

# 软X线—真空紫外 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 光电二极管的研究\*

钱莉民 金 蕾 李福田 陈星旦

**摘要:**  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 光电二极管由于光谱响应波段较宽,性能稳定,经稀有气体电离室定标后,常用作软X线—真空紫外波段的光谱辐射传递标准探测器。描述我们研制的  $\text{Al}_2\text{O}_3$  光电二极管的结构原理及  $\text{Al}_2\text{O}_3$  光阴极制备工艺,讨论性能测试方法与装置,给出测试结果。

## 一、引 言

由于空间光学、等离子体物理、受控热核聚变研究及短波段激光技术的发展,迫切需要开展软X线—真空紫外光谱辐射计量研究,建立软X线—真空紫外光谱辐射标准。如同可见波段一样,在软X线—真空紫外波段目前有两种光谱辐射标准即光源标准和探测器标准。壁稳弧和同步辐射光谱辐射标准源属于前者,稀有气体电离室属于后者<sup>[1]</sup>。基于Samson原理的稀有气体电离室是软X线—真空紫外波段的绝对型探测器<sup>[2][3]</sup>。经电离室标定的 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 光电二极管是软X线—真空紫外波段的相对型探测器,常用作传递标准探测器<sup>[4]</sup>。

本文报导我们研制的软X线—真空紫外 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 光电二极管探测器的结构原理和光阴极制备工艺,描述以 McPherson 247 掠入射 XUV 单色仪为中心所建立的软X线—真空紫外探测器比对装置,给出 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 光电二极管的性能测试结果。

## 二、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 光电二极管工作原理及光阴极工艺

所研制的无窗口  $\text{Al}_2\text{O}_3$  光电二极管传递标准探测器主要用在短于氟化镁透射限的光谱区,即在120nm以下。 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 光电二极管结构如图1所示。阳极呈筒状,由不锈钢制成,固定在聚四氟乙烯管座上。阴极系 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 薄膜,制备在石英基底上。当软X线—真空紫外辐射入射到光阴极上时,光阴极所发射的光电子在阴、阳极间电场作用下向阳极运动,形成光电子流。由于阳极构型所限,阳极不可能搜集到阴极所发射的全部的光电子,因此只有阴极电流才真正反映了入射的软X线—真空紫外辐射强度。实验室条件下, $\text{Al}_2\text{O}_3$ 光电二极管阴极光电子流强度为 $10^{-10}\text{A}\sim 10^{-12}\text{A}$ ,由 Keithley 617 高精度数字式静电计读出,经 IEEE-488接口,馈入计算机进行处理。

我们采用超精抛光的石英片作为 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 光阴极基底,石英片直径30mm,厚3mm。在这个基底上真空蒸镀200nm厚的铝膜,铝的纯度好于99.99%,然后采用化学阳极氧化方法形成15nm厚的氧

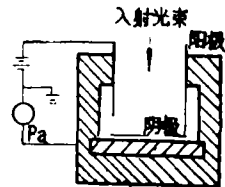


图1  $\text{Al}_2\text{O}_3$  光电二极管结构

\* 本项工作得到国家自然科学基金资助。

化膜。图 2 给出阳极氧化装置示意图。

镀有 200nm 铝膜的铝镜用作阳极，一块直径 50mm 的纯铝片用作阴极，浸入 3% 的酒石酸和氢氧化铵溶液中。阴—阳极间所加电压为 30~50V，由限流电阻  $R$  将起始电流限制到小于 2 A。接通电路后约一分钟电流由 2 A 下降到几个 mA，表明在铝镜表面有氧化层生成。我们测定了不同电压和不同通电时间下阳极氧化膜的厚度，表明在酒石酸铵溶液中，铝镜氧化膜层的厚度，随外加电压线性增长，而通电时间超过一定限度后影响很小。如实测表明两分钟生成的氧化膜厚度为 1.3nm/V，而 15

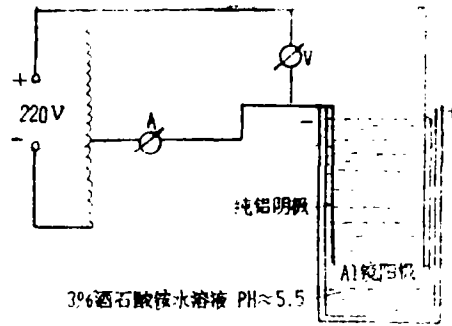


图 2 阳极氧化装置

分钟厚度仅增加 5%，40 分钟后阳极电流达到一个非常小的不变值，平均每小时厚度稳定增长 1%。图 3 给出以时间为参量氧化后厚度随电压变化的关系曲线。为得到这族曲线，在不同电压和通电时间下制备了 30 余块样品，用阶梯厚度仪测出厚度，然后用氯化汞溶液溶解掉氧化膜基底铝，使氧化层与石英基片脱离，得到  $Al_2O_3$  氧化膜。为保证氧化膜的牢固性且无针孔，样品放入电解槽前，要求铝镜表面冲洗得十分干净。为保证氧化膜性能长期稳定，阳极氧化处理后，样品需用蒸馏水反复清洗，然后在 150℃ 的温度下烘烤 1~2 小时。我们曾用 X 射线衍射仪 (D/Max III B 型) 对制备的  $Al_2O_3$  膜进行定性分析，表明氧化膜处于非晶态，符合要求。

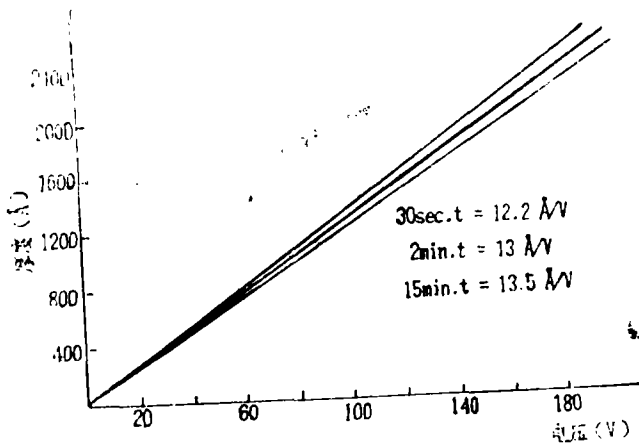


图 3  $Al_2O_3$  氧化层的厚度随电压的变化曲线

$Al_2O_3$  表面层厚度十分重要。如太厚，电荷将聚集在绝缘表面，影响探测器对辐射响应的线性度。另一方面，若太薄，将会有相当数量的人射辐射穿过  $Al_2O_3$  层进入铝层。铝在 83.6nm 以下实质上是透明的，这样不仅会减少光阴极的量子产额，而且在铝前后表面产生的反射会引起干涉，并反映出量子效率的变化，Salaman 对此作过详细讨论。作为折衷，我们取氧化层厚度为 15nm。

### 三、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 光电二极管性能测试与绝对定标装置

为研究Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>光电二极管特性，我们组装了软X线—真空紫外探测器性能测试、比对及绝对定标装置，如图4所示。该装置由McPherson 247掠入射软X线—真空紫外单色仪，真空紫外双等离子体光源，稀有气体电离室及探测器性能比对装置等四部分组成。McPherson 247使用了一块曲率半径2.2m、刻线密度60线/mm的凹面光栅，其闪耀波长为120nm，使用的掠入射角为87°。双等离子体光源使用氩作为工作气体，在25nm—100nm间产生众多强而稳定的氩原子和离子谱线。稳定性可达0.2%/h。基于Samson原理的稀有气体电离室结构如图5所示，它由直径80mm，长250mm的不锈钢真空室、排斥极、集电极和具有高绝缘电阻的金属—陶瓷密封电极组成。入射的软X线—真空紫外辐射使稀有气体电离室的工作气体电离，产生电子—离子对，在排斥极和集电极间电场作用下形成离子流。可以证明，设

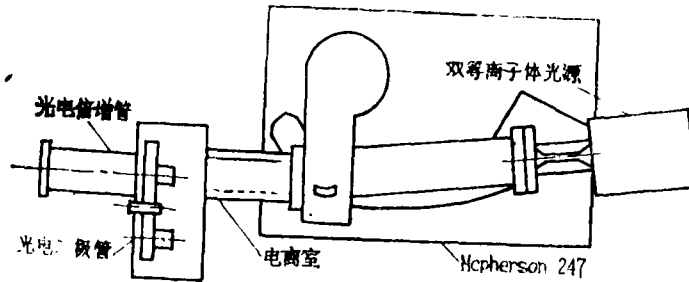


图4 探测器性能测试装置与绝对定标装置

集电极1的电流为*i*<sub>1</sub>，集电极2的电流为*i*<sub>2</sub>，则入射光子流*I*<sub>λ</sub>可以表示为：

$$I_{\lambda} = i_1^2 / e(i_1 - i_2) \quad (1)$$

其中*e*为电子电荷，使用稀有气体电离室不难测出在特定条件下McPherson 247单色仪后狭缝的输出光流，完成辐射绝对定标。再用Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>探测器测定McPherson 247的输出光流，可以得出Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>光电二极管光谱响应度。Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>光电二极管装置在探测器比对真空室内的转盘上，转动探测器可一次为三支探测器定标。稀有气体电离室和Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>光电二极管输出为10<sup>-10</sup>A~10<sup>-12</sup>A，由Keithley 617高精度数字静电计读出，经IEEE—488接口馈入IBM—PC计算机。在计算机控制下完成波长扫描，数据采集处理及最终结果的显示、打印和绘图。

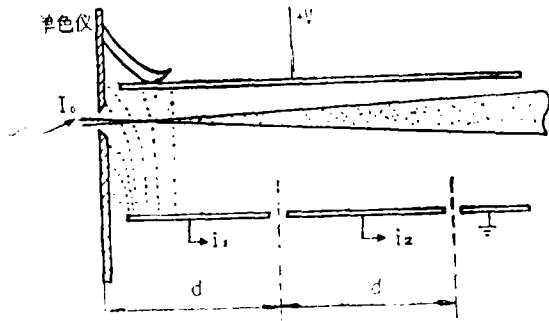


图5 稀有气体电离室

集电极1的电流为*i*<sub>1</sub>，集电极2的电流为*i*<sub>2</sub>，则入射光子流*I*<sub>λ</sub>可以表示为：

### 四、实验结果

在同样工艺条件下，制备了三支Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>光电二极管，研究了它们的伏安特性、稳定性、一致性及光谱响应特性，结果如下：

### 1. 伏安特性

图 6 给出在特定光强下, 当工作电流改变时, 二极管输出光电流的变化。可以看出当工作电压高于 30V 时, 光电流达到饱和, 将不随工作电压增大而增大。

### 2. 稳定性

表 1 给出特定工作条件下, 即光源和单色仪工作条件和探测器工作电压保持固定, 测量二极管光电流输出随时间的变化, 表明稳定性达  $\pm 2\%$ 。光源—单色仪系统光谱辐射稳定性实验前已用通道电子倍增器测过, 好于 0.2%。

表 1  $Al_2O_3$  探测器的稳定性

时间 (min)	强度 (Pa) 30.4nm	强度 (Pa) 58.4nm
10	1.3842	1.707
20	1.3947	1.721
30	1.3884	1.700
40	1.3861	1.714
50	1.3825	1.705
60	1.3775	1.707

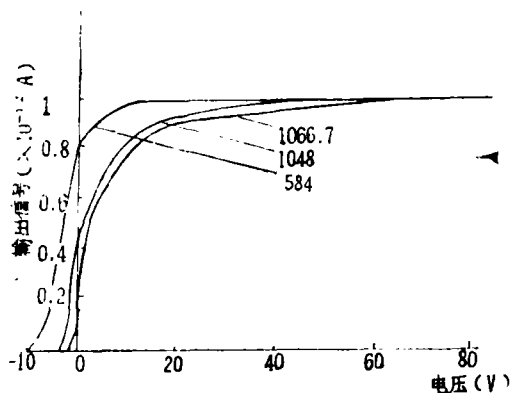


图 6 光电二极管伏安特性

### 3. 一致性

图 7 给出两支  $Al_2O_3$  光电二极管在几个特定波长响应的一致性, 表明一致性误差小于  $\pm 6\%$ 。

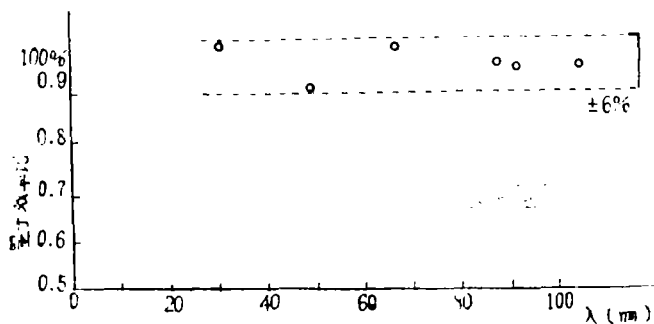


图 7 光电二极管响应的一致性

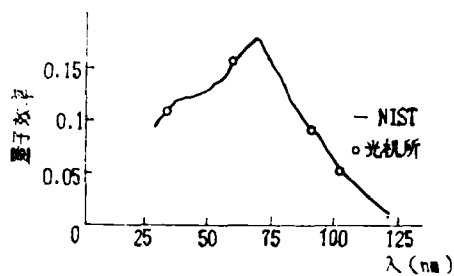


图 8 光电二极管光谱响应

### 4. 光谱响应度

图 8 给出  $Al_2O_3$  光电二极管 30nm 至 100nm 间光谱响应分布特性, 由稀有气体双电离室完成绝对定标。作为比较, 图中还给出美国国家标准技术研究院 (NIST) 的结果, 可以看出二者接近一致。

### 参 考 文 献

- [1] M. Kuhne, SPIE Proceedings, 733, 1986
- [2] J. A. R. Samson, J. O. S. A., 54, 1, 1964
- [3] J. A. R. Samson and G. N. Haddad, J. O. S. A., 64, 1, 1974
- [4] E. B. Saloman, Nuclear Instruments and Methods, 172, 1980

## A Study of Soft X-ray and VUV $\text{Al}_2\text{O}_3$ Photodiodes

Qian Limin Jin Lei Li Futian Chen Xingdan

### Abstract

Due to the wide spectral responsivity and the excellent performance, the photodiode with  $\text{Al}_2\text{O}_3$  photocathode is often used as a transfer standard detector of soft X-ray and Vacuum Ultraviolet spectral range. This paper describes the operating principle and the structure of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  photodiode developed in our Lab, as well as its manufacturing technology, discusses the method and equipment for the performance evaluation of the  $\text{Al}_2\text{O}_3$  photodiode, and gives the measurement results.