

核探测与核电子学国家重点实验室

一维丝室探测器对同步辐射X 射线衍射的测量

报告人：刘梅

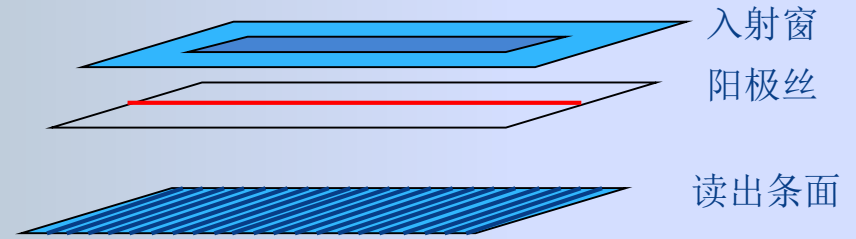
报告内容

- 探测器简介
- 实验测量装置
- 数据处理
- 结果比较
- 结论
- 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测量的一
维位置灵敏计数器
过阈值甄别判选的工作模式



探测器读出结构示意图

探测部分是个一维丝室。主要由入射窗，阴极，阳极丝，读出感应条等构成。

灵敏体积为 $200\text{mm} \times 8\text{mm} \times 30\text{mm}$ 。阳极丝材料是镀金钨丝，直径 $15\mu\text{m}$ 。读出感应条材料是镀金铜片，长 30mm ，宽 0.5mm 。感应条间距 0.5mm 。阳极丝与感应条和阴极之间距离均为 4mm ；共200路读出。

主要参量:

工作气体 Ar:CO₂=70:30

工作高压 1800~1900V

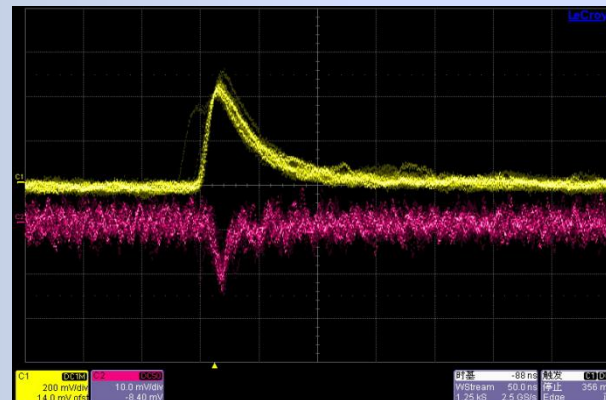
测量条件 ⁵⁵Fe放射源

读出方式 直接读出+FPGA

读出条 0.5mm

一维丝室探测器电子学

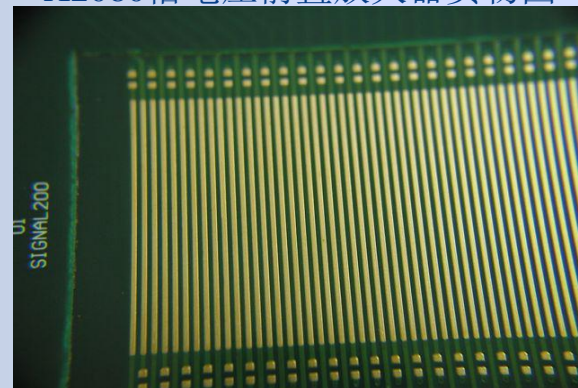
- 电子学读出系统:
 - 前放+甄别
 - 数据处理 (FPGA)
 - 读出模块
- 屏蔽设计, 减少干扰
 - 电子学整体屏蔽, 铝盒屏蔽
- 阴极丝信号非常小 (电流信号, 峰值约 $2\mu\text{A}$), 噪声干扰处理极其重要, 采取措施方法
 - 结构设计: 无长距离信号传输电缆
 - 减少噪声干扰源
 - 简化系统
 - PCB设计
 - 阴极丝在读出PCB主板上
 - 丝信号到前放的PCB板内连接



读出信号 (黄色:读出条 红色:阳极丝)



X2080倍电压前置放大器实物图

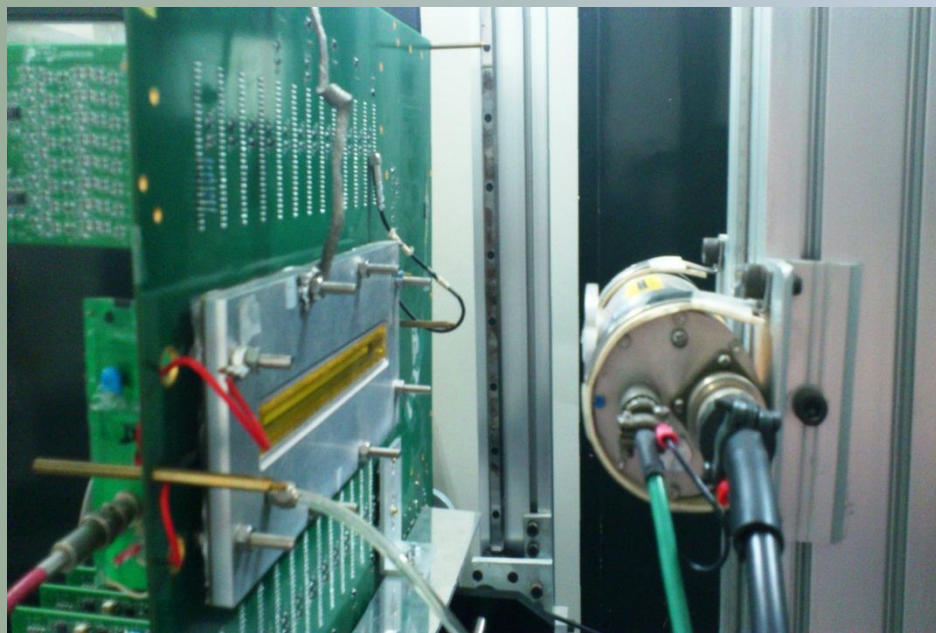


读出条PCB板放大图

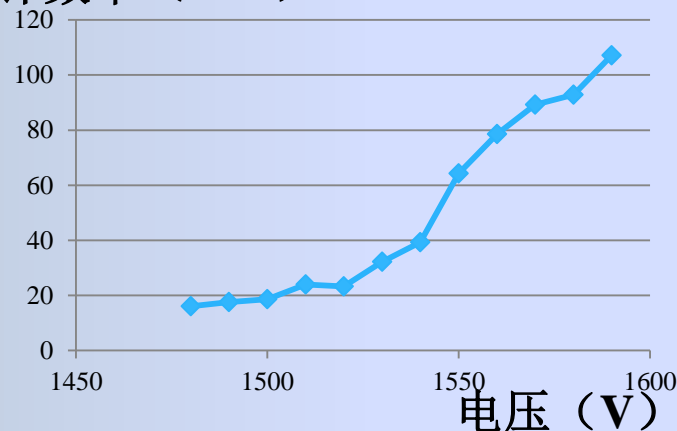
探测器位置分辨率测量

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

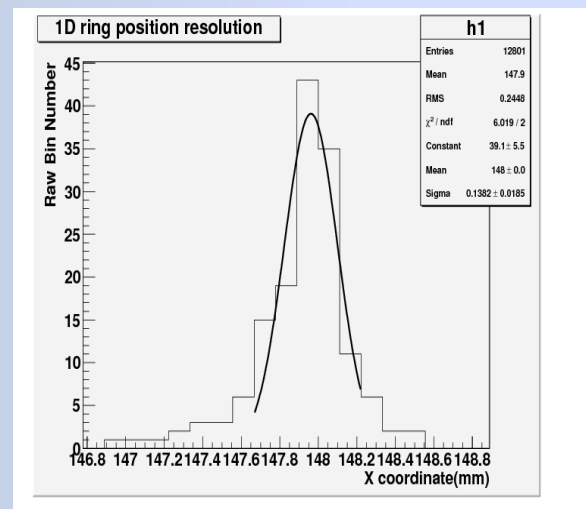
$$\text{FWHM}=2.355\sigma=325\mu\text{m}$$



计数率 (kHz)



计数率坪曲线



电压1520V时拟合的位置分辨率, 狭缝宽度为200 μm 。

实验测量装置, X光机、狭缝、探测器、读出电子学

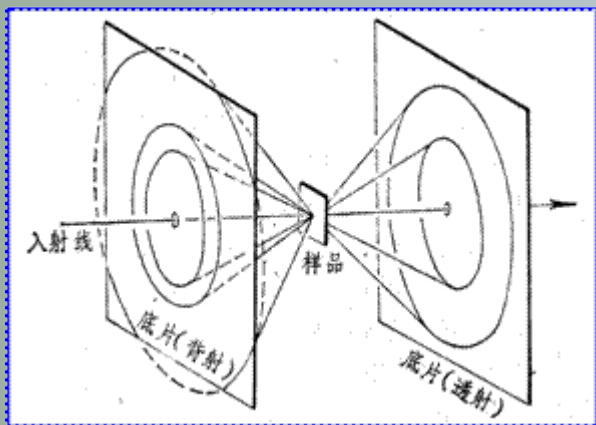
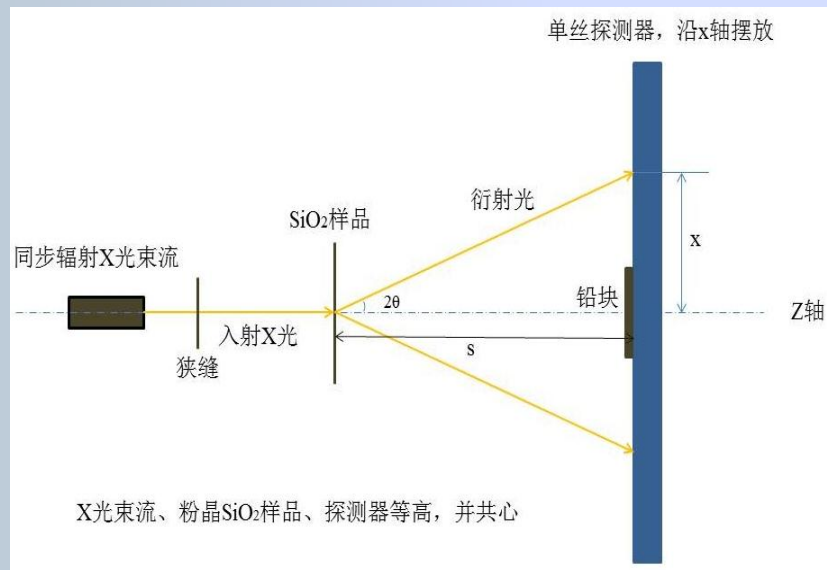
中科院高能物理研究所

同步辐射X射线衍射测量

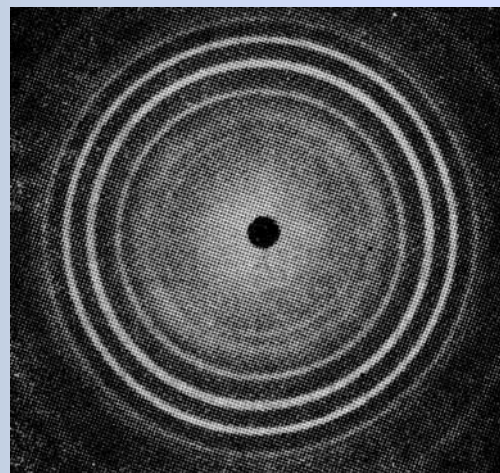
- 实验测量原理同平板照相法
x: 衍射环半径，由探测器探测为衍射峰峰位

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

- 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

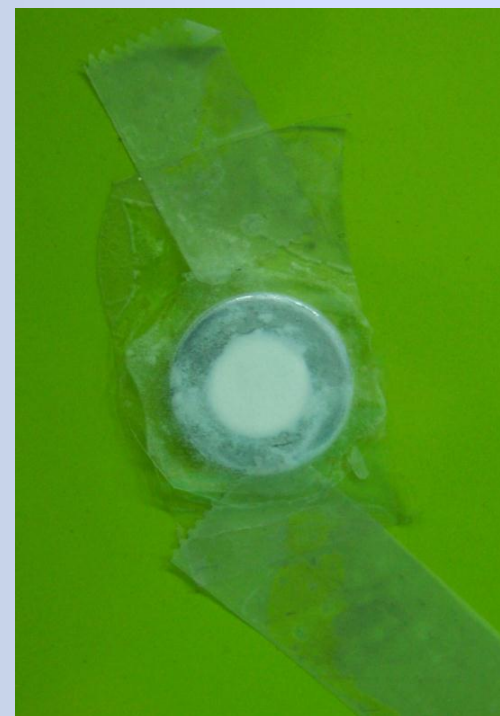
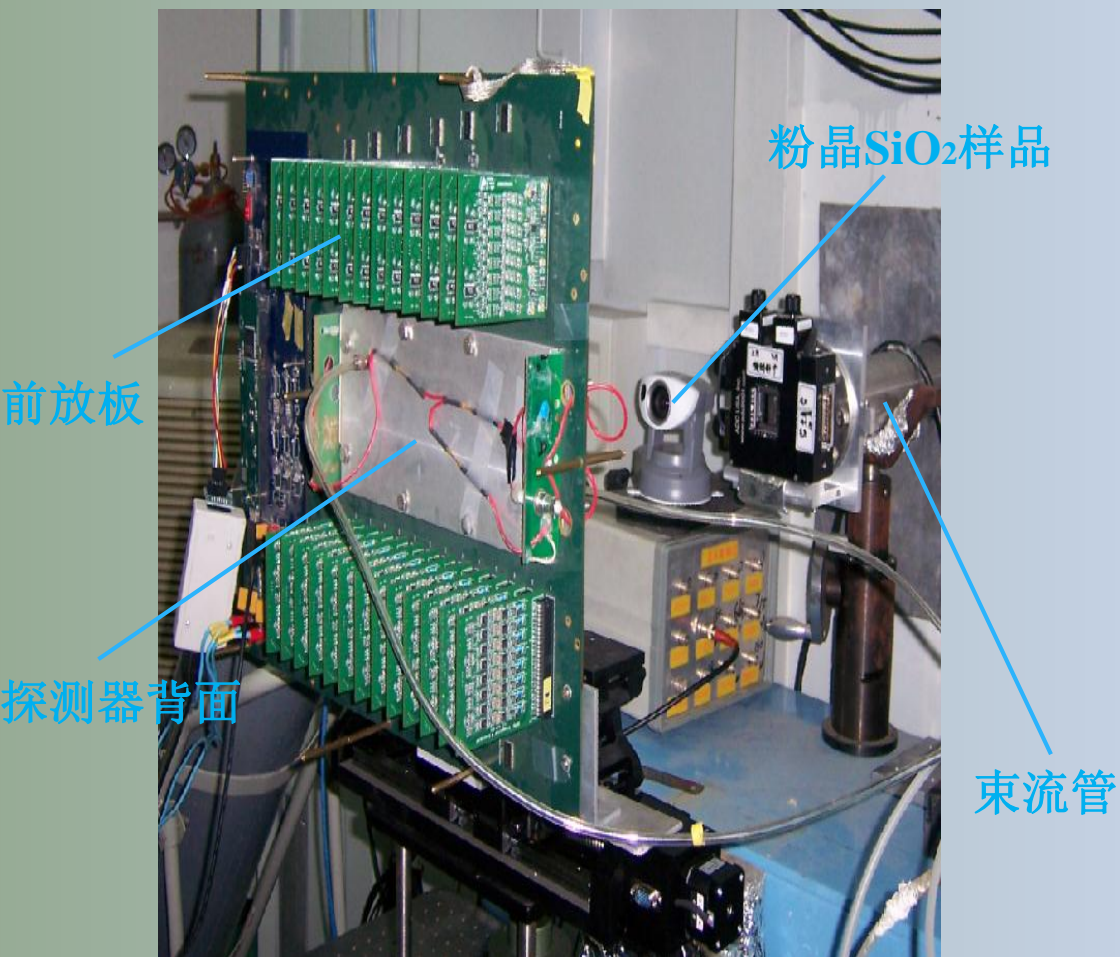


粉晶X射线衍射圆锥



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）



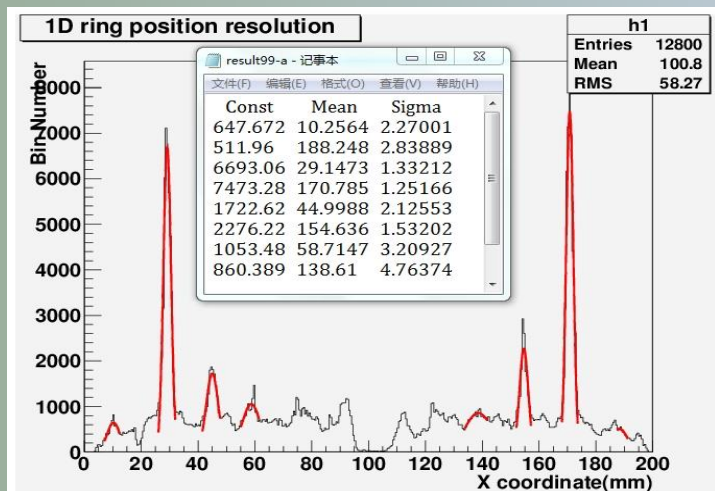
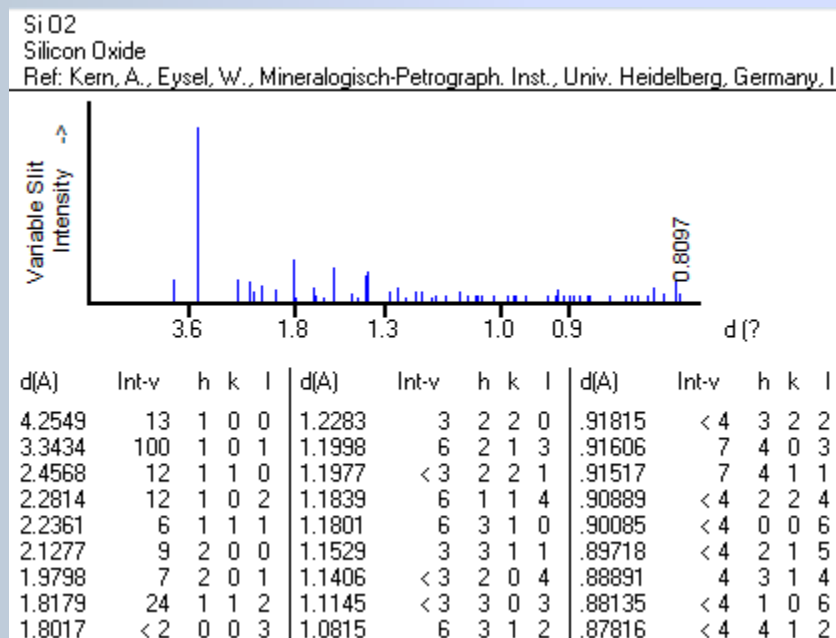
SiO₂样品实物图

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:



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

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：

文件	测量相对强度	标准相对强度	计算 $2\theta^\circ$	标准 $2\theta^\circ$	计算d值(\AA)	标准d值(\AA)
99	100	100	17.782	17.777	3.3425	3.3434
12keV	30.4581	13	13.936	13.947	4.2583	4.2549

文件	测量相对强度	标准相对强度	计算 $2\theta^\circ$	标准 $2\theta^\circ$	计算d值(\AA)	标准d值(\AA)
95	15.3893	12	18.486	18.394	2.2703	2.2814
17keV	12.0892	12	17.141	17.071	2.447	2.4568
	100	100	12.509	12.523	3.3471	3.3434
	41.4685	13	9.8515	9.833	4.2469	4.2549

文件	测量相对强度	标准相对强度	计算 $2\theta^\circ$	标准 $2\theta^\circ$	计算d值(\AA)	标准d值(\AA)
93	11.3914	12	20.879	20.873	2.2808	2.2814
15keV	8.28675	12	19.357	19.368	2.4583	2.4568
	100	100	14.078	14.201	3.3724	3.3434
	29.8984	13	11.138	11.148	4.2588	4.2549

文件	测量相对强度	标准相对强度	计算 $2\theta^\circ$	标准 $2\theta^\circ$	计算d值(\AA)	标准d值(\AA)
98	4.63196	12	16.52	16.444	2.271	2.2814
19keV	5.02779	12	15.327	15.263	2.4467	2.4568
	100	100	11.183	11.2	3.3488	3.3434
	15.6774	13	8.8176	8.795	4.2444	4.2549

结果表明，不同波长X射线的测量结果基本一致，并与标准pdf-2数据相近。

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1.0332Å，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）

文件	测量相对强度	标准相对强度	计算20°	标准20°	计算d值(Å)	标准d值(Å)
101	13.48109	12	23.99776	24.276	2.4845	2.4568
200.5mm	100	100	17.55185	17.777	3.3853	3.3434
	26.66969	13	14.21173	13.947	4.1753	4.2549

s=200.5mm时的实验结果与标准值出入稍大，可能源于s值的测量误差。

文件	测量相对强度	标准相对强度	计算20°	标准20°	计算d值(Å)	标准d值(Å)
99	100	100	17.782	17.777	3.3425	3.3434
222.5mm	30.4581	13	13.936	13.947	4.2583	4.2549

其他两种距离下的测量结果与标准值一致。

文件	测量相对强度	标准相对强度	计算20°	标准20°	计算d值(Å)	标准d值(Å)
104	100	100	17.7553	17.777	3.3475	3.3434
232.5mm	35.09585	13	13.8131	13.947	4.296	4.2549

误差分析

- 实验结果与标准pdf-2数据的误差

文件	98	95	93	99	104	101
X能量 (keV)	19	17	15	12	12	12
样品探测器距离 (mm)	222.5	222.5	222.5	222.5	232.5	200.5
2 θ 相对误差 (%)	0.463	0.501	0.030			1.146
	0.418	0.408	0.057	0.029	0.122	1.267
	0.156	0.110	0.864	0.079	0.960	1.898
	0.257	0.188	0.093			
d值相对误差 (%)	0.454	0.487	0.026			1.126
	0.411	0.398	0.060	0.028	0.122	1.254
	0.160	0.112	0.867	0.081	0.967	1.870
	0.247	0.188	0.092			

上表为实验测量得到2 θ 角、晶面间距d与标准粉晶衍射数据卡2 θ 角、d值的相对误差。

红色高亮数据是最强衍射峰（对应标准d值为3.3434Å）计算得到的相对误差。

测量数据与标准数据的相对误差大多在1%以内，实验结果可以接受。

误差分析

• 实验数据拟合的标准偏差

红色高亮数据是最强衍射峰对应的角度误差。从高斯峰拟合数据来看，拟合峰位 σ 值在1mm~3mm之间； 2θ 角的拟合相对误差在1%~5%之间。对于峰位拟合 σ 在1mm~3mm之间时，可以增大s来提高 2θ 角测量精度。

文件	98	95	93	99	104	101
X能量 (keV)	19	17	15	12	12	12
样品据探测器距离 (mm)	222.5	222.5	222.5	222.5	232.5	200.5
拟合峰位 σ (mm)	1.151 0.698 1.366 1.438	2.273 3.418 1.510 1.712	1.980 1.799 1.122 1.527	1.251 1.476	1.233 1.310	2.374 1.898 1.733
$2\theta-\sigma^\circ$	0.296 0.180 0.352 0.370	0.585 0.880 0.389 0.441	0.510 0.463 0.289 0.393	0.322 0.380	0.304 0.323	0.678 0.543 0.495
2θ 相对 σ (%)	1.79 1.17 3.15 4.20	3.17 5.13 3.10 4.48	2.44 2.39 2.05 3.53	1.81 2.73	1.71 2.34	2.83 3.09 3.48

由于测量中最重要的是最强衍射峰，如果要最强 2θ 角测量精度在1%以内，则有：

E(keV)	12	15	17	19
$\lambda(\text{\AA})$	1.0332017	0.8265614	0.7293189	0.6525485
Pdf-2最强衍射峰 $2\theta^\circ$	17.777	14.201	12.523	11.2
$s(\sigma=1\text{mm})$ \geq	322.30	403.46	457.52	511.57
$s(\sigma=3\text{mm})$ \geq	966.91	1210.38	1372.57	1534.71

故将样品至探测器距离提高到>50cm时，可以提高 2θ 角的测量精度接近1%。

结论

- 一维丝室探测器造价低廉、结构简单，位置分辨率 ($<400\mu\text{m}$)，快读出方式、信噪比大小满足同步辐射衍射实验需求；
- 一维丝室探测器一次可以测量多个衍射角，比传统衍射仪节省时间；
- 不同波长、距离下测量的标准 SiO_2 样品衍射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 $>50\text{cm}$ ，可以提高 2θ 角测量精度。

下一步计划：9月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。
- **提高衍射角测量精度：**
 - a. 研磨 SiO_2 粉末样品，使颗粒度在200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50cm~100cm之间，可提高衍射角测量精度；
 - c. 在同步辐射束流管前端加一个窄的过滤狭缝，细的束流测量精度会更高；
 - d. 优化电子学前放板设计，提高信号获取的信噪比。

谢 谢！