

VUV/EUV 标准探测器装置和 传输标准探测器的标定^{*}

郑雷¹ 崔明启¹ 赵屹东¹ 朱杰¹ 周克瑾¹ 陈凯¹ 赵佳¹
孙立娟¹ 马陈燕¹ 周洪军² 霍同林²

1(中国科学院高能物理研究所 北京 100049)

2(合肥国家同步辐射实验室 合肥 230029)

摘要 对研制的安装在合肥国家同步辐射实验室(NSRL)计量光束线上的VUV/EUV标准探测器装置进行了传输标准探测器的首次标定工作。实验选取了3个能点17.625nm, 6.8nm 和 92nm, 在这3个能点处分别标定光电二极管, 得到其相应的量子效率。结果表明: 在同一能点多次标定结果的重复一致性很好, 相对标准偏差在1%—14%的水平; 但是与美国国家标准计量局(NIST)标定过的光电二极管的量子效率比较, 短波17.625nm的标定结果较好, 而6.8nm和92nm波长的结果差距偏大。偏差主要来自光源稳定性和光谱纯净度的影响。

关键词 同步辐射 VUV/EUV 标准探测器 传输标准探测器 标定 量子效率

1 引言

随着真空紫外和极紫外(VUV/EUV)科学的发展, 其在光学、生物科学、微电子学、材料科学、表面科学、天体物理学、激光等离子体诊断技术及同步辐射应用等领域越来越显示出巨大的应用前景。在许多应用领域, 如: 极紫外深度光刻、农作物软X射线辐照、惯性约束聚变的探测器灵敏度标定、托卡马克等离子体诊断用探测器标定、半导体材料改性辐照、类生物材料吸收测量等, 都要求对入射光的绝对强度进行测量, 对同步辐射光束线的绝对辐射光强进行测量也是X射线测量及同步辐射在其他学科中应用的一个重要课题。因此, 开展EUV/XUV绝对光强测量技术和计量标准研究方面的工作是非常有必要的。目前, 只有在5—50nm波段美国国家标准计量局(NIST)^[1,2]和德国的PTB^[3]有国家计量标准。在国内, 从1996年开始北京同步辐射装置上也开展了软X射线计量大型实验室标准的建立工作^[4]; 2000年

国家同步辐射实验室二期工程增设了计量线, 开展了利用同步辐射光源作为VUV/EUV标准光源的工作。

进行传输探测器标定的关键是要有理想的光源和对光源光强的绝对测量。同步辐射光源以其具有高亮度、光谱连续、高偏振度和光源特性的可计算性的优点被普遍认为是理想的光源^[4]。同步辐射是具有很宽光谱的白光, 在绝大多数应用中必须经过一系列的光学元件进行单色、聚焦、准直等, 因此到达实验点时, 同步单色光的部分光学特性与白光相比发生了变化, 比如作为强度测量最重要的光子通量。单色光的光通量不可能通过计算的方法精确得到, 所以必须建立初级标准探测器测量单色光的绝对光通量。探测器标准分为初级标准(primary standards)和次级标准(secondary or transfer standards)。初级标准是建立在一些基本的物理规律或现象基础上的。对传输标准的基本要求是可以移动: 从一个地方到另一个地方而不发生显著的稳定性、可靠性和灵敏

2004-07-07 收稿, 2004-10-15 收修改稿

* 国家自然科学基金(10374088)资助

度方面的变化.次级标准通过与初级标准对比被标定,然后可以作为传输标准为不同的用户标定同类型或不同类型的探测器.

标定传输标准探测器最简单的方法是将其与初级标准探测器在可调单色光源上比对^[5].传输标准探测器采用硅光电二极管^[6,7](AXUV - 100G, IRD Inc., USA),由于它具有100%的内部量子效率,抗辐照能力强(1Grad),暗电流小(<0.1pA, 新品),测量时不需外加偏压,而且对外磁场不敏感等优异特性,在EUV/XUV能区被NIST和德国的PTB等计量单位用作传输标准探测器.能够作为初级标准探测器的有电离室、正比计数器、比色仪和低温辐射计^[8].目前正比计数器的计数率最高约为10⁴counts/s远低于同步辐射光通量,同时在低通量条件下进行传输标准的探测器标定也会使信噪比降低,误差增大.比色仪和低温辐射计又太昂贵,而气体电离室原理和结构都比较简单,便于设计和对测量结果进行修正,电离室成为公认的进行EUV/XUV射线绝对光强测量的初级标准探测器^[1,9].因此,我们设计了一套以无窗流气式稀有气体电离室为主体的EUV/XUV射线绝对光强测量系统,该装置安装在合肥国家同步辐射实验室(NSRL)计量光束线^[10]上.计量光束线的单色器是光栅单色器,其可调光谱范围:5—120nm,设计分辨率($\lambda/\Delta\lambda$):150,设计光通量:10⁸ photons/s.

2 装置及方法

2.1 绝对光强的测量

用于VUV/EUV射线绝对光通量测量的无窗流气式稀有气体电离室结构简图如图1所示:

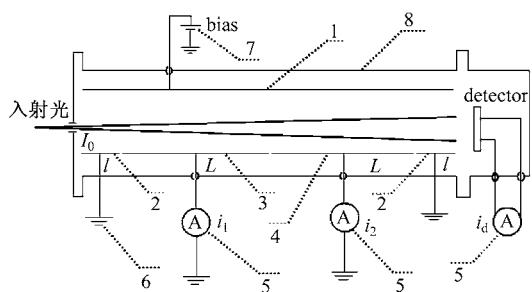


图1 标定装置简图

1阳极板,2保护极,3第1收集极,4第2收集极,
5电流表,6接地端,7偏压直流电源,8电离室腔体.

电离室内充有惰性气体,其工作在1—133Pa的压强范围.选择单色同步辐射光作为光源.根据探测器所需标定的波长选择合适的惰性气体,一定波长的光子能量至少大于这种稀有气体的第一电离能才能使气体电离.电离产物在偏压电场下运动,电子被阳极板收集,阳离子被收集极所收集,连接收集极和地的电流表可以测得电离电流.由测得的电离电流可以确定入射单色光的绝对光强,原理如下:在图1中设保护极长度为l,第1收集极和第2收集极长度相等均为L,电离室内充满一定压强的工作气体,一束单色光入射到电离室内,设保护极前的光强为I₀,测得收集极电流分别为i₁和i₂.绝对光强I₀可以由下式得到:

$$I_0 \gamma = \frac{i_1^2}{e(i_1 - i_2)} e^{\frac{p\sigma l}{kT}}, \quad (1)$$

其中 γ 为光电转换产额; e 为电子电荷; p 为工作气体压强,可以由安装在电离室上的薄膜压强计(上海振太仪表厂)读出压强值;收集极电流由弱电流计(6517 Keithley, USA)读出;波耳兹曼常数 $k = 1.38065 \times 10^{23} \text{ JK}^{-1}$, T 为工作气体绝对温度(单位K),由6517连接自带的热电偶读出; σ 为光电离截面,光电离截面可以从网站^[11]上得到,也可以由上述几个参量计算得到^[12],如下式:

$$\sigma = \frac{kT}{pL} \ln\left(\frac{i_1}{i_2}\right), \quad (2)$$

(1)式联合(2)式可简化为

$$I_0 \gamma = \frac{i_1^2}{e(i_1 - i_2)} \left(\frac{i_1}{i_2}\right)^{\frac{l}{L}}, \quad (3)$$

(3)式表明只需测得第1和第2收集极的电流就可以计算出入射光通量,大大减小了参数个数,简化了计算,同时也降低了多个参数测量不确定度对总的测量不确定度的影响.

在紫外(VUV)能区,光子能量较低(小于30eV),与气体原子的第一电离能接近,发生多重电离的几率很小,这时的光电转换产额 γ 基本接近于1,即每个光子可以产生一个电子-离子对.因此在该能区使用(1)式或者(3)式在 γ 等于1的情况下得到绝对光通量,此时系统工作在双电离室模式下.

在极紫外(EUV)能区,光子能量最高已接近Ar的L壳层电离能(约250eV),这时发生二次电离的几率较大并且多重电离也已开始出现^[9,13,14].这种情况下,需要改变工作气体压强,将压强外推至零,以消除二次和多次电离的影响^[1,9,13].由于工作气体在该能区的透过率较高,致使电离室前后两个收

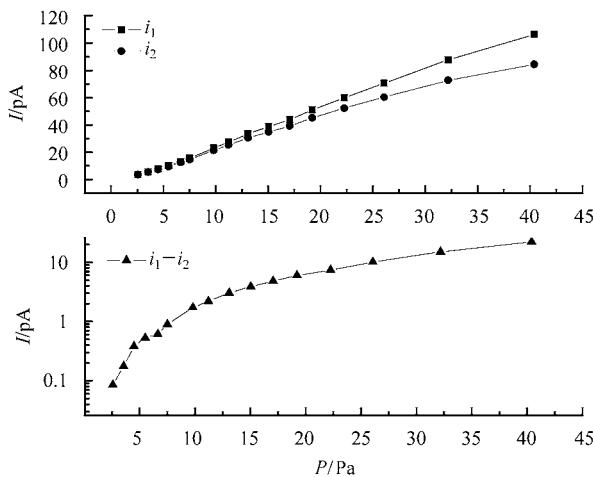


图2 入射光波长为6.8nm时,电离室第1收集极和第2收集极的电流及其差值

集极测得的电流比值超出了其在双电离室模式下的允许范围($0.3 < i_2/i_1 < 0.6$),并且差值也很小(图2),例如在压强小于10Pa时,两个收集极电流在9.8Pa时相差最大为1.72pA,在2.57Pa时相差最小仅仅0.085pA.受电离室内工作气体不均匀影响以及在弱信号测量时外界的干扰,两个收集极电流的差值在低压强处有很大的测量不确定度,将导致由(1)或者(3)式得到的绝对光通量在低压强时(小于10Pa)不可信.因此需采用单电离室模式:将两个收集极作为一个长为 $2L$ 的收集极使用.测得的电离信号为: $i = i_1 + i_2$.初次电离形成的电流为

$$i_0 = eI_0\gamma_0 e^{-\frac{pd}{kT}} \left(1 - e^{-\frac{2pd}{kT}}\right), \quad (4)$$

式中 γ_0 为多重电离产额^[15],即不含二次(多次)电离影响的真实的光电离产额.初次电离产生的光电子向阳极板漂移过程中可能使其他原子电离.设光电子到达阳极的平均距离为 d ,光电子的总散射截面为 Q ,有效光电子电离产额为 Y ,则光电子产生的二次(多次)电离离子流为

$$i^+ = i_0 Y \left(1 - e^{-\frac{Qpd}{kT}}\right), \quad (5)$$

实际收集到的光电流是

$$i = i_0 + i^+ =$$

$$eI_0\gamma_0 e^{-\frac{pd}{kT}} \left(1 - e^{-\frac{2pd}{kT}}\right) \left[1 + \left(1 - e^{-\frac{Qpd}{kT}}\right) Y\right],$$

可写为

$$\frac{i/e}{I_0 e^{-\frac{pd}{kT}} \left(1 - e^{-\frac{2pd}{kT}}\right)} = \gamma_0 \left[1 + \left(1 - e^{-\frac{Qpd}{kT}}\right) Y\right],$$

上式左端为表现光电离产额 γ

$$\gamma = \gamma_0 \left[1 + \left(1 - e^{-\frac{Qpd}{kT}}\right) Y\right], \quad (6)$$

所以根据公式

$$I_0\gamma = \frac{ie^{\frac{pd}{kT}}}{e \left(1 - e^{-\frac{2pd}{kT}}\right)}, \quad (7)$$

代入实验测得的收集极电流、工作气体压强和温度等量,得到 $I_0\gamma$ 与压强 p 的关系曲线.当压强趋于零时,由(6)式得:(7)式趋于 $I_0\gamma_0$ (该曲线的截距),可消除二次(多次)电离的影响.多重电离产额 γ_0 可从文献中^[15,16]查到,进而求得光强 I_0 .

2.2 传输探测器的标定

传输探测器的标定通过与初级标准探测器的比较实现,标定结果一般以响应度(或称为光电转换效率)和其不确定度的形式给出.在图1中,待标的硅光电二极管AXUV-100G置于测量系统的后部,并保证处在光路中,当电离室内的工作气体抽空后,光强 I_0 向后传播并完全入射到待标探测器上,假设测量得到硅光电二极管的电流信号为 i_d ,则其量子效率(吸收一个光子产生的电子空穴对的个数)为

$$\eta = \frac{i_d}{eI_0}. \quad (8)$$

3 实验结果和讨论

电离室使用的工作气体根据所要标定的光子能量进行选择,尽量避开气体的吸收边,同时光子能量能够使气体电离.本实验,在长波段(30—92nm)采用氩气,在短波段(5—30nm)采用氙气.

图3为实验测得的坪曲线,从中可以看出偏压大于3V时收集极信号已经趋于饱和,随着偏压的增加,信号基本不变,有一个很大的饱和范围.根据

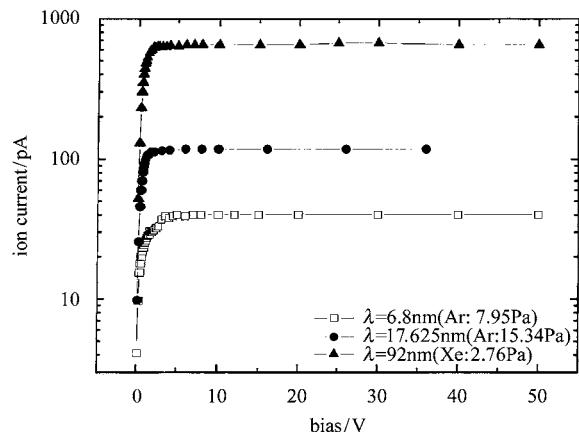


图3 电离室的坪特性曲线

光子波长为6.8nm,17.625nm,92nm分别在工作气体压强为7.95Pa(氩气)、15.34Pa(氩气)、2.76Pa(氙气)时的3条坪曲线.

图中的结果,在实际标定实验中,我们选取电离室的工作偏压为30V.

在传输探测器的标定实验中,采用联合(7)和(8)式得到的量子效率与压强的关系.改变压强,可计算出对应的量子效率.图4是在入射波长为6.8nm时,电离室重复标定硅光电二极管AXUV-100G所得结果中的一个.从图中的拟合结果可以得出拟合曲线与 y 轴的截距为20.8,即零压强下的量子效率,再乘以此时氩气的多重电离产额1.2^[15],最终得到硅光电二极管的标定量子效率为25.0.表1中给出了所有实验标定结果.在波长为6.8nm和17.625nm时,对硅光电二极管分别重复标定了7次,平均值分别为25.1和12.5,相对标准偏差分别为6.25%和14.0%;对于92nm波长重复了3次,其量子效率的平均值为6.8,相对标准偏差为1.5%.但是两年前NIST标定的同类型的光电二极管的量子效率分别为48.48(6.8nm)、15.7(17.625nm)和1.23(92nm),相对测量不确定度分别为13%,9%和7%.我们的结果与之相比偏差较大.经过两年后,光电二极管因为表面死层的增厚其量子效率均有一定程度的降低,灵敏面的玷污也降低量子效率,除光电二极管自身的因素外,影响标定结果的因素还有光源稳定性、光源光谱的纯净度、工作气体压强测量和

控制以及压强稳定性等.其中,光源稳定性和光谱纯净度对标定的结果产生了很大影响,例如,在未加插入件时光源稳定性好于加了插入件时,标定的结果如表1中6.8nm和92nm(未加插入件)的重复一致性要好于17.625nm(加插入件).另外,由于缺少对计量线光源输出特性的了解以及对高次谐波和杂散光的抑制措施,而在测量长波92nm和短波6.8nm时未在光路中加滤片来提高光谱纯净度,这导致在这两个波长标定的结果与前面提到的NIST的结果相比较没有波长为17.625nm(加铝滤片)时的标定结果接近.例如在92nm波长处,氩气压强为5Pa时硅光电二极管处的实际理论透过率为0.2%,而实验测得的透过率约为60%,这表明光谱中高次谐波和杂散光占了总通量的一半以上,导致标定结果偏差很大.

表1 硅光电二极管(AXUV-100G)的实验标定结果

波长/nm	量子效率						
	1	2	3	4	5	6	7
6.8	21.9	25.0	25.1	24.6	25.7	26.2	27.1
17.625	15.1	10.9	12.8	11.0	14.2	10.6	12.5
92	6.8	6.9	6.7	—	—	—	—

标定传输标准探测器的测量不确定度可以从以下几个方面考虑:收集极电流的相对测量不确定度约为1.5%;工作气体压强的相对测量不确定度约为3%;温度的相对测量不确定度~1%;硅光电二极管灵敏面的均匀性和电流的相对测量不确定度约为7%;但是光源稳定性造成的测量不确定度目前无法确定,高次谐波和杂散光的影响也没有定量.

4 结论

基于无窗流气式稀有气体电离室的EUV/XUV射线绝对光强测量系统安装在合肥国家同步辐射室(NSRL)的计量光束线上.首次使用该系统在6.8nm,17.625nm和92nm波长对传输标准探测器(AXUV-100G)进行了标定.标定结果的重复性较好,这表明电离室处于较好的工作状态.但是由于光源稳定性不佳,而且缺少对高次谐波和杂散光的抑制措施,结果与NIST标定的同类型AXUV-100G相比偏差较大.

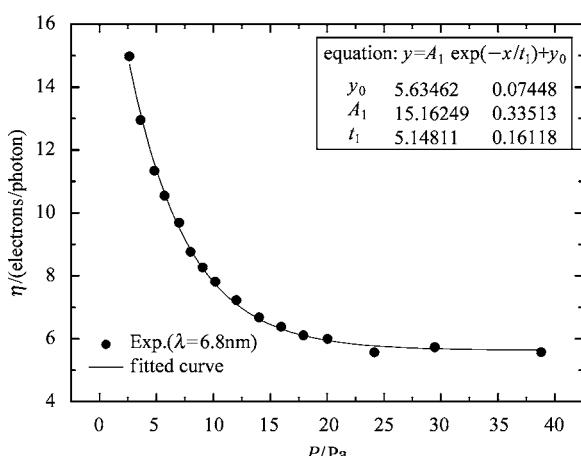


图4 硅光电二极管(AXUV-100G)的表观量子效率与工作气体压强的关系
实线是对实验值(实圆点)的拟合,方框内是参数的拟合结果.

参考文献(References)

- 1 Canfield L R, Swanson N. Journal of Research of National Bureau of Standard, 1987, **92**: 97—111
- 2 <http://physics.nist.gov/Divisions/Div841/Gp1/BL-9.html>
- 3 <http://www.berlin.ptb.de/en/org/7/72/index.htm>
- 4 CUI Cong-Wu, CUI Ming-Qi et al. HEP & NP, 1998, **22**(2): 180—185 (in Chinese)
(崔聪悟, 崔明启等, 高能物理与核物理, 1998, **22**(2): 180—185)
- 5 Wender B. Metrologia, 1995, **32**: 419—424
- 6 Konde R, Cable J S, Canfield L R. IEEE Trans. on Nucl. Sci., 1993, **40**(6): 1655—1659
- 7 Funsten H O, Suzeynsky D M, Ritzau S M et al. IEEE Trans. on Nucl. Sci., 1997, **44**(6): 2561—2565
- 8 Rabus H, Persch V, Ulm G. Appl. Optics, 1997, **36**: 5421—5440
- 9 Samson J A R, Haddad G N. J. Opt. Soc. Am., 1974, **64**: 47—54
- 10 http://www.nsrl.ustc.edu.cn/exp-departmt/beamline_station/1fsjizhun.html
- 11 <http://www-cxro.lbl.gov/optical-constants/pert-form.html>
- 12 ZHENG Lei, CUI Ming-Qi, ZHAO Yi-Dong et al. HEP & NP, 2003, **27**(6): 555—558 (in Chinese)
(郑雷, 崔明启, 赵屹东等. 高能物理与核物理, 2003, **27**(6): 555—558)
- 13 Saito T, Onuki H. Metrologia, 1995, **32**(6): 525—529
- 14 Saito N, Suzuki I H. Int. J. Mass Spectrom. Ion Processes, 1992, **115**: 157—172
- 15 Suzuki I H, Saito N. Electrotechnical Laboratory Report, 1992, (6): 688—711
- 16 Samson J A R, Haddad G N. Phys. Rev. Lett., 1974, **33**(15): 875—878

VUV/EUV Primary Standard Detector Facility and Transfer Detector Calibration*

ZHENG Lei¹ CUI Ming-Qi¹ ZHAO Yi-Dong¹ ZHU Jie¹ ZHOU Ke-Jin¹
CHEN Kai¹ ZHAO Jia¹ SUN Li-Juan¹ MA Chen-Yan¹
ZHOU Hong-Jun² HUO Tong-Lin²

1 (Institute of High Energy Physics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China)

2 (National Synchrotron Radiation Laboratory, Hefei 230029, China)

Abstract A transfer standard detector was calibrated for the first time with respect to the VUV/EUV primary standard detector built at the metrology beamline in National Synchrotron Radiation Laboratory (NSRL) at wavelength 17.625nm, 6.8nm and 92nm. The repetitively calibrated quantum efficiencies for Si photodiode are in good agreement at each wavelength with the relative accuracy of 1%—14%. But compared with the quantum efficiency from NIST, our result has good agreement at wavelength 17.625nm while poor agreement at wavelength 6.8nm and 92nm. The stability of the light source and the spectral impurity has significant effect on calibration.

Key words synchrotron radiation, VUV/EUV standard detector, transfer standard detector, calibration, quantum efficiency

Received 7 July 2004, Revised 15 October 2004

* Supported by National Natural Science Foundation of China (10374088)