

## 合肥光源软 X 射线光束线光子通量的测量

张玉烜<sup>1,2</sup> 蒋诗平<sup>1</sup> 张新爽<sup>1\*</sup>

1(中国科学技术大学国家同步辐射实验室 合肥 230029)

2(复旦大学物理系 上海 200433)

魏道严 徐师国

(安徽医科大学核医学教研室 合肥 230032)

**摘要** 计算了合肥光源软 X 射线光束线中光子通量与波长的关系;利用 AXUV 硅光电二极管测量了当单色仪使用 CZP32 波带片和  $30\mu\text{m}$  针孔时光电流与波长的关系曲线;根据光电流及光电二极管的量子效率得到了在真空隔离窗外  $2.8\text{--}3.9\text{nm}$  波长范围内的光子通量绝对数值为  $2.7 \times 10^5\text{--}8.0 \times 10^5 \text{ photons}/(\text{s} \cdot \text{mA} \cdot 0.1\text{nmBW})$ ,并由理论估算得到真空中光子通量比真空室外高两个量级,约为  $10^7 \text{ photons}/(\text{s} \cdot \text{mA} \cdot 0.1\text{nmBW})$ 。

**关键词** 软 X 射线,单色仪,光子通量,水窗

**中图分类号** 0434.12

A

中国科学技术大学国家同步辐射实验室软 X 射线光束线安装了一台由波带片及针孔光阑组成的直线型单色仪。单色仪覆盖的波长范围为  $1.97\text{--}5.44\text{nm}$ ,包括波长介于碳、氧 K 吸收限之间的整个“水窗”波段<sup>[1,2]</sup>。这一范围内的软 X 射线与生命物质如蛋白质、DNA 等作用时的吸收系数比水高约一个量级,因此具有衬度增强机制<sup>[3]</sup>。并且 X 射线的穿透深度比电子显微镜中的电子大得多,因而在生物样品成像方面有很大的应用前景。此外,软 X 射线被生物物质强烈吸收,而且对于生物样品最为重要的一些元素如碳、氮、氧等的吸收限都位于这一范围,因此它对研究生物辐照效应的机制也具有重要的意义。

由于生物样品经常是辐照敏感的,大剂量的 X 射线照射会导致生物的死亡和结构的破坏,因此必须考虑样品所吸收的辐射剂量。为了计算样品的吸收剂量,需要知道照射到样品上的 X 射线强度。从储存环中发出的 X 射线强度可以精确计算出来。然而,在光束线中,由于各种光学元件的存在,使光强的分布发生改变。要得到光束线出口处的 X 射线强度分布,必须全面考虑光束线中每一个可能对光强造成影响的因素。我们首先通过理论估算得到光束线各处的光子通量值,然后通过实验对实际参数进行测量。

### 1 理论估算

单个电子发出的同步辐射可以精确地计算。对于一个电子束团来说,由于电子间的相互作用很弱,因此整个束团发出的辐射为所有电子贡献的总和。一个稳定运行的储存环所发出的同步辐射光强应正比于电子束流的大小。当束流随时间衰减时,光束线上的 X 射线光子通量也随着衰减。

国家自然科学基金(39770195)资助

第一作者:张玉烜,男,1973年2月出生,2000年9月毕业于中国科学技术大学,获博士学位,现于复旦大学同步辐射研究中心作博士后研究

\* 通讯联系人:张新爽

收稿日期:2001-01-17

在光束线中,影响光子通量的一个主要因素是单色仪中起色散作用的波带片。黑白型波带片理论上的一级衍射效率为 10.13%<sup>[4]</sup>。然而在制作过程中,由于工艺水平的限制,实际衍射效率会低一些。此外,由于波带片有一层起着支撑作用的基底材料,它对 X 射线的吸收不可忽略。对于直线型单色仪来说,入射的 X 射线先被会聚,经过针孔滤波后再变成发散的光束,因此距离针孔不同位置处的光斑大小也不同,单位面积上的光子数即光强也有所不同。有的实验需要将 X 射线经真空隔离窗引出至大气环境中,因而隔离窗和空气层对 X 射线的吸收也要考虑。

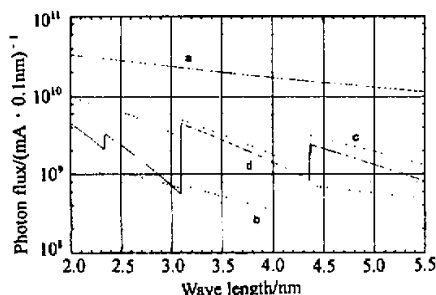


图 1 理论估算得到的软 X 射线实验站光子通量  
各条曲线所在位置: a. 单色仪入口, b. 单色仪出口,  
c. 氮化硅窗外, d. 经过 0.5 mm 的空气层吸收之后。  
曲线 a, b 的纵坐标见左侧, 曲线 c, d 见右侧

Fig. 1 Photon flux is soft X-ray station by  
theoretical calculation

The position of each curve: a and b are the entrance  
and the exit of the monochromator, c. outside the  
silicon nitride window, d. after a 0.5 mm air layer.

Left Y-axis for curve a and b, right Y-axis for c and d

针对合肥光源软 X 射线实验站的实际情况,我们对光子通量进行了估算。根据设计参数,直线型单色仪对由弯转磁铁发出的同步辐射的收集角为 0.27 mrad, 面积为一直径 2.8 mm 的圆<sup>[2]</sup>,我们取波带片的一级衍射效率为 5%, 基底材料聚酰亚胺的厚度为 300 nm, 用于真空隔离的氮化硅窗口面积为 0.25 mm × 0.25 mm, 厚 120 nm。根据各种元素的衰减系数<sup>[5]</sup>、材料的厚度及单色仪的几何尺寸,可以计算得到光束线各处的光子通量值  $\Phi$  (photons/(s · mA · 0.1 nm BW)), 如图 1 所示。其中, 曲线 a 是从弯转磁铁发出的同步辐射光经光阑限制后进入单色仪的光子通量谱, 光阑为直径 0.27 mm 的孔, 距离光源 10 m, 因而收集角为 0.27 mrad; 曲线 b 是经过单色仪滤波后的光子通量谱; 曲线 c 为从氮化硅窗口透过后光子通量; 曲线 d 为再经过 0.5 mm 厚的空气层吸收后的光子通量。

从曲线 b 可以看到, 由于基底材料聚酰亚胺的吸收, 在 C、N、O 等元素的各个吸收限处光子谱都有一个突变。我们利用图 1 中的曲线可以得到不同波长下, 单位时间内的光子总数。例如, 欲知道储存环束流为 100 mA, 使用 30  $\mu$ m 针孔, 且波长为 3.2 nm 的 X 射线在真空环境中的光子通量, 可以从图 1 中的曲线 b 查得  $\Phi = 6.8 \times 10^8$  counts/(s · mA · 0.1 nm BW), 乘上束流 100 mA 及单色化后的光谱宽度 0.18 nm<sup>[6]</sup>, 可以得到光子数为  $1.22 \times 10^{11}$ /s。在真空室外经窗口和空气层吸收后, 同样由曲线 d 可以得到光子数为  $7.2 \times 10^8$ /s, 比真空室中小约两个量级。

由于从单色仪出来的 X 射线是一个发散的光锥, 因而在不同距离处光斑的大小不同, 光强  $I$  即单位面积上的光子数也会不同。  $I$  与  $\Phi$  的关系可以写为

$$I = \Phi / S = k \times \Phi \quad (1)$$

式中,  $S$  为光斑的面积, 因而  $k = S^{-1}$  是一个与实验条件相关的系数, 为光斑面积的倒数, 单位为  $\text{mm}^{-2}$ 。在真空样品室中光斑为直径约 3 mm 的圆, 对应的  $k$  为  $0.14 \text{ mm}^{-2}$ , 在与上述相同的条件下, 对应的光强为  $1.71 \times 10^{10}$ /(s ·  $\text{mm}^2$ )。经过氮化硅窗口后光斑尺寸受到窗口限制。根据窗口面积可以得到此处的  $k$  值为  $16 \text{ mm}^{-2}$ , 对应的光强为  $1.15 \times 10^{10}$ /(s ·  $\text{mm}^2$ )。

## 2 实验测量

在实际情况下由于仪器参数的变化,光子通量的值可能与理论估算的结果有较大的出入,因此必须对光束线的光子通量进行实际测量,并且这种测量必须能够较为准确地得到光子数的绝对数值。为此我们采用美国IRD公司制造的AXUV硅光电二极管进行测量。

AXUV系列硅光电二极管<sup>[7]</sup>没有掺杂死区层,具有零表面复合性能,因此在很宽的范围内有接近理论极限的量子效率。从图2可以看到,在10—10000eV范围内,AXUV二极管具有比较平滑的响应曲线,平均每3.63eV的能量可以激发一个电子-空穴对。因此一个波长为3.2nm的光子可以激发出大约106个电子-空穴对。利用这种二极管,我们可以通过测量X射线产生的光电流而得到单位时间内光子数的绝对值。

我们使用的光电二极管型号为AXUV-20BNC。它的有效探测范围是一个直径5mm的圆形区域。由于X射线光斑的尺寸小于此探测区域,因此可以保证全部光子都被接收。由于测量时探测器无法放入真空中,并且探测区域的表面与真空隔离窗的距离为5mm左右,这一厚度的空气层会对X射线造成显著的吸收,因此我们另外设计并加工了一个简易真空室,接在真空隔离窗外。光电管置于简易真空室中,以机械泵抽真空,真空度为1Pa左右。在这一真空度下,X射线被残余气体的吸收只有大气环境中的 $1/10^5$ ,因而由空气吸收造成的影响可以忽略。

理论上,在其它条件不变的情况下,光强应该只与束流大小成正比。然而在实际情况中,由于储存环运行时机器的各种参数的变化会导致电子束团位置的变化。而且同步辐射的发散角很小,实验站离光源点又有10m以上的距离,因而束团位置的微小变化会引起进入单色仪的光子数的较大变化。因此我们首先利用AXUV二极管监测了在约9h内的光电流与电子束流随时间变化的曲线,如图3所示。由图3可以看到,这两条曲线基本重合,但也存在一定的偏差。这种偏差说明在储存环运行期间电子轨道的缓慢漂移引起的光束线出口处光强的变化。不过这种偏差的大小在5%以内,对于一般实验造成的影响可以忽略不计。

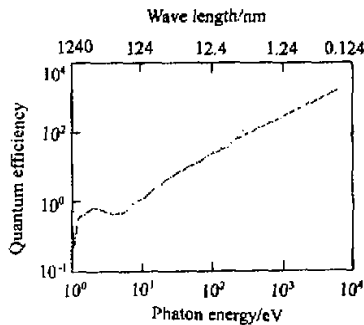


图2 AXUV硅光电二极管的量子效率  
Fig. 2 Quantum efficiency of AXUV silicon photo diode

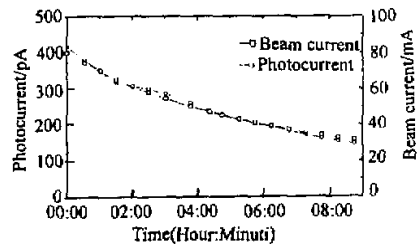


图3 储存环束流与光电流随时间衰减的曲线  
Fig. 3 Decay curves of beam current and photocurrent as a function of time

图4(a)给出了光电流及光子通量与波长关系的测量曲线与理论估算曲线。所用的波带片为CZP32型,波长覆盖范围为2.74—3.87nm。测量值已经根据单色仪的光谱宽度、测量过

程中储存环的束流值进行了修正处理。图 4(a) 中的曲线 a 在 3.1 nm 附近有一个突变, 这是由聚酰亚胺和氮化硅材料中 N 元素的 K 吸收限引起的。而在实测曲线 b 中没有相应的突变。这是因为从单色仪出来的 X 射线并非严格的单色光, 而具有一定的宽度。这一特点使得测量曲线中的 N 元素吸收限结构被平滑掉。实际上, 测量到的光子通量谱是理论与准单色光光谱的卷积, 并且由测量到的光谱可以计算出单色仪的单色性能<sup>[6]</sup>。此外, 实测曲线在 3.6—3.7 nm 附近有一个较快的下降。我们认为这可能是光学元件衍射效率的变化及单色仪的工作状态引起的。

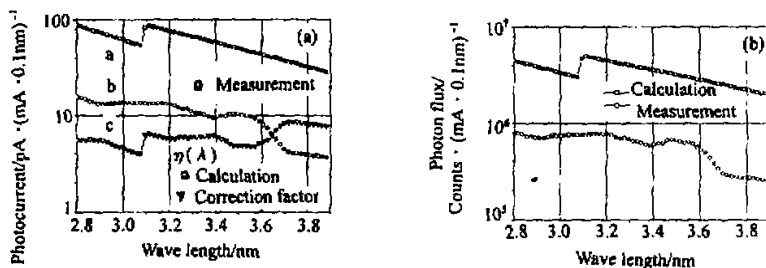


图 4 修正后的光子通量(b)及光电流(a)的实验与理论曲线

Fig. 4 Experimental and theoretical curves of photo flux (b) and photo current (a) after correction

在得到光电流  $I_p$  之后, 我们就可以得到光子通量  $\Phi$  的绝对值。两者之间的关系为

$$\Phi = \frac{I_p}{e} \frac{h\nu}{E_k} \quad (2)$$

式中,  $e$  为电子电荷,  $h\nu$  为光子能量,  $E_k$  为光电管中每产生一个电子-空穴对所需的能量, 对于 AXUV 二极管  $E_k$  的值为 3.63 eV<sup>[6]</sup>。根据光电流的曲线计算了光子通量曲线, 如图 4(b) 所示。在 2.8—3.9 nm 波长范围内, 对应的光子通量为  $2.7 \times 10^5$ — $8.0 \times 10^5$  photons/(s · mA · 0.1 nmBW)。我们重新计算一下储存环束流为 100 mA, 使用 30  $\mu$ m 针孔时波长为 3.2 nm 的 X 射线在氮化硅窗口外的光子通量。从图 4(a) 中查得  $\Phi = 8.0 \times 10^5$  photons/(s · mA · 0.1 nmBW), 乘上束流 100 mA 及光谱宽度 0.18 nm, 得到光子通量为  $1.44 \times 10^8$ /s。根据 N、O、H 等元素质量衰减系数及空气密度, 3.2 nm 的 X 射线在空气中的穿透深度为 3.86 nm, 因而 0.5 mm 厚的空气层的透过率为 0.88。考虑此空气层的吸收, 光子通量减少为  $1.27 \times 10^8$ /s, 与前面的理论估计值  $7.2 \times 10^8$  相比, 两者相差为 5.7 倍。由于目前探测器无法置入真空中测量, 因而真空室内的光子通量只能利用图 1 中曲线 b、c 的比例进行推算。在 2.8—3.9 nm 范围内, 两者相差为 140—220 倍, 因此真空室中的光子通量为  $10^7$  photons/(s · mA · 0.1 nmBW) 量级。

从光子通量的数值及图 4 中理论与实测曲线都可以看到测量值比估算值低约一个量级。图 4(a) 中曲线 c 为估算值与测量值的比值, 可以用来对估算值进行修正。这一差别反映了在理论估算中一些参数选取的误差。产生误差的参数可能有: 波带片的效率、波带片基底材料的厚度、氮化硅窗口的厚度、光束线的准直状态等。这些误差的影响可以合在一起用一个修正系数  $\eta$  表示

$$\eta(\lambda) = \Phi_c(\lambda)/\Phi_e(\lambda)$$

式中,  $\Phi_c$  与  $\Phi_e$  分别为理论推导和实验测量得到的光子通量。可见  $\eta(\lambda)$  是波长的函数, 如图

4(a)所示。

### 3 总结

通过理论估算与实验测量,得到合肥光源软X射线光束线的光子通量及光子强度与波长的关系和光子通量的绝对值。在真空隔离窗外2.8—3.9nm波长范围内的光子通量为 $2.7 \times 10^5$ — $8.0 \times 10^5$  photons/(s · mA · 0.1nmBW),真空室中光子通量比真空室外高两个量级,约为 $10^7$  photons/(s · mA · 0.1nmBW)。利用这一结果,在进行生物样品的研究时,根据储存环束流与照射时间计算出照射到样品上的辐射能量,进而结合样品密度及厚度等参数计算出样品所受的辐射剂量大小。这对于生物样品的研究具有重要的意义。

### 参 考 文 献

- 1 中国科学技术大学国家同步辐射实验室用户手册——软X射线显微术实验站分册,1998  
Users Manual of NSRL, USTC, Fascicle of soft X-ray microscopy experimental station, 1998
- 2 SU Yonggang, HONG Yilin, FU Shaojun, et al. Rev Sci Instr, 1989, 60(7):2041—2043
- 3 Sayer D, Kirz J, Feder R, et al. Science, 1977, 196:1339—1340
- 4 谢建平,明海. 近代光学基础. 第四章. 合肥:中国科技大学出版社,1990  
XIE Jianping, MING Hai. Fundamental of modern optics. chapter 4, Hefei: Press of USTC, 1990
- 5 Henke B L, Lee P, Tanak T J, et al. At Data Nucl Data Tables, 1982, 27:1—144
- 6 张玉烜,蒋诗平,张新夷,等. 中国科学技术大学学报, 2000, 30(增刊):186—188  
ZHANG Yuxuan, JIANG Shiping, ZHANG Xinyi, et al. J China Univ Sci Tech, 2000, 30(supl):186—188
- 7 Absolute XUV silicon photodiodes, International Radiation Detectors Inc., 2527 W. 237th Street Unit C, Torrance, Ca. 90505—5243, US

### Photon flux measurement of the soft X-ray beamline in Hefei Light Source

ZHANG Yuxuan<sup>1,2</sup> JIANG Shiping<sup>1</sup> ZHANG Xinyi<sup>1</sup>

1 (National Synchrotron Radiation Laboratory, University of Science and Technology of China, Hefei 230029)

2 (Physics Department, Fudan University, Shanghai 200433)

WEI Daoyan XU Shiguo

(Department of Nuclear Medicine, Anhui Medical University, Hefei 230032)

### Abstract

The relationship between the photon flux and the wave length of the soft X-ray beamline in Hefei Light Source (HLS) was calculated. The photocurrent was measured by an AXUV photo diode when a condense zone plate of CZP32 type and a pinhole of 30 microns were adopted by the monochromator. According to the photocurrent and the quantum efficiency of the diode, the absolute photon flux outside the vacuum separation window in a range of 2.8 nm to 3.9 nm was measured to be  $2.7 \times 10^5$ — $8.0 \times 10^5$  photons/(s · mA · 0.1nmBW). By theoretical calculation, It was found that the photon flux inside the vacuum chamber was about  $10^7$  photons/(s · mA · 0.1nmBW), which was two orders higher than the value outside.

**Key words** Soft X-ray, Monochromator, Photon flux, Water window

CLC O434.12