

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

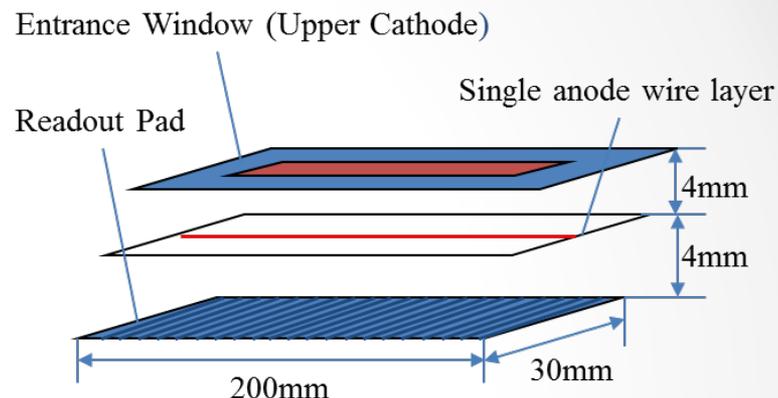
## 研究目标:

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:

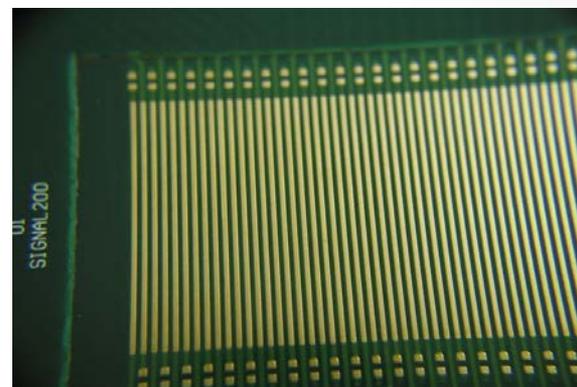
灵敏体积:  $200\text{mm} \times 30\text{mm} \times 8\text{mm}$

工作气体: Ar: CO<sub>2</sub>=70:30

工作高压: 1800~1900V

阳极丝: 镀金钨丝,  $15\mu\text{m}$

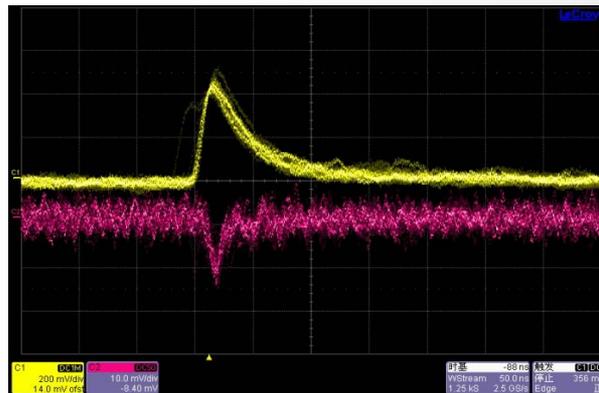
读出条:  $30\text{mm} \times 0.5\text{mm}$ , 200路读出



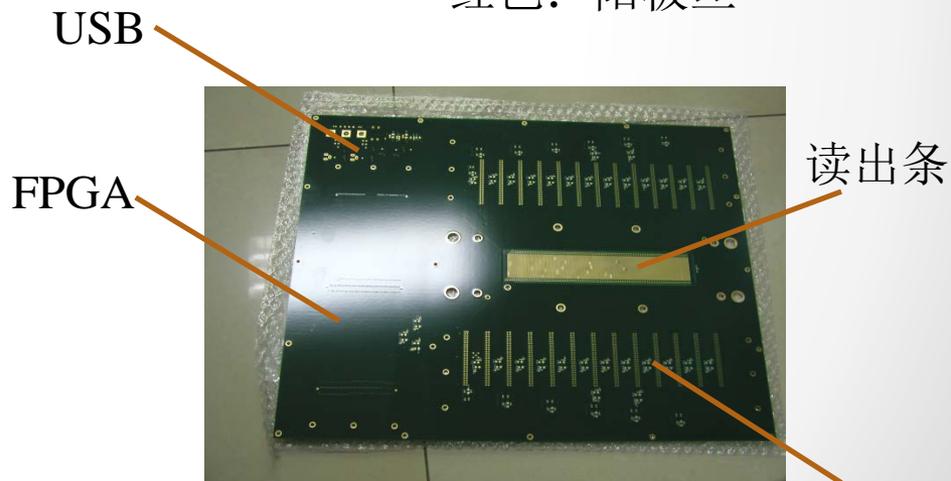
PCB板读出条放大图

# 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

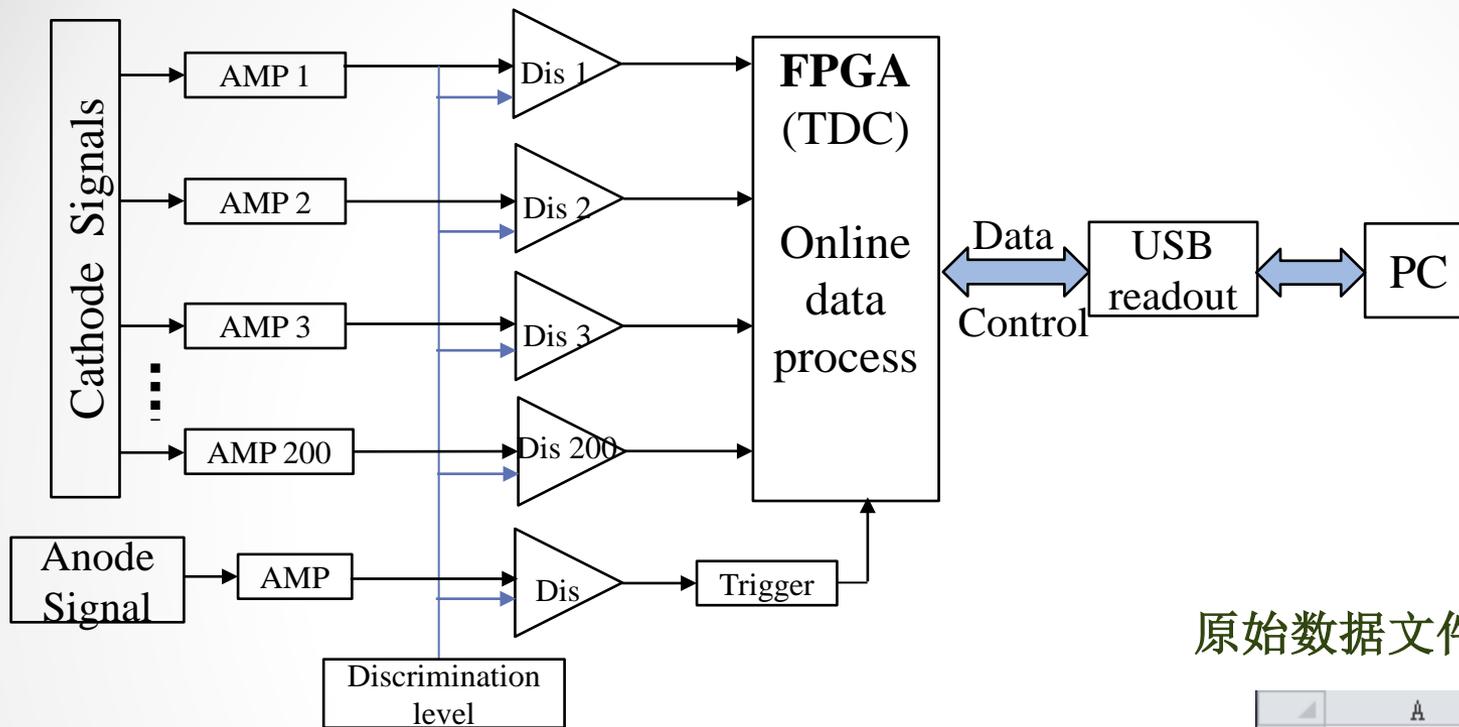


读出信号 黄色：读出条  
红色：阳极丝



PCB读出板

# 探测器信号读出方法



原始数据文件结构:

	A	B
1	<b>Position</b>	<b>Counts</b>
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

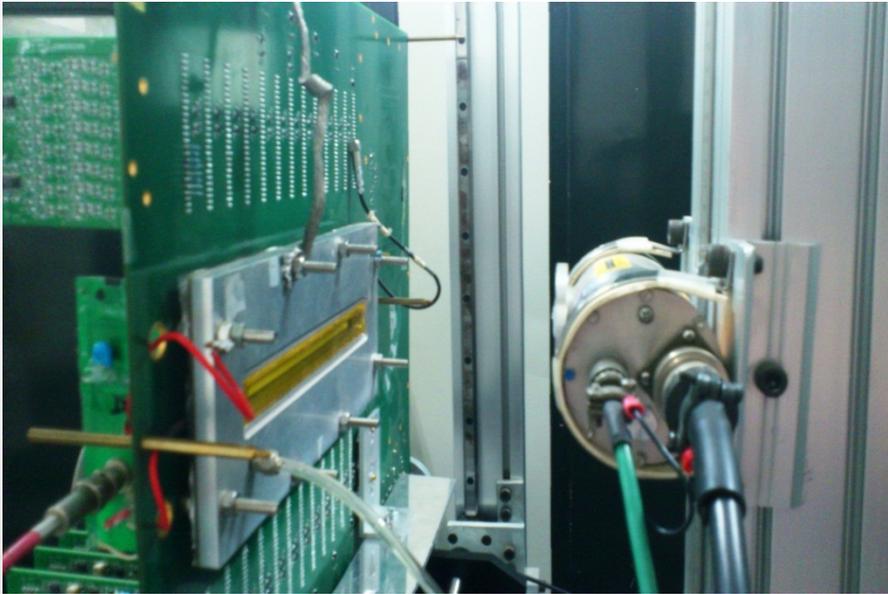
- 201路信号读出，阳极丝作触发；
- 信号经放大甄别后，信号宽度与电荷量成正比；
- TDC将信号宽度转变为数字信号；
- FPGA在线数据处理，重心法拟合单次事例位置；
- 原始数据文件由位置和计数构成，USB模块输出。

# 探测器位置分辨率测量

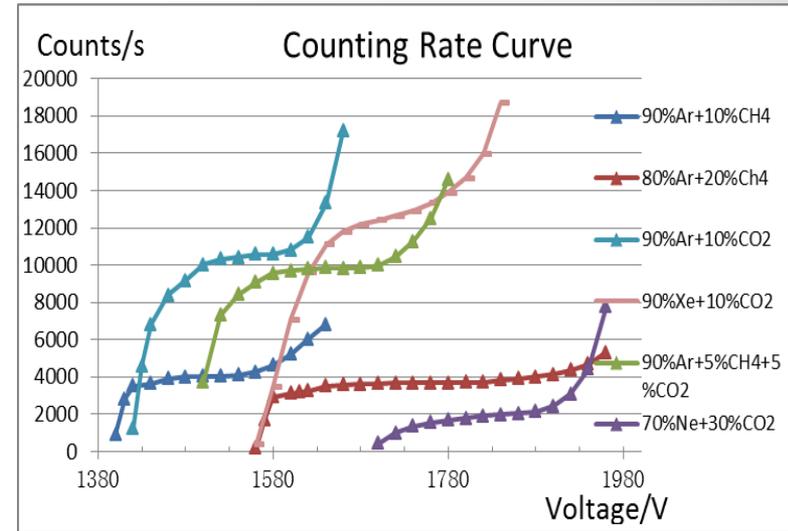
- 单丝室工作气体90%Ar+10%CO<sub>2</sub>, X光机12kV, 0.5mA, 电压为1520V时, 测得最佳位置分辨为:

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

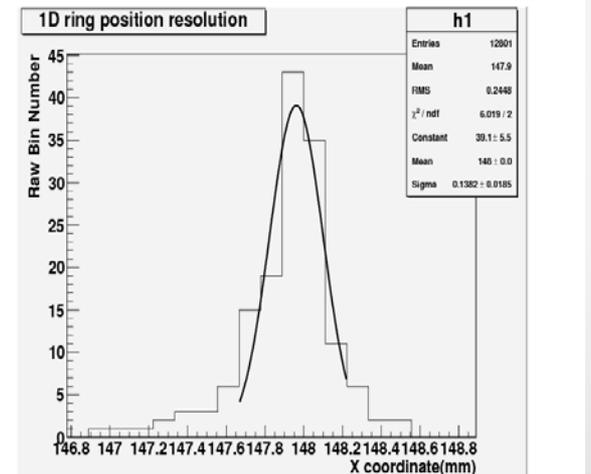
$$\text{FWHM} = 2.354\sigma = 325\mu\text{m}$$



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



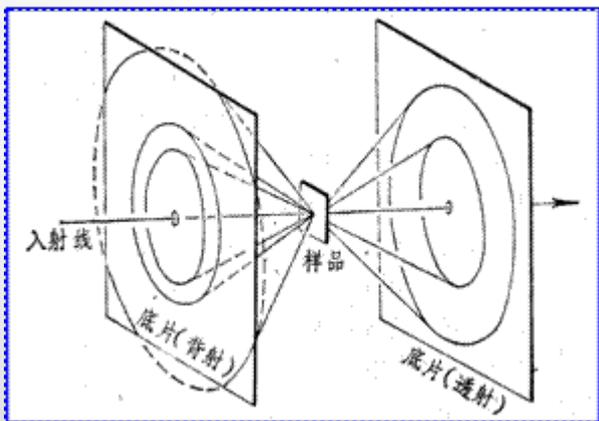
电压1520V时拟合的位置分辨率, 狭缝宽度为20 $\mu\text{m}$

# 同步辐射X射线衍射测量

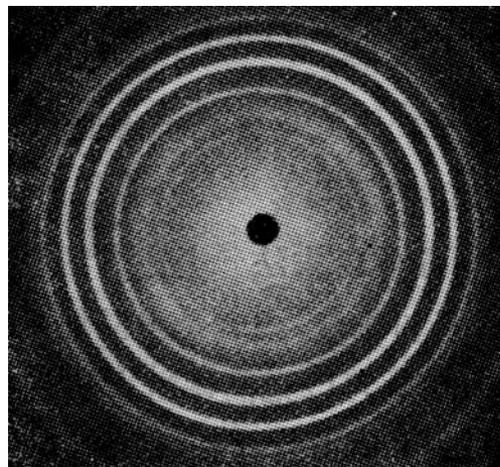
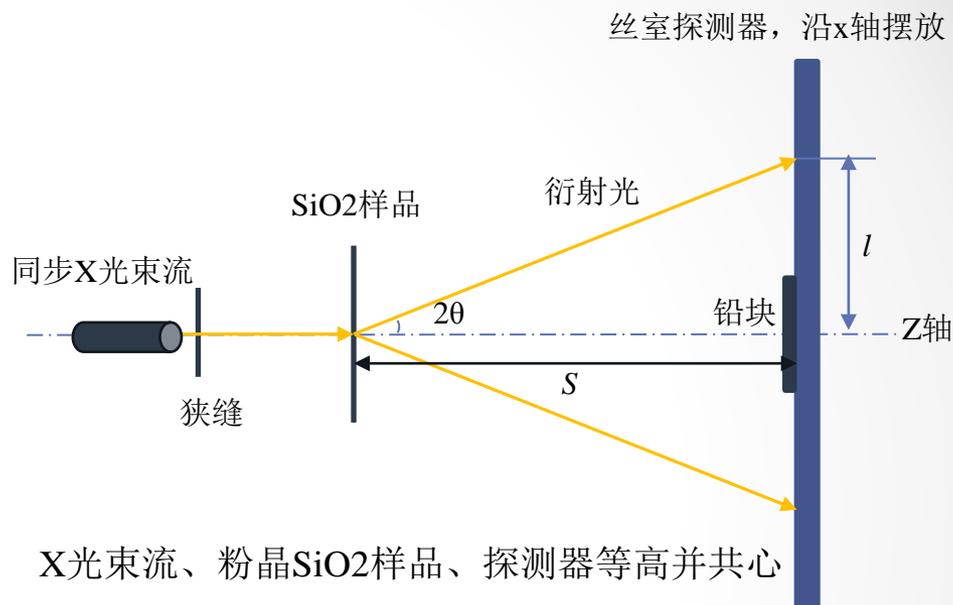
- 实验测量原理同平板照相法  
x: 衍射环半径, 由探测器探测为衍射峰峰位

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

- 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 $2\theta$ , 由布拉格公式 $2d \sin \theta = \lambda$  计算衍射晶面间距d

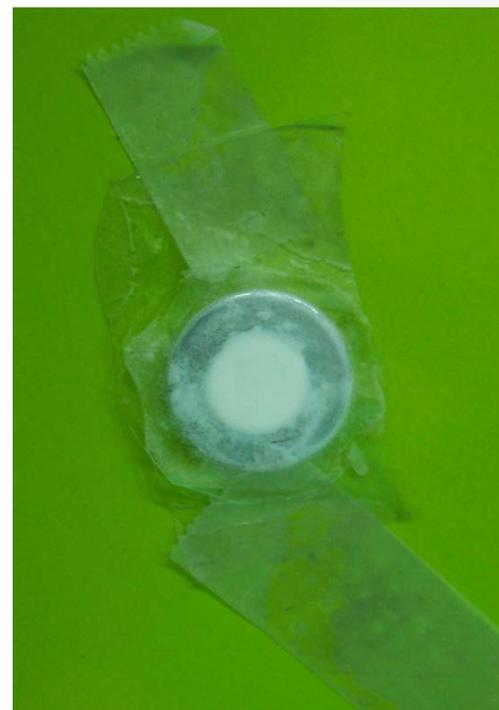


粉晶X射线衍射圆锥



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<sub>2</sub>样品实物图

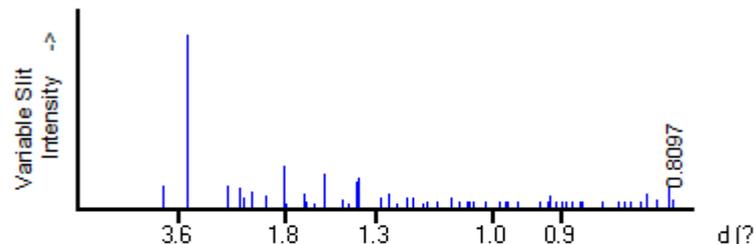
同步辐射X-ray衍射实验装置测量实物图

# 衍射数据处理

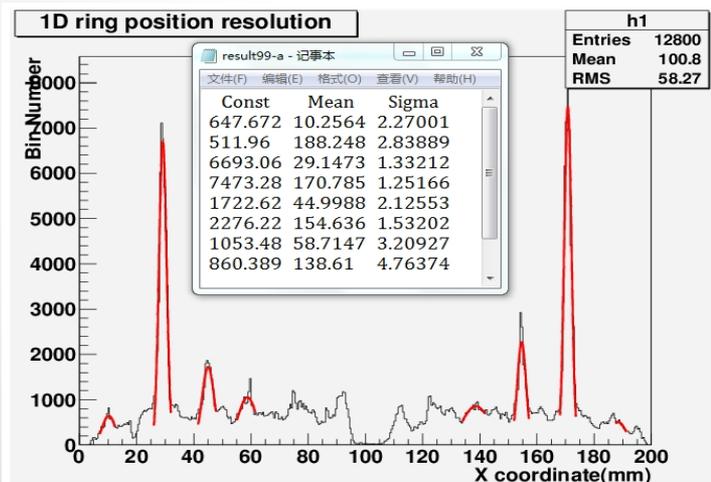
- 实验测量X射线能量为：12keV, 15keV, 17keV和19keV。
- 样品到探测器距离为：200.5mm, 222.5mm, 232.5mm。
- 实验所用标准SiO<sub>2</sub>样品为pdf-2中编号为46-1045的粉晶SiO<sub>2</sub>。
- 原始数据由ROOT画图并进行高斯拟合。
- X轴中心位由左右两个最强衍射峰的中心来确定。

ICDD pdf (powder diffraction file) -2 SiO<sub>2</sub>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SiO<sub>2</sub>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
<b>3.3434</b>	<b>100</b>	<b>17.777</b>	<b>14.201</b>	<b>12.523</b>	<b>11.2</b>
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

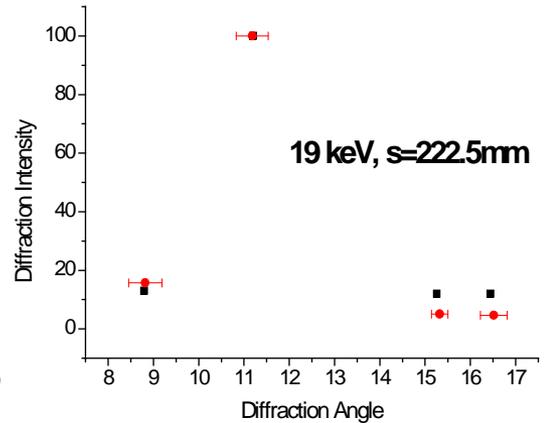
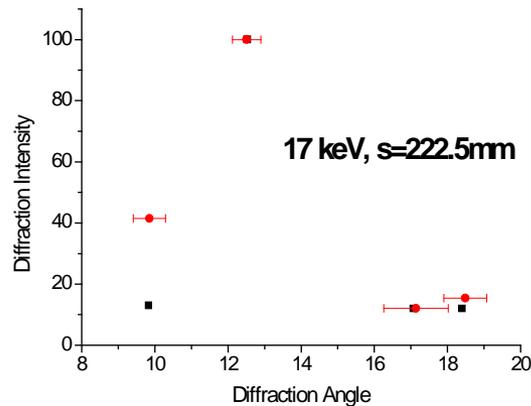
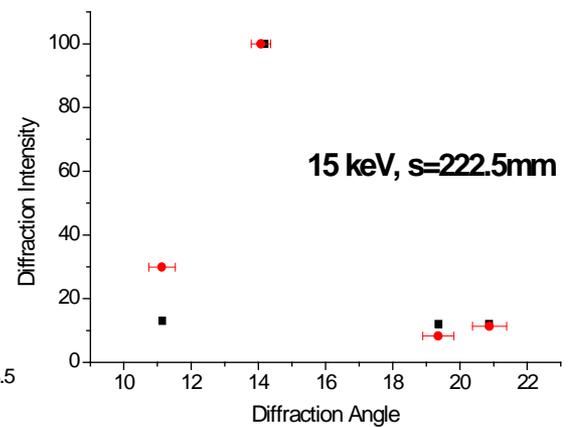
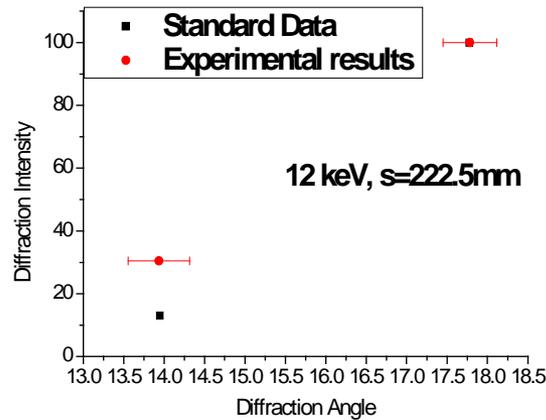
X射线能量对应波长：

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

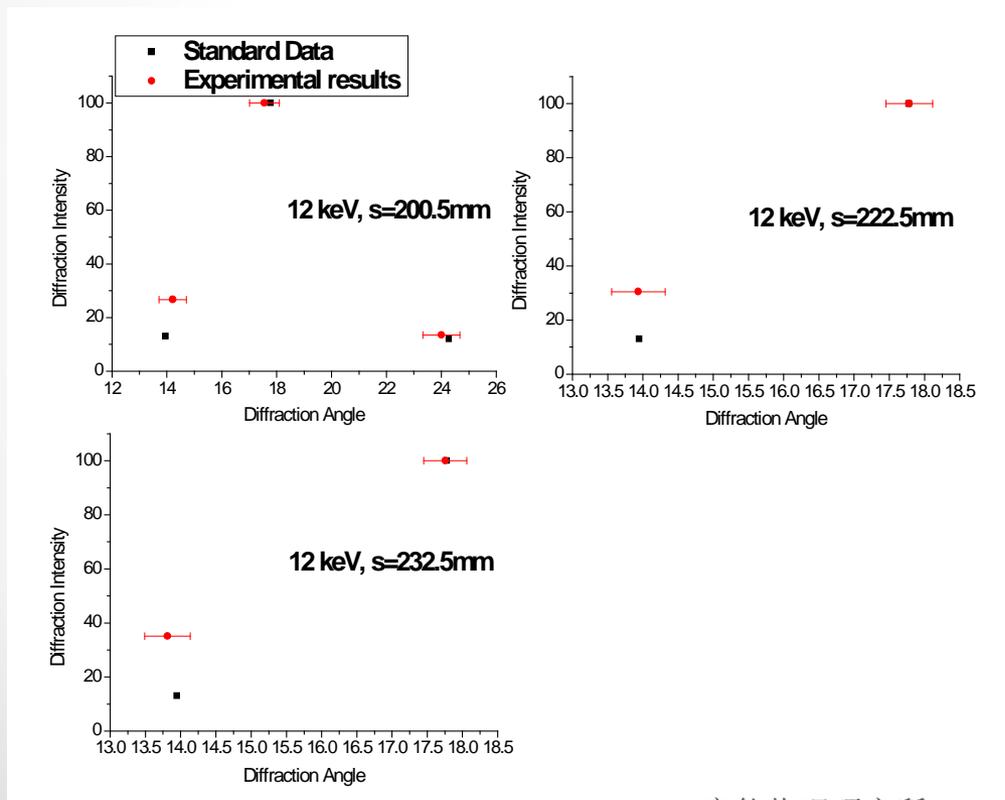
测量数据与标准数据的相对误差大多在1%以内。

- 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 $1.0332\text{\AA}$ ，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 $\sigma$ 值在1mm~3mm之间； $2\theta$ 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

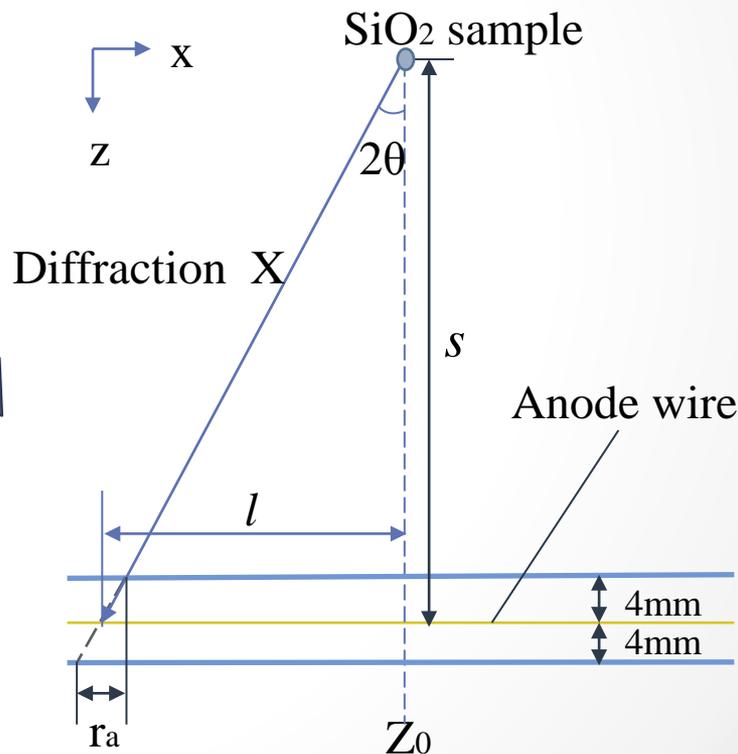


主要因素：直线型探测器测量衍射峰位有像差。

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

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  $2\theta$  测量偏差:  $\sigma_r = \frac{S \cdot \sigma_l}{S^2 + l^2}$
- 根据已知  $2\theta$  角度, 可计算出  $\sigma_r$ , 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 $\sigma_r$	$\sigma_r/\sigma_{2\theta}$
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

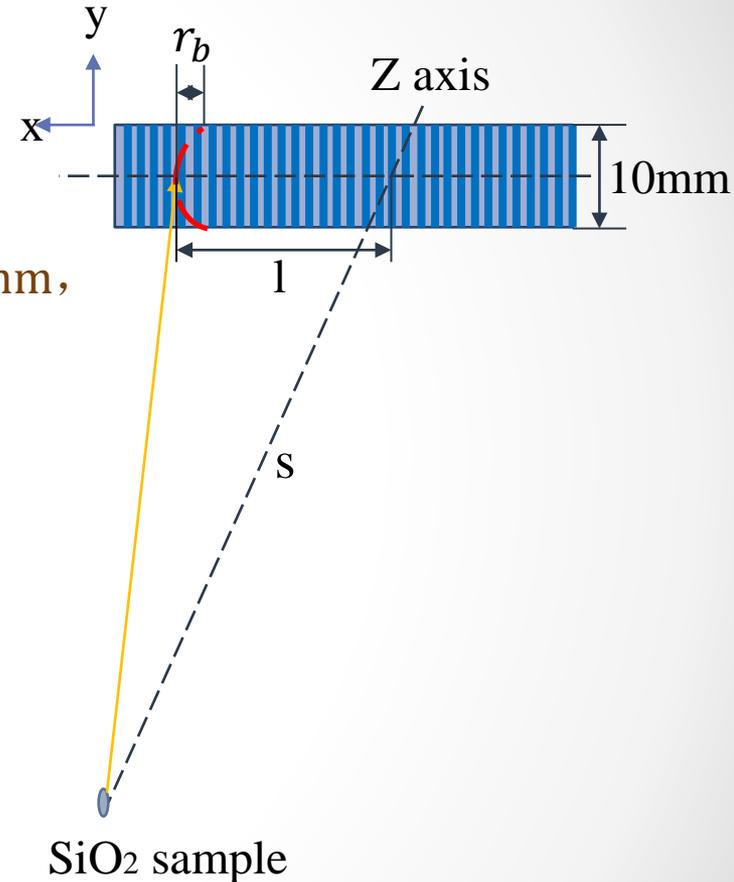
$$r_b = l - \sqrt{l^2 - y^2/4}, \quad l = s \cdot \tan 2\theta$$

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 $\mu\text{m}$ ）左右。

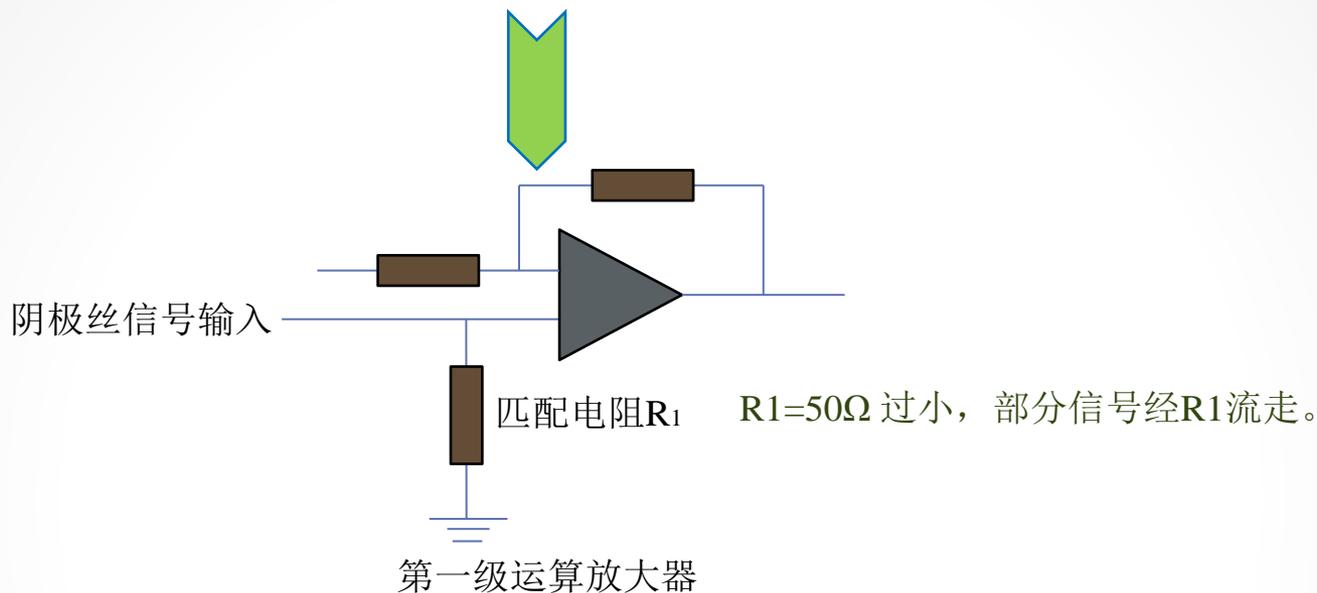
**厚度：**样品厚度过厚会引起峰的位移和宽化，低角度时更明显，应该使用薄层粉末。



## 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  $50\Omega$  →  $300\Omega$

### 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 $\text{SiO}_2$ 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 $2\theta$ 角只能测到 $24^\circ$ ，pdf卡片上还有很多更大的 $2\theta$ 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 $\text{SiO}_2$ ， $\text{ZnO}$ ， $\text{MgO}$ 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 $\text{SiO}_2$ 粉末样品，使颗粒度在320目左右（目前实验测量的 $\text{SiO}_2$ 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！