his son Bragg, William Lawrence (1890-1971)



The Nobel Foundation

British physicists. They established the basis of both crystallography and spectroscopy of x-rays (1914). Nobel prize winners for physics in 1915.



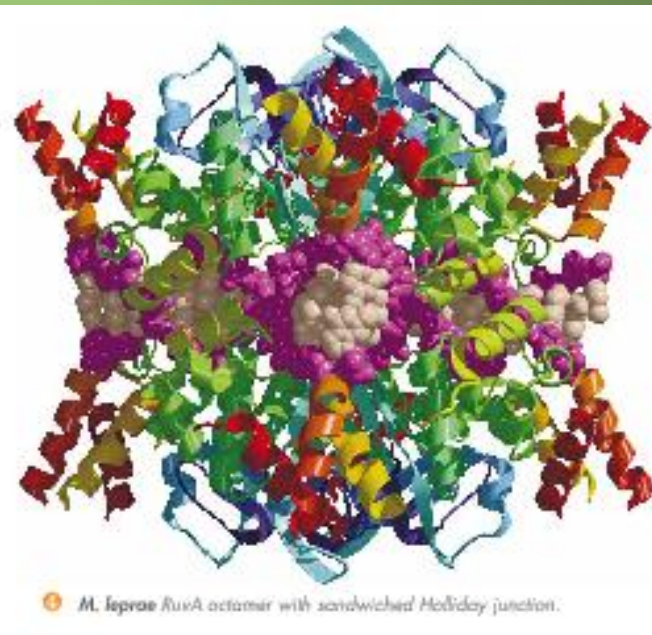
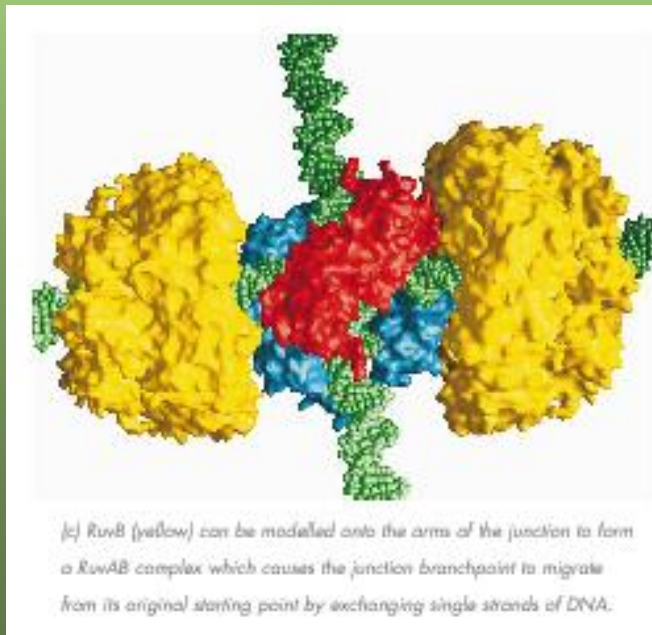
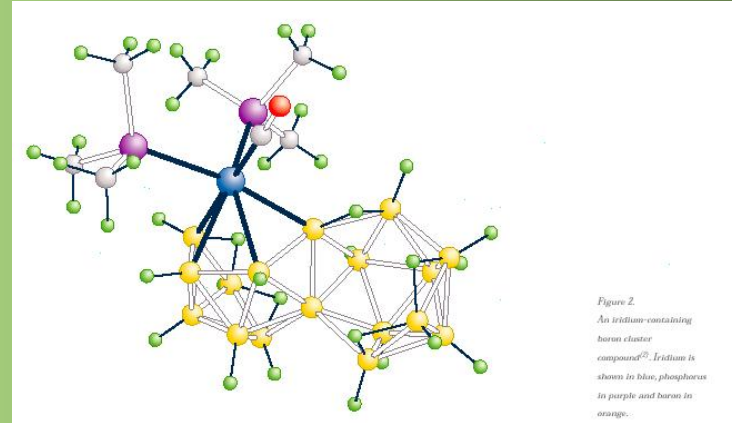
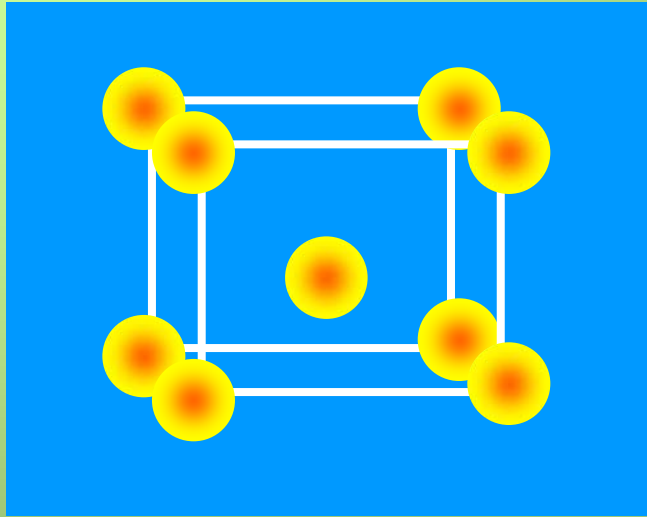
Bragg 定理

$$2d \sin \theta = n \lambda$$

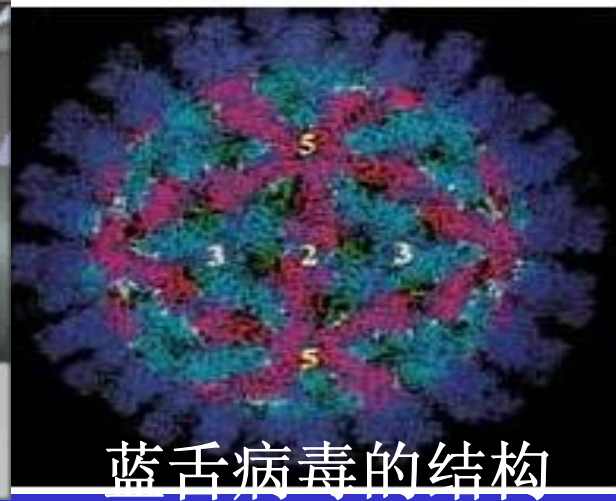
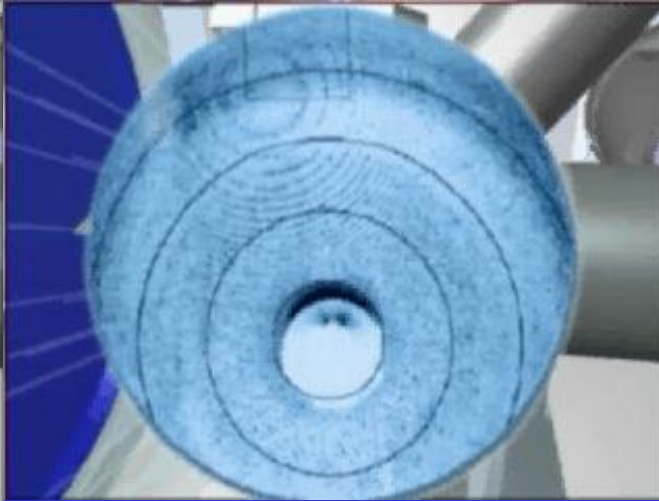
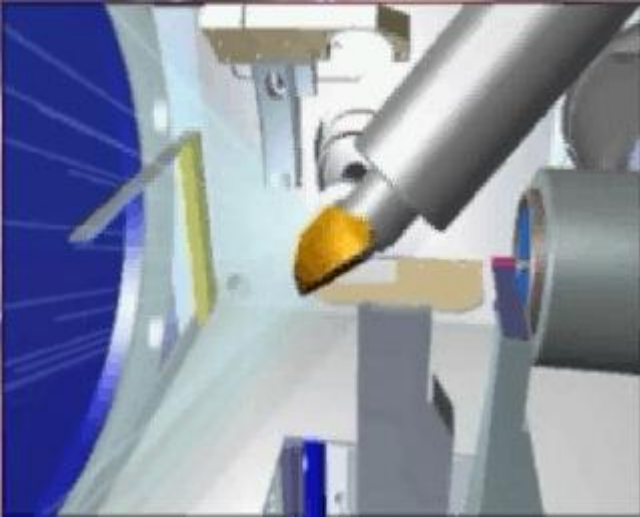
X射线衍射方法

- X射线单晶和粉末衍射
- 白光劳厄衍射
- 掠入射X射线衍射
- X射线异常衍射
- 能量色散X射线衍射
- 微区X射线衍射
- X射线驻波分析
- 蛋白质晶体学

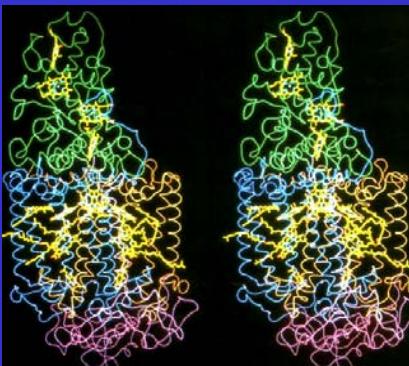
简单的结构→复杂的生物大分子结构



蛋白质结构测试



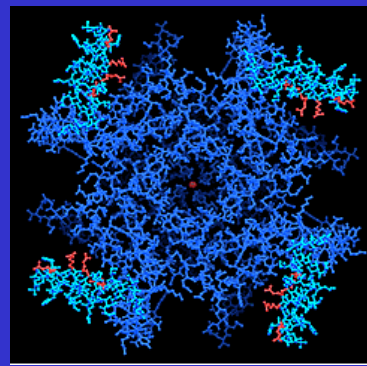
蓝舌病毒的结构



1988诺贝尔化学奖：
光合细菌光合反应中心（膜蛋白-色素复合物）的三维结构，阐明了光合作用的机制。



1997年诺贝尔化学奖：
三磷酸腺苷合酶（生物的主要产能分子）的三维结构，解释了其催化过程。

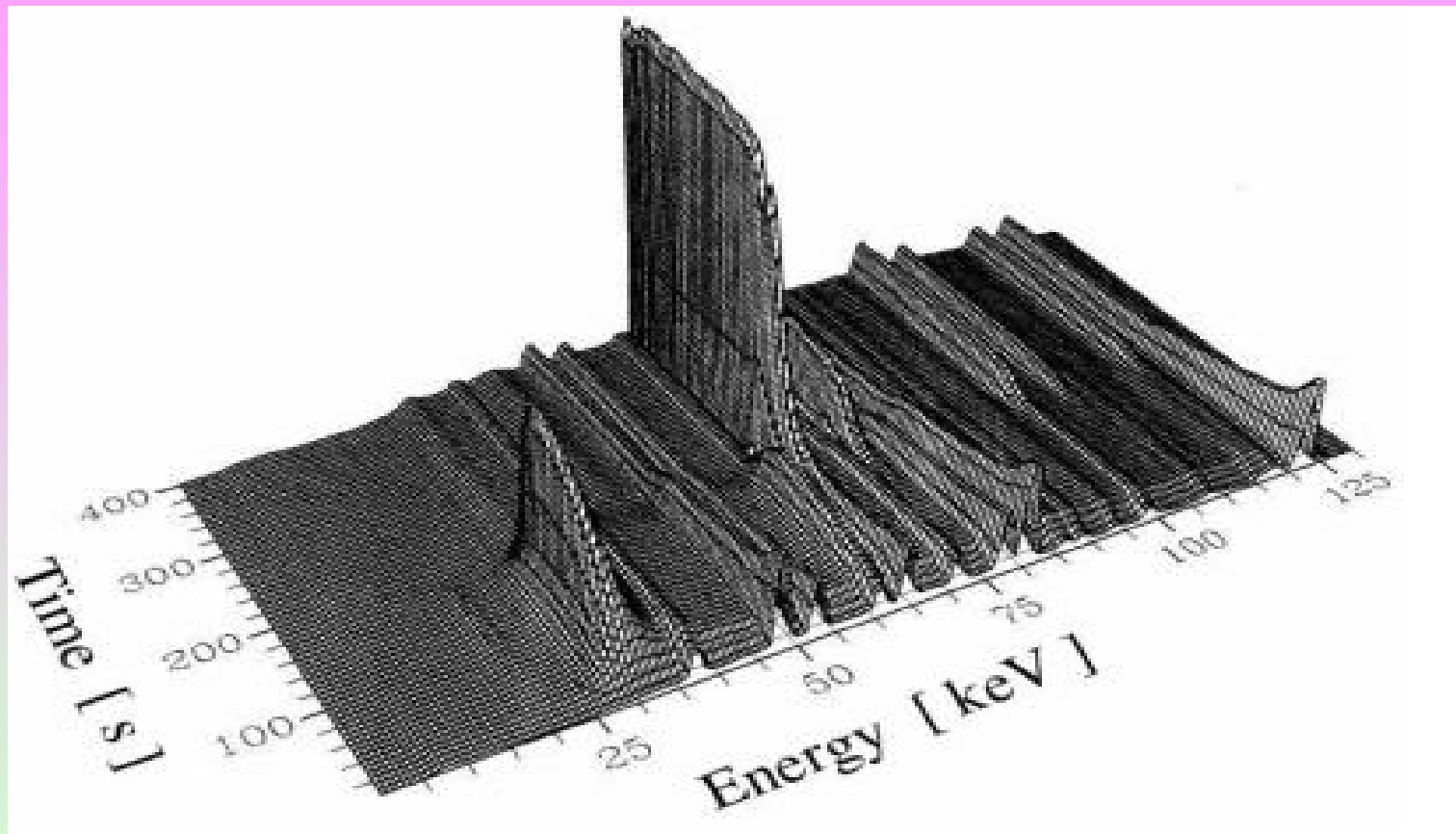


2003年诺贝尔化学奖：
离子通道蛋白结构，揭示了离子通过细胞膜的机理。



2006年诺贝尔化学奖：
一系列RNA聚合酶II复合物结构，揭示了真核转录的分子机制。

• X射线衍射动态研究



水泥水和反应的能量色散X射线衍射图

(实时测量; 旋转, 搅拌)

150秒后, 在31KeV的衍射信号消失

极端条件下的X射线衍射

- 高压
- 高温、低温
- 强场

P-T-X

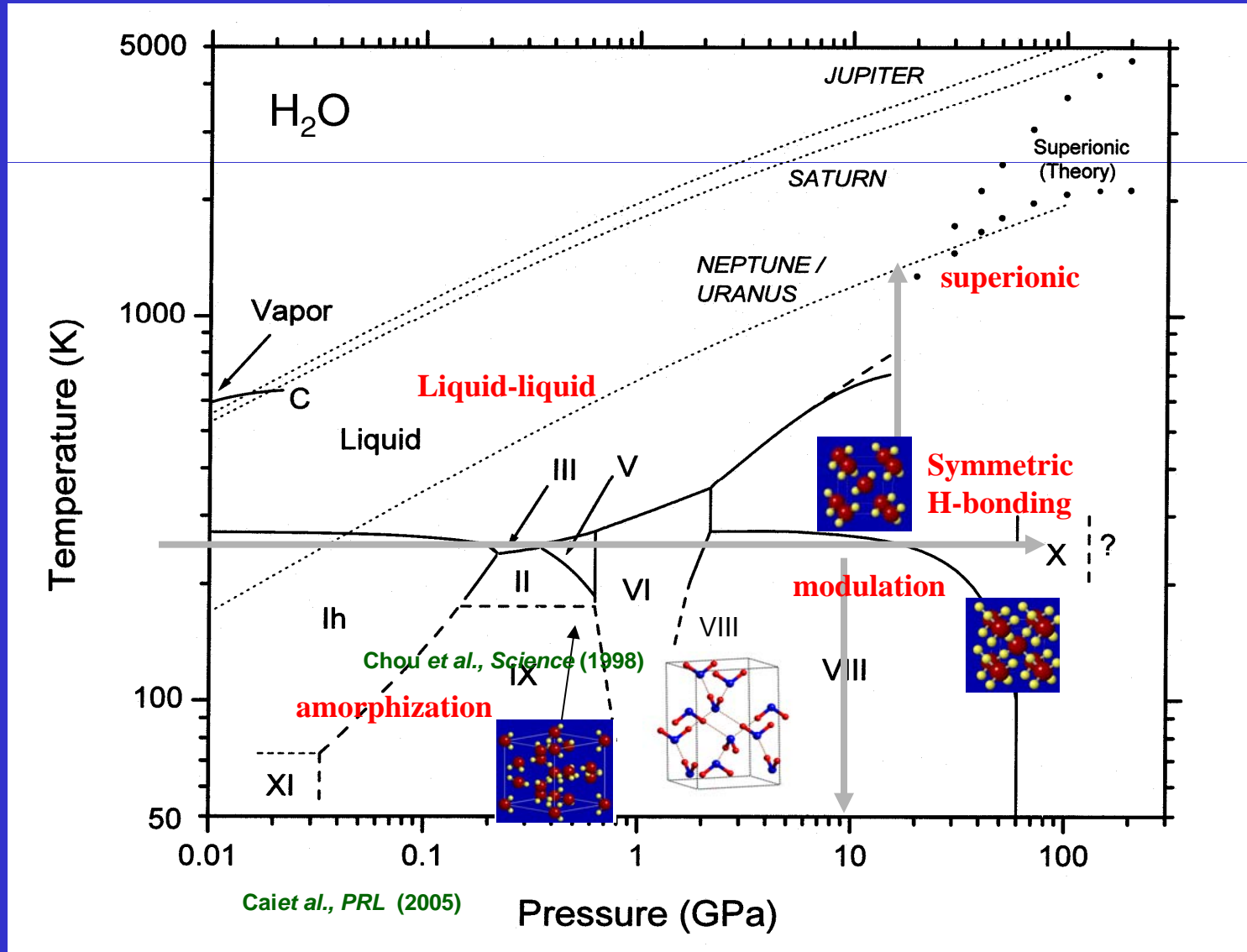
温度：物理、生物.....

组分：化学、材料科学

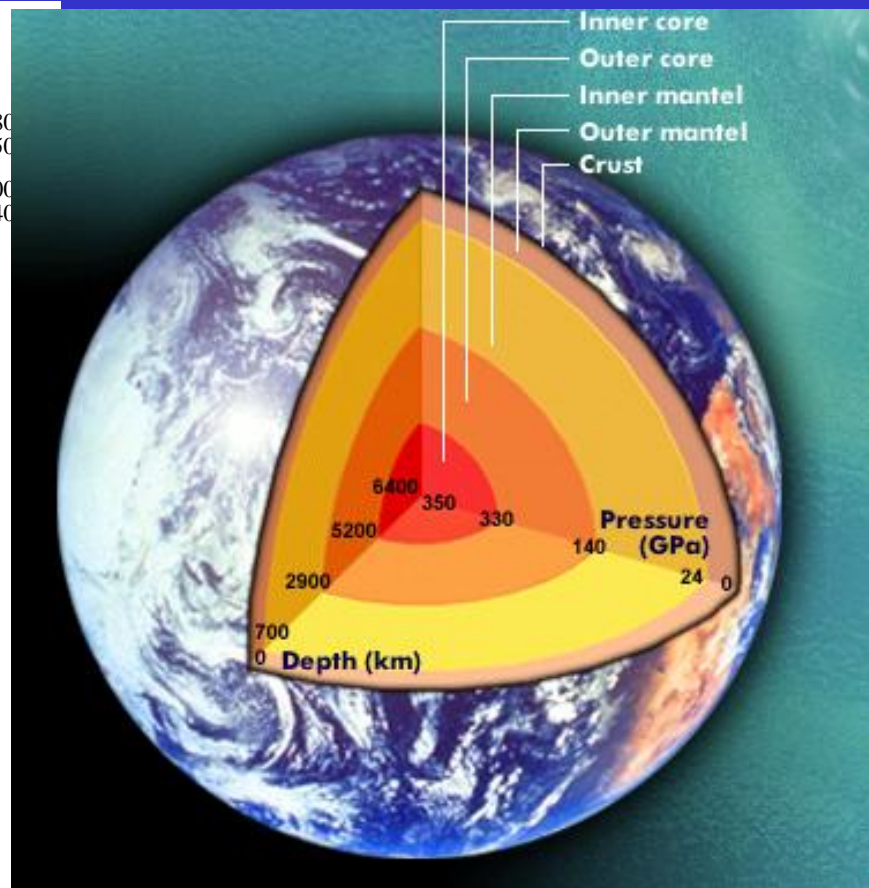
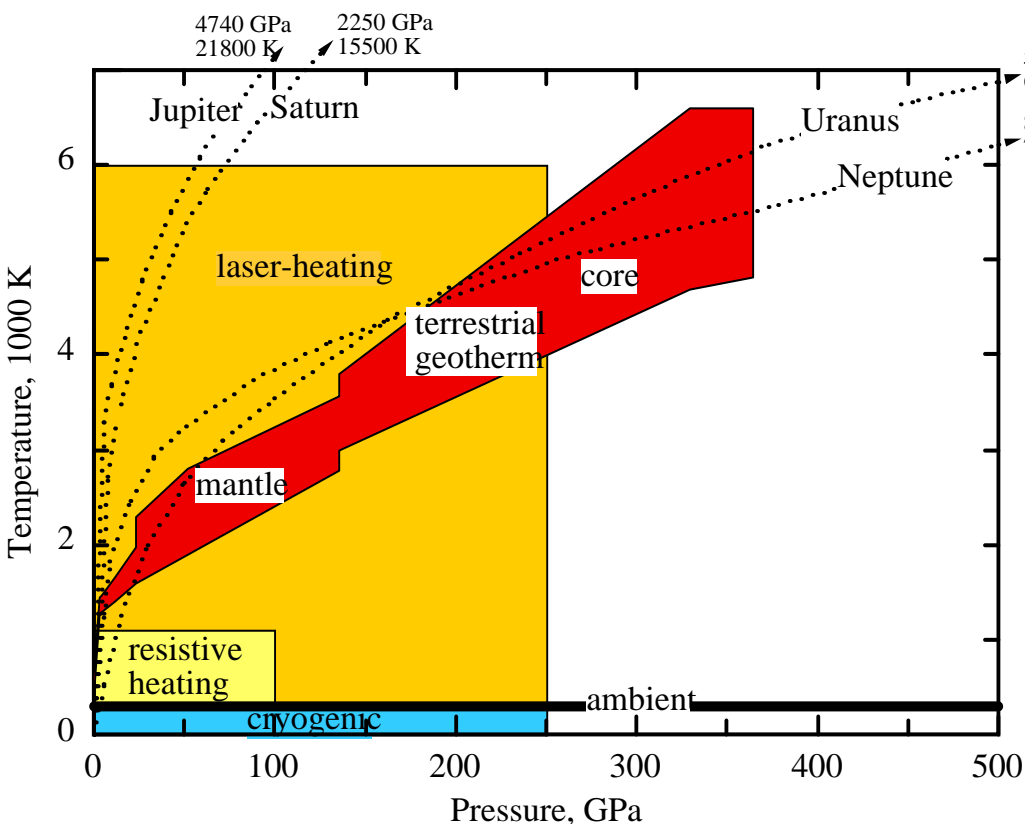
压力：极端条件

The high-pressure behavior of water

continues to present new questions and surprises



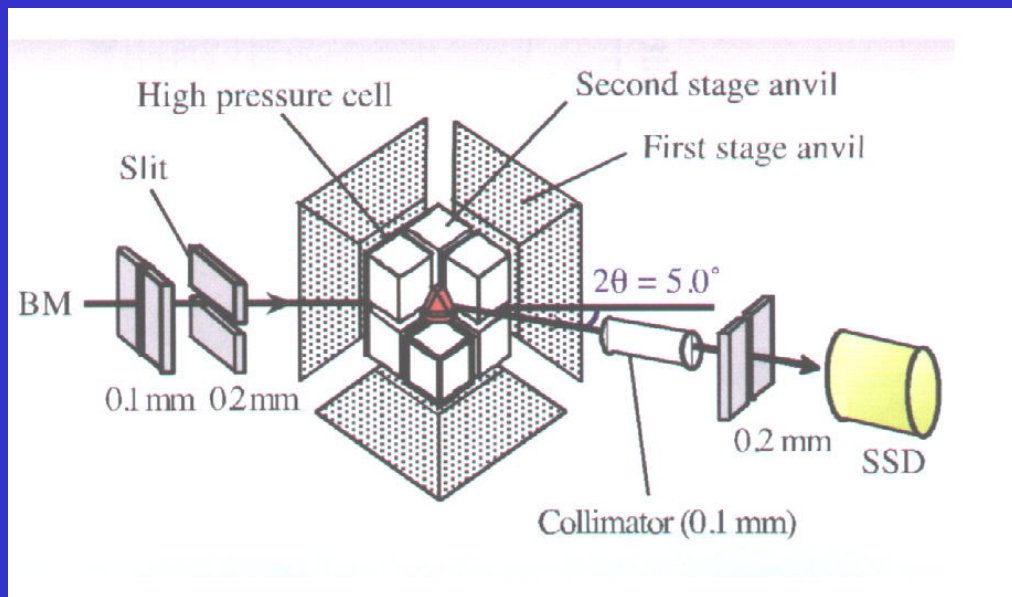
高温高压技术的发展和应



In-Situ X-ray Probes

地球内部结构

X射线高压衍射



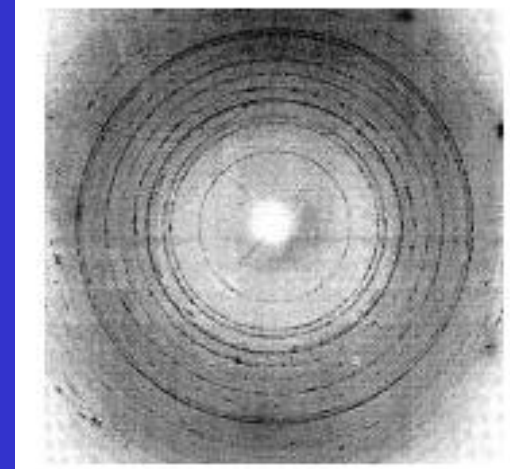
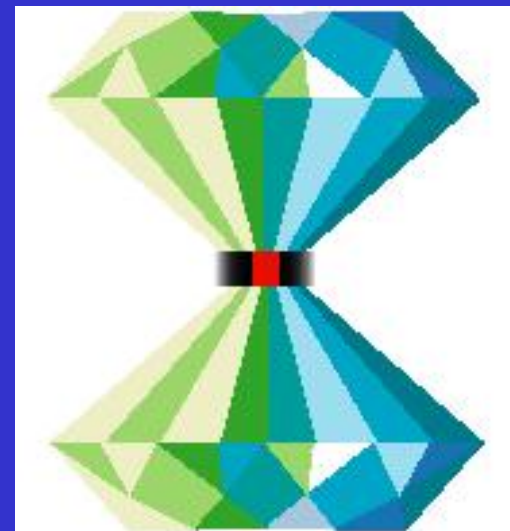
高压衍射实验装置示意图

百万大气压下测量衍射谱

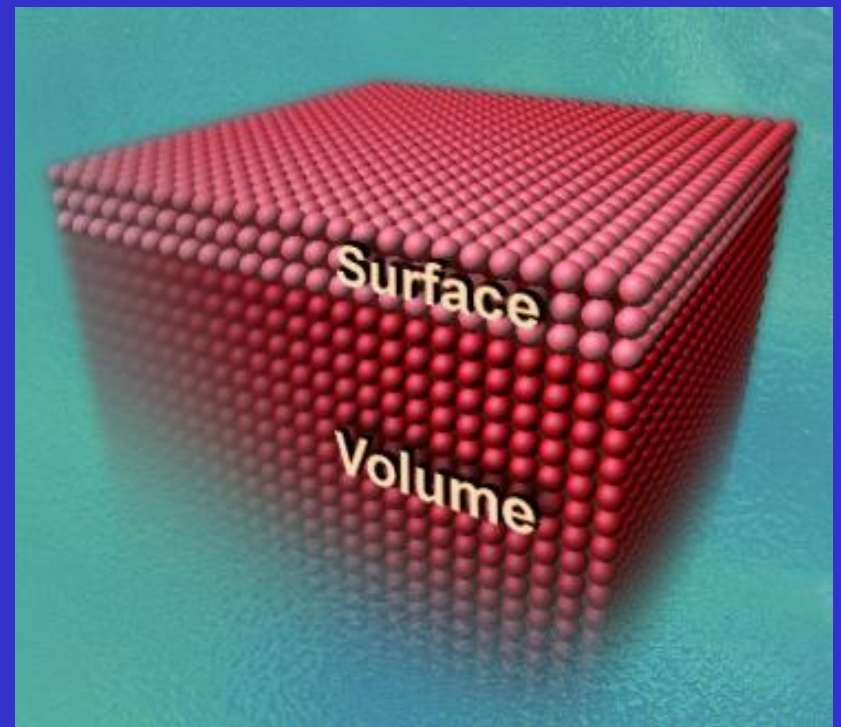
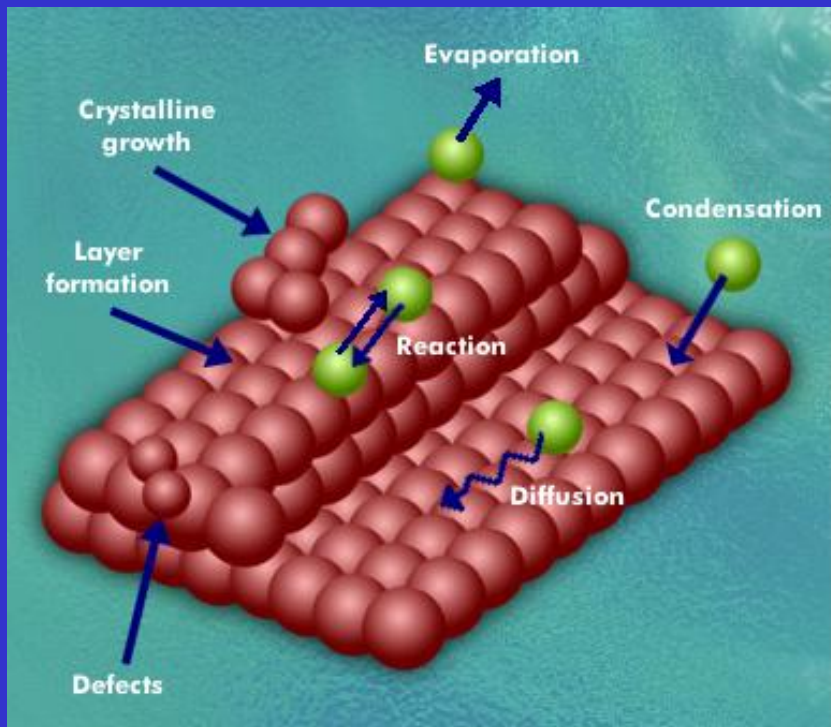
常规X光源：一个实验谱---2月

一个实验----1年

BSRF：一个实验谱 ---10分钟



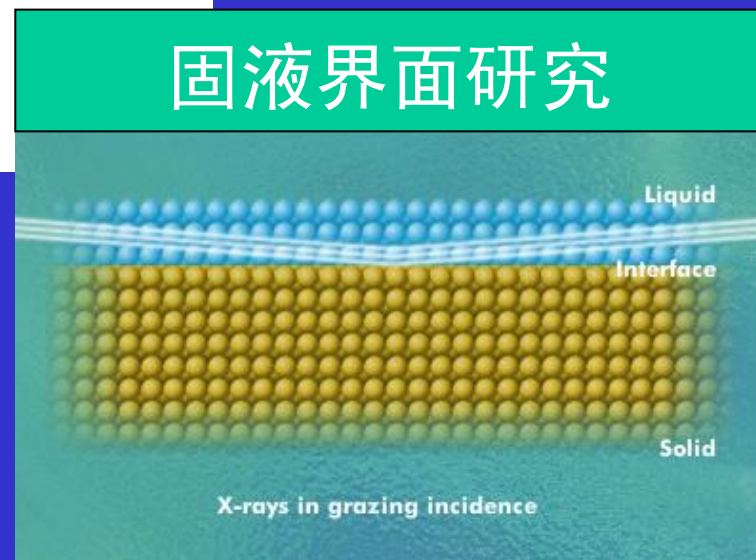
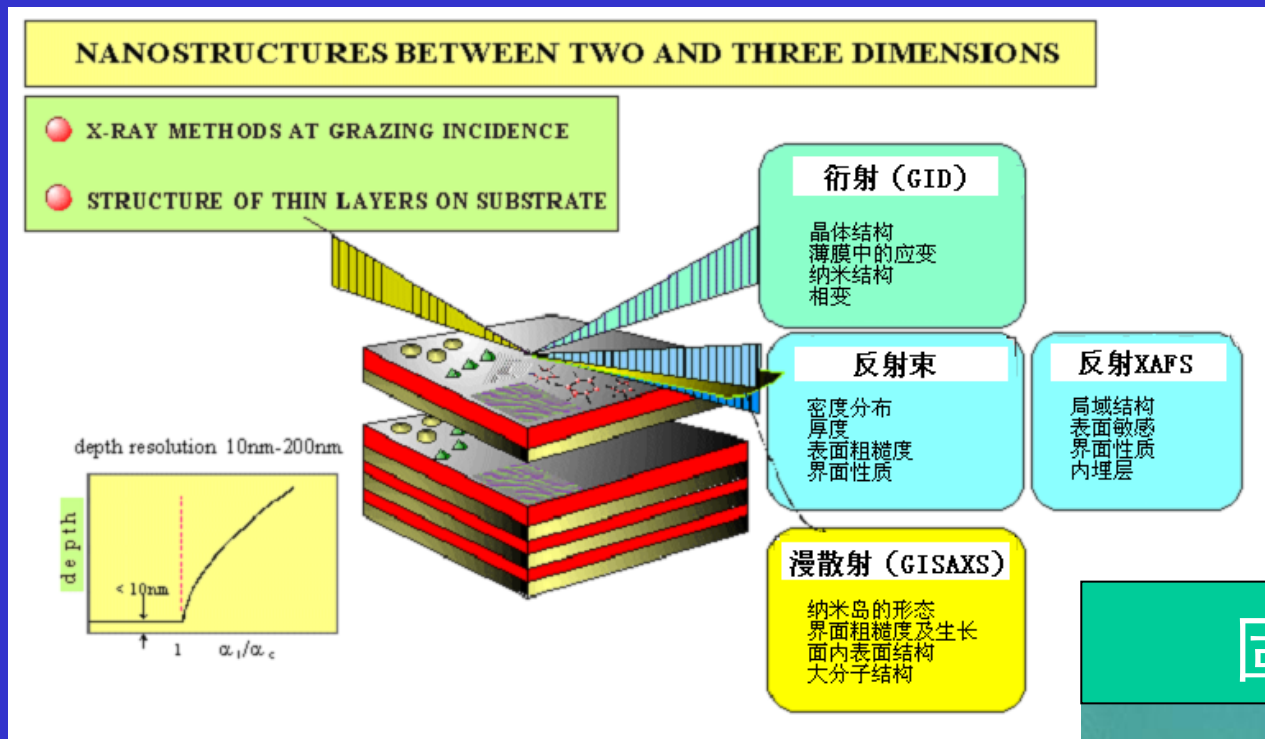
• X射线衍射：表面和界面结构



最外层原子配位环境不同于体内，表面结构往往不同于体内结构

由于表面层很薄，观察表面原子的结构，电子结构，需要高亮度的光源

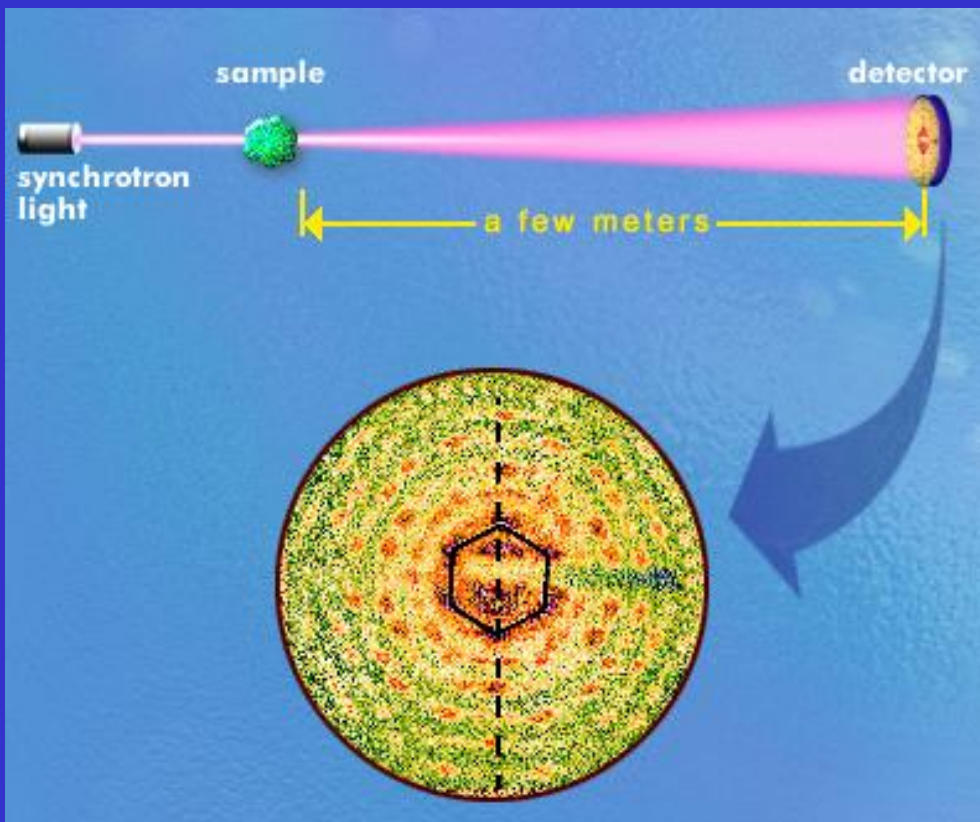
表层微结构敏感的同步辐射技术



X射线散射

- X射线小角散射
- X射线漫散射
- X射线非弹性散射
- X射线磁散射
- 核共振散射
- 核非弹性散射

小角X射线散射 (Small Angle X-ray Scattering, SAXS)



发生在光束附近小角度内 ($0^\circ \leq 2\theta \leq 3 \sim 5^\circ$) 的电子相干散射现象，起源于样品内部电子密度的均方起伏。

研究纳米尺度上 (1~100nm) 的几何结构，可得到许多精细结构信息如：形状、相关距离、回转半径、平均粒度 (孔径)、粒度 (孔径) 分布、比表面、不均匀线长度、平均壁厚、分形维数、分子量、孔隙率等

SAXS基本原理

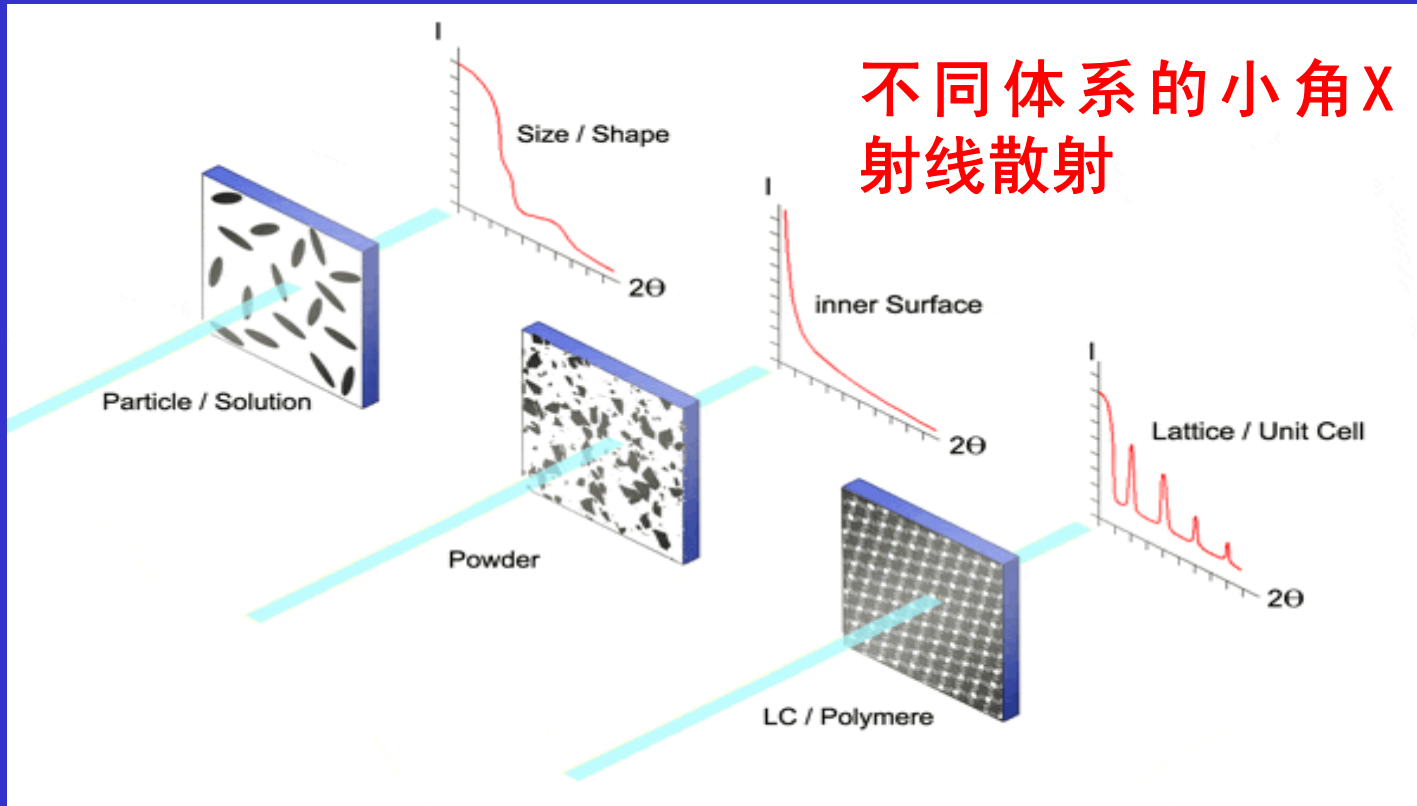
The diagram illustrates the SAXS equation with callouts for its components:

- 散射强度 (Scattering Intensity) points to $I(q)$
- X射线辐照体积 (X-ray Irradiation Volume) points to V
- 相关函数 (Correlation Function) points to $\gamma(r)$
- 散射矢量 (Scattering Vector) points to q
- 电子密度起伏 (Electron Density Fluctuation) points to $\Delta\rho$
- 散射体间距 (Scattering Body Spacing) points to r

$$I(q) = 4\pi(\Delta\rho)^2 V \int_0^\infty r^2 \gamma(r) \frac{\sin qr}{qr} dr$$

- 电子密度起伏 ($\Delta\rho$) 决定其小角散射的强弱;
- 相关函数 $\gamma(r)$ 决定着散射强度的分布;
- 可解析散射体的形状、尺寸和分布等信息。

不同体系的小角X射线散射



SAXS对样品制备简单、非破坏性、适用范围较宽：

液体、固体、晶体、非晶体或它们之间的混合体、包留物和多孔性材料等

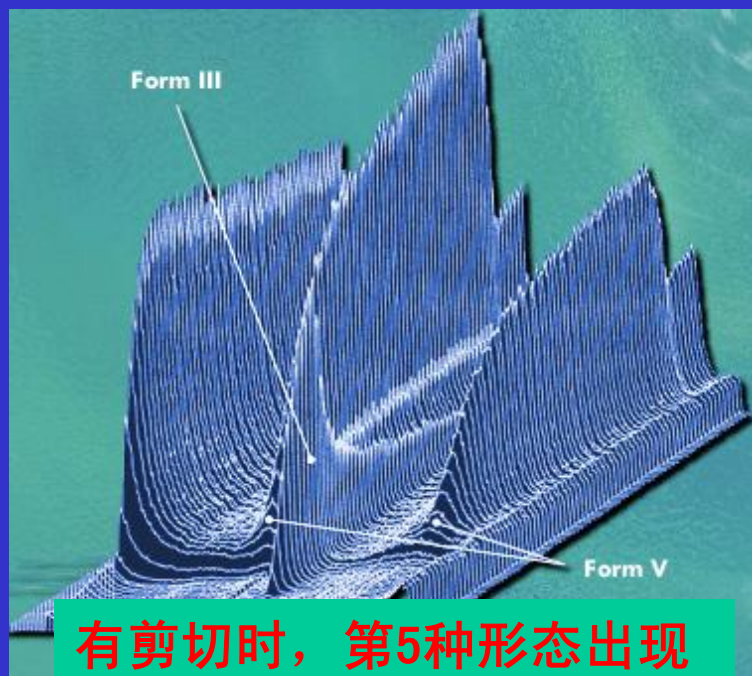
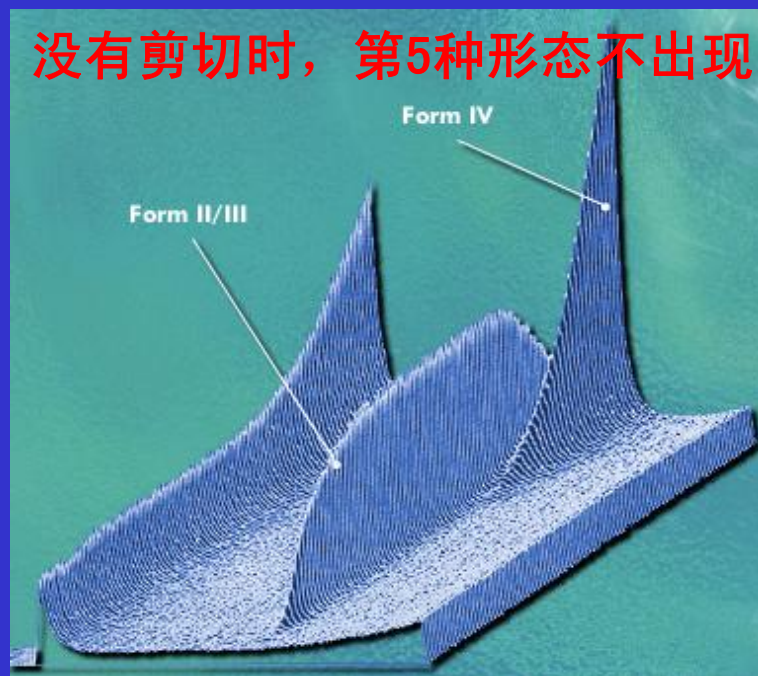


One of the basic fat molecules of chocolate

巧克力的味道与它的物理特性有关，巧克力的主要成分是可可油，而可可油有6中不同的固体形式，它取决于制造过程中的温度和剪切率。

SAXS实验：巧克力剪切

没有剪切时，第5种形态不出现



有剪切时，第5种形态出现

2. 谱学

- 光电子能谱
- X射线荧光分析
- XAFS
- X射线磁圆二色谱
- VUV光谱
- 红外光谱

X射线荧光分析

分析材料中微量元素

1. 白光X射线荧光分析
2. 单色光X射线荧光分析
3. 全反射X射线荧光分析
4. 微束X射线荧光分析



光电子能谱

电子结构是理解物质体系宏观特性的基础

光电子能谱是电子结构研究的重要方法之一，具有不可替代的作用。

在高温超导、庞磁电阻（CMR）效应、稀磁半导体材料、纳米材料以及新型功能材料等体系的研究中具有独特的作用

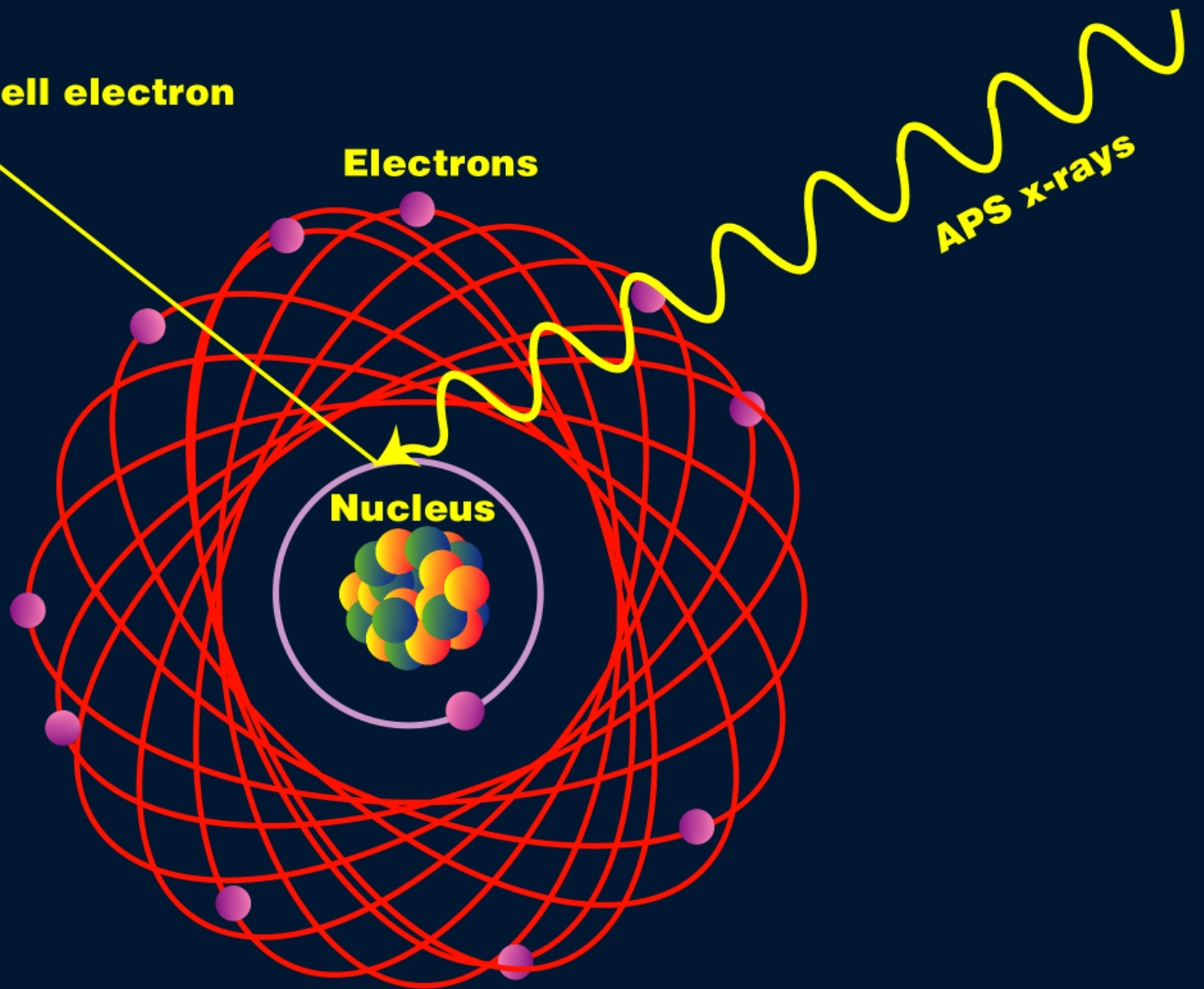
X射线吸收

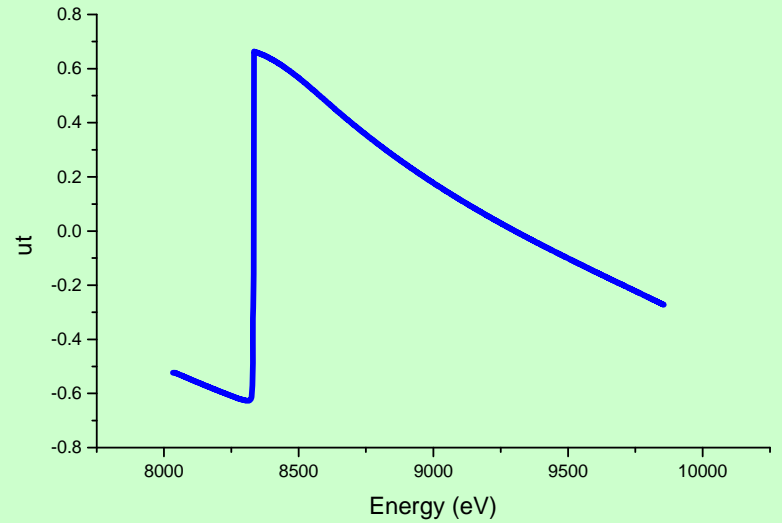
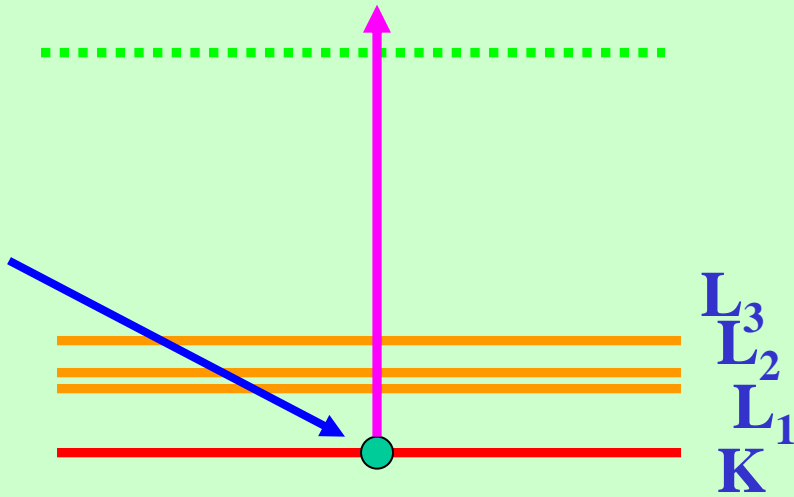
Liberated K-shell electron

Electrons

APS x-rays

Nucleus



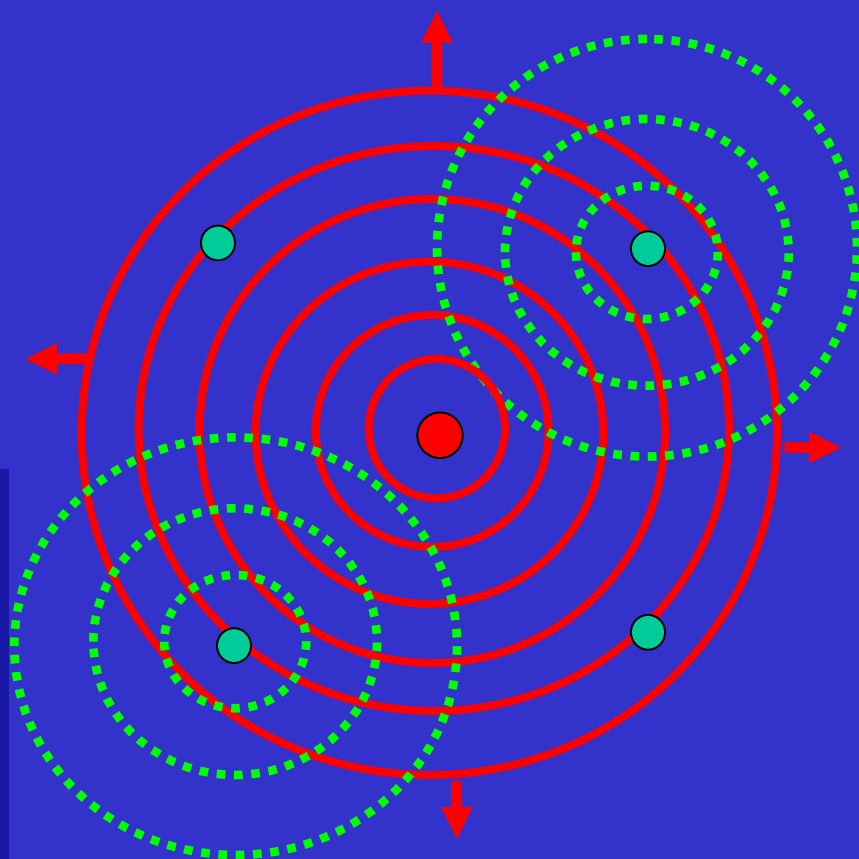
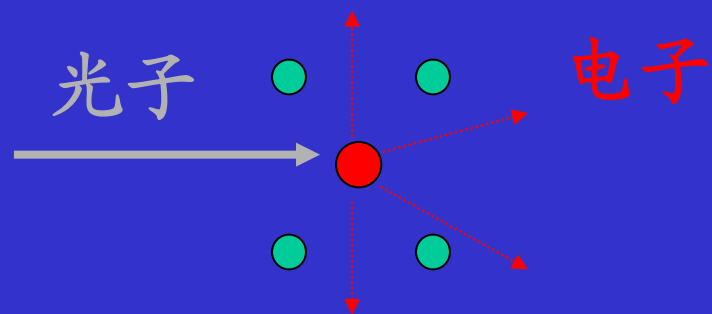


X-射线波长减小(能量增加) --> 吸收系数逐渐下降,
在能量达到某一点,突然增加 ---> 吸收边

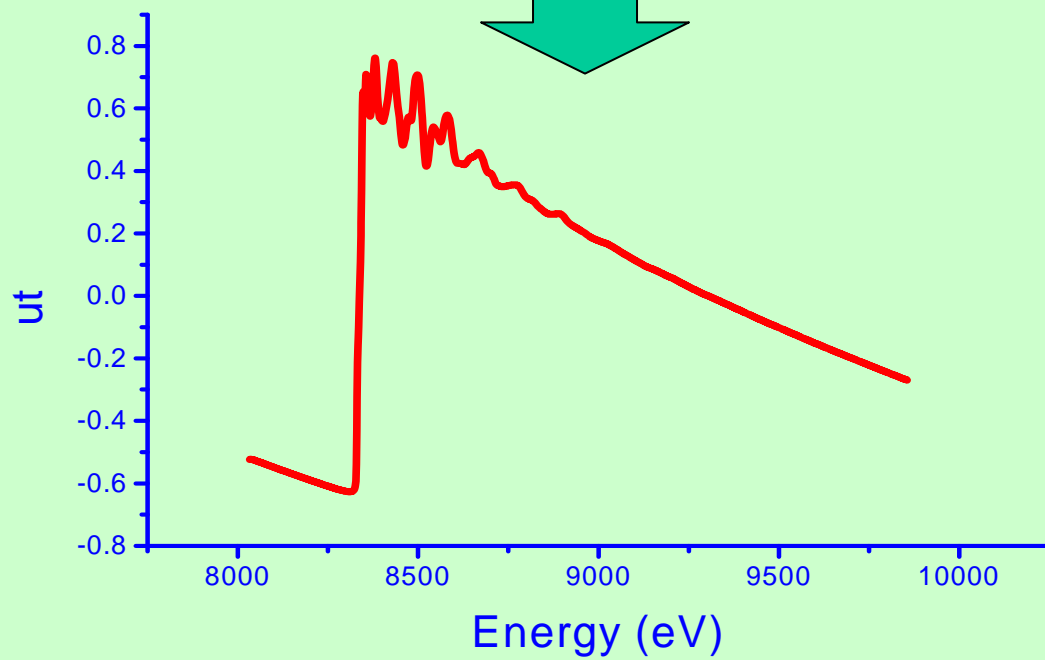
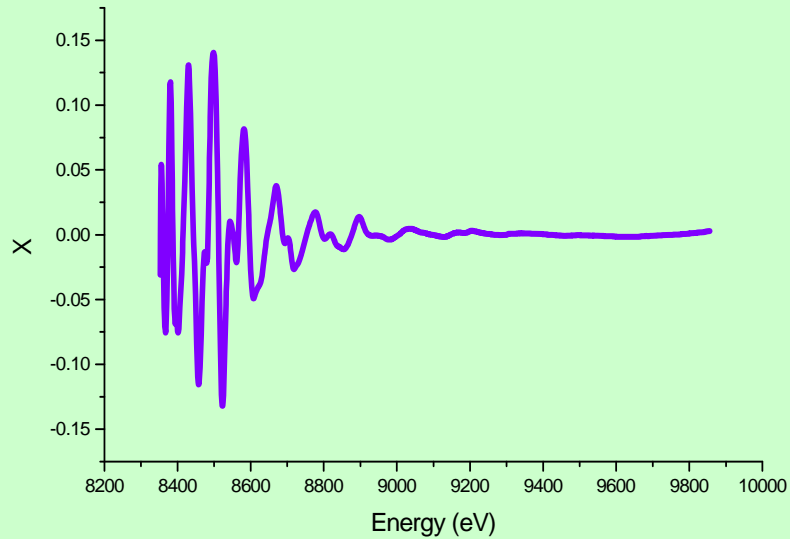
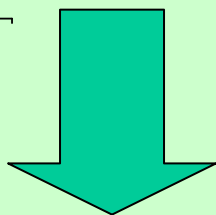
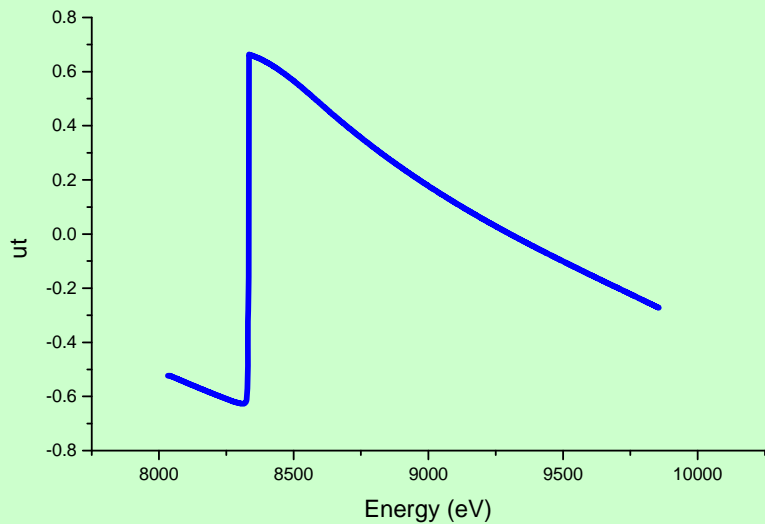
吸收边 \longrightarrow 元素的特征线

Extended X-ray Absorption Fine Structure Spectroscopy

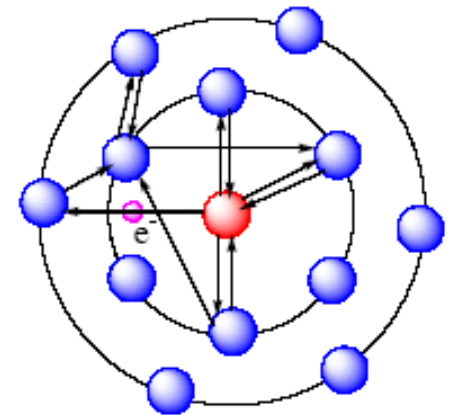
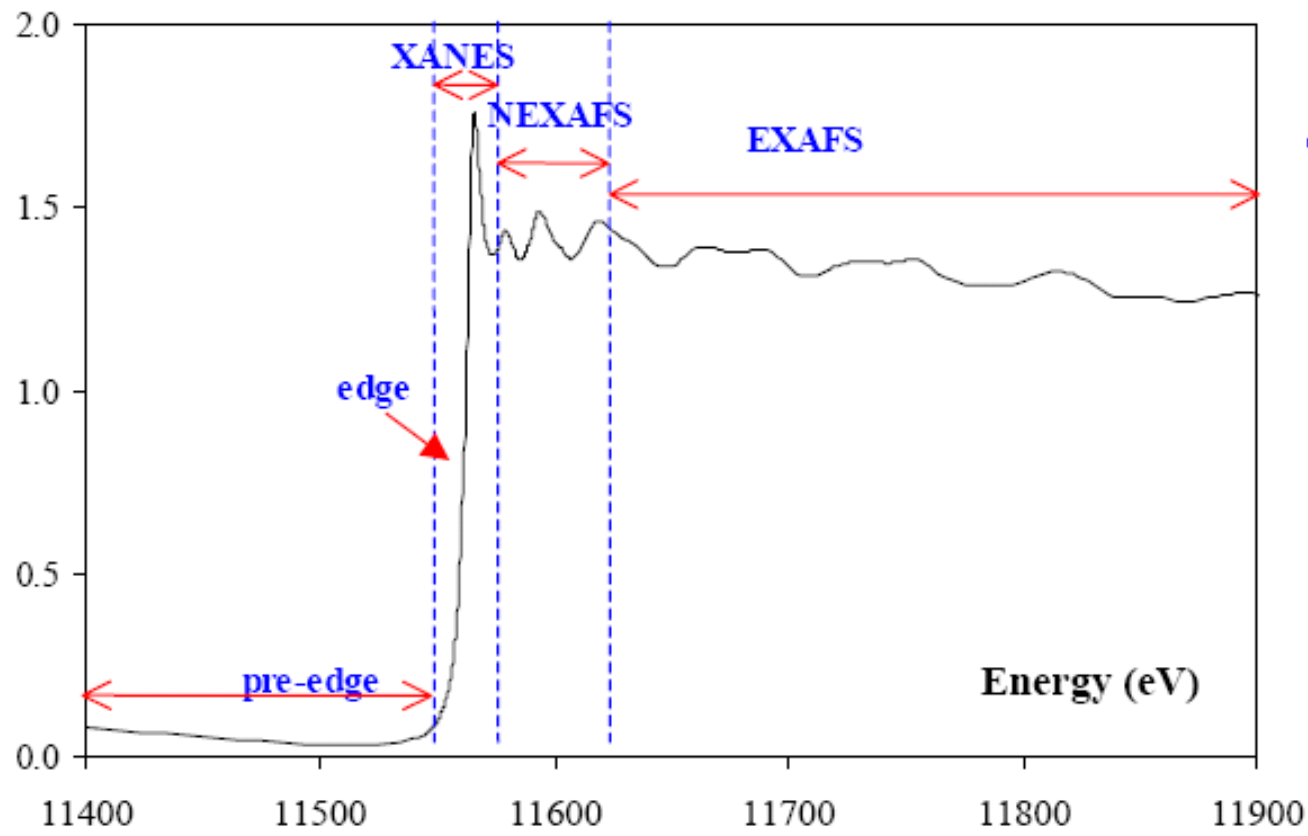
扩展X射线吸收精细结构谱 (EXAFS)



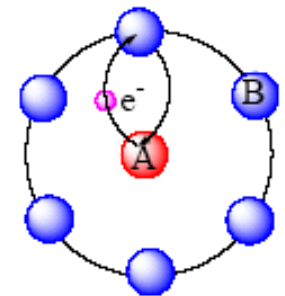
出射波和散射波在吸收原子处发生干涉，从而对原子吸收背底进行调制形成了吸收谱的精细结构



XAFS (X-ray Absorption Fine Structure)



Multiple scattering



Single scattering

EXAFS基本公式:

$$\chi(k) = \sum_j \frac{S_0^2 N_j F_j(k)}{k R_j^2} \underbrace{e^{-2k^2 \sigma_j^2} e^{-2R_j / \lambda(k)}}_{\text{Debye-Waller factor}} \underbrace{\text{Sin}[2kR_j + \delta(k)]}_{\text{振荡项}}$$

配位数

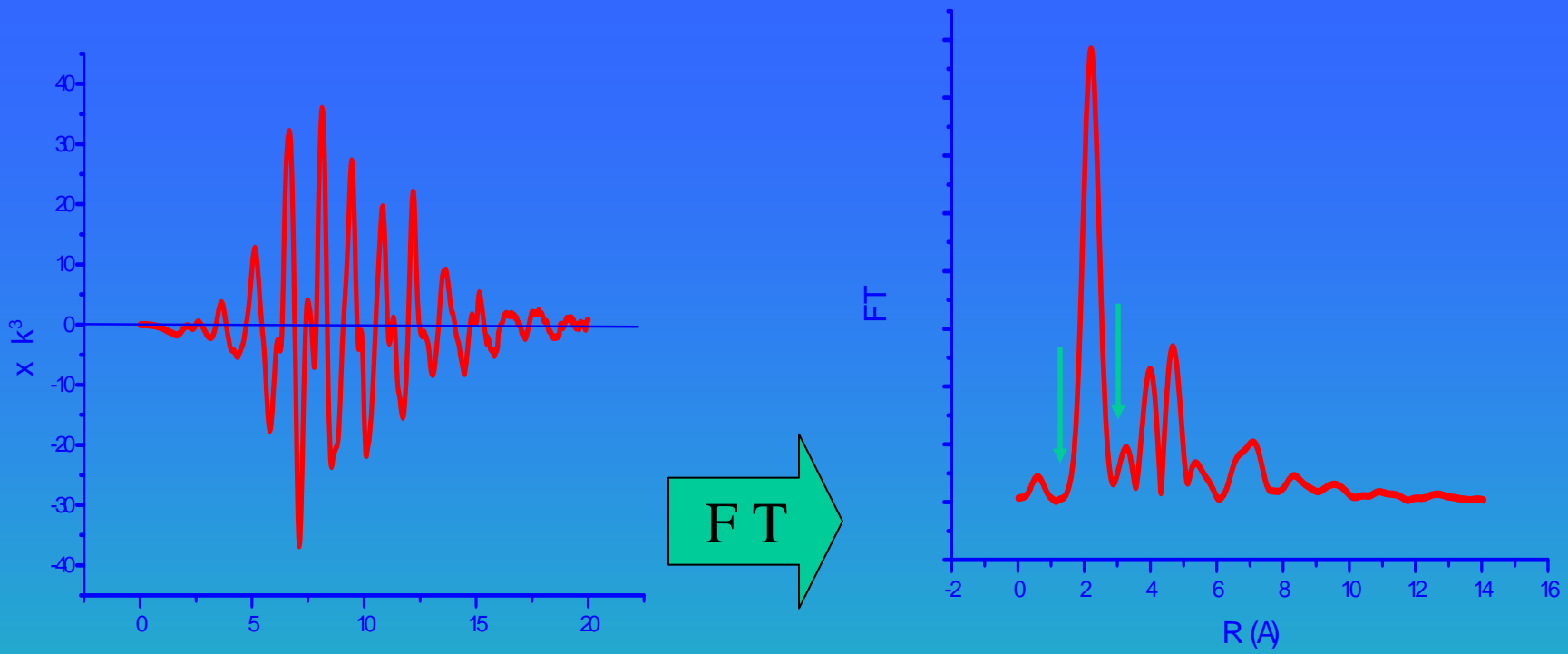
散射振幅

电子平均自由程

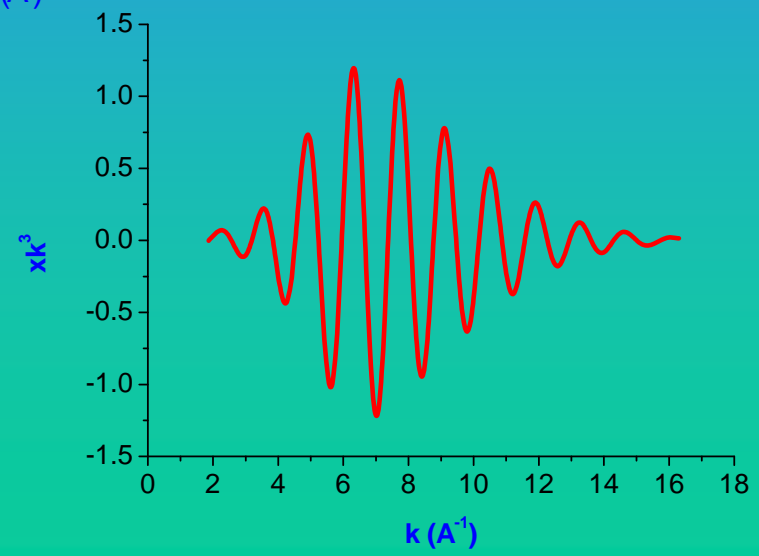
相移

键长

- 近邻原子结构
- 电子结构

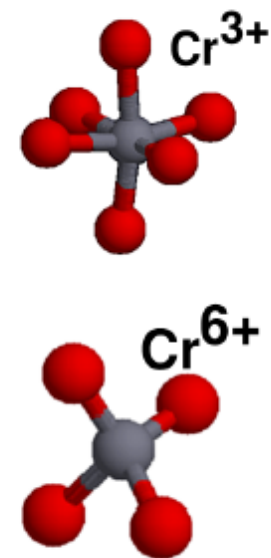
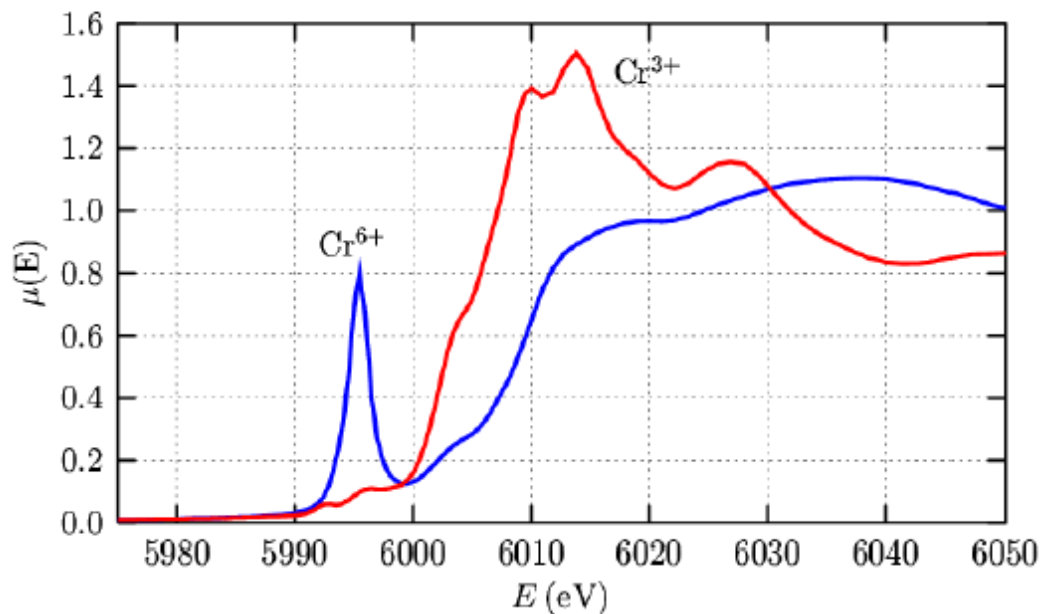


Wavevector k (\AA^{-1})



IFT

XANES 分析: 配位化学



The XANES of Cr³⁺ and Cr⁶⁺ shows a dramatic dependence on oxidation state and coordination chemistry.

For ions with partially filled d shells, the p-d hybridization changes dramatically as *regular octahedra* distort, and is very large for *tetrahedral* coordination.

This gives a dramatic *pre-edge peak* – absorption to a localized electronic state.

特点

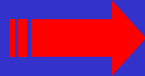
应用

短程序、局域



无序体系（非晶、溶液.....）

元素分辨



混合物、低含量

样品要求低



固体、液体、气体

实验环境要求低



微束、表面界面、时间分辨、实时原位、极化、温度、压力.....

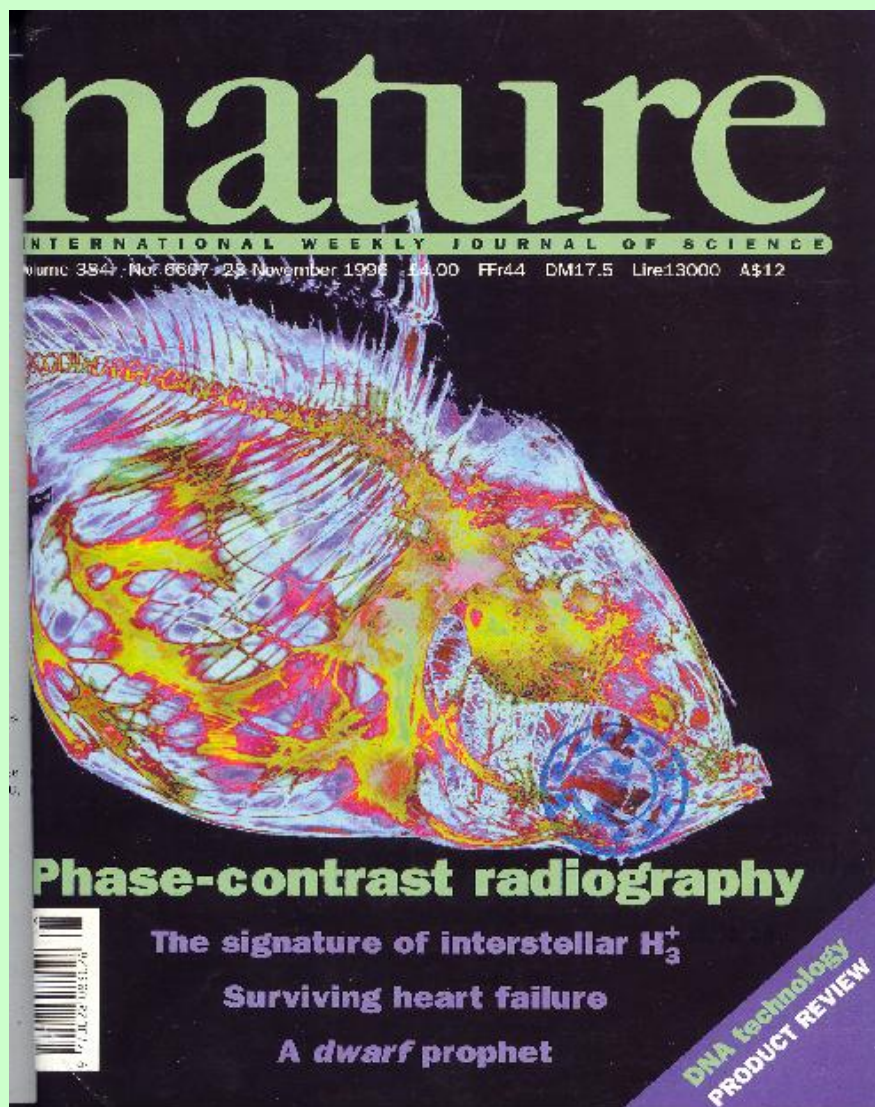
电子结构
原子结构



材料、物理、化学、环境、生物、地矿和能源

3、X-射线成像

硬X射线相位衬度成像



折射率 $n = 1 - \delta + i\beta$

轻元素 $1 \gg \delta \gg \beta$

吸收衬度来自 β ，
相位衬度来自 δ

$\delta \propto E^{-2}$ ， $\beta \propto E^{-4}$

相移项 δ 比吸收项 β 大
1000倍

适合对吸收很少的高聚物、生
物体中的软组织等对象的内部
信息进行无损检测

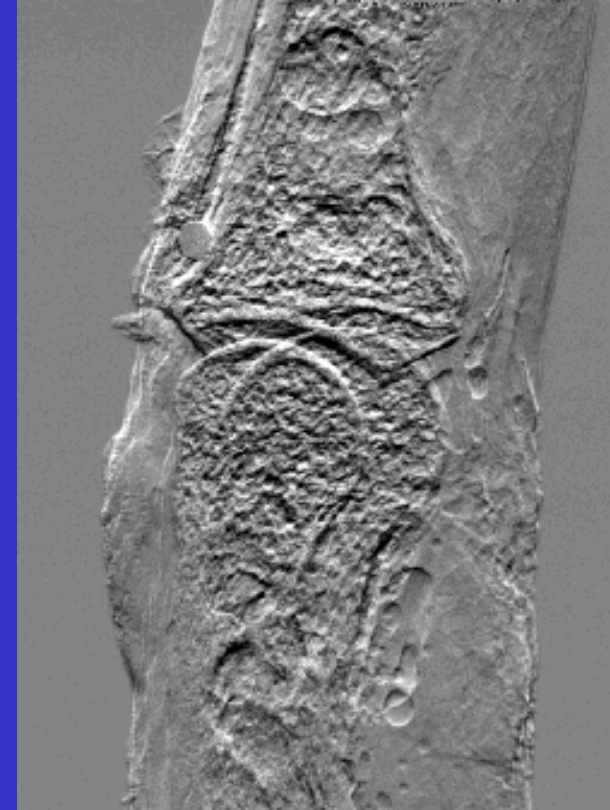
衍射增强成像



传统的X射线成像



在峰值成像
手指

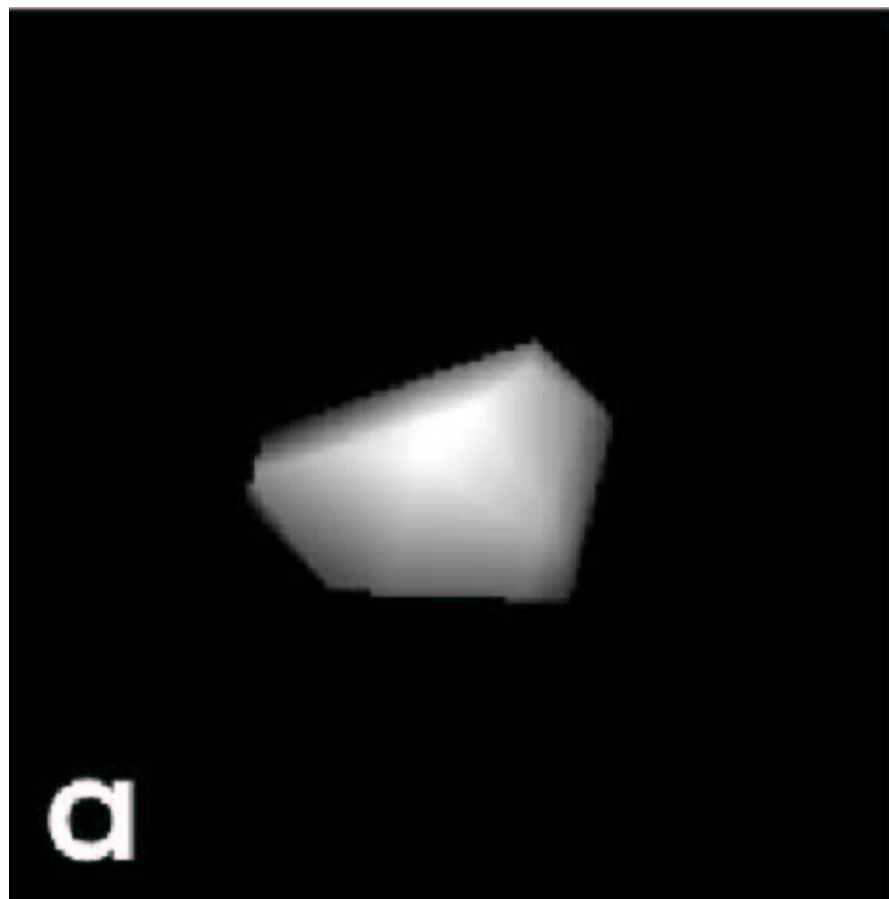


折射率成像

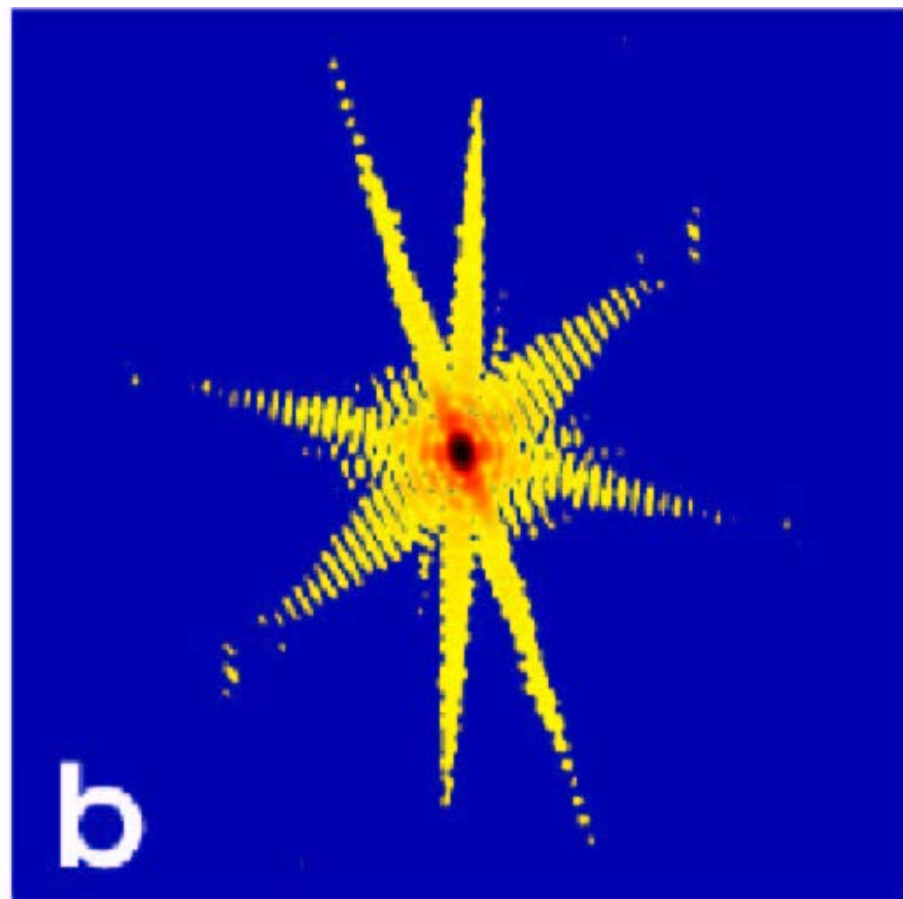
相干衍射成像 (CDI)

- 不需要晶体，只需要足够的相干光强，就可以通过探测散射信号计算出样品的结构来。
- 虽然得到的只是样品沿入射光方向的投影，但是可以通过三维重构或者单颗粒重建技术得到三维结构。

纳米粒子成像



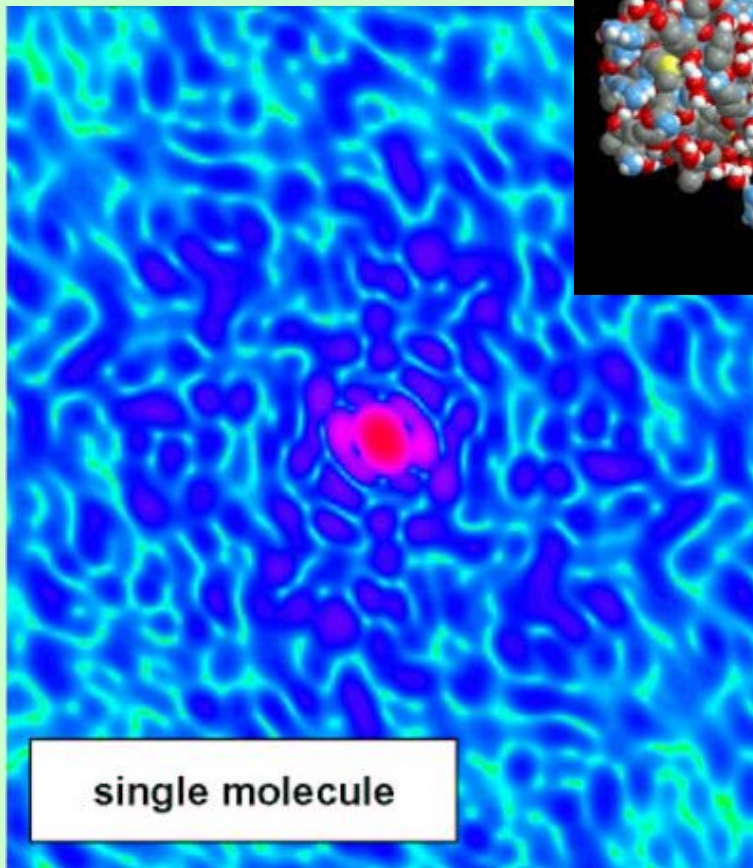
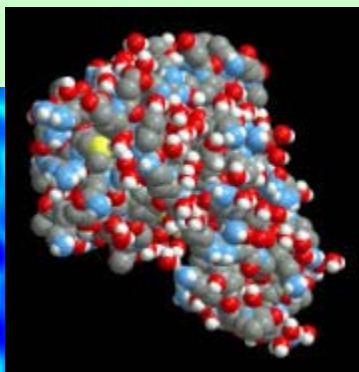
电子显微镜



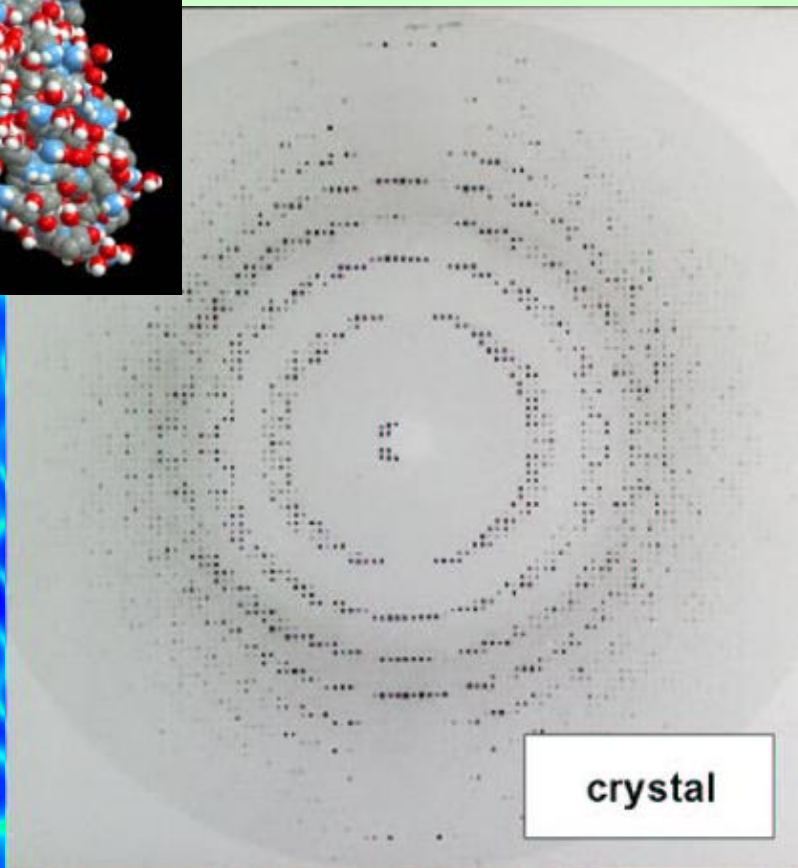
相干X射线散射
→ 重构3维形状

决定单分子结构

Lysozyme



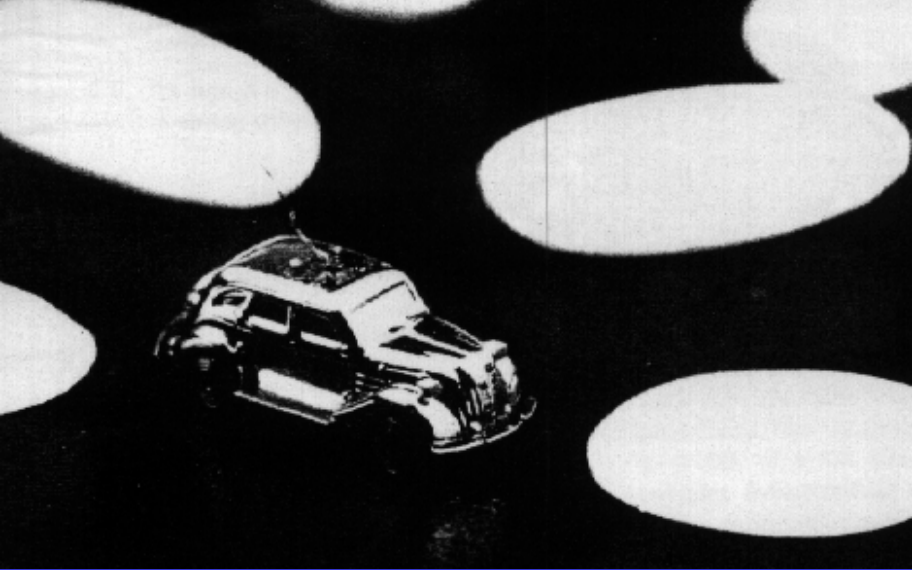
single molecule



crystal

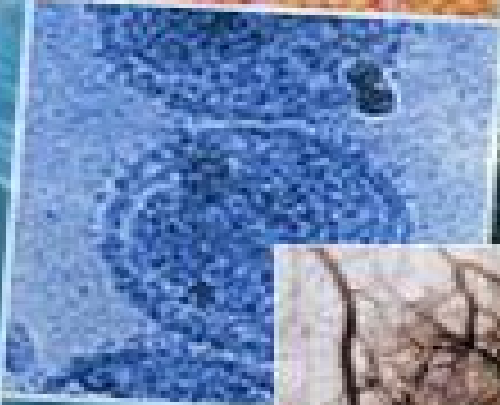
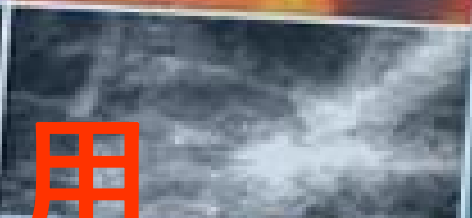
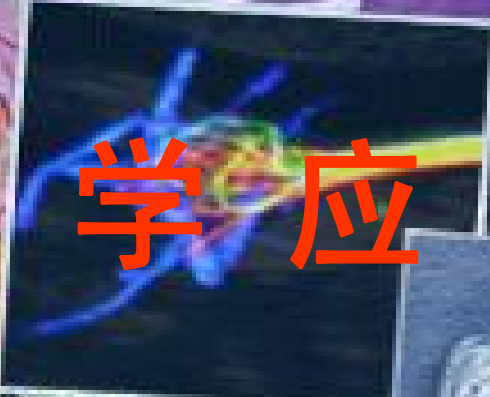
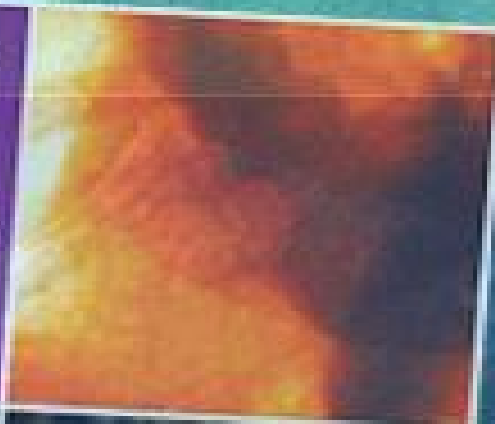
工业应用

1. 工业过程模拟
2. 化学工业、钢铁工业
3. 制药业： 药物设计
4. 微电子、微机械加工



LIGA
—微机械加工技术

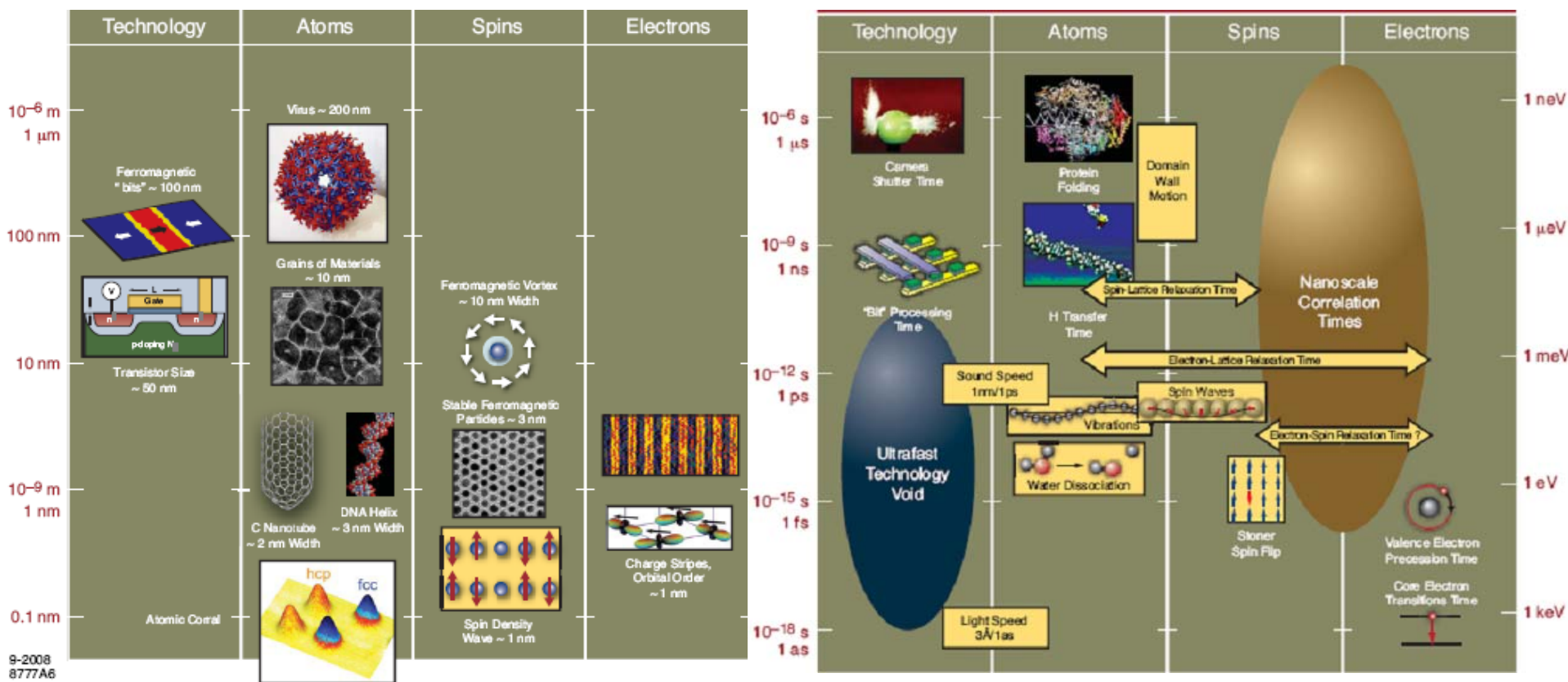
医学应用



同步辐射的应用

1. 高亮度： 高空间分辨、高能量分辨率
(meV)
2. 能量可调： 异常色散, 能谱
3. 高准直性： 高空间分辨 (10nm)
4. 偏振特性： 磁学性质、CD
5. 相干： 相位成像、相干光谱
6. 短脉冲： 时间分辨 (几ps)、

在纳米空间尺度和亚皮秒时间尺度上 对物质的原子、电子和自旋结构进行表征



先进性

极端条件、复杂体系、
非平衡态

多学科性

生物、材料、物理、化学
资源、环境、技术、国防.....

不可替代性

高亮度、广谱.....

交融性

学科交叉、融合

同步辐射光源

广泛性

基础研究、应用研究、
工业应用

综合性

多种实验技术综合、集成

高效密集性

近百个线站同时工作

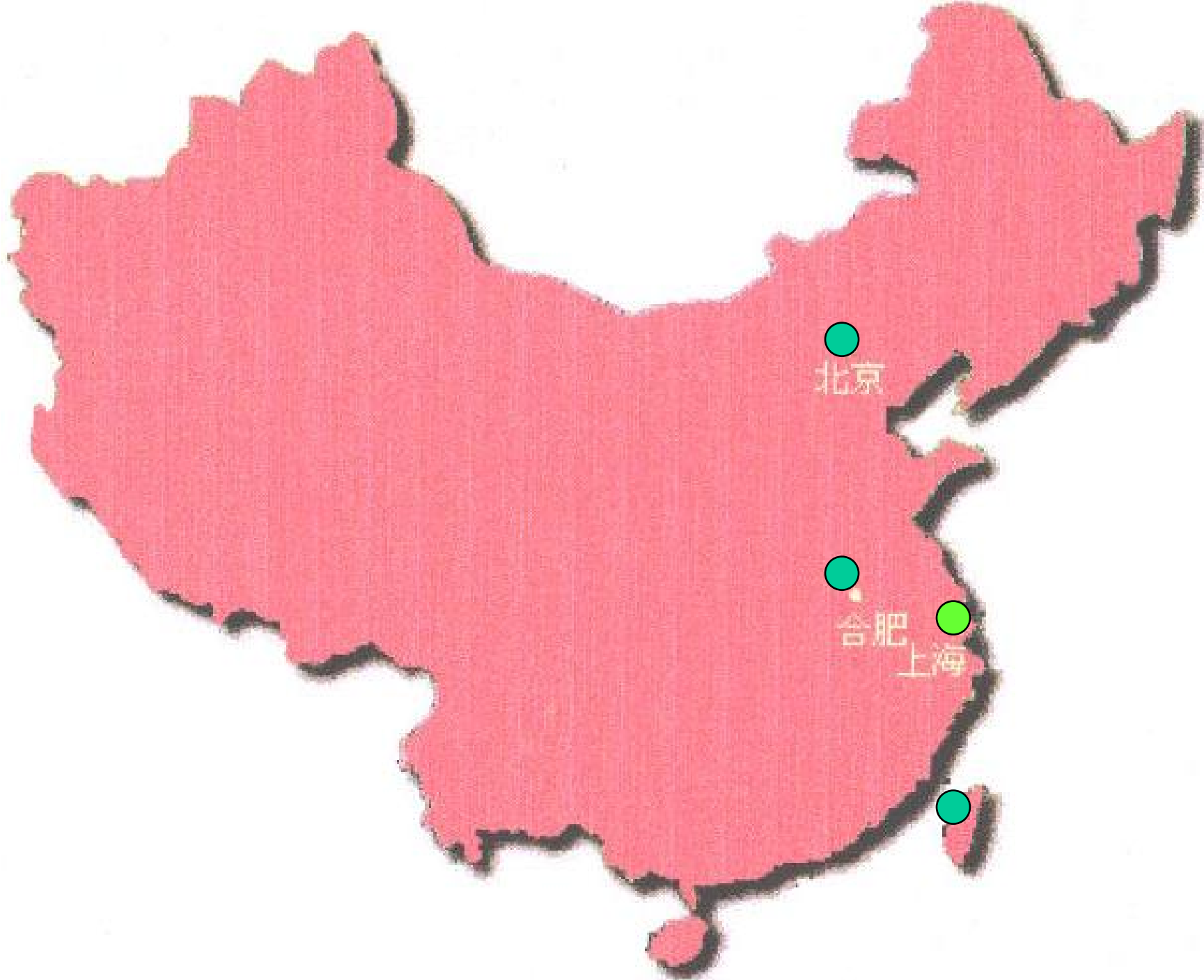
开放性

全社会开放、社会效益



中国科学院高能物理研究所

北京同步辐射装置
Beijing Synchrotron Radiation Facility
(BSRF)



北京

合肥

上海



台灣 新竹
同步輻射研究中心 1.5GeV



合肥同步辐射光源 (0.8GeV)

上海光源 (3.5 GeV)





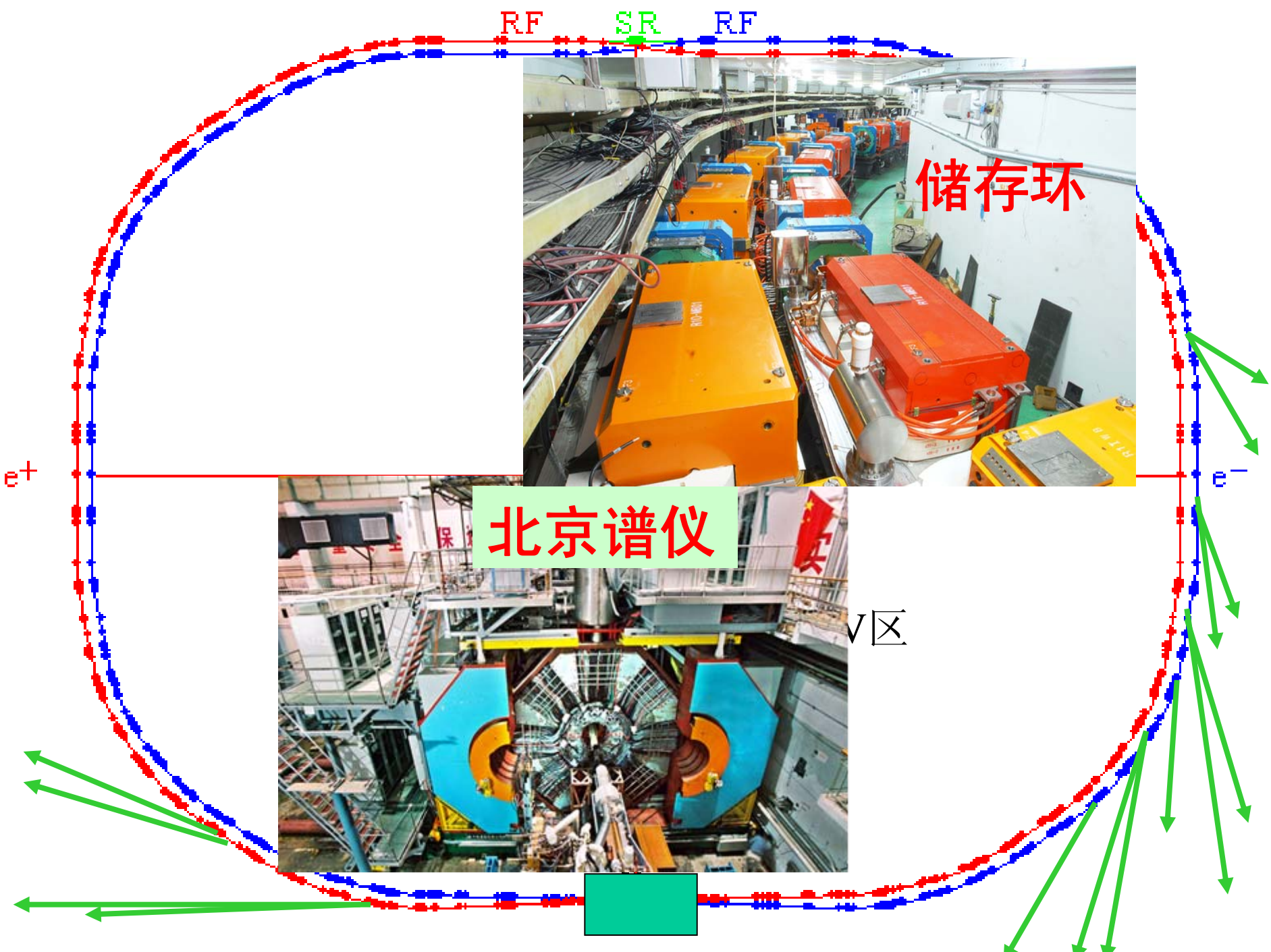
直线加速器

13#实验大厅

对撞区

15#实验大厅

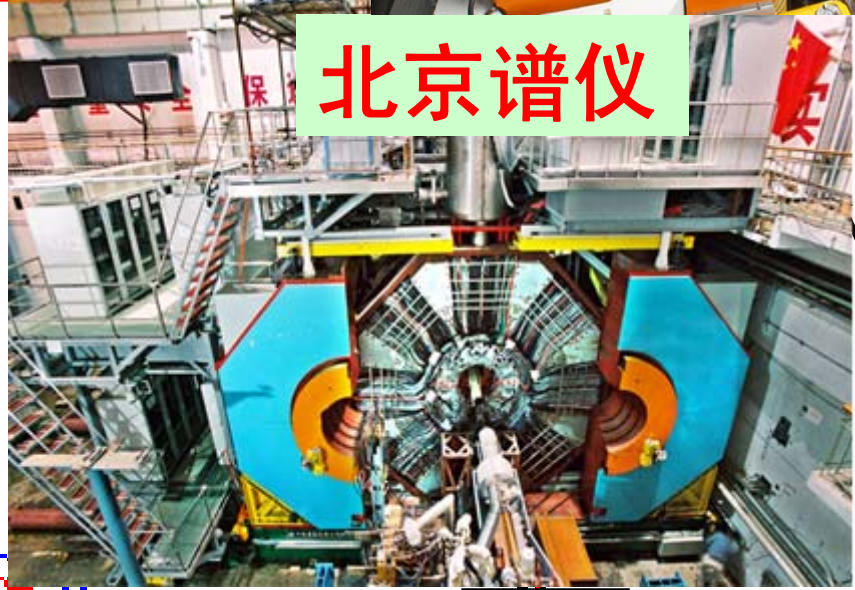
12#实验大厅



RF SR RF



储存环



北京谱仪

v区

e^+

e^-

SR 大厅



BEPCII光源

模式	参数	BEPC	BEPCII
专用模式	能量	2.2 GeV	2.5 GeV
	流强	120 mA	250 mA
兼用模式	能量	1.8 GeV	1.89 GeV
	流强	40 mA	910 mA

BSRF 用户基本概况

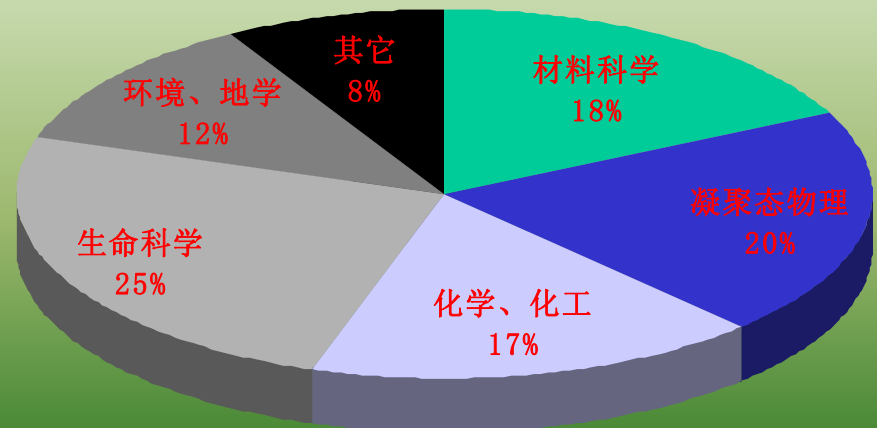
BSRF自1990年对外开放以来，已形成了一支高水平的用户队伍，学科涉及凝聚态物理、材料科学、化学化工、环境科学、生命科学、医学、剂量学、微电子技术、地质资源和考古等领域。用户来自高校，中科院、部委的研究机构等100多个研究单位。

Map of China

Locations of provinces, autonomous regions and municipalities.



用户地域分布



用户的科学领域

2008 / 12 / 25 — 2009 / 1 / 20

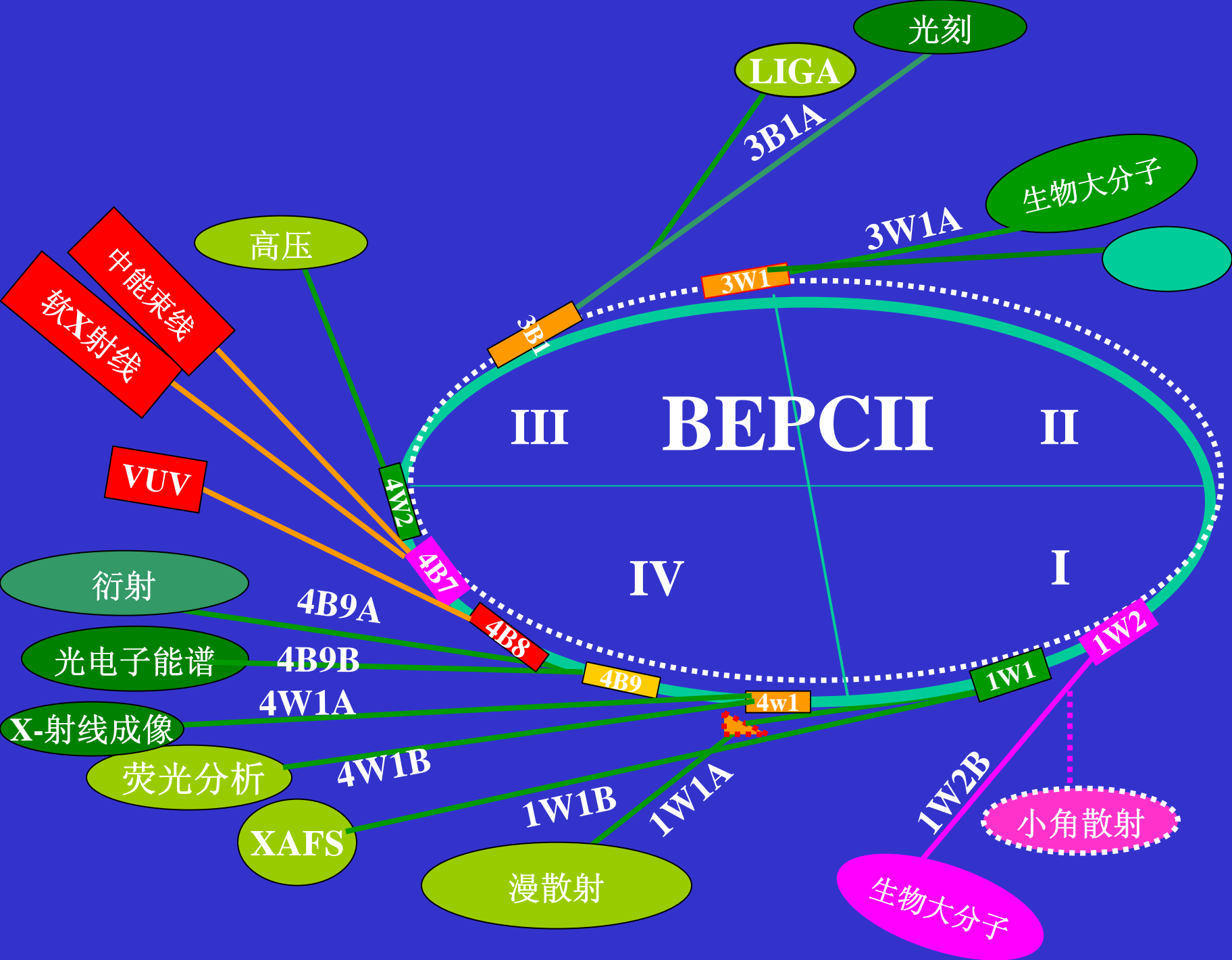
204 个课题

用户来自 88 个研究机构:

中国科学院 28 个研究所

国家教委 44 所高校

各部委的 16 个研究机构



2008/12/25 -----2009/01/15

光束线		实 验 站	用光课题数
1W1A		X射线漫散射	14
1W1B		X A F S	25
1W2A		X射线小角散射	19
1W2B		蛋白质晶体学	16
3B1	3B1A	LIGA	4
	3B1B	X射线光刻	0
3W1A		蛋白质晶体学	14
3W1B		软X射线光学	6
4W1A		X射线成像和形貌学	19
4W1B		X射线荧光分析	16
4W2		高压	16
4B7A		中能X射线	14
4B8		VUV (真空紫外)	10
4B9A		X射线衍射	19
4B9B		光电子能谱	12
合计			204

生命科学实验平台

多种SR技术应用用于蛋白质结构分析，
建立一个以MAD方法为主干，能够
从质量较佳的蛋白质晶体到浓度较低
的蛋白质溶液在不同精度上得到结构
信息的实验平台

PX、XAFS、SAXS、CD、XFL

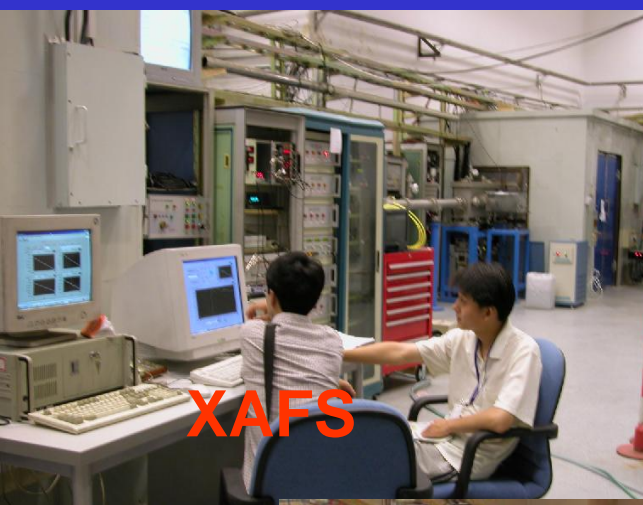


3W1

蛋白质 晶体学



1W2



XAFS

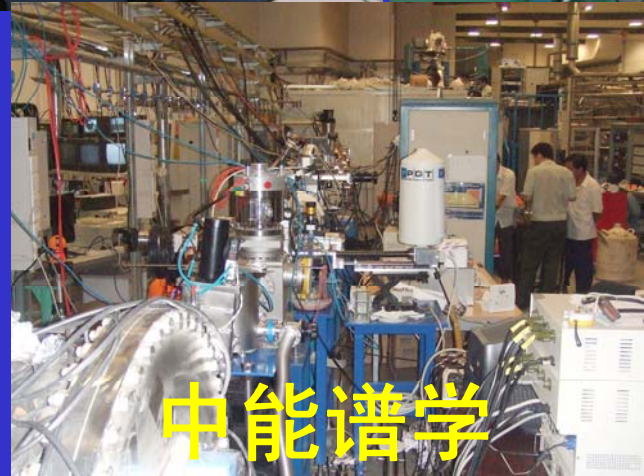


SAXS

2007/07/10



VUV



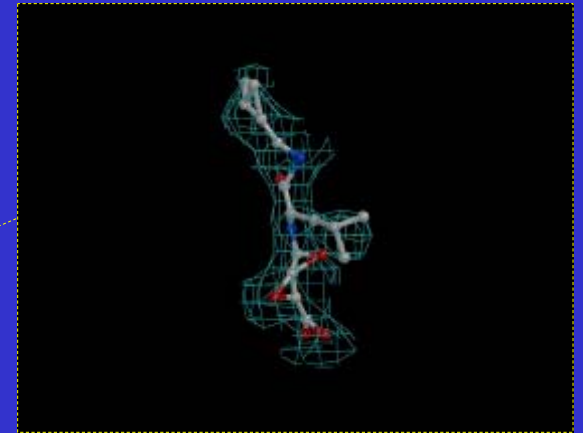
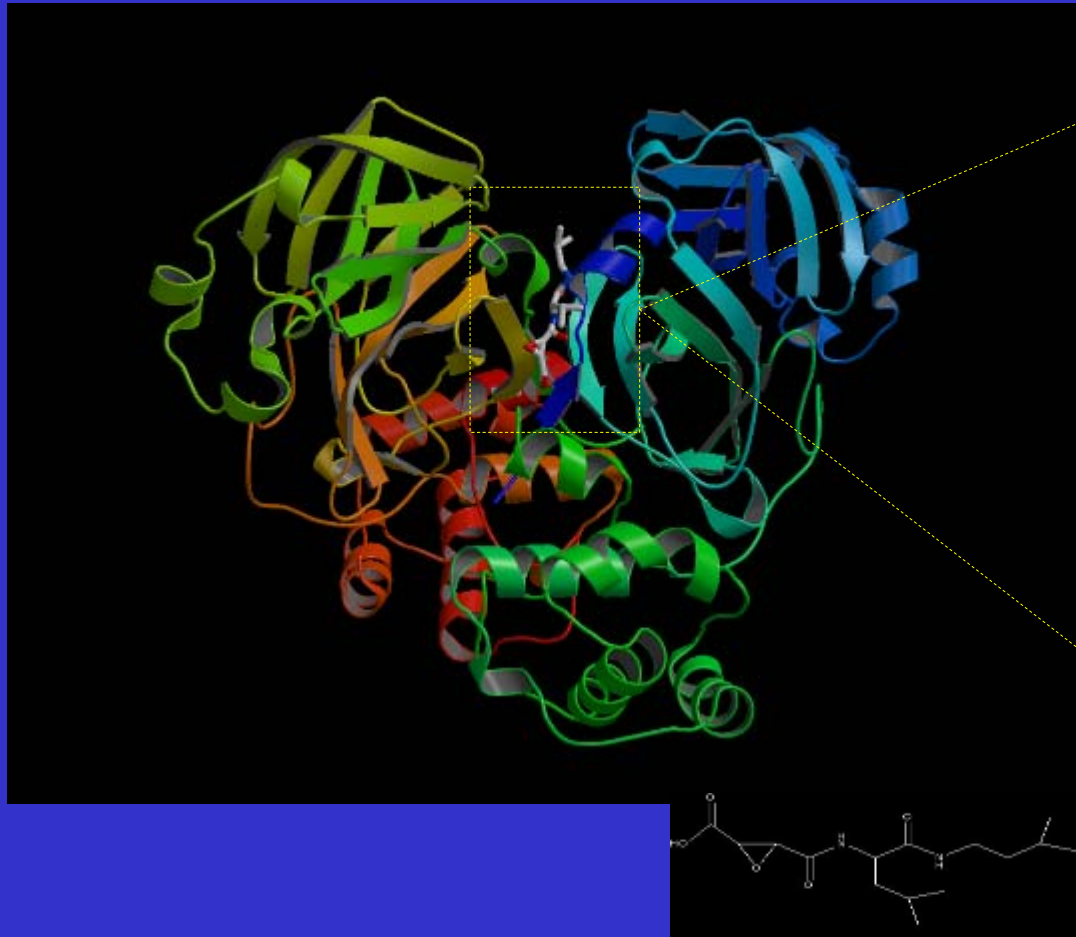
中能谱学



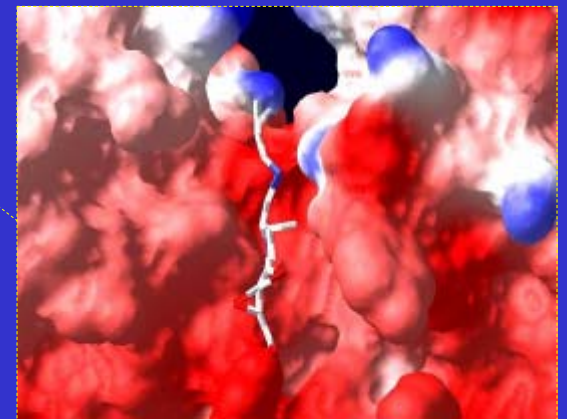
X荧光

捕捉了萨达姆在伊拉克上空发射核弹的画面。 CCTV 伊拉克南线

SARS病毒主蛋白酶 (SARS-CoV M^{pro}) 晶体结构



抑制剂电子密度



抑制剂在酶表面的
结合情况

SARS-CoV M^{pro}与抑制剂复合物

18 March 2004

International weekly journal of science

nature

www.naturejpn.com

Power plant

Structure of a spinach light-harvester

Ancient climate

Recipe for a snowball Earth

The science of dieting

Hungry for facts

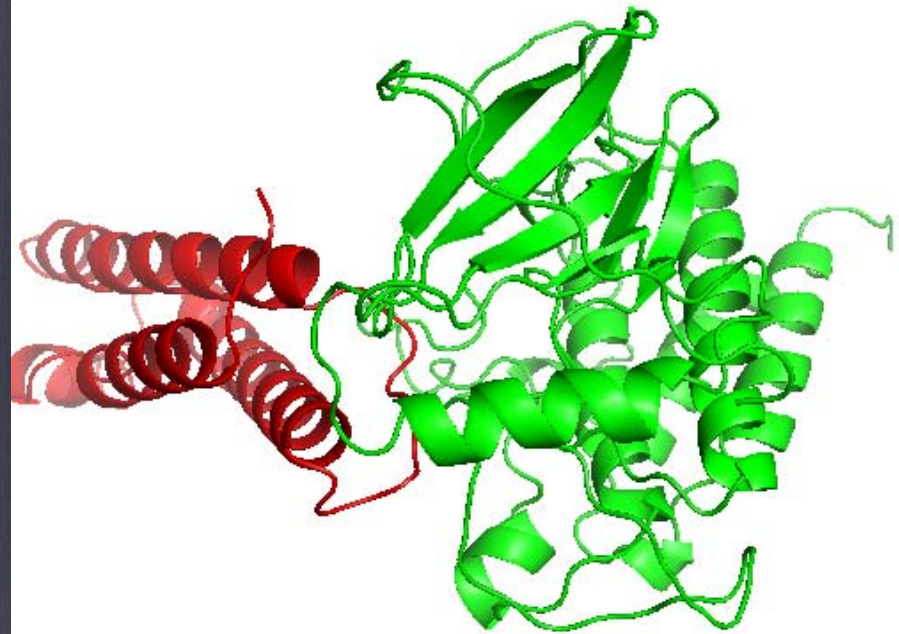
Prion infectivity

Testing the protein-only hypothesis

naturejobs anticancer drugs



AvrPto-Pto是第一个细菌效应蛋白和植物对应抗性蛋白的复合物结构，提出了植物防御响应的新模型



生物物理所：常文瑞

北京生命科学研究所以：柴继杰

菠菜捕光膜蛋白3d结构 (2004)

Nature, 449, 243 - 247 (2007)

凝聚态物理

散射和衍射:

X射线漫散射 (1W1A)

X射线衍射 (4B9A)

高压衍射 (4W2)

小角散射 (1W2A)

X射线形貌 (4W1A)

谱学

- XAS (X-ray Absorption Structure)

软X射线 (4B9B)、中能 (4B7A)、硬X射线 (1W1B)

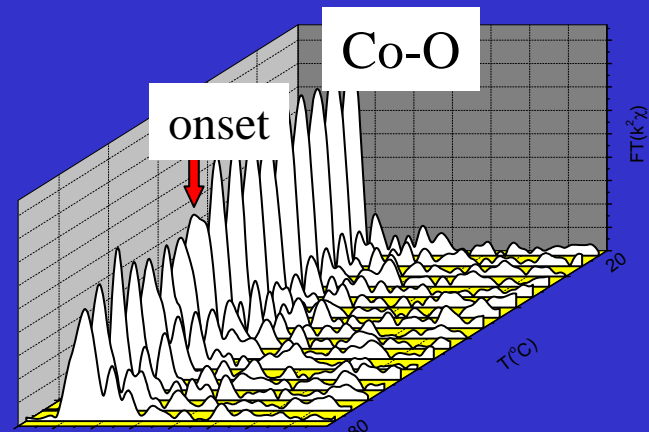
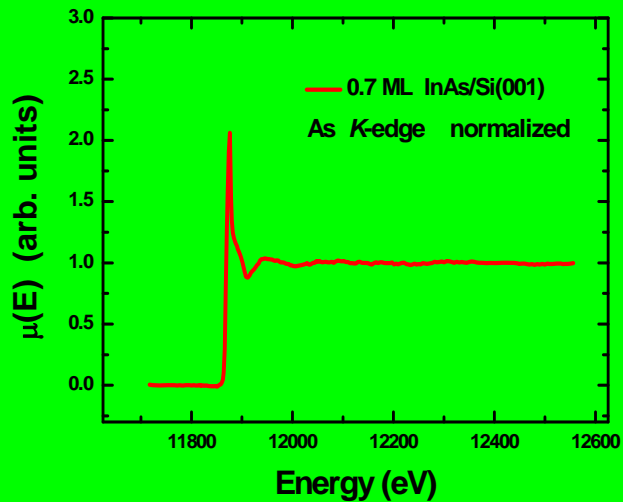
- X射线荧光分析 (4W1B)

- VUV — 荧光光谱、圆二色 (4B8)

120—360nm

- 光电子能谱 (4B9B)

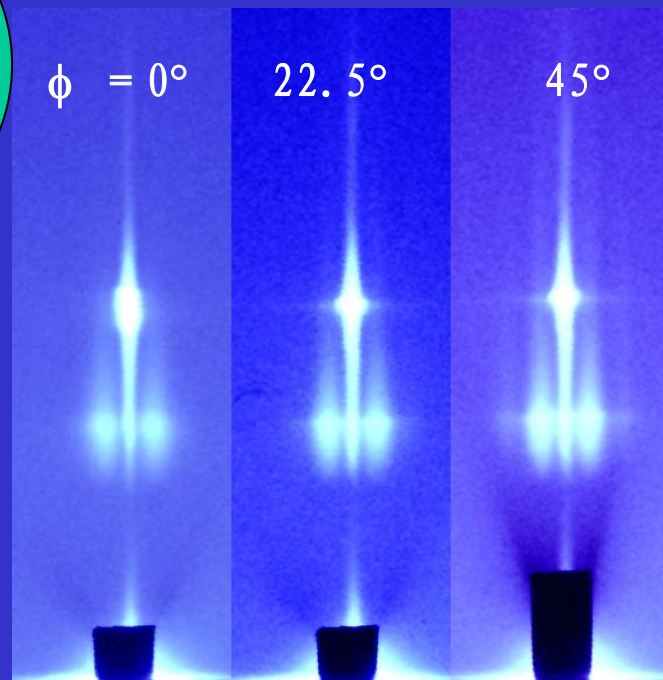
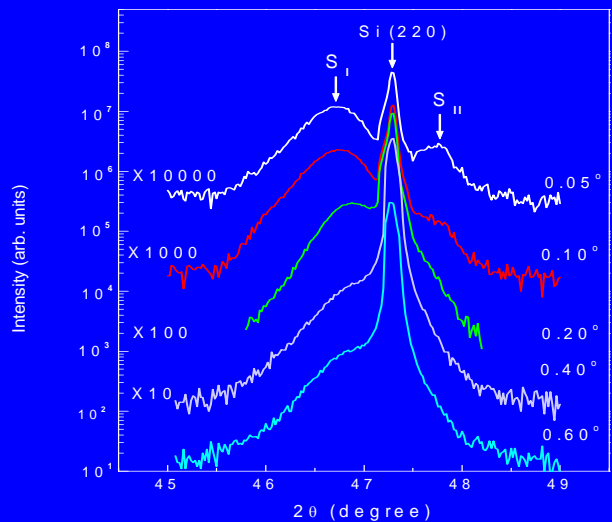
- 软X射线谱学



QXAFS应用于磷酸钴铝分子筛的水热合成的原位测试

掠入射XAFS

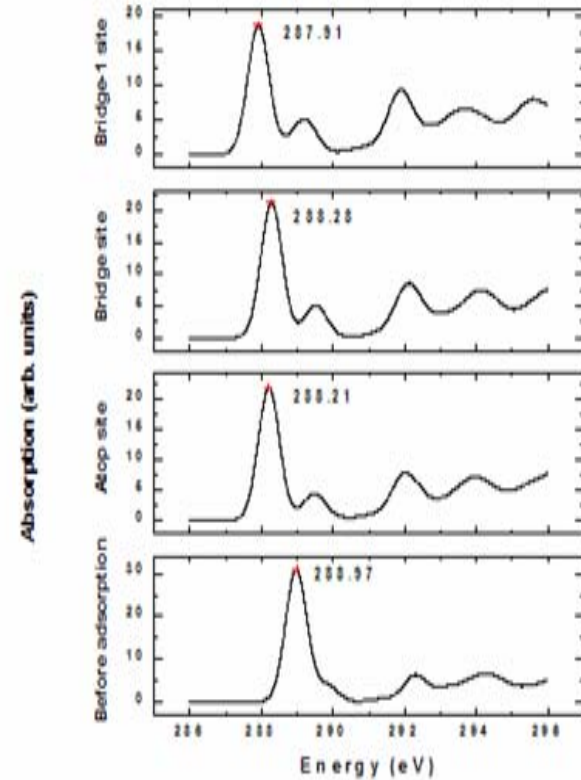
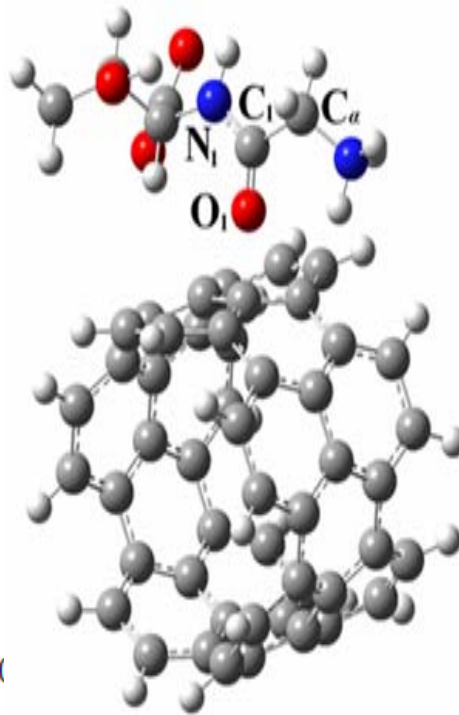
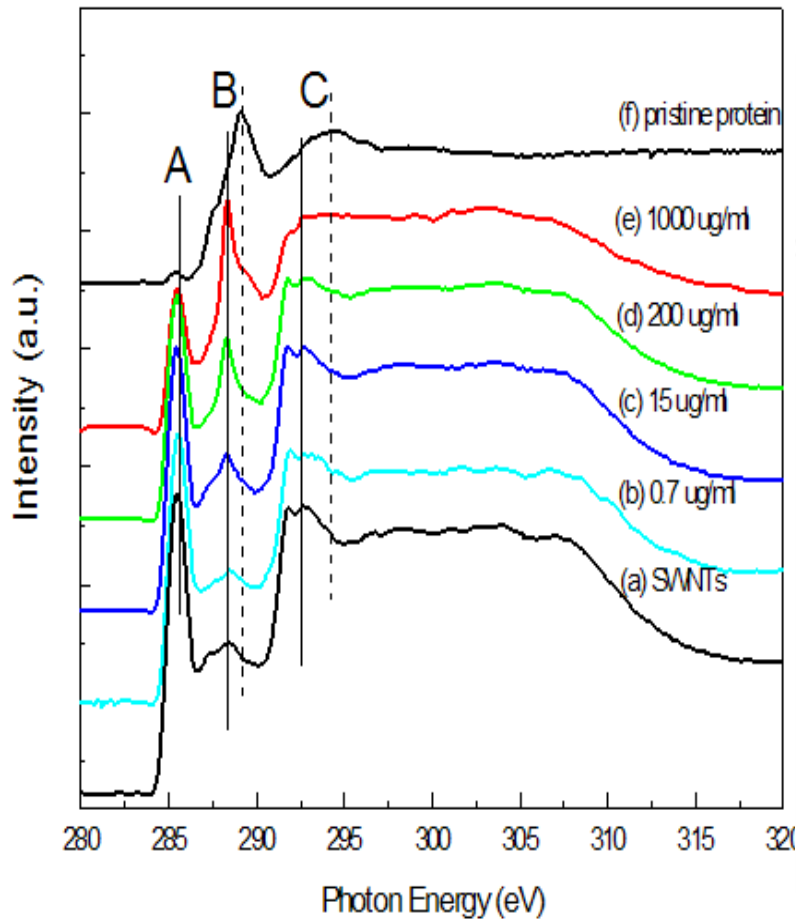
实验技术发展



自组织生长量子点的掠入射衍射

GeSi量子点的掠入射小角散射

蛋白质在碳纳米管上的吸附

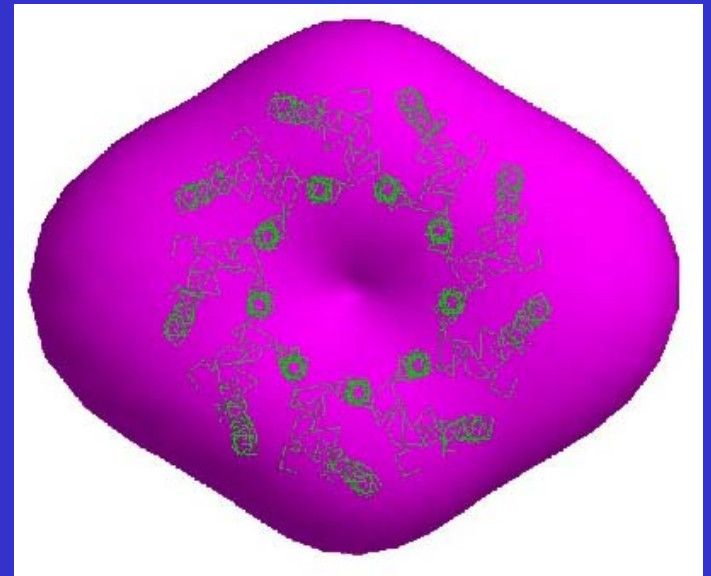
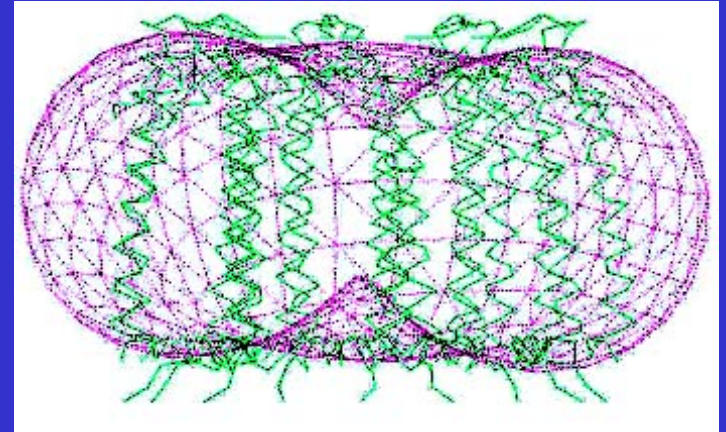
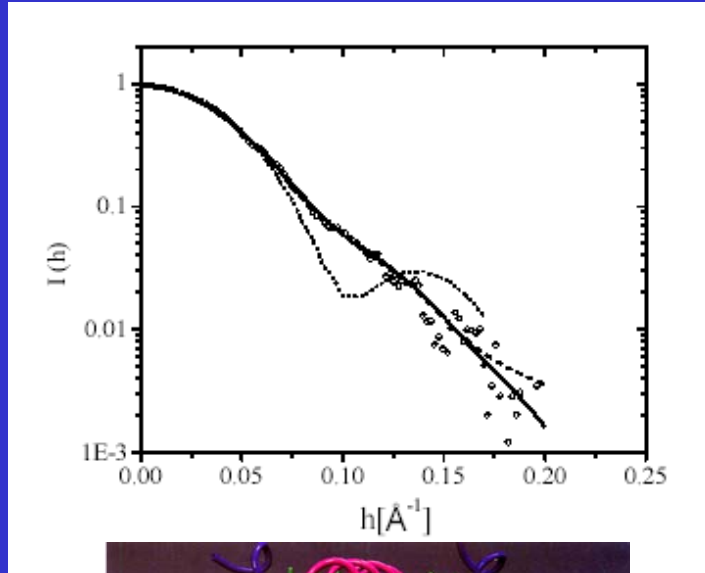


生物分子与纳米材料界面间的相互作用是传统实验手段难以解决的问题，实验证明了X射线谱学手段在这方面的优势。



新建的小角散射线站07年6月对用户开放

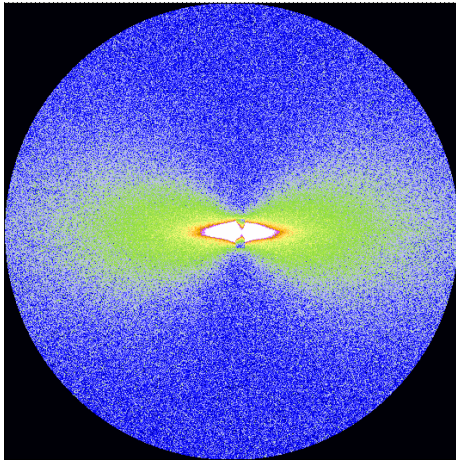
◆ 小角散射 细菌光合天线蛋白LH2在溶液中形状



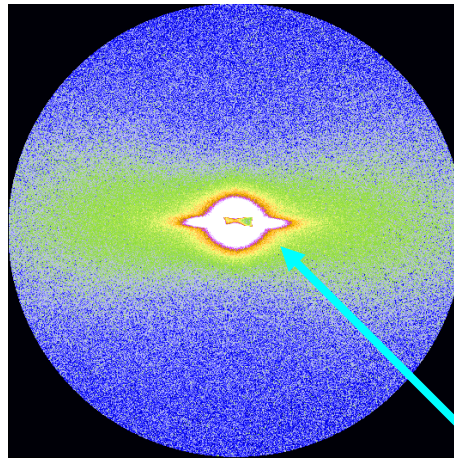
小角X射线散射所确定的LH2蛋白质的溶液态结构

同步辐射与普通转靶SAXS表征纤维缺陷的差别

高能物理研究所同步辐射SAXS散射图

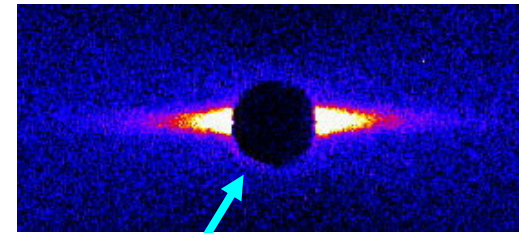


日本东丽T-700碳纤维



国产碳纤维

日本理学SAXS散射图



同型国产碳纤维

普通转靶SAXS散射图中
长尺度结构信息的丢失

同步辐射SAXS优点突出：

- 高准直性
可分辨最小角度 ($0.07^\circ \ll$ 普通转靶SAXS: 0.154°)：揭示全方位结构信息
- 高通量
极短的测量时间（仅为普通转靶SAXS的千分之一）：动态、原位表征成为可能

光电子能谱实验采谱模式

角分辨实验模式:

ARPES

角积分光电子能谱:

PES

共振发射光电子能谱:

RPES

全电子产额吸收谱:

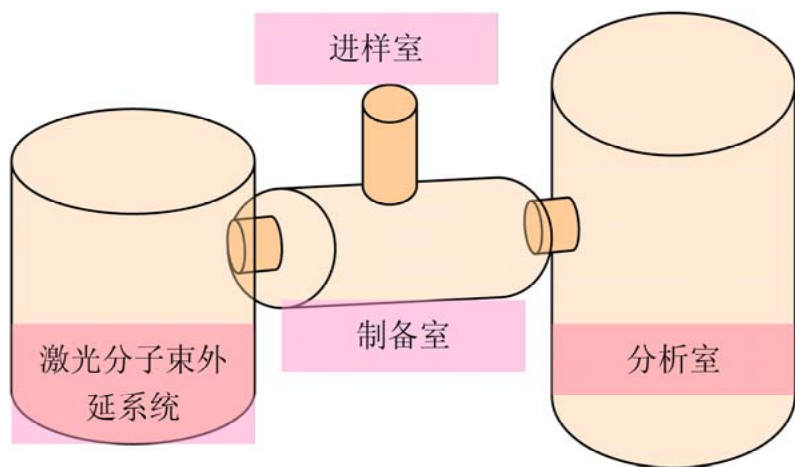
XAS

恒定终态谱:

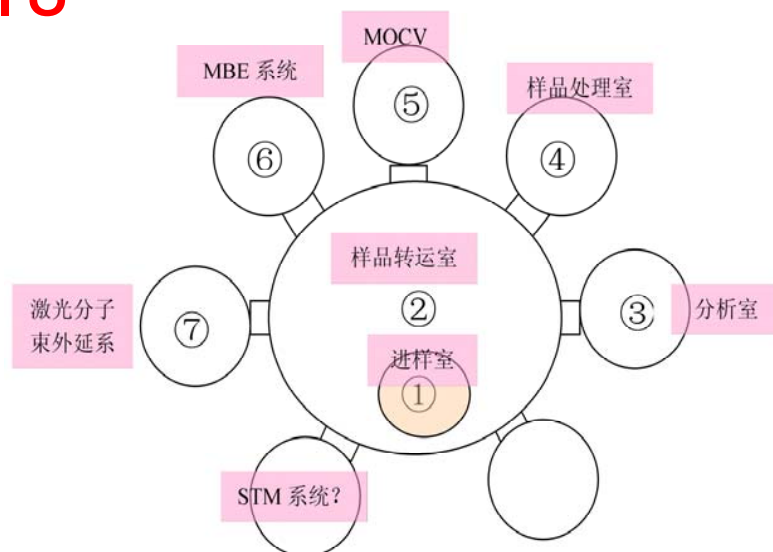
CFS

恒定初态谱:

CIS



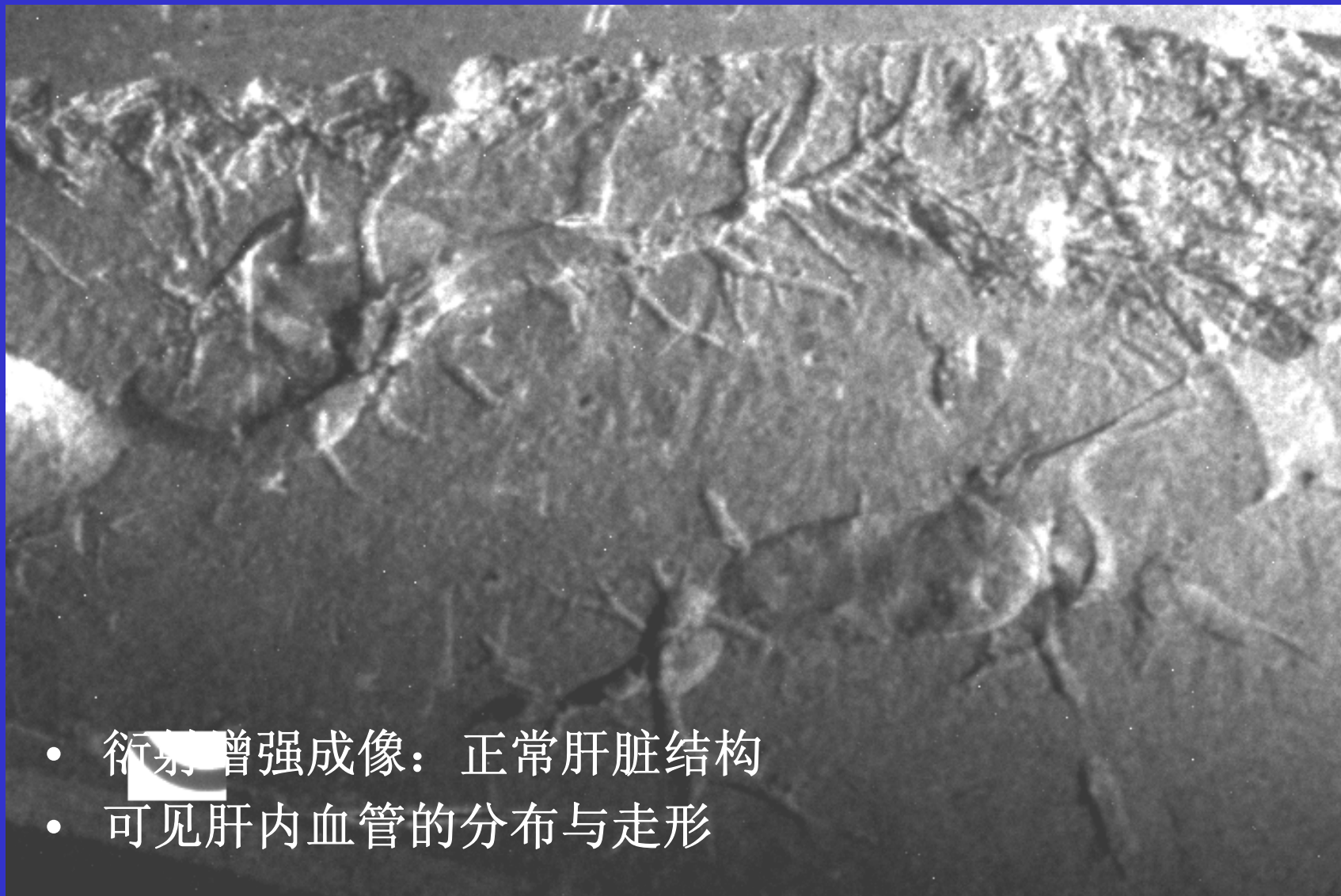
目前实验站示意图



升级后实验站示意图

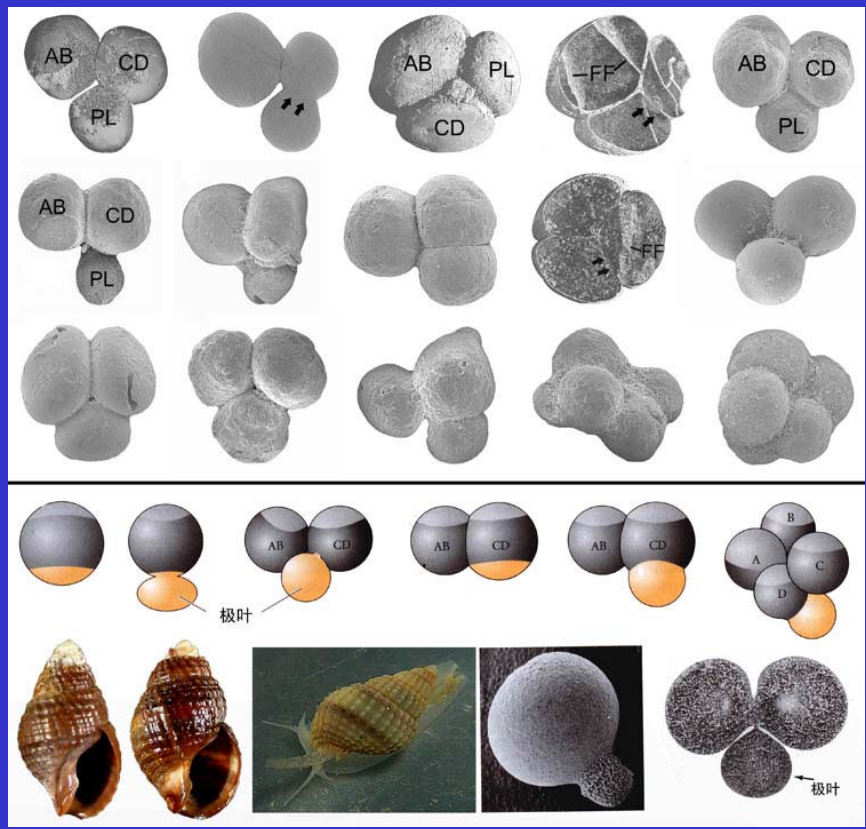
X射线成像

相位衬度成像



- 衍射增强成像：正常肝脏结构
- 可见肝内血管的分布与走形

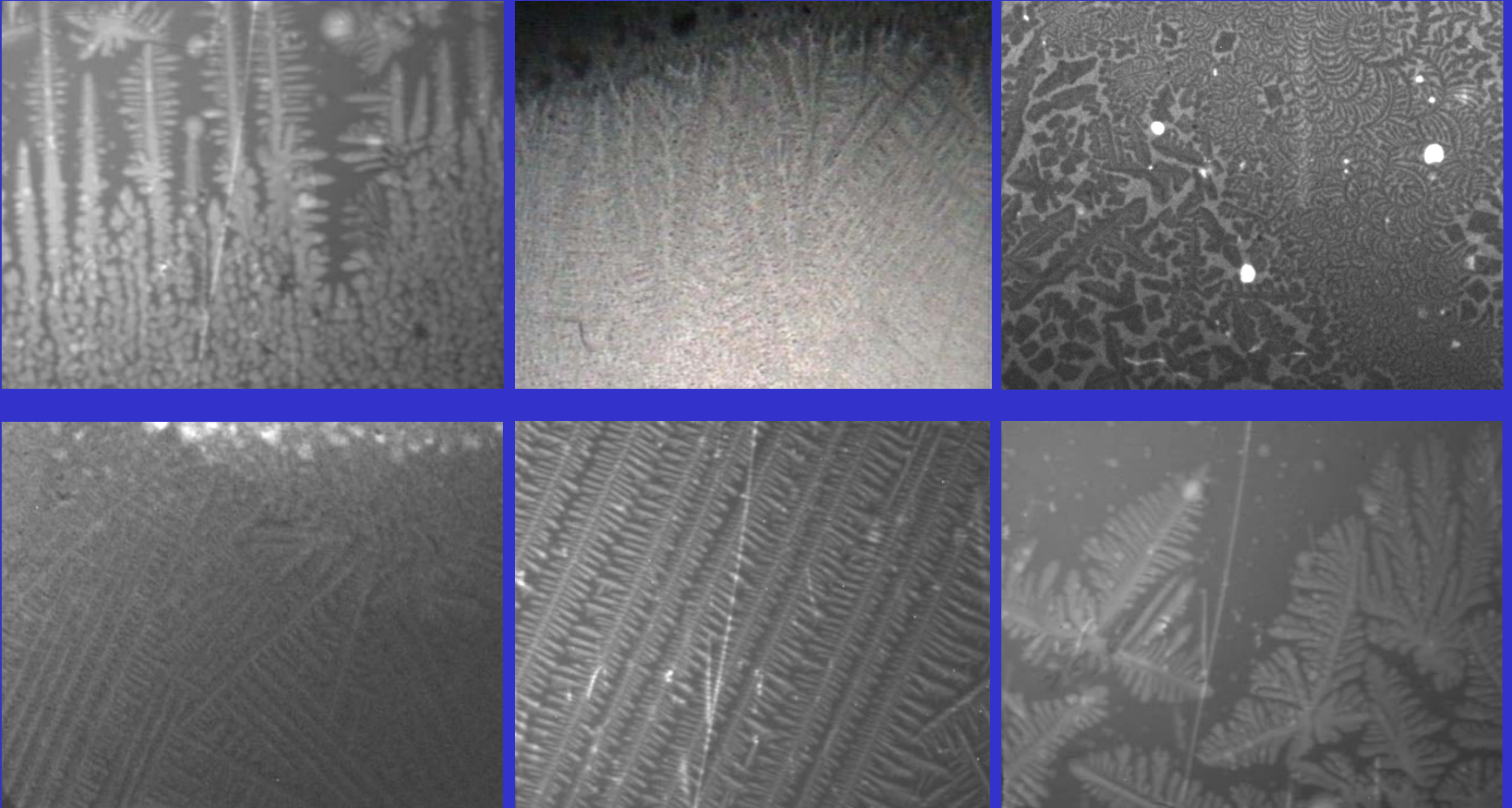
同步辐射相衬成像方法在古生物化石研究中得到了应用



对贵州瓮安前寒武纪具极叶结构的磷酸盐岩化胚胎化石三维无损研究，成功获得了古化石样品细小的（0.1~0.7mm）内部空间的高分辨结构

Science, 32, 1644 (2006)

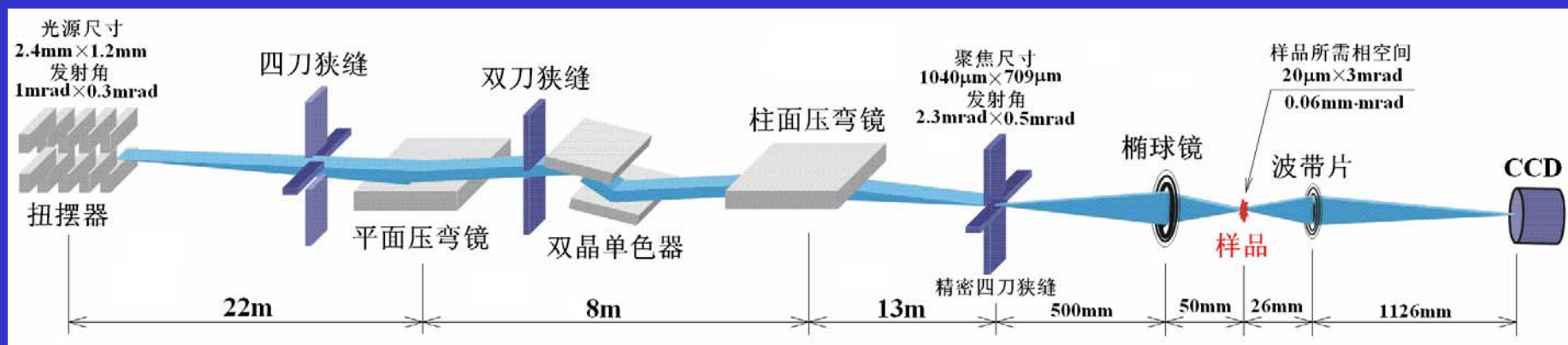
衍射增强成像动态研究合金结晶过程



锡-铋合金的各种结晶花样

纳米成像

空间分辨率达到30纳米、集成多种成像功能、可无损、高分辨观察生物、医学和材料等样品的硬 X射线纳米分辨三维成像装置。



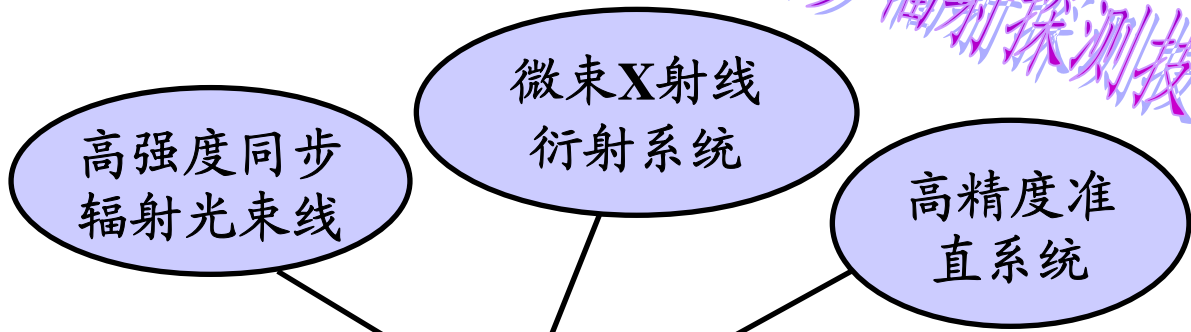
高温高压技术平台

高压X射线衍射为主干，

其它方面： XAFS 、 SAXS、生物

极端条件

同步辐射探测技术



静高压装置
DAC

红宝石测压

DAC样品
操作设备

P
100GPa

同步辐射
高温高压
实验平台

T
300 -
3000K

激光加热

电阻丝加热

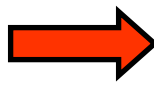
晶体结构
相变

P-T相图

P-V-T
状态方程

高温高压
熔融曲线

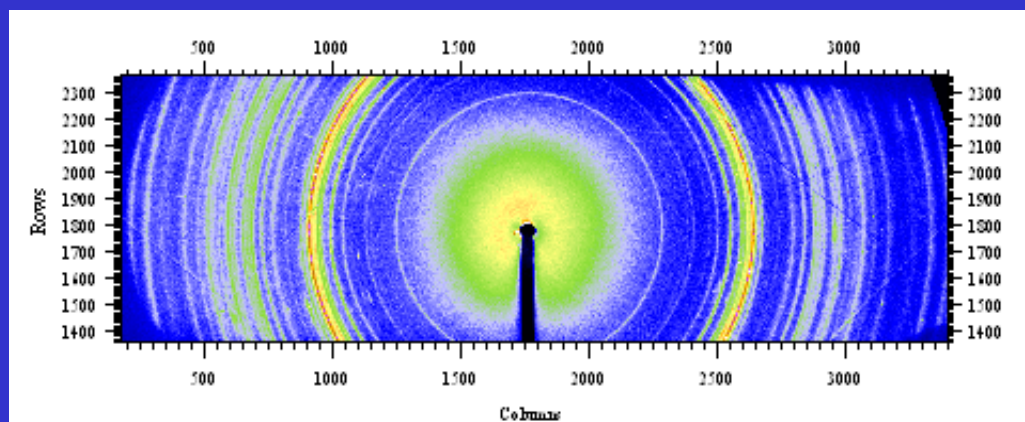
微区衍射



地球科学
材料科学
物理化学
国防建设

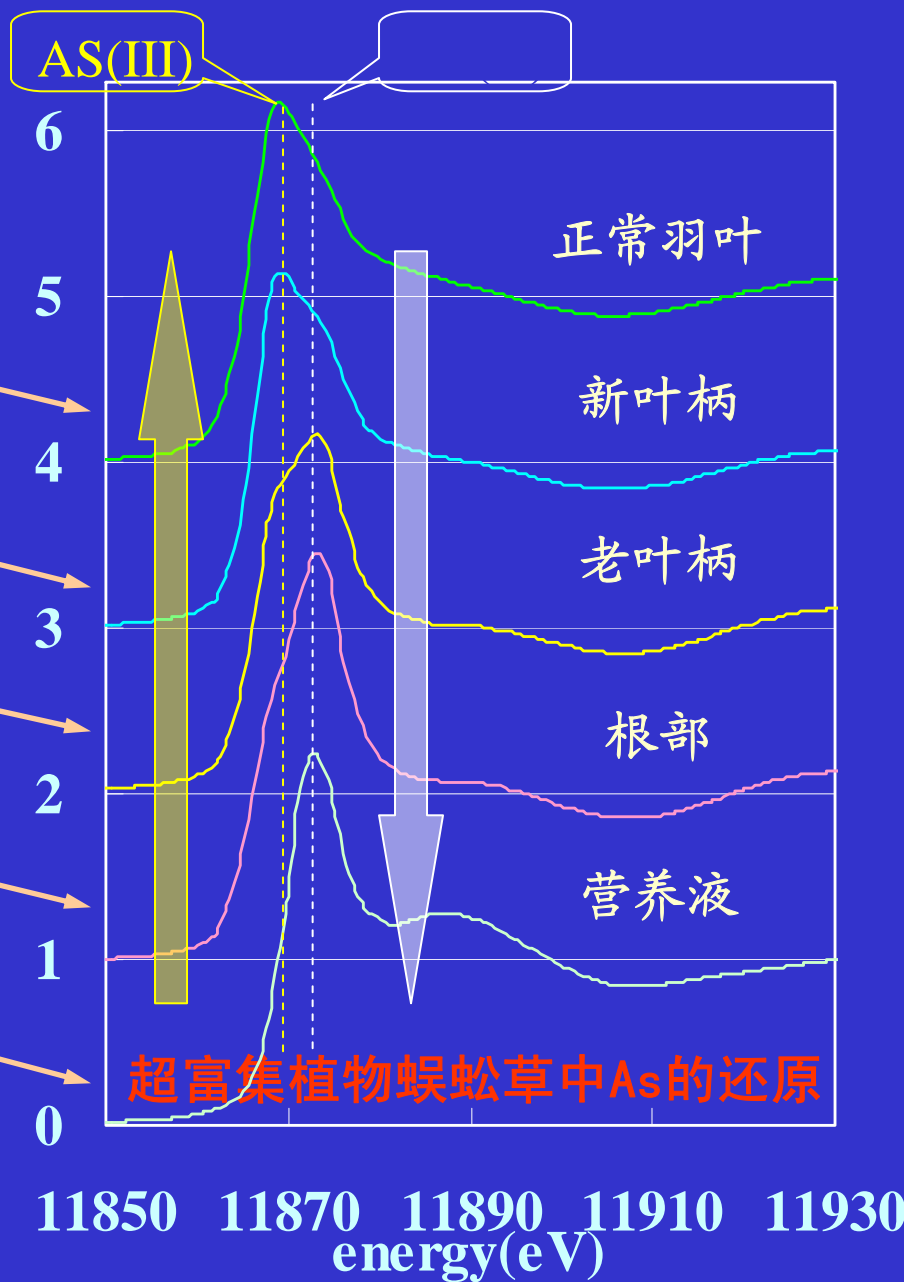
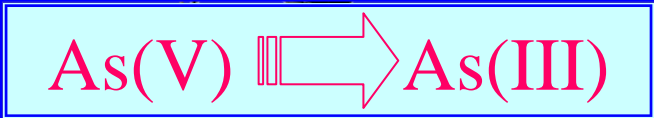
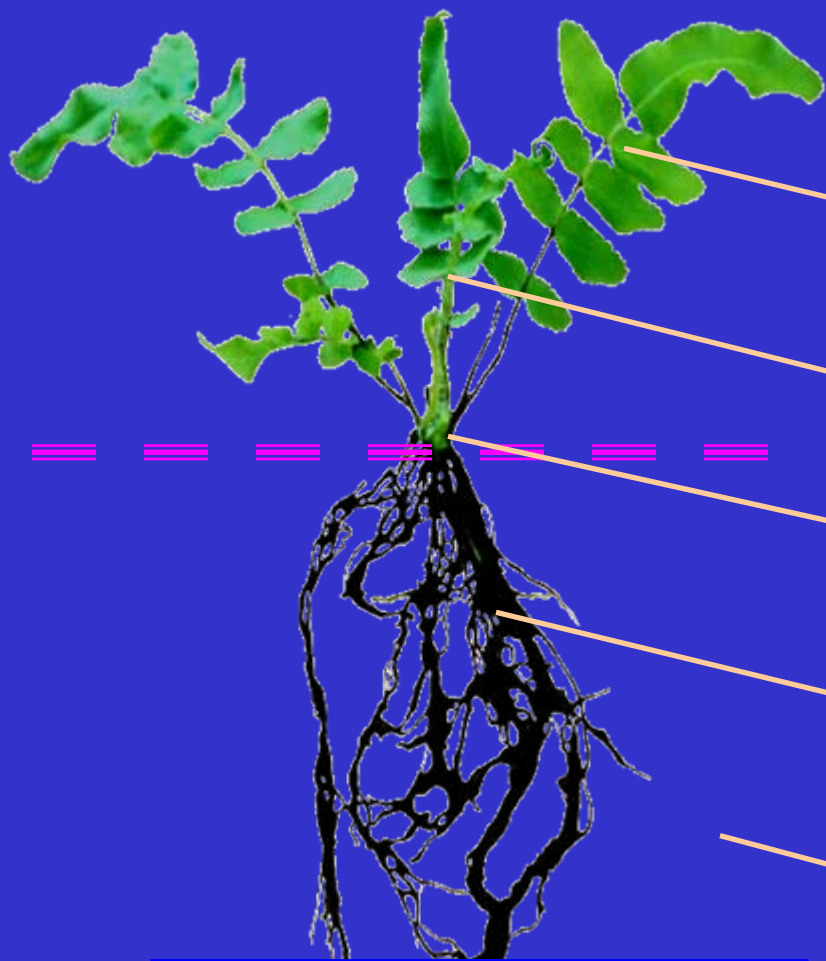
高压实验技术的新进展

- 常温下开展100 GPa压力以上的晶体结构和高压物性原位测试的能力；
- 50 GPa压力同时2500K温度以上的极端条件下，开展晶体结构和高压物性原位测试的能力

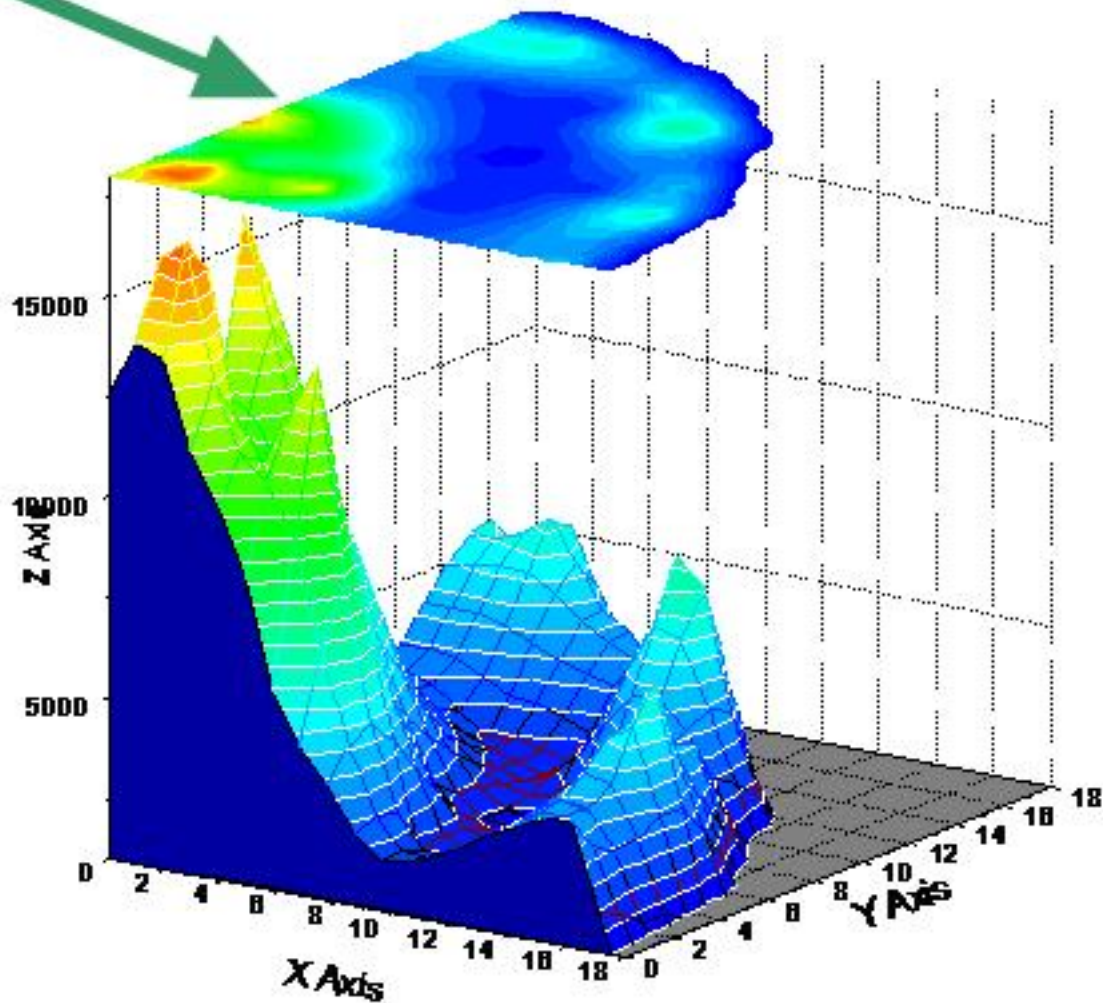
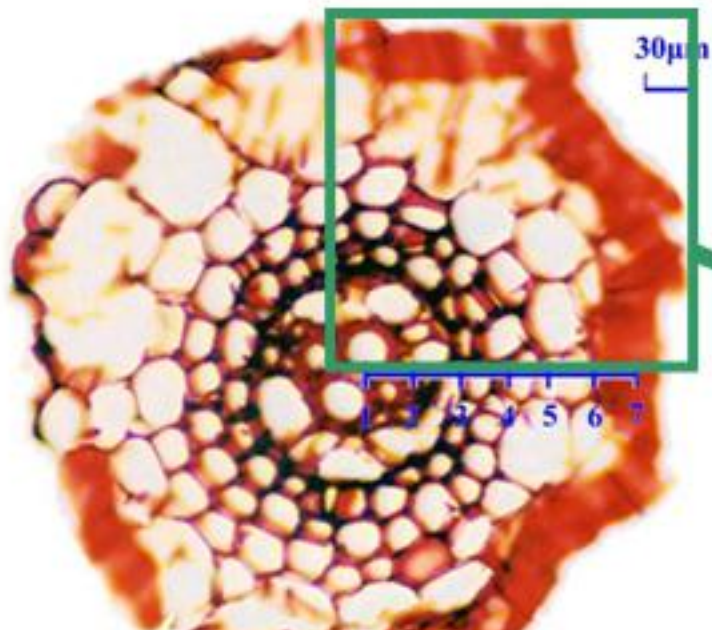


1000K加温后62 GPa压力下的衍射图像

环境科学

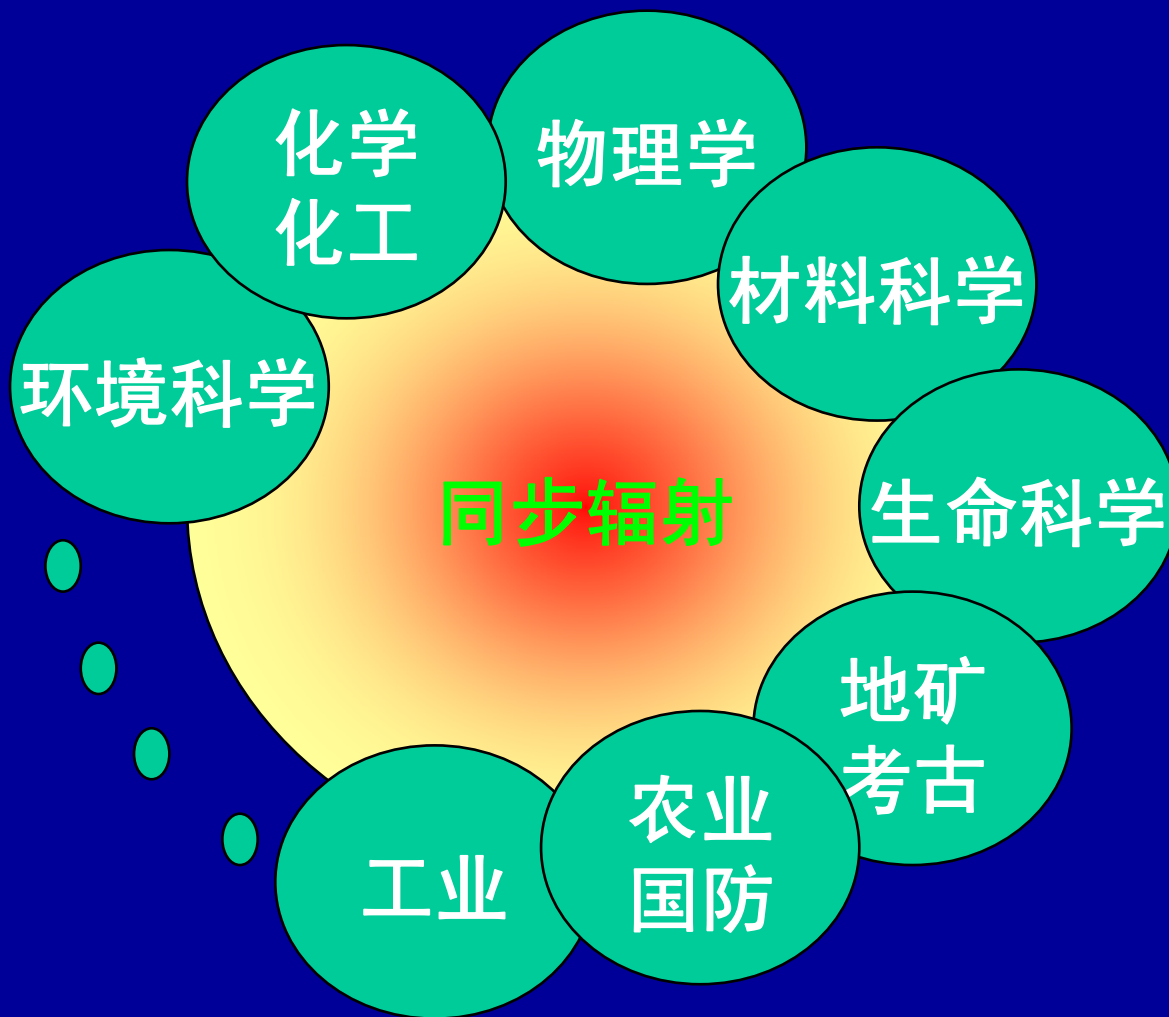


• 微束X射线荧光分析



蜈蚣草

同步辐射是一个用户装置



同步辐射是一个不同学科互相交融
的理想场所

同步辐射是众多学科共同应用的科
学平台

欢迎各位来BSRF开展研究工作

WWW.IHEP.AC.CN



謝

謝!