

文章编号 1004-924X(2006)03-0351-05

小型气体电离室的设计和测试研究

周洪军¹,王秋平¹,郑津津¹,张国斌¹,霍同林¹,戚则明¹,刘付轶¹,崔明启²,赵屹东²,郑雷²
(1. 中国科学技术大学 国家同步辐射实验室, 安徽 合肥 230029; 2. 高能物理研究所, 北京 100049)

摘要:设计并给出了用于同步辐射光束线波长标定和分辨本领测量的小型气体电离室。研究了厚度约为 $1\ \mu\text{m}$ 的聚丙烯膜窗和厚度为 $0.1\ \mu\text{m}$ 的 Si_3N_4 膜窗的真空隔离性能和透光性能,给出了实验数据。实验结果显示:两种膜窗均能承受 $100\ \text{Pa}$ 的压力,聚丙烯窗在 $5\ \text{nm}$ 波长的透过率约为 80% , Si_3N_4 窗在 $7\ \text{nm}$ 波长的透过率为 15% 。此外,给出了用该电离室调试表面物理和磁性圆二色两条光束线的气体谱线。结果表明,该可移动小型气体电离室的性能达到了设计和使用要求。

关键词:气体电离室;光束线;分辨本领;波长校准

中图分类号:O461.1 文献标识码:A

Design and measurement of a portable ionization chamber

ZHOU Hong-jun¹, WANG Qiu-ping¹, ZHENG Jin-jin¹, ZHANG Guo-bin¹,
HUO Tong-lin¹, QI Ze-ming¹, LIU Fu-yi¹, CUI Ming-qi², ZHAO Yi-dong², ZHENG Lei²

(1. *National Synchrotron Radiation Laboratory, University of Science and Technology of China, Hefei 230029 China*; 2. *Institute of High Energy Physics, Beijing 100049, China*)

Abstract: A portable ionization chamber mainly used to calibrate the wavelengths and investigate the resolutions power of beam lines was designed and developed in this paper. the vacuum and optical properties of $1\ \mu\text{m}$ thick C_3H_6 and $0.1\ \mu\text{m}$ thick Si_3N_4 windows were researched, the experiment data show that transmission rate of C_3H_6 is about 80% at $5\ \text{nm}$ and Si_3N_4 filter is 15% at $7\ \text{nm}$, both of them can support $100\ \text{Pa}$ pressure. The curves measured in physical surface beamline and MCD beam-line were also given. It concludes that the performance of this portable ionization chamber meets the design demand of user.

Key words: ionization chamber; beamline; resolution power; wavelength calibration

1 引言

充气电离室是以特定气体为工作介质的电离辐射探测器,用以探测带电粒子、快电子、电磁辐

射以及中子等电离辐射。它借助于辐射与电离室内气体分子的相互作用,在工作气体内产生电离,并依靠电离产生的离子和电子在电场作用下的漂移运动而输出信号^[1-2]。

用于各种研究的气体电离室种类很多。如

收稿日期:2005-11-22;修订日期:2006-04-18.

基金项目:国家自然科学基金(No. 10575097; No. 60473133),中国科学院“百人计划”资助。

M. Kocsis 和 A. Somogyi^[3] 设计研究的用于 X 射线微探针测量的无窗电离室; K. Kameta^[4] 等文章中提到的用于气体绝对光吸收截面研究的带有 LiF 滤片或金属膜窗的双室电离室; 北京高能物理研究所为国家同步辐射实验室光谱辐射标准和计量光束线研制的用做绝对标准探测器的无窗、流气式电离室^[2,9,10] 等。电离室用 X 射线做光源时, 由于 X 射线的穿透能力强, 不易被空气吸收, 故容易将光源引入电离室。本文设计的电离室应用于同步辐射软 X 射线光束线的波长标定和分辨率测量。电离室要与光束线相连接, 光束线单色器所提供的波段范围为软 X 射线和真空紫外。由于该波段光的穿透能力差、易被吸收, 因而需要寻找合适的窗口材料, 使其既能透过该波段光谱, 又具有隔离真空的性能。要求窗口材料有隔离真空性能是因为光束线的工作真空为超高真空 ($<10^{-8}$ Pa), 而电离室需要工作在 0.1~100 Pa 的压力下。

本文介绍的气体电离室是国家同步辐射实验室二期工程软 X 射线波段光束线验收的重要工具。文中系统地研究了聚丙烯膜窗和 Si_3N_4 膜窗的真空隔离性能和透光性能, 给出了实验数据, 也给出了要调试的两条光束线最终的分辨率谱线。

2 电离室的设计

电离室的设计要综合考虑工作模式、工作范围、气体工作压强、测量不确定度、收集极长度及收集极电流信号信噪比、窗口材料的气密性与透过比、光束线真空要求和光源强度及发散等^[5-8]。本文介绍的电离室由于工作波段能量较低, 而光束线工作在超高真空, 从而要求窗口材料要对软 X 射线和真空紫外光有很好的穿透性, 而同时又要能阻挡气体, 承受一定的压力。图 1 所示为该电离室的结构图。

该电离室总长为 319 mm, 直径为 63 mm, 由两个零电极(平衡电极)、两个阴极(收集极)和一个圆筒型阳极组成, 各电极间用聚四氟乙烯和可加工陶瓷绝缘。电极间的漏电流相比于信号值要尽可能的小, 这里测得的漏电流小于 10^{-14} A, 满足使用要求。

电离室工作气体压强测量选用上海振太仪表厂生产的电容薄膜式绝对压力变送器, 工作范围

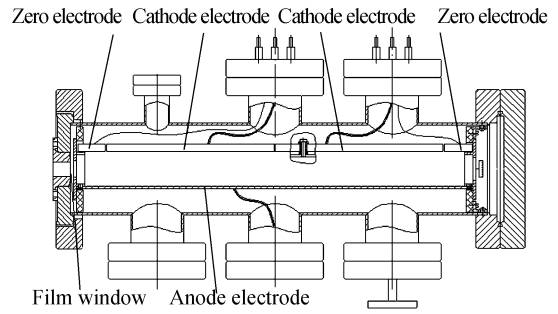


图 1 电离室的结构图

Fig. 1 Structure of ionization chamber

为 0.2~200 Pa (CPCA~110Z 型), 精度等级为 0.5 级。

小型气体电离室的膜窗必须满足以下两个条件: (1) 满足在软 X 射线和真空紫外波段透过率的要求。(2) 满足真空隔离的要求, 并能承受一定的压力。据此本实验选用聚丙烯膜窗(南京紫金山天文台做)和 Si_3N_4 窗(英国制作)。聚丙烯膜的厚度根据制作经验估计约为 $1 \mu\text{m}$, 用不锈钢衬环支撑。聚丙烯膜窗的理论透过率曲线如图 2 所示, 该窗在 $1\sim 2 \text{ nm}\sim 5 \text{ nm}$ 波长附近的透过率满足实验要求。 Si_3N_4 窗做在镂空的硅片上, 其厚度为 $0.1 \mu\text{m}$, 理论透过率曲线如图 3 所示。

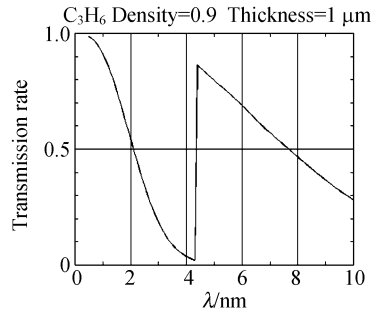


图 2 聚丙烯膜窗厚度为 $1 \mu\text{m}$ 时的透过率曲线

Fig. 2 Transmission curve of C_3H_6 filter with thickness $1 \mu\text{m}$

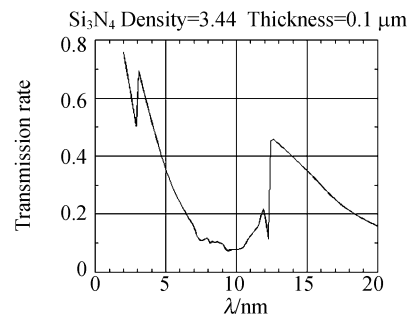


图 3 Si_3N_4 膜窗厚度为 $0.1 \mu\text{m}$ 时的透过率曲线

Fig. 3 Transmission curve of Si_3N_4 filter with thickness $0.1 \mu\text{m}$

3 真空系统设计及膜窗耐压测试

为避免电离室的膜窗抽气时破裂,真空系统设计有旁路系统。旁路系统装有 VAT 公司生产的全金属角阀,角阀处于常开状态,做实验时将角阀关闭以隔离真空。电离室的高真空端与光束线连接,低真空端是实验站。与光束线接的高真空端配有门阀和分子泵站,法兰连接处的无氧铜垫圈改为无氧铜小孔隔板以限制流导,增加真空差分效果,小孔隔板的孔径为 10 mm(置于光束线和电离室之间),低真空端接有机械泵。

在进行窗的真空隔离性能实验时,搭建了一套真空测试系统,如图 4 所示。整个系统用分子泵机组(TMP)做粗抽,烘烤 48 h 后,关闭分子泵机组上的阀门,用溅射离子泵(SIP)抽至超高真空($<10^{-8}$ Pa),然后关闭旁路角阀。超高真空端的 SIP 泵一直处于工作状态,从低真空端的微调放气阀放入干燥氮气,使低真空端的压力上升至电离室的工作压力(1~100 Pa),并使其平衡一段时间后读出高真空端的真空度。表 1 所示为电离室不同工作压力点时的高真空端读数。由表 1 数据

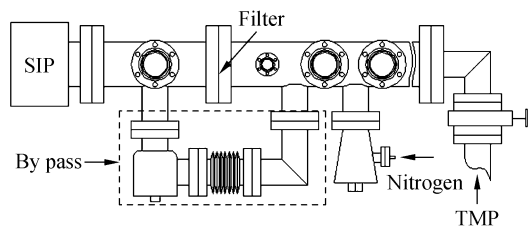


图 4 膜窗的真空性能测试系统示意图

Fig. 4 Vacuum test system of filter

表 1 膜窗隔离真空性能的实验数据

Tab. 1 Vacuum properties of filter

高真空端读数(Pa)	低真空端读数(Pa)	备注
(GH-71, DL-7)	(CPCA-110Z, 上海振太)	
6.3×10^{-7}	1	测量时气体电
6.2×10^{-7}	2	离室所加电压
6.1×10^{-7}	12	为 100 V,用
6.1×10^{-7}	18	6517 微电流
6.8×10^{-7}	30	计测得无光通
6.9×10^{-7}	50	入的本底电流
7.1×10^{-7}	60	为 0.4~0.5
7.1×10^{-7}	70	pA 左右。

可以看出当低真空端充气至 1~70 Pa 时,高真空端的真空度可以维持在 $6.6 \times 10^{-7} \sim 7.1 \times 10^{-7}$ Pa,所以窗的真空隔离性能完全满足实验的使用要求。

4 测试结果

该电离室于 2002 年 6 月初在北京正负电子对撞机的 3W1B 光束线上做了初步实验。弱电测量用 Keithley 6517 微电流计,其最小分辨率为 10^{-16} A,最高精度为六位,可提供 1 000 V 阳极偏压。6517 微电流计测得的本底电流为 0.01 pA 左右,该值明显低于表 1 中的本底电流值,是因为本底电流值受空气湿度、周围环境及接头形式的影响产生很大波动。工作气体压强采用质量流量控制器控制。图 5 给出的是 2[#] 和 3[#] 聚丙烯膜窗在北京正负电子对撞机 3W1B 光束线上实际测得的膜窗的透过率,从曲线上可以看出理论曲线与实测曲线的趋势是一致的。但是由于受到光束线分辨率的限制,实测 Ar 气吸收边曲线呈光滑趋势;理论曲线与实测曲线量值上的差异主要是由于理论膜厚与实际膜窗厚度的差异造成的。理论曲线值采用的厚度是 1 μ m,实际做出来的聚丙烯膜窗 1 μ m 厚度是经验估计值。

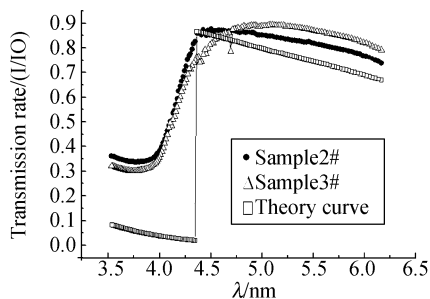


图 5 实验测得的 2[#] 和 3[#] 聚丙烯膜窗的透过率曲线与理论曲线的比较

Fig. 5 Comparison of measured transmission of sample 2[#] and 3[#] with theory curve

图 6 所示是电离室在 Ar₂ 气不同气体压强下的坪曲线。从坪曲线上可以看出,电离室的工作电压定在 30 V 左右是合理的。当工作电压大于 10 V 时,收集级收集到的电流曲线趋于平直。也就是说在 30 V 的电压作用下,被入射光电离的离子基本上完全被收集级收集。

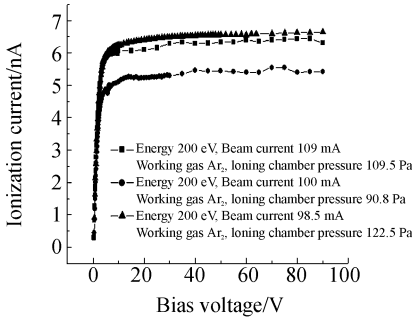


图 6 不同 Ar₂ 气压强下的坪曲线

Fig. 6 Plateau voltages at different Ar₂ gas pressures

图 7 所示曲线是用 Ar₂ 气谱图定标能点(精度受光束线本身分辨率的限制),能量扫描范围为 240~260 eV,由 Ar 气的谱图可以看出能点基本上是准确的。

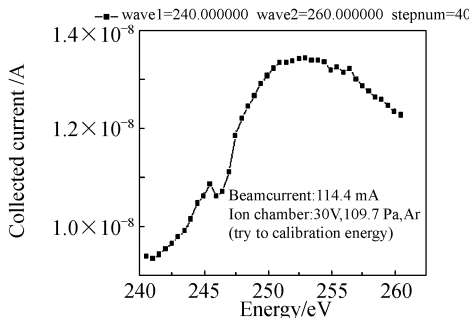


图 7 用 Ar₂ 气谱定标能点扫描曲线

Fig. 7 Calibration of energy scanning curve by using Ar₂ spectra

图 8 所示的是 Si₃N₄ 窗在光谱辐射标准和计量光束线上测得的透过率曲线与理论值的比较。理论曲线在计算过程中没有考虑膜的粗糙度等影响,故峰值较高。测试曲线由于高次谐波的存在和膜的粗糙度等影响而峰值明显低于理论曲线,但曲线的形状趋势符合得很好。由于受到光束线单色器所能提供的单色光和单色器光栅效率的限制,只测得了 7~20 nm 时 Si₃N₄ 膜窗的透过率,更短波长的透过率无法测得。

2003 年底和 2004 年初国家同步辐射实验室的表面物理光束线和磁性圆二色光束线安装完毕,开始光学总体调试。电离室分别连接在这两条光束线的实验站位置。首先进行调试的是表面物理光束线。调试开始使用的是聚丙烯膜窗,但是调试过程中发现聚丙烯膜窗在同步光的照射下

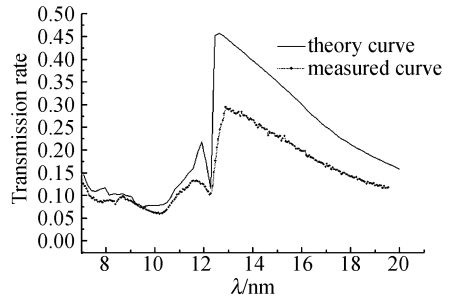


图 8 Si₃N₄ 膜窗在计量线上测得的透过率曲线与理论曲线的比较

Fig. 8 Comparison of measured transmission curve with theory curve of Si₃N₄ filter

很容易破裂,且裂纹是呈直线状(聚丙烯膜窗是由加热和拉伸得到)。分析破裂原因可能是由于聚丙烯膜窗放置时间久了所致,因该窗在北京做实验时没有出现过破裂。以后改用 Si₃N₄ 窗口继续进行光束线的调试。Si₃N₄ 窗虽薄,实验证明其同样能承受 100 Pa 的压力。图 9 所示是磁性圆二色光束线调试后得到的 Ar 气谱图,工作压力为 25 Pa、扫描步长 0.02 nm、单色器入射狭缝宽度为 0.03 mm、出射狭缝宽度为 0.01 mm。图 10

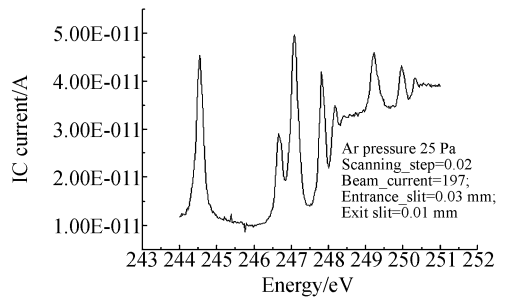


图 9 NSRL MCD 光束线电离室测得的谱线

Fig. 9 Curve measured in NSRL MCD beamline

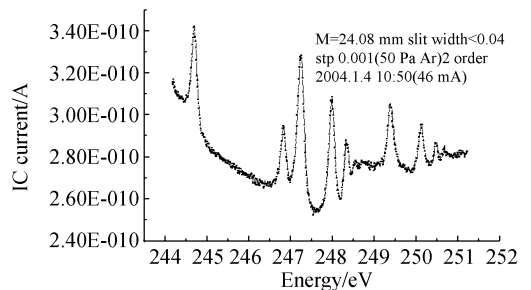


图 10 NSRL 表面物理线电离室测得的谱线

Fig. 10 Curve measured in NSRL physical surface beamline

所示是表面物理光束线调试后得到的 Ar 气谱图,工作压力为 50 Pa、扫描步长 0.001 nm、单色器狭缝宽度为 0.04 mm。这两条光束线的分辨本领都在 1 000 以上,波长的准确度好于 0.1 nm。

5 结 论

测试结果显示,该可移动小型气体电离室的性能达到设计和使用要求。电离室的真空系统符合光束线运行的要求,所选取的两种膜窗满足透

软 X 射线光和隔离真空的要求。电离室在电压作用下收集到的电流信号相对于本底电流信号足够大,有同步辐射光通过时接收到的电流信号比本底电流高约 $10^5 \sim 10^8$ 倍。该电离室在国家同步辐射实验室表面物理光束线和磁性圆二色光束线调试时起到了关键作用,波长标定和分辨率测量的测试结果很好。在此感谢同济大学王占山教授和南京紫金山天文台古正海老师在膜窗制作上给予的大力帮助。

参考文献:

- [1] 安继刚,卿上玉,鄢海峰. 充气电离室[M]. 北京:原子能出版社,1997.
AN J G, QING SH Y, WU H F. *Gas-pressurized ion chamber*[M]. Beijing: Atomic Energy Press, 1997, 53-75. (in Chinese)
- [2] 赵屹东. SR 软 X 射线光束线输出特性及探测器性能研究[D]. 北京:中国科学院研究生院,2002, 131-152.
ZHAO Y D. *The study of synchrotron radiation beamline output characteristics and detector in extreme ultraviolet & soft X-rays region*[D]. Beijing; Ph. D Thesis, Graduate School of the Chinese Academy of Sciences, 2002. (in Chinese)
- [3] KOCSIS M, SOMOGYI A. Miniature ionization chamber detector developed for X-ray microprobe measurements [J]. *J. Synchrotron Rad.*, 2003, 10, 187-190.
- [4] KAMETA K, KOUCHI N, UKAI M, *et al.* Photoabsorption, photoionization, and neutral-dissociation cross sections of simple hydrocarbons in the vacuum ultraviolet range [J]. *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena*, 2002, 123, 225-238.
- [5] PYZYNA A M, MCPHERSON A, SHASTRI S D, *et al.* Design, construction, and testing of a rarefield-gas ionization chamber [EB/OL]. Advanced Photon Source, Argonne National Laboratory, USA. www.aps.anl.gov/xfd/communicator/user2000/haeffnerd1.pdf.
- [6] The ionization chamber is a detector that operates in the ionization region [EB/OL]. www.tpub.com/doeinstrument/instrumentationandcontrol52.htm.
- [7] NARIYAMA N, KISHIB N, OHNISHI S. Development of a portable free-air ionization chamber as an absolute intensity monitor for high-energy synchrotron radiation up to 150 keV [J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*. 2004, 352 : 424-331.
- [8] BOLOTNIKOV A, BOLOZDYNIA A, DEVITO A. Dual-anode high-pressure xenon cylindrical ionization chamber [J]. *IEEE Transactions on Nuclear Science*, 2004, 51(3):1262-1269.
- [9] 薛松, 邵景鸿, 卢启鹏, 等. 合肥同步辐射反射率测试装置 [J]. *光学精密工程*, 2004, 12(5):480-484.
XIU S, SHAO J H, LU Q P, *et al.* Reflectivity measuring device in the national synchrotron radiation laboratory [J]. *Optics and Precision Engineering*, 2004, 12(5):480-484. (in Chinese)
- [10] 曹继红, 尼启良, 陈波. 用 Si 光电二极管标定软 X 射线探测器 [J]. *光学精密工程*, 2004, 12(1):118-121.
CAO J H, NI Q L, CHEN B. Calibration of soft X-ray detector [J]. *Optics and Precision Engineering*, 2004, 12(1):118-121. (in Chinese)

作者简介:周洪军(1963—),女,辽宁黑山人,中国科学技术大学国家同步辐射实验室高级工程师,主要从事同步辐射光谱计量、微细加工、超高真空技术研究工作。