

在同步辐射软 X 射线能区硅光电 二极管的自标定*

张东清 崔明启 朱佩平 赵屹东 崔聪悟

(中国科学院高能物理研究所 北京 100039)

摘要 在同步辐射软 X 光能区(50—2000eV)进行了硅光电二极管的自标定实验。因为消除了二极管的“死区”并采用很薄层的 SiO₂ 作窗,使得可以用简单的模型来分析实验结果。由实验测得的光电流,计算出硅光电二极管的量子效率,并求得入射同步辐射的光通量。

关键词 同步辐射 硅光电二极管 自标定 量子效率

1 引言

近年来,随着软 X 射线应用的发展,在许多领域都要求对其绝对强度进行测量^[1],如同步辐射光源特性研究,X 射线天文学,X 射线平版印刷,X 射线显微术,半导体材料改性辐照,惯性约束聚变的软 X 射线探测器灵敏度标定,类生物材料吸收测量等。

为了进行绝对测量,需要有标准光源或标准探测器^[2]。在软 X 射线能区,除了同步辐射,其它光源缺乏这一段的能谱。较之别的光源,同步光有宽得多的连续光谱,从红外,可见光,到 X 射线;它的亮度极高,可做到较好的准直性和单色性;同时,同步辐射是电子在轨道上加速运动发射的电磁辐射,没有杂质光,是一种极为“干净”的光,其光源特性可以精确计算。但同步光经过单色器等一系列的光学元件后,一些光学特性会发生变化,要作为标准光源还有很长的路要走。目前除了美国国家标准计量局(NIST)在 SURFII 同步辐射储存环上有 50—250eV 的标准同步辐射光束线^[1,2],尚无其它同步辐射的标准光源。

在缺乏光源标准的情况下,只能根据探测器工作原理分析其对入射光的响应,建立探测器标准,探测器标准分为一级绝对标准和次级传输标准。若通过探测器本身的测量可直接得到输出信号跟入射光的关系,称为绝对标准。次级标准则是利用已经标定好的探测器作为绝对标准,在相同的传输场环境下,传输给待标定探测器,以建立探测器的传输标准。通常选择气体电离探测器(如:电离室、正比计数管等)作为绝对标准探测器,选择光电二极管作为次级传输标准探测器。对于气体电离探测器,由于存在窗口材料对软 X

1999-04-07 收稿

* 国家自然科学基金(19675043)和国家高技术 863-416 资助

射线的强烈吸收而出现的量子效率问题,所充气体和真空要求的矛盾等,为绝对标准的建立带来很大的困难,也带来较大的偏差,电离室误差一般在 10% 以上。

最近人们发现,硅光电二极管适于在软 X 光能区进行测量^[3],因其量子效率高,噪音低,测量时不需要外加电压,对外磁场不敏感。而且比之光发射机制的光电二极管,其光电效应发生在内部,所以对真空环境的污染不敏感,甚至可在气体环境中工作。此外,硅光电二极管耐辐射损伤,造价低,重量轻,操作简便。一些大型实验室,如 NIST, PTB (Germany) 已开始使用硅光电二极管作为二级传输标准。采用自标定的方法,一些科学家已在 30—6000eV 能量范围内,使用 AXUV-100 型硅光电二极管 (IRD Inc., USA) 作为绝对标定探测器,PTB 的科学家所得实验结果误差在 4% 以内^[4]。

2 硅光电二极管工作原理及自标定方法

硅光电二极管对入射光子的响应过程如下^[3]:当入射光子的能量 $h\nu \geq 1.12\text{eV}$ 时,会在二极管内产生电子-空穴对,这些载流子对被 p-n 结电场分开,并在外电路上流出电流,此时硅光电二极管的作用相当于一个光电池。对大多数软 X 光能区的光子来说,产生一个电子-空穴对需要 $\omega = 3.63\text{eV}$ 的能量,所以一个人射光子可以产生多个电子-空穴对。所谓量子效率,即指(以外部光电流表现的)平均一个人射光子所产生的载流子对数。

硅光电二极管的量子效率,理论上可表示为入射光子的能量跟电子-空穴对平均产生能量的比值,即 $\eta = h\nu/\omega$,但实际中还要考虑一些修正因素^[4,5]。首先表层 SiO_2 对入射光有很强的吸收,入射光的能量只有一部分被硅半导体吸收产生载流子对。其次,这些载流子对也并非全都被外电路收集,表现为光电流。因为所谓“死区”的存在,即载流子对会在 N 区以及 SiO_2 -Si 界面上复合,减小了光电流,使得量子效率下降。在二极管的后部,载流子对的复合较小,因为对于大多数软 X 光子来说,硅的吸收深度很小,不到 $1\mu\text{m}$,而载流子的散射长度则大得多^[6]。

此次所用硅光电二极管 AXUV-100 (IRD Inc., USA), 结构如图 1, 较之以往的产品有了改进^[3]。AXUV-100 型硅光电二极管消除了“死区”的存在,其 N 区表面掺磷^[7],载流子对的复合减小,全都被外电路收集,达到 100% 的内部效率。它的表层 SiO_2 极薄,只有 4—8nm,吸收较小。而且 SiO_2 氧化层在一氧化氮或氨气环境中作氮化处理,具有很好的抗辐射强度。因为这些特点,我们采用相对简单的模型来分析硅光电二极管的工作过程,认为量子效率的损失只来源于表层 SiO_2 的吸收^[8],并由光电流跟入射角度的依赖关系,不需跟一级探测器进行比对,直接对硅光电二极管进行绝对标定,即自标定。

入射光子能量大于 40eV 时,产生载流子对所需平均能量随入射光子能量的变化不

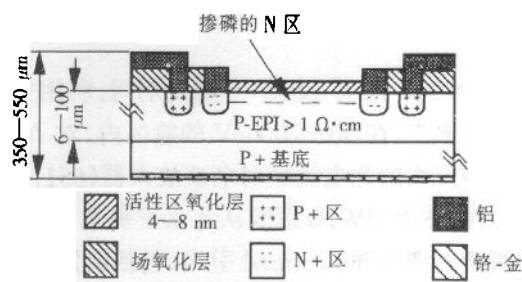


图 1 AXUV-100 硅光电二极管结构图

明显,近似为一常数^[8],且光波在界面间的折射可以忽略.

光束正入射时,表层 SiO₂ 反射可以忽略. 设光入射功率为 Φ_0 , SiO₂ 层的厚度 t_p , 跟入射光子能量 $h\nu$ 有关的吸收系数为 $\mu_p(h\nu)$, 则通过 SiO₂ 层后的光功率为

$$\Phi = \Phi_0 \exp(-u_p(h\nu)t_p). \quad (1)$$

设 ω 为产生电子-空穴对需要的平均能量, e 为电子电荷, 硅光电二极管产生的光电流为

$$i_0 = \frac{e\Phi}{\omega} = \frac{e\Phi_0}{\omega} \exp(-u_p(h\nu)t_p). \quad (2)$$

而当光束以 60° 角入射时, 在 SiO₂ 层中光程增大为原来的两倍(忽略折射效应), 即 $t_p \rightarrow 2t_p$, 产生的光电流变为

$$i_\varphi = (1 - \rho) \frac{e\Phi_0}{\omega} \exp(-2u_p(h\nu)t_p). \quad (3)$$

其中 ρ 为 SiO₂ 层表面反射率, 可由实验测得. 由(2), (3)两式可得 SiO₂ 层的吸收因子

$$A_\varphi = \frac{i_\varphi}{i_0(1 - \rho)} = \exp(-u_p(h\nu)t_p), \quad (4)$$

从而可以算出硅光电二极管一些重要的参量, 响应度为

$$S(h\nu) = \frac{i_0}{\Phi_0} = \frac{e}{\omega} \exp(-u_p(h\nu)t_p) = A_\varphi \frac{e}{\omega}. \quad (5)$$

量子效率为

$$\eta(h\nu) = \frac{i_0/e}{\Phi_0/h\nu} = A_\varphi \frac{h\nu}{\omega} = \frac{h\nu}{e} S(h\nu). \quad (6)$$

进而求得入射光通量为

$$F(h\nu) = \frac{\Phi_0}{h\nu} = \frac{i_0}{e} \frac{1}{\eta}. \quad (7)$$

具体处理数据时, 还要考虑加速器束流的变化引起的光强变化, 加以修正.

3 装置及实验

1998年12月BSRF专用光期间, 利用安装在3W1B束线上的高精度软X射线综合测量装置^[9], 在50—2000eV的能区内, 对AXUV-100型硅光电二极管进行了标定实验, 探测器产生的光电流经弱电流放大器(6517, KEITHLEY, USA), 送入计算机, 自动取数.

BSRF的3W1B束线从北京正负电子对撞机(BEPC)储存环第Ⅲ区新建的五周期永磁扭摆磁铁旁轴6.3mrad引出, 包括前置镜、单色器系统和光阑等. 其前置镜用来水平聚焦、光束偏转、吸收高能辐照. 平面反射镜和变线距平面光栅组成单色器系统. 这种结构的单色器靠改变光栅线间距来实现聚焦和消除像差, 且传输效率高. 光阑主要用于阻挡杂散光, 以提高单色器分辨率. 该束线的主要参数和技术指标如下:

能量范围: 50—2000eV;

能量分辨率($\Delta E/E$): 8×10^{-4} — 4×10^{-3} ;

光子通量: 50—1200eV时, $1 \times 10^{10} \text{ mA}^{-1} \cdot \text{S}^{-1} \cdot (1\% \text{ BW})^{-1}$;

1200—1500eV 时, $1 \times 10^9 \text{ mA}^{-1} \cdot \text{S}^{-1} \cdot (1\% \text{ BW})^{-1}$;

1500—2000eV 时, $1 \times 10^8 \text{ mA}^{-1} \cdot \text{S}^{-1} \cdot (1\% \text{ BW})^{-1}$;

样品处光斑: $5.4 \text{ mm} \times 2.6 \text{ mm} (50 \text{ eV})$, $5.4 \text{ mm} \times 0.9 \text{ mm} (2000 \text{ eV})$.

高精度软X射线综合测量装置主要包括反射率计和标定装置两部分. 反射率计由入射狭缝、滤光片、入射光强监测、样品台、探测器等组成,主要用于光学元件的反射、透射、散射测量和软X射线探测元、器件的标定,样品台可装载多种待标定探测器、透射光栅或X光胶片等. 标定装置由标准探测器和待标定探测器装载平台组成,主要用于二级传输标准探测器标定和特殊要求的探测元、器件的标定. 样品台、探测器支架及光栅单色器都由步进电机控制,可以方便地设定每次进动的步长.

此次我们所用的硅光电二极管 AXUV-100, 经过在美国布鲁克海文国家实验室(BNL)国家同步辐射光源(NSLS)上的标定^[10], 其方法是以一个标定过的 AXUV-100 硅光电二极管作为传输标准, 对放置在后面的新探测器进行相对标定. NSLS 上的基本探测器标准是一个正比计数管.

实验过程如下:

(1) 先测光束以 60° 角入射时探测器的反射率. 将待标的 AXUV-100 硅光电二极管放在探测器支架上, 在正对入射光束方向上, 测得光电流 i_1 . 然后将另一个同型号的 AXUV-100 放在样品台上, 旋转样品台使光束以 60° 角入射, 并将探测器支架调节至样品台另一侧 60° 掠出射角的方向上, 测得光电流 i_2 , 于是在光束以 60° 角入射时探测器的反射率 $\rho = i_2/i_1$. 光栅单色器在步进电机控制下旋转, 进行能谱扫描. 同时由束流监视器记录下储存环中电子束流的变化.

(2) 调节探测器支架, 分别测量光束正入射和以 60° 角入射时待标 AXUV-100 硅光电二极管产生的光电流. 将 50—2000eV 的能谱分为四段, I: 50—200eV; II: 200—500eV; III: 500—1000eV; IV: 1000—2000eV, 在每一段分别做正入射和 60° 入射时的能谱扫描. 第 II 能段扫描取 31 步, 其余 3 个能段都取 51 步, 对每一步长 6517 弱电流放大器读数取 10 次平均. 同时由束流监视器记录下储存环中电子束流的变化.

(3) 改变狭缝宽度, 重复(2)中的测量过程.

4 结果及讨论

由实验测得的数据(光电流、反射率、储存环束流), 算出硅光电二极管的量子效率和入射光通量, 结果如图 2—4 所示, 横轴为入射光子的能量(eV), 其中图 3 为图 2 的对数作图. 图 5 为由 NSLS 的数据得到的量子效率. 图 6 为 IRD 公司产品手册上给出的典型量子效率图. 可以看出:

(1) 图 2 近似为直线, 说明 AXUV-100 硅光电二极管有较好的线性量子效率响应. 线性拟合后, 直线斜率为 0.27346, 偏差度 0.043%, 与理想情况下的量子效率直线斜率 $1/3.63 = 0.275482$ 相比, 很是接近, 由此证明探测器的表层 SiO_2 吸收较小, 内部复合影响可忽略.

(2) 图 3, 5, 6 相比较, NSLS 上的标定结果在能量大于 1500eV 时偏离线性, 而产品

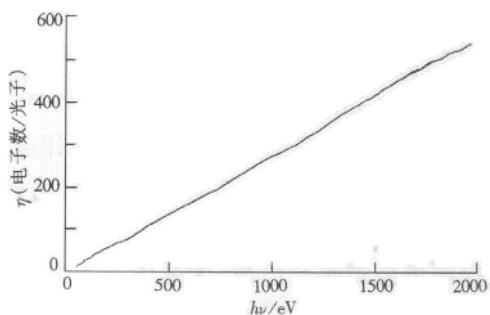


图2 AXUV-100光电二极管
实测的量子效率曲线

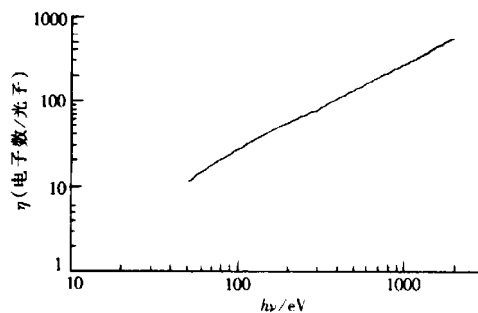


图3 AXUV-100光电二极管
实测量子效率曲线(对数坐标)

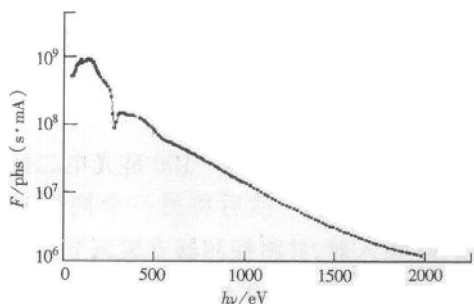


图4 3W1b光束线实测光通量
曲线出射狭缝开度为4mm

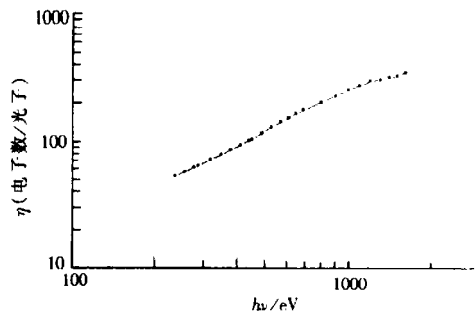


图5 NSLS测量的AXUV-100
光电二极管量子效率曲线

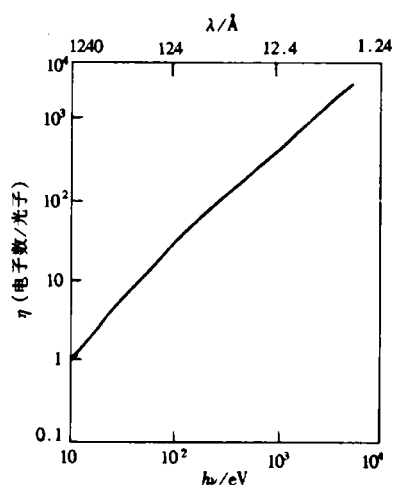


图6 AXUV硅光电二极管的典型
量子效率曲线(IRD公司提供)

手册图上直到 6000eV 都保持较好的线性,我们的结果与其一致,到 2000eV 保持较好的线性。

(3) 由图 4 可以看出一些元素的吸收边造成的影响。硅的吸收边会增强探测器对入射光的吸收,出现尖峰;因为束线的光栅和前置镜上有碳的污染,碳的吸收边会减少探测器对入射光的吸收,出现下降沿。几个明显的吸收边为, Si 的 $L_{II} 2p_{1/2}$ 边 99.8eV, $L_{I} 2s$ 边 149.7eV, C 的 K 边 284.2eV, 这些边在图上分别指示为 98eV, 140eV, 290eV, 偏差度分别为 1.8%, 6.5%, 2.0%, 这与取数密度和光栅单色器精度有关。

实验误差的分析,根据其来源,可从以下几个方面来考虑:

I 跟光源有关的误差:

(1) 储存环中电子束流衰减引起光强变化,其误差表示为实验前后束流之差与束流平均值之比: $\Delta I / \langle I \rangle \sim 1\%$;

(2) 源于光栅单色器精度 ($\Delta E / E$) 的误差 $\sim 0.5\%$;

(3) 透过滤光片,狭缝等的杂散光造成的误差 $\sim 2\%$;

(4) 高次谐波引起的误差 $\sim 1.5\%$;

II 与探测器 AXUV-100 有关的误差^[5]:

(1) 硅中产生电子-空穴对平均能量的变化 $\omega = (3.70 \pm 0.07)\text{eV}$, 引起的误差 $\sim 2\%$;

(2) 探测器平面响应的不均匀度,即厚度不均匀引起的误差 $\sim 2\%$;

III 6517 弱电流放大器的读数误差^[2] $\sim 1\%$;

IV 来源于自标定方法,或分析硅光电二极管工作原理所采用的模型的误差^[5] $\sim 4\%$;
自标定实验合计总误差(均方根)为 $\sim 6\%$.

由此充分证明了在同步光源上,采用自标定方法对 AXUV-100 硅光电二极管进行绝对标定的可行性和可信性.

作者感谢王培玮同志在数据处理方面给予的帮助.

参考文献(References)

- 1 Korde R, Canfield L R. SPIE., 1989, **1140**:126—132
- 2 CUI CongWu, CUI MingQi, YI RongQing. High Energy Phys. and Nucl. Phys. (in Chinese), 1998, **22**(2):180—185
(崔聪悟, 崔明启, 易荣清. 高能物理与核物理, 1998, **22**(2):180—185)
- 3 Absolute XUV Silicon Photodiodes. Product Manual of IRD, Inc.
- 4 Krumroy M, Tegeler E. Rev. Sci. Instrum., 1992, **63**(1):797—801
- 5 Korde R, Cable J S, Canfield L R. IEEE Tran. Nucl. Sci., 1993, **40**(6):1655—1659
- 6 DENG Jian et al. Annual Report of National Hi-Tech 863-416-4.3.1 Project (in Chinese), 1997. 69—80
(邓健等. 国家高技术 863-416-4.3.1 课题 97 年度进展报告, 1997. 69—80)
- 7 Korde R, Geist J. Appl. Opt., 1989, **26**:5284—5290
- 8 Gullikson E M et al. J. Elec. Spec. Rel. Phen., 1996, **80**:313—316
- 9 CUI MingQi et al. Atomic Energy Sci. Tech. (in Chinese), 1998, **32**(6):492—498
(崔明启等. 原子能科学技术, 1998, **32**(6):492—498)
- 10 NIST Report of Calibration, 1996. Ref:P.O.JS083A

Self-calibration of Silicon Photodiode in the Soft X-Ray Spectral Range

ZHANG DongQing CUI MingQi ZHU PeiPing ZHAO YiDong CUI CongWu

(*Institute of High Energy Physics, The Chinese Academy of Sciences, Beijing 100039, China*)

Abstract Self-calibration experiment of silicon photodiodes in the soft X-ray spectral region of synchrotron radiation (50—2000eV) is carried out. Because of elimination of “dead region” and adoption of very thin SiO₂ layer as window of the silicon photodiode, a simple model can be used to analyze the process. Based on parameters measured by experiment, the quantum efficiency of the silicon photodiode is calculated, and the flux of incident synchrotron radiation is also obtained.

Key words synchrotron radiation, silicon photodiode, self-calibration, quantum efficiency

Received 7 April 1999

* Supported by National Natural Science Foundation of China (19675043) and National Hi-Tech 863-416