

核探测与核电子学国家重点实验室

一维丝室探测器在同步辐射 束流上的衍射测量

报告人：刘梅

报告内容

- 一维丝室探测器介绍
- 同步辐射实验测量装置
- 衍射数据处理
- 探测器改进及实验优化
- 下一步计划

一维丝室探测器-Single Wire Chamber

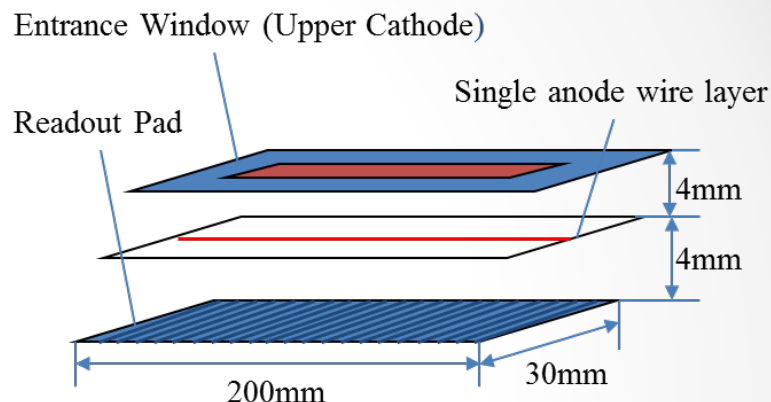
研究目标:

可用于同步辐射衍射实验的一维位置灵敏计数器。

单事例触发, 快速获取

高计数率 600kHz~1MHz

高位置分辨 $\sim 300\mu\text{m}$ (FWHM)



探测器结构示意图

主要参量:

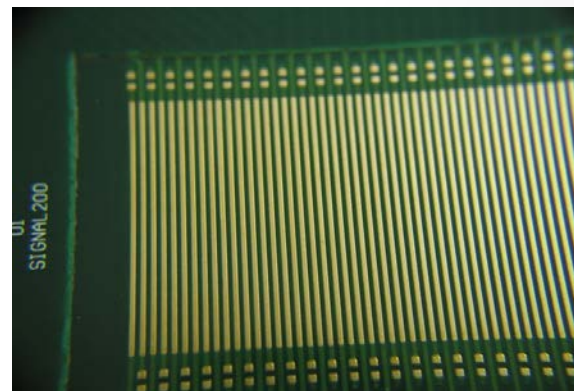
灵敏体积: $200\text{mm} \times 30\text{mm} \times 8\text{mm}$

工作气体: Ar: CO₂=70:30

工作高压: 1800~1900V

阳极丝: 镀金钨丝, $15\mu\text{m}$

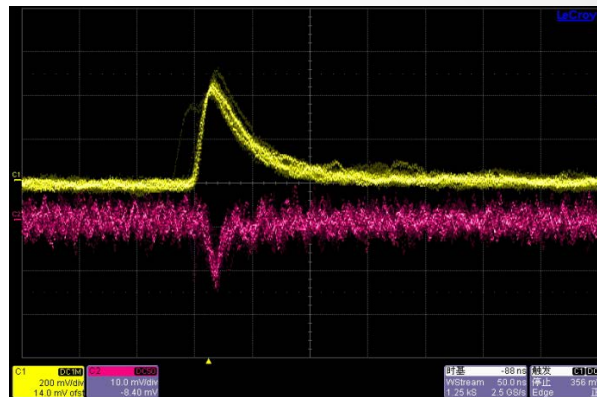
读出条: $30\text{mm} \times 0.5\text{mm}$, 200路读出



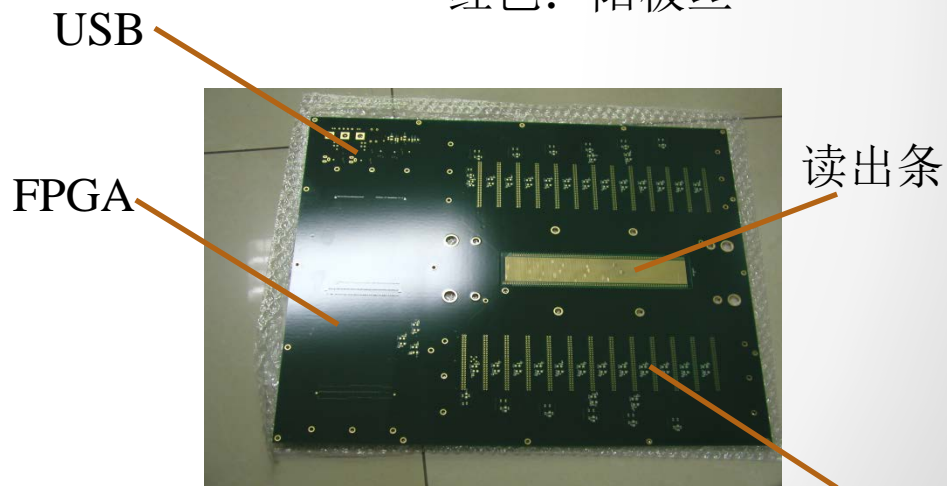
PCB板读出条放大图

一维丝室探测器电子学

- 电子学读出系统：
 - 前放+甄别
 - 数据处理（FPGA）
 - USB读出模块
- 阳极丝信号作为单事例触发信号
- 阴极丝信号非常小（电流信号，峰值约 $2\mu\text{A}$ ），采取措施方法
 - 结构设计：
 - 无长距离信号传输电缆
 - 阴极丝在读出PCB主板上
 - 丝信号到前放的PCB板内连接

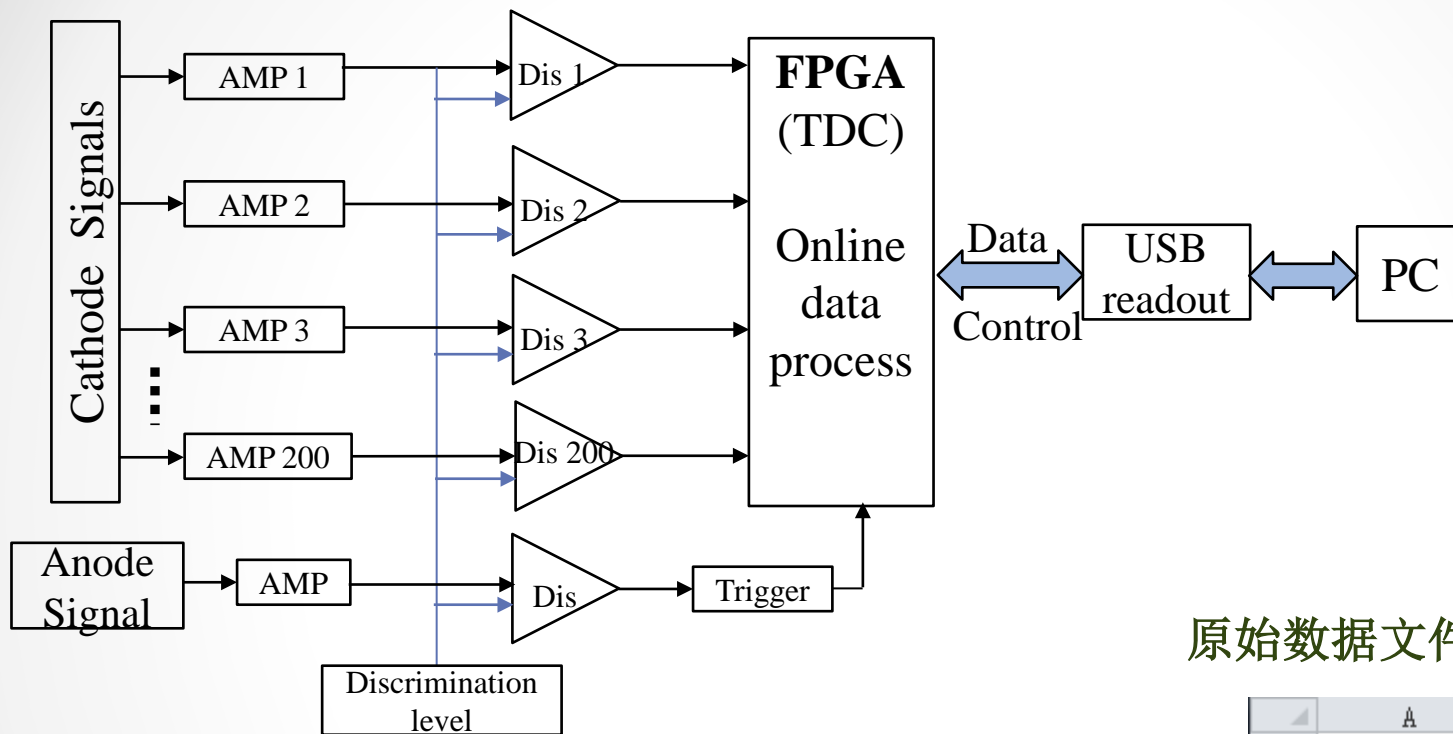


读出信号 黄色：读出条
红色：阳极丝



PCB读出板

探测器信号读出方法



原始数据文件结构:

	A	B
1	Position	Counts
2	0.000000	0
3	0.015625	1
4	0.031250	0
5	0.046875	0
6	0.062500	1
7	0.078125	0
8	0.093750	0
9	0.109375	0
10	0.125000	0

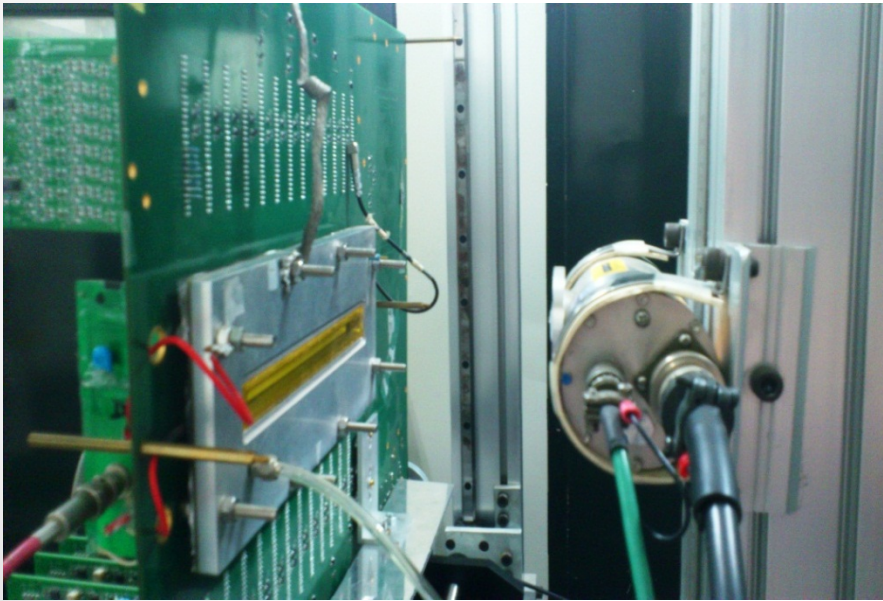
- 201路信号读出，阳极丝作触发；
- 信号经放大甄别后，信号宽度与电荷量成正比；
- TDC将信号宽度转变为数字信号；
- FPGA在线数据处理，重心法拟合单次事例位置；
- 原始数据文件由位置和计数构成，USB模块输出。

探测器位置分辨率测量

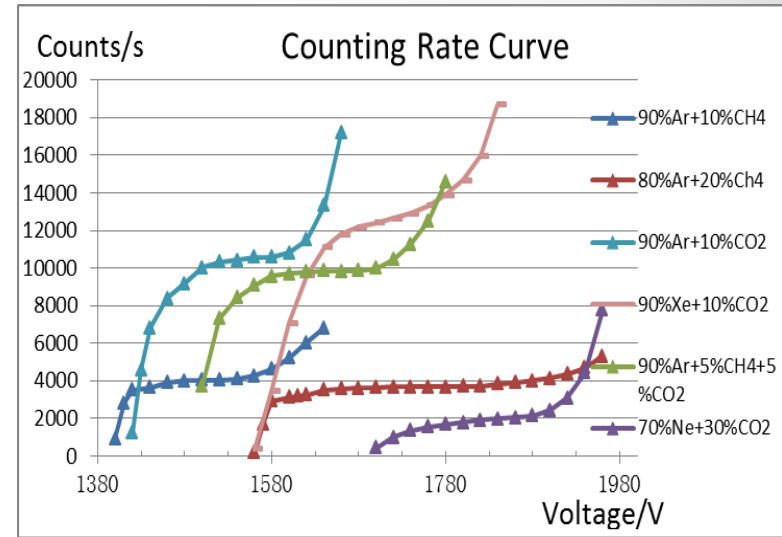
- 单丝室工作气体90%Ar+10%CO₂,
X光机12kV, 0.5mA, 电压为1520V
时, 测得最佳位置分辨为:

$$\sigma = 138\mu\text{m}$$

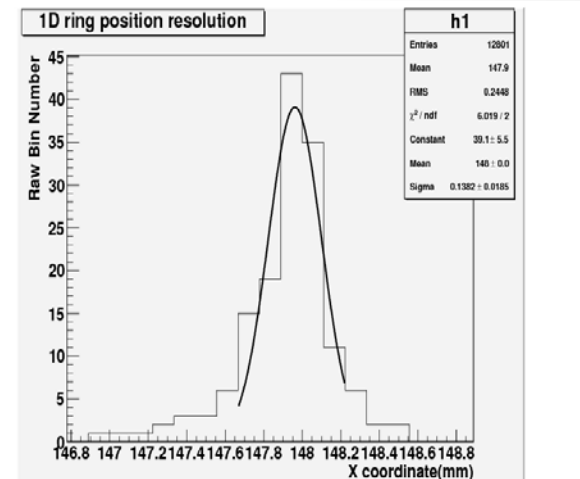
$$\text{FWHM} = 2.354\sigma = 325\mu\text{m}$$



实验测量装置: X光机、狭缝、探测器、读出电子学



计数率坪曲线



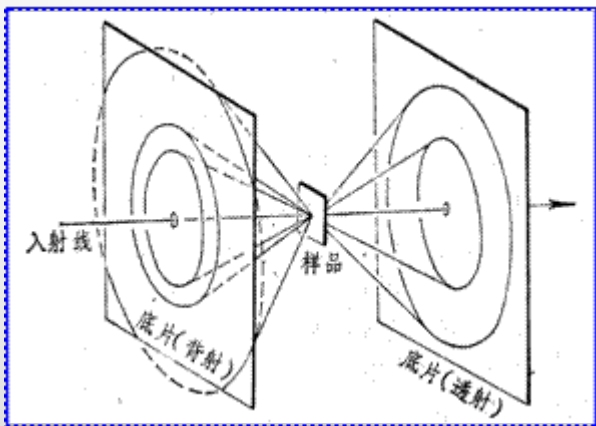
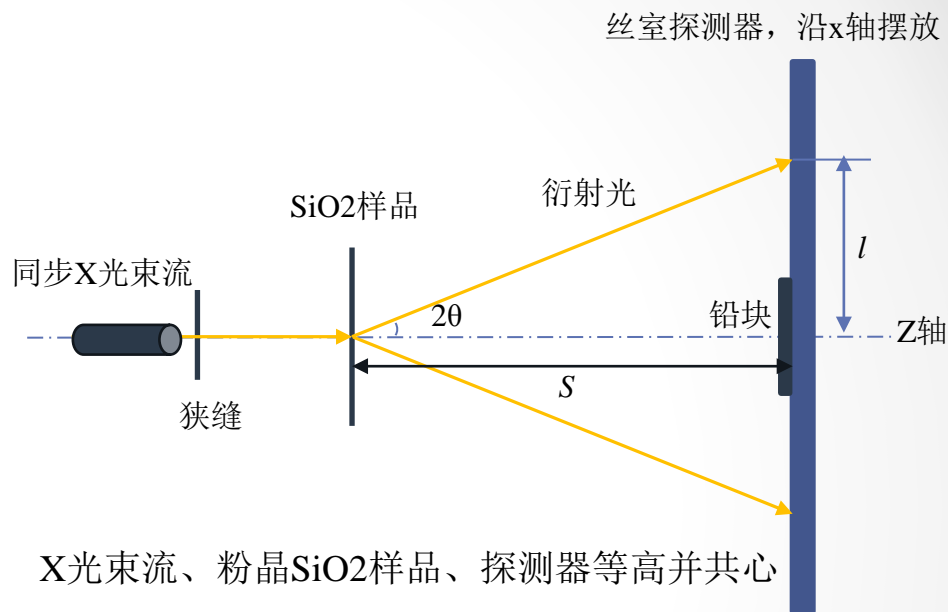
电压1520V时拟合的位置分辨率, 狭缝宽度为20 μm

同步辐射X射线衍射测量

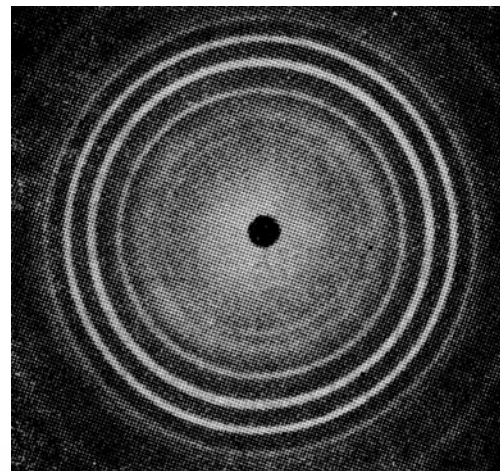
- 实验测量原理同平板照相机法
x: 衍射环半径, 由探测器探测为衍射峰峰位

$$2\theta = \tan^{-1} \frac{l}{s}$$

- 选取四种能量下的单色X射线照射
- 改变样品到探测器的距离s测量
- 根据测量得到的 2θ , 由布拉格公式 $2d \sin \theta = \lambda$ 计算衍射晶面间距d

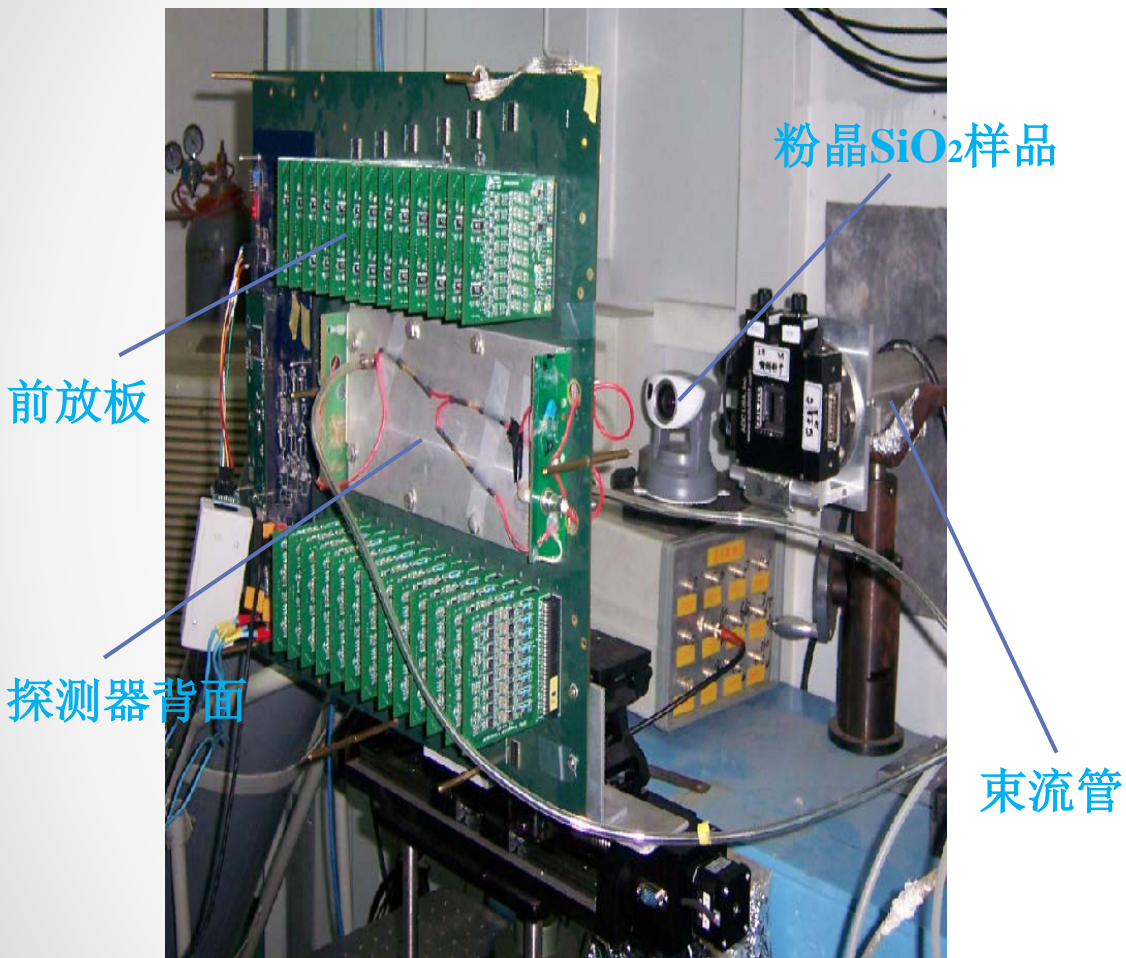


粉晶X射线衍射圆锥



X射线衍射平面记录衍射环

同步辐射实验测量装置（北京1W1B实验站）



SiO_2 样品实物图

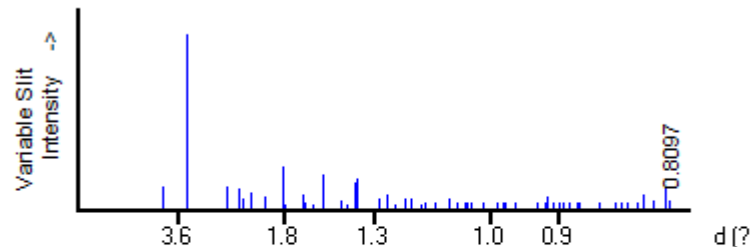
同步辐射X-ray衍射实验装置测量实物图

衍射数据处理

- 实验测量X射线能量为：12keV, 15keV, 17keV和19keV。
- 样品到探测器距离为：200.5mm, 222.5mm, 232.5mm。
- 实验所用标准SiO₂样品为pdf-2中编号为46-1045的粉晶SiO₂。
- 原始数据由ROOT画图并进行高斯拟合。
- X轴中心位由左右两个最强衍射峰的中心来确定。

ICDD pdf (powder diffraction file) -2 SiO₂标准衍射数据:

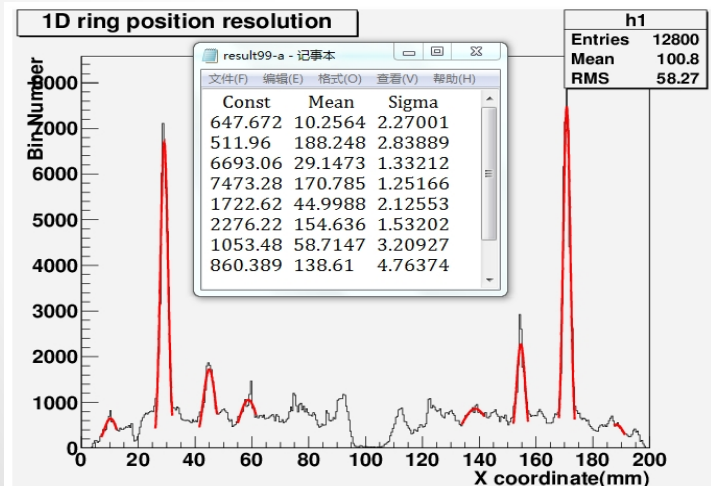
Si O2
Silicon Oxide
Ref: Kern, A., Eysel, W., Mineralogisch-Petrograph. Inst., Univ. Heidelberg, Germany, II



d(Å)	Int-v	h	k	l	d(Å)	Int-v	h	k	l	d(Å)	Int-v	h	k	l
4.2549	13	1	0	0	1.2283	3	2	2	0	.91815	<4	3	2	2
3.3434	100	1	0	1	1.1998	6	2	1	3	.91606	7	4	0	3
2.4568	12	1	1	0	1.1977	<3	2	2	1	.91517	7	4	1	1
2.2814	12	1	0	2	1.1839	6	1	1	4	.90889	<4	2	2	4
2.2361	6	1	1	1	1.1801	6	3	1	0	.90085	<4	0	0	6
2.1277	9	2	0	0	1.1529	3	3	1	1	.89718	<4	2	1	5
1.9798	7	2	0	1	1.1406	<3	2	0	4	.88891	4	3	1	4
1.8179	24	1	1	2	1.1145	<3	3	0	3	.88135	<4	1	0	6
1.8017	<2	0	0	3	1.0815	6	3	1	2	.87816	<4	4	1	2

不同波长X射线下的标准SiO₂衍射2θ角度:

d(Å)	intensity	12keV-2θ	15keV-2θ	17keV-2θ	19keV-2θ
4.2549	13	13.947	11.148	9.833	8.795
3.3434	100	17.777	14.201	12.523	11.2
2.4568	12	24.276	19.368	17.071	15.263
2.2814	12	26.174	20.873	18.394	16.444



为计算简便, 仅由右峰值来确定衍射角度。12keV对应X射线波长为1.0332Å。

衍射数据处理：不同波长的X射线

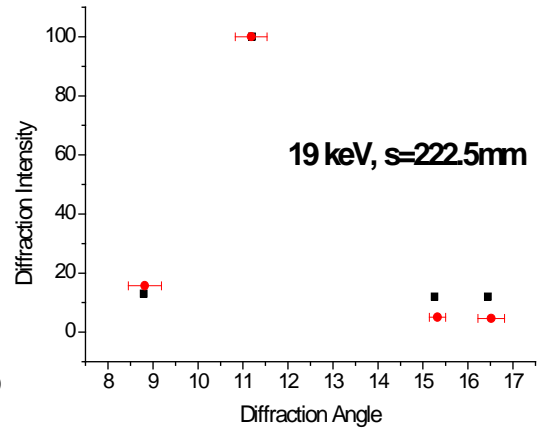
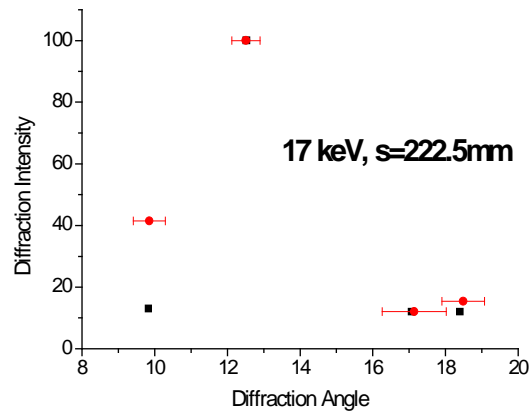
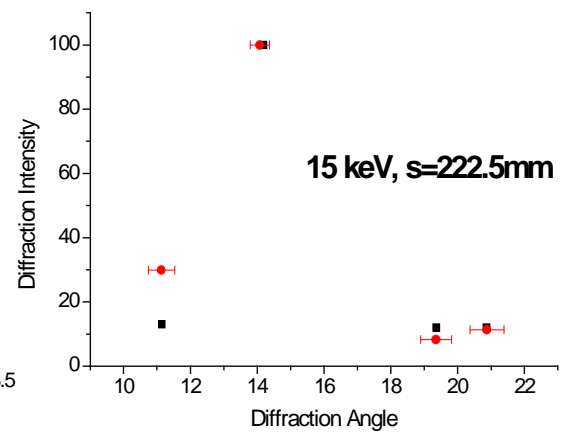
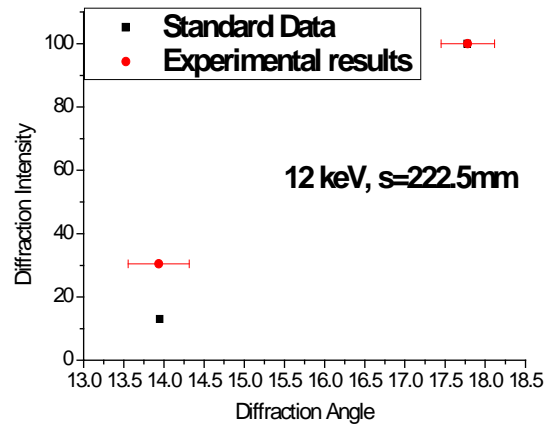
X射线能量对应波长：

E(keV)	12	15	17	19
$\lambda(\text{\AA})$	1.0332	0.8266	0.729319	0.6525

横坐标：衍射角度
纵坐标：相对衍射强度
黑点：标准数据
红点：实验数据

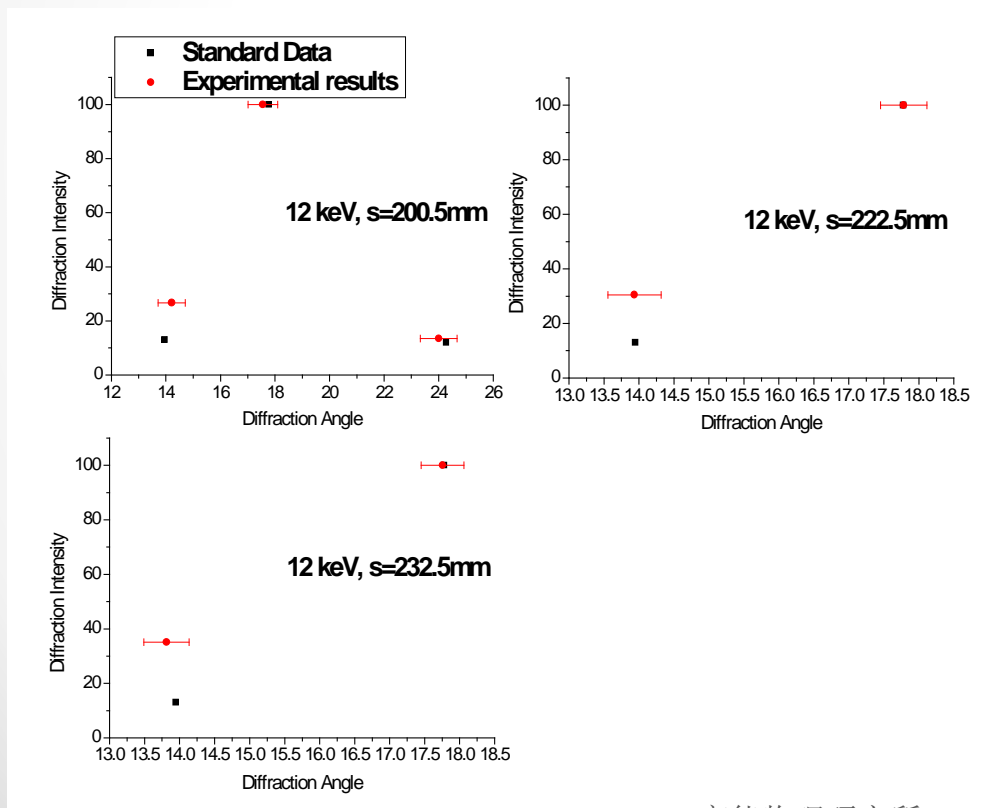
测量数据与标准数据的相对误差大多在1%以内。

- 对于样品到探测器距离固定为222.5mm，选取四种X射线能量，数据处理如下：



衍射数据处理：改变样品到探测器的距离

- 固定X射线能量为12keV，对应波长为 1.0332\AA ，改变样品到探测器的距离 s 为200.5mm，222.5mm，232.5mm（ s 由mm尺测量，测量精度在0.1mm量级）



不同距离下X射线的测量结果基本一致，并与标准pdf-2数据相近。

测量数据与标准数据的相对误差大多在1%以内。从拟合数据来看，拟合峰位 σ 值在1mm~3mm之间； 2θ 角的拟合精度在1%~4.7%之间。

探测器改进及实验优化

1. 提高衍射角测量精度

传统XRD衍射仪角精度~1%，一维丝室角精度：1%~4.7%，最强衍射峰角精度：<3%。

分析精度影响因素，改进测量方案

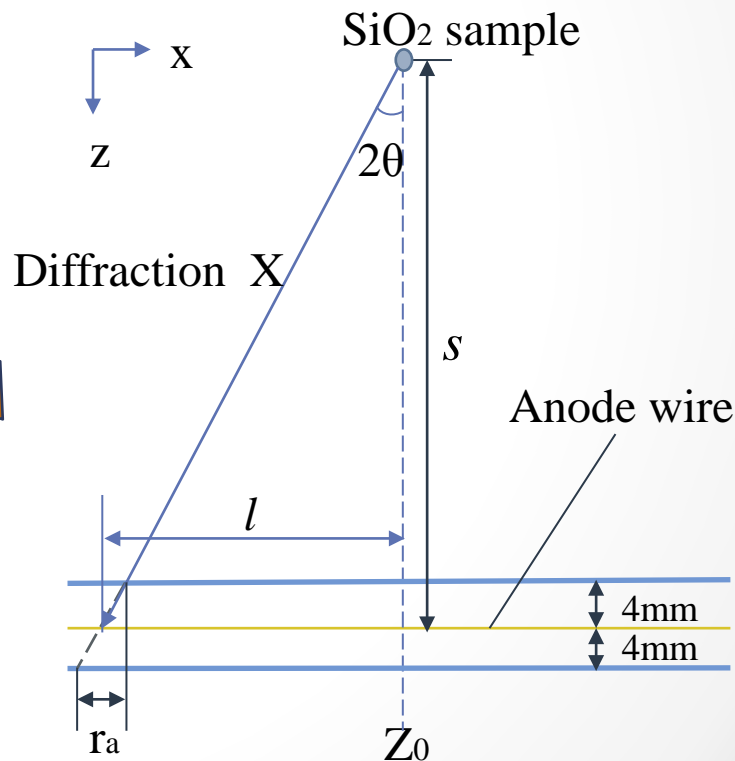


主要因素：直线型探测器
测量衍射峰位有像差。

$$r_a = h \cdot \tan 2\theta, \quad h = 8\text{mm}$$

探测器测量的衍射峰位值 l 实际在附近 r_a 范围内波动。

假设衍射光在 r_a 范围内均匀分布，则引起 l 值的标准偏差： $\sigma_l = r_a / \sqrt{12}$



- 已知 $2\theta = \tan \frac{l}{S}$, 根据误差传递公式,

$$N = f(x), \quad \sigma_N = \frac{\partial f}{\partial x} \cdot \sigma_x$$

- 得由 r_d 导致的衍射角 2θ 测量偏差: $\sigma_r = \frac{S \cdot \sigma_l}{S^2 + l^2}$
- 根据已知 2θ 角度, 可计算出 σ_r , 其与实验测得 $\sigma_{2\theta}$ 的关系, 如下表:

以12keV能量, 最小衍射角为例。

S /mm	实验相对 $\sigma_{2\theta}$	计算相对 σ_r	$\sigma_r/\sigma_{2\theta}$
200.5	3.27%	1.11%	33.8%
222.5	2.57%	1.00%	38.8%
232.5	2.20%	0.95%	43.3%
300		0.74%	
400	~1%	0.55%	>50%
500	<1%	0.44%	>50%
600	<1%	0.37%	>50%
700	<1%	0.32%	>50%

- 随距离S增大, 测量 $\sigma_{2\theta}$ 减小, 而计算比例 $\sigma_r/\sigma_{2\theta}$ 增大;
- S=400mm时, 推断出 $\sigma_r/\sigma_{2\theta} \geq 50\%$, $\sigma_{2\theta} \leq 1\%$, 由表格确定 $S_{min}=400\text{mm}$ 。
- 为保证计数率, X-ray在空气中衰减不超过1/2。根据 $I = I_0 e^{-\mu\rho x}$, 8keV X-ray, S=600mm, $I \approx 1/2 I_0$; 10keV X-ray, S=1m, $I \approx 1/2 I_0$ 。
- S=1m时, 探测器一次探测角度不超过两个, 扫描时间长, $S \leq 600\text{mm}$ 。
- 综合考虑, 将样品与探测器距离设置在400mm~600mm之间。

其他精度影响因素：

a. 探测器接收的是一小段弧形衍射光

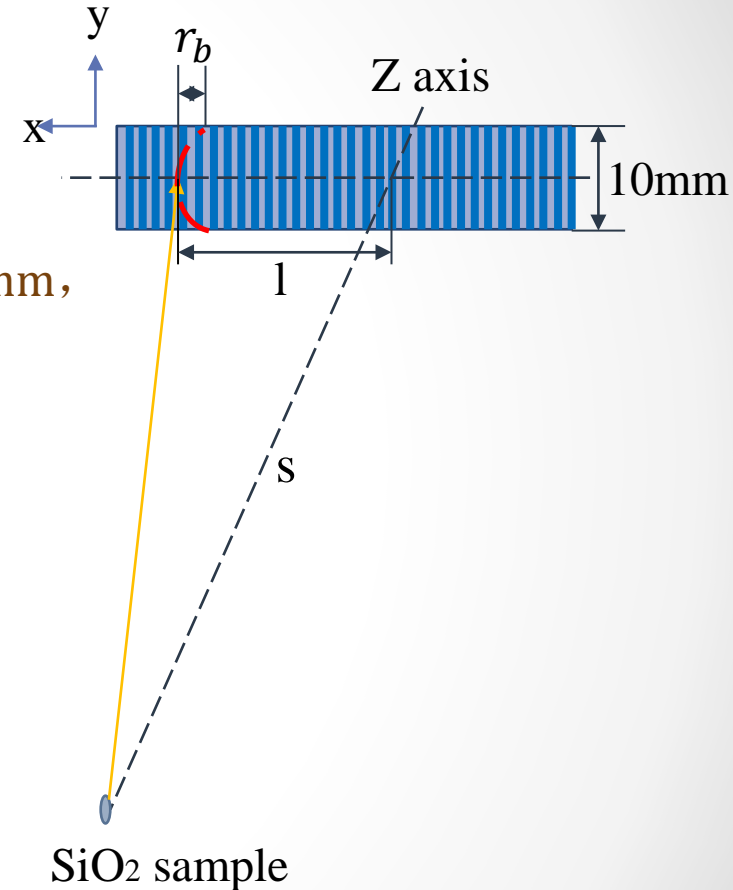
$$r_b = l - \sqrt{l^2 - y^2/4}, \quad l = s \cdot \tan 2\theta$$

衍射角度越小， r_b 越大。最小衍射角时， $r_b < 0.3\text{mm}$ ，可忽略。

b. 样品选择

颗粒度：不损害晶体结构前提下，颗粒度越高，各向同性越好，衍射峰强度越高。样品颗粒度选择在320目（~40 μm ）左右。

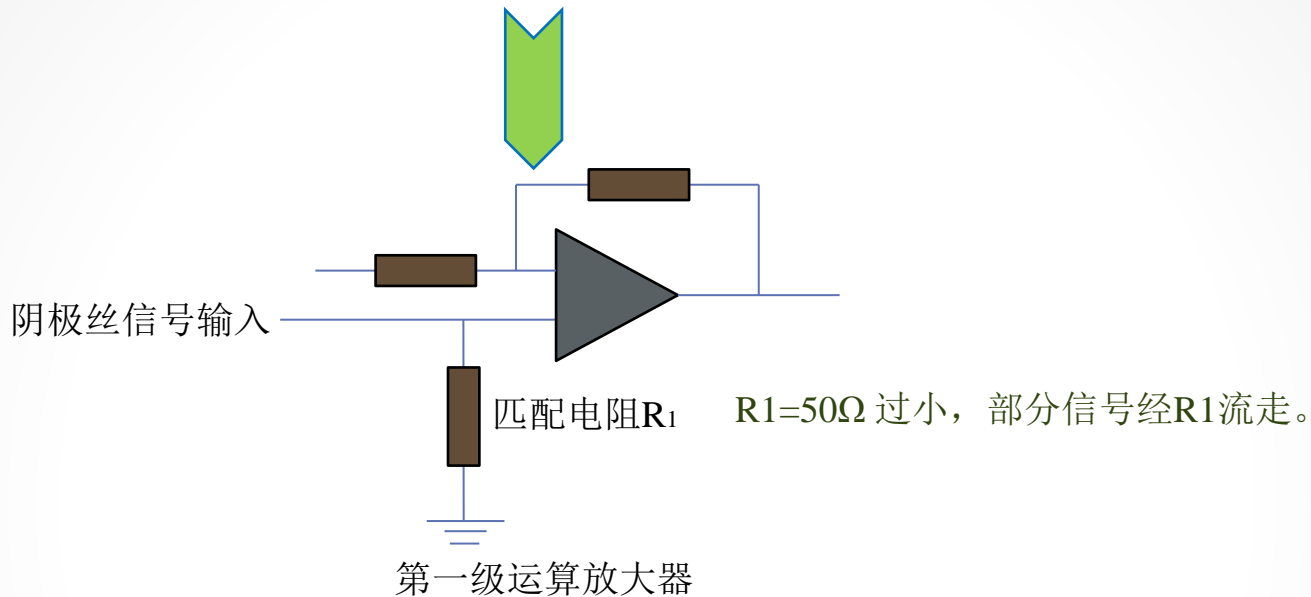
厚度：样品厚度过厚会引起峰的位移和宽化，低角度时更明显，应该使用薄层粉末。



2. 读出电路优化

问题 阴极丝信号幅度200~300mV，噪声阈值150mV，信噪比有待提高。

分析电路



改进方案

R_1 阻值 50Ω → 300Ω

结果

信号幅度达700~800mV，噪声水平仍为150 mV，信噪比较好。

小结

- 一维丝室探测器造价低廉、结构简单、时间相应快，位置分辨（ $\sim 140\mu\text{m}$ ），计数率（530kHz），满足同步辐射衍射实验的需求。
- 一维丝室探测器可以获取即时时间信息，且对样品扫描时间快。
- 不同波长、距离下测量的标准 SiO_2 样品衍射的实验数据与标准数据误差在1%以内，实验结果可以接受，实验方法可行。
- 通过增加样品到探测器的距离至400~600mm等措施，可以提高衍射角测量精度，同时不损害探测效率。

下一步工作计划：同步辐射站继续测量

- **测量更多衍射角度：**将探测器沿x方向一边移动，以测量更多的衍射峰角度（目前不同X波长下的最大 2θ 角只能测到 24° ，pdf卡片上还有很多更大的 2θ 角）。
- **测量y方向衍射峰，实现二维成像：**将探测器以一定步长沿y方向移动，与x方向的测量结果合并，实现二维衍射峰探测。
- **使用不同的探测器工作气体，**观察气体类型对X射线衍射角探测的影响。
- **使用不同样品，**利用 SiO_2 ， ZnO ， MgO 等粉晶样品分别进行衍射实验对比。
- **提高衍射角测量精度：**
 - a. 研磨 SiO_2 粉末样品，使颗粒度在320目左右（目前实验测量的 SiO_2 没有经过研磨，颗粒度较大，影响实验测量精度）；
 - b. 增加样品到探测器的距离，在40cm~60cm之间，可提高衍射角测量精度；

谢谢！