

文章编号 1004-924X(2017)11-2845-07

同步辐射硬 X 射线光子通量的绝对测量

李华鹏^{1,4*}, 郑伟宁², 赵屹东¹, 王培玮³, 李 凡¹

(1. 中国科学院 高能物理研究所, 北京 100049;

2. 北京北一机床股份有限公司, 北京 101300;

3. 中国计量科学研究院, 北京 100029;

4. 中国科学院大学, 北京 100049)

摘要:在北京同步辐射光源上使用自由空气电离室绝对测量了同步辐射硬 X 射线光子通量。通过自由空气电离室复现空气比释动能率量值, 根据在电离辐射量及其单位中定义的空气比释动能与注量及通量的关系, 定量得到了光子通量。由于在测量期间, 光子通量随时间变化, 而测量需要一定的时间, 因此, 研究了配套的在线通量监测系统, 监测带来的不确定度为 0.03%。通过测量空气衰减修正因子及复合损失修正因子, 结合在线通量监测, 在能量为 15 keV 的同步辐射 X 射线上用自由空气电离室复现了空气比释动能率。在实际实验条件下复现的空气比释动能率为 0.239 Gy/s, 从而得到同步辐射 X 射线的光子通量为 5.28×10^9 photons/s, 相对标准不确定度为 0.68%。

关键词:同步辐射硬 X 射线; 绝对测量; 自由空气电离室; 空气比释动能; 光子通量

中图分类号: O434.12 **文献标识码:** A **doi:** 10.3788/OPE.20172511.2845

Absolute measurement of photon flux for synchrotron radiation hard X-rays

LI Hua-peng^{1,4*}, ZHENG Wei-ning², ZHAO Yi-dong¹, WANG Pei-wei³, LI Fan¹

(1. *Institute of High Energy Physics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China;*

2. *Beijing Beiyijichuang Company, Beijing 101300, China;*

3. *National Institute of Metrology, Beijing 100029, China;*

4. *University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China)*

* *Corresponding author, E-mail: hplee@ihep.ac.cn*

Abstract: The photon flux of the synchrotron radiation hard X-rays was measured in Beijing Synchrotron Radiation Facility (BSRF) using a free-air ionization chamber. Absolute air-kerma can be obtained with the free-air ionization chamber. The photon flux was calculated based on the relation between air-kerma and flux in the fundamental quantities and units for ionizing radiation. Because the photon flux changes over time during the measurement, an online monitoring system was applied, and the uncertainty of which is 0.03%. The air attenuation correction factor and ion recombination correction factor were measured at 15 keV synchrotron radiation X-rays. The measurement results show that the absolute air-kerma rate at 15 keV synchrotron radiation X-rays is 0.239 Gy/s,

收稿日期: 2017-03-20; 修订日期: 2017-04-15.

基金项目: 自然科学基金面上项目 (No. 11375227)

accordingly, the photon flux of the source is 5.28×10^9 photons/s, the relative uncertainty is 0.68%.

Key words: synchrotron radiation hard X-rays; absolute measurement; free air ion chamber; air-kerma; photon flux

1 引言

X 射线作为一种探针工具,在信息通讯、生命科学、纳米技术、材料、资源环境等众多科学技术领域发挥着不可替代的作用^[1]。同步辐射光源具有从可见光、软 X 射线到硬 X 射线的连续能谱分布,高准直性和高通量等一系列优异性能,更加促进了 X 射线在各个领域中的应用。在这些研究与应用中,同步辐射 X 射线强度的绝对测量迫在眉睫。美国国家标准技术研究所(National Institute of Standards and Technology, NIST)、德国物理技术研究院(Physikalisch-Technische Bundesanstalt, PTB)等都在同步辐射光源上建立了专用的标定光束线,并开展了同步辐射标定工作^[2-3]。特别是 PTB,建立了以低温辐射计为主体的标准探测器系统,标定不确定度小于 1%^[4]。澳大利亚光源及意大利光源使用自由空气电离室作为标准探测器对同步辐射 X 射线剂量进行了绝对测量^[5-6]。在国内,北京同步辐射光源软 X 射线组长期从事同步辐射标定工作,使用 PTB 标定的传递标准探测器实现了 50 eV~6 keV 光束线强度的绝对测量^[7]。国家同步辐射实验室建立了能量在 10~250 eV 的专用计量束线^[8]。但 6 keV 以上能段,国内尚没有系统的研究。

作为 X 射线基准及标准,自由空气电离室是在研究中普遍使用的气体探测器^[9]。相对于低温辐射计,其结构简单、操作方便。因此,在北京同步辐射光源成像实验站(4W1A)上,人们使用作为标准探测器的自由空气电离室开展了同步辐射硬 X 射线光子通量的绝对测量。由于同步辐射光源的强度随时间变化,且测量需要一定的时间,因此,本文研究了配套的在线监测光子通量系统,并结合在线监测结果,测量了自由空气电离室的空气衰减修正因子及复合损失修正因子,在能量为 15 keV 的同步辐射 X 射线下复现了空气比释动能率量值,并将其转化成光子通量。

2 设备及实验方法

2.1 光源

在使用自由空气电离室复现空气比释动能率时,光源光斑需覆盖自由空气电离室整个光阑定义面,且要尽量均匀。测量实验是在北京同步辐射光源 4W1A 成像实验站上完成的。4W1A 成像实验站主要开展晶体形貌学和相位衬度的成像实验研究^[10],有 3 种主要的实验模式:纳米成像实验模式、白光形貌模式及衍射增强成像实验模式。为了获得面积较大且均匀的光斑,使用白光模式加上双晶单色器对光源进行单色化。图 1(a)是用 CCD 得到的单色 X 射线光斑,尺寸为 30 mm×20 mm。图 1(b)是使用 $\varphi 5$ mm 光阑选出的较为均匀的部分,图 1(c)是其水平像素的强度。在自由空气电离室 $\varphi 3$ mm 光阑定义面处 X 射线的强度均匀性为 99%,满足实验要求。

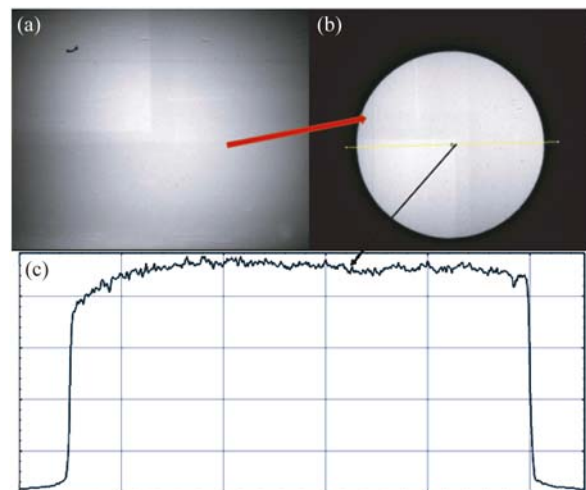


图 1 (a)单色 X 射线的光斑图像;(b) $\varphi 5$ mm 光阑选出的光强较均匀的部分;(c)光斑水平方向强度的测量结果

Fig. 1 (a) X-ray intensity spot of source after monochromatization; (b) X-ray intensity spot in a $\varphi 5$ mm diaphragm; (c) X-ray intensity distribution in horizontal

2.2 自由空气电离室

同步辐射高通量硬 X 射线的平板型标准自由空气电离室装置是中国计量科学研究院设计制造的,工作在 6~20 keV 能段,用来复现空气比释动能率量值,可对同步辐射 X 射线光子通量进行绝对测量。图 2 为装置图,空气电离装置的主要结构由限束光阑、外壳和电离室构成。限束光阑的直径为 3 mm,收集极长度为 40 mm,空气衰减长度为 62 mm,上下极板间距离为 60.5 mm。收集区的有效测量体积为 282.74 mm³。



图 2 平板自由空气电离室

Fig. 2 Sketch map of free-air ionization chamber

2.3 空气比释动能及光子通量

空气比释动能是电离辐射计量领域的基本物理量之一,空气比释动能基准也是 X 射线和 γ 射线关键的国际比对项目,比对结果是各国之间国家基准等效性的依据^[11]。比释动能定义为:在质量为 dm 的某种物质中,不带电粒子释放出的全部带电粒子的初始动能总和 dE_{tr} 除以 dm 。当定义的物质为空气时,空气比释动能为:

$$K_{air} = \frac{dE_{tr}}{dm} \quad (1)$$

在将公式(1)转化成使用平板自由空气电离室复现 X 射线空气比释动能时,单位时间的空气比释动能即空气比释动能率为:

$$\dot{K}_{air} = \frac{I}{\rho_{air} \cdot V} k_{TP} \frac{W_{air}}{e} @ \frac{1}{1 - g_{air}} \prod k_i \quad (2)$$

式中: I 为收集极测得的电流, ρ_{air} 为测量条件下的空气密度, k_{TP} 为电离电流测量时温度变化引起的气压修正, V 为有效测量体积, W_{air} 为在空气中形成离子对所消耗的平均能量, g_{air} 为入射 X 射线产生的次级电子在空气中经过辐射损失的能量份额, $\prod k_i$ 是各项修正因子的乘积。

根据电离辐射量和单位 [ICRU report 85]^[12-13], 能量为 E 的非带电粒子的注量 Φ 与在指定材料中的比释动能 K 之间的关系为:

$$K = \Phi E \frac{\mu_{tr}}{\rho} \quad (3)$$

式中: μ_{tr}/ρ 为在指定材料中非带电粒子的质量能量转移系数。在 X 射线能段, $\mu_{tr}/\rho = \mu_{en}/\rho$, 质量能量吸收系数 μ_{en}/ρ 可查表获得。

假设通过光阑定义面的光子通量(光子数/s)为 \dot{N} , 则在同步辐射条件下由通量与注量关系得到:

$$\dot{N} = \frac{d\Phi}{dt} \cdot a \quad (4)$$

式中 a 为光阑定义面面积。

由式(3)和式(4), 得到在光阑定义面处的光子通量为:

$$\dot{N} = \frac{\dot{K}_{air}}{E \frac{\mu_{en}}{\rho}} \cdot a \quad (5)$$

3 实验

实验在北京同步辐射光源 4W1A 实验站上完成的, 在能量 15 keV 处复现空气比释动能率值, 实验布局如图 3 所示。在光路的最前端放置直径为 5 mm 的光阑, 选取均匀光斑。然后是在线通量监测探测器, 用于实现对同步辐射光通量的实时监测。在线通量监测探测器使用无光阑的自由空气电离室, 确保 X 射线能全部穿过。最后为自由空气电离室标准装置, 用来复现空气比释动能率。

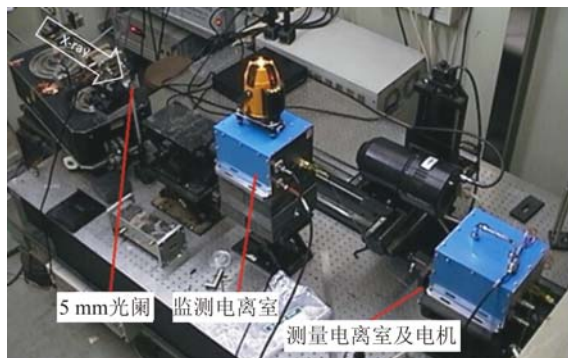


图 3 同步辐射硬 X 射线光子通量绝对测量实验布局图

Fig. 3 Experimental setup of absolute measurement for photon flux of synchrotron radiation hard X-rays

4 结果与分析

4.1 监测

由于同步辐射光源通量随时间的变化而变化,在线通量监测性能对测量结果影响很大。根据图 3 的实验装置布局,在能量 15 keV 处,同时测量两个自由空气电离室的电流,图 4 是每隔 1 min 测量的标准电离室与监测电离室电流的比值。由图 4 可以看出,两个电离室电流的比值基本不变,比值的相对标准偏差为 0.03%,满足实验测量的不确定度要求。

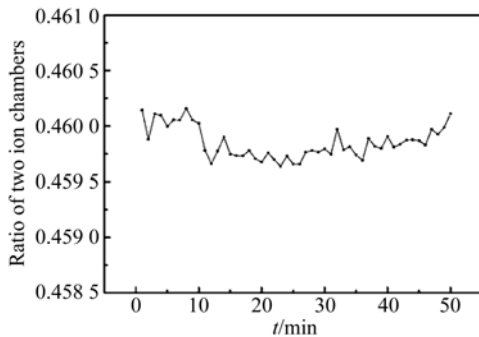


图 4 两个电离室电流的比值随时间的变化

Fig. 4 Current ratios between free-air ionization chambers as function of time

4.2 修正因子的获得

在使用自由空气电离室复现空气比释动能率时,自由空气电离室修正因子的实验测量和模拟计算是非常重要的。自由空气电离室总的修正因子为:

$$\prod k_i = k_a \cdot k_s \cdot k_d \cdot k_h \cdot k_p \cdot k_{dia} \cdot k_{pol} \cdot k_e \cdot k_{sc} \cdot k_{fl} \cdot k_{aother}, \quad (6)$$

式中: k_a 是空气衰减修正因子, k_s 是复合损失修正因子, k_d 是电场畸变修正因子, k_p 是通过室壁辐射的穿透修正因子, k_{pol} 为极性修正因子, k_{dia} 为光阑边缘穿透修正因子, k_h 是空气湿度的修正因子, k_e 为电子损失修正因子, k_{sc} 是在电离室内散射光子的修正因子, k_{fl} 是在电离室内荧光的修正因子, k_{aother} 为其他修正因子。其中,空气衰减修正因子和复合损失修正因子需要测量获得;电子损失修正因子 k_e , 电离室内散射光子的修正因子 k_{sc} , 电离室内荧光的修正因子 k_{fl} 已由计量院余继利^[14]等模拟得到;其他修正因子使用国际上推荐的数据^[15],见表 1。

表 1 在 15 keV 处自由空气电离室的修正因子

Tab. 1 Correction factors of free-air ionization chamber at 15 keV

名称	值	100 s_i	100 u_i
k_e	1.000	—	0.05
$k_{sc} k_{fl}$	0.997	—	0.10
k_d	1.000	—	0.01
k_p	1.000	—	0.01
k_{pol}	1.000	—	0.01
k_h	0.998	—	0.03
k_{dia}	1.000	—	0.01

4.2.1 空气衰减修正因子

在用自由空气电离室绝对测量 X 射线空气比释动能时,测量的定义位置在限束光阑的出射面。在实际测量时,只能在后移的收集极位置进行电离电荷的测量。显然,这一位置的改变存在由空气衰减引起的差别,需要修正不同长度空气衰减引起的实际收集的电离电荷。采用国际计量局^[9]的改变空气程方法测量了空气衰减修正因子。将标准自由空气电离室 $\varphi 3$ mm 光阑固定在标准自由电离室前方,沿着 X 射线通路前后移动标准自由空气电离室,并保证电离室沿光路移动及移动过程中光束全部穿过电离室。在两个位置处测得电离室的电流信号,将两个信号值归一并获得其比值,由线性衰减规律得到空气衰减系数为:

$$\mu = -\frac{\ln\left(\frac{J}{J_0}\right)}{d}, \quad (7)$$

其中: J_0 为电离室在光路前方时的归一化信号, J 为移动到光路后方时电离室归一化后的信号, d 是两次测量间的距离。经过多次测量平均,得到空气衰减系数,代入空气衰减修正因子公式:

$$k_a = e^{\mu d_1}, \quad (8)$$

式中 d_1 为自由空气电离室的空气衰减长度,其值为 62 mm。由此得到的在 15 keV 处同步辐射 X 射线自由空气电离室的空气衰减修正因子为 1.011 2,相对测量不确定度为 0.6%。

4.2.2 复合损失修正因子

电离室离子复合问题可分为初始复合和体复合两类。根据 Niatel^[16]和 Boutillon^[17]等的研究,在自由空气电离室坪区接近标准极化电压 V 区域内,选择一定的 $(V-V/n)$ 组合关系(数值 n 的选择应为实验可行),在不同的 X 射线强度下进行 $I_V, I_{V/n}$ 的实验测量。按照关系组合进行 $(I_V/I_{V/n} - I_V)$ 数据拟合,由拟合结果得到复合损失的修正因子。在不同通量即不同空气比释动能率下进行实验,可得到初始复合和体复合损失,其关系式为:

$$\frac{I_V}{I_{V/n}} = 1 + (n-1)\frac{A}{V} + (n^2-1)\frac{m^2 g}{V^2} I_V = 1 + (n-1)k_{\text{init}} + (n^2-1)k_{\text{vol}} I_V, \quad (9)$$

式中: $m^2 = \frac{\alpha}{ek_+k_-}$, A 和 g 为常数, α 为复合系数, k_{init} 为初始复合因子和 k_{vol} 为体复合因子, k_+ 及 k_- 为正负离子迁移速率。

在实验条件下,首先测量自由空气电离室的饱和曲线,确定工作点的极化电压为 2 400 V。在自由空气电离室坪区接近饱和的区域内,选取几个 V/n 的值,测得 V 及 V/n 下的电离电流。 n 的选择为 1.5, 2, 2.5。测量在不同的通量下进行,得到电流比 $R = I_V/I_{V/n}$ 和 I_V 的曲线,并对结果进行拟合,如图 5 所示。根据式(9)得到初始复合因子 k_{init} 和体复合因子 k_{vol} 分别为:

$$k_{\text{init}} = \frac{(a_0 - 1)}{n - 1}, \quad (10)$$

$$k_{\text{vol}} = \frac{a_1}{n^2 - 1}, \quad (11)$$

其中: a_0, a_1 分别为线性拟合的截距和斜率。

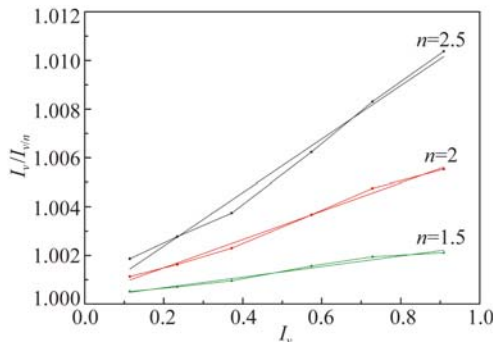


图 5 不同 n 下不同通量的 R 与 I_V 曲线

Fig. 5 Curves of $R-I_V$ under different fluxes and n

根据式(10)和式(11)以及拟合数据,得出的初始复合因子和体复合因子见表 2。

表 2 不同 n 在不同强度下得到的初始复合及体复合因子
Tab. 2 Initial recombination factors and volume recombination factors with different n and intensities

n	a_0	a_1	k_{init}	k_{vol}
1.5	1.000 19	0.011 00	0.000 38	0.008 80
2	1.000 33	0.005 80	0.000 66	0.001 90
2.5	1.000 23	0.002 20	0.000 46	0.000 40
平均值	0.000 50	0.003 70		

总的复合损失修正因子为:

$$k_s = 1 + k_{\text{init}} + k_{\text{vol}} I, \quad (12)$$

式中 I 为在实验时的电流。由此可以得到自由空气电离室的复合损失修正因子为 1.004 2。

4.3 空气比释动能率及光子通量

在 15 keV 处,使用自由空气电离室复现空气比释动能率。实验在同步辐射的 TOP-UP 模式、储存环能量为 2.5 GeV、束流强度为 250 mA 的条件下进行。在这个条件下,5 次测量得到的自由空气电离室示数为一组。根据各项修正因子、电离室体积及式(2),得到在自由空气电离室光阑定义面处的空气比释动能率值为 0.239 Gy/s,再根据式(5)将其转化为同步辐射的光子通量,其值为 5.28×10^9 photons/s。

表 3 是自由空气电离室测量光子通量的各项不确定度。

表 3 光子通量的不确定度

Tab. 3 Total uncertainty of photon flux

名称	100 s	100 u
空气密度 $\rho_0 / (\text{kg} \cdot \text{m}^{-3})$	—	0.01
W_{air} / e	—	0.15
μ_{en} / ρ	—	0.05
$1 - g$	—	0.01
体积 V / mm^3	—	0.01
$\prod k_i$	—	0.66
I/A	0.02	0.03
通量的总不确定度	0.68	

注: s 为 A 类不确定度, u 为 B 类不确定度。

图 6 给出了 10 组采用自由空气电离室复现的空气比释动能率,其平均值为 0.239 Gy/s,相对标准偏差为 0.074%。

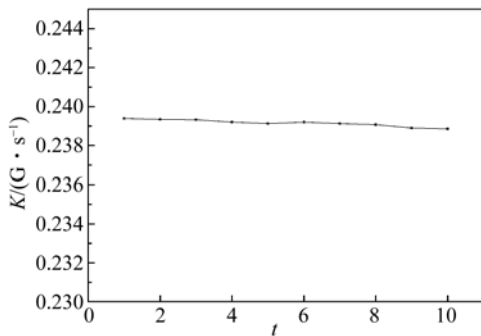


图 6 10 次重复测量的空气比释动能率

Fig. 6 Result of 10 times repeated measurements of air-kerma rate

参考文献:

- [1] SCHMAHLW W, STEURER W. Laue centennial [J]. *Acta Crystallographica Section A*, 2001, 68(1): 1-2.
- [2] ARPU, FRIEDMAN R, FURST M L, *et al.*. SURF III-an improved storage ring for radiometry [J]. *Metrologia*, 2000, 37(5): 357-360.
- [3] KLEINR, FLIEGAUF R, GOTTWALD A, *et al.*. Calibration of space instruments at the metrology light source [J]. *AIP Conference Proceedings*, 2016, 1741(1): 030013.
- [4] GERLACH M, KRUMREY M, CIBIK L, *et al.*. A cryogenic electrical substitution radiometer for hard X-rays [J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 2007, 580(1): 218-221.
- [5] CROSBIEJ C, ROGERS P A W, STEVENSON A W, *et al.*. Reference dosimetry at the Australian Synchrotron's imaging and medical beamline using free-air ionization chamber measurements and theoretical predictions of air kerma rate and half value layer [J]. *Medical Physics*, 2013, 40(6): 062103.
- [6] QUAIE, LONGO R, ZANCONATI F, *et al.*. First application of computed radiology to mammography with synchrotron radiation [J]. *La Radiologia Medica*, 2013, 118(1): 89-100.
- [7] 崔聪悟, 崔明启, 易荣清. 软 X 射线绝对光强测量系统及其标定[J]. *高能物理与核物理*, 1998, 22(2): 180-185.
- [8] 周洪军, 夏玄志, 霍同林, 等. 计量线 5~140 nm 波段高次谐波分布及其抑制[J]. *光学精密工程*, 2016, 24(7): 1550-1556.
- [9] 周洪军, 夏玄志, 霍同林, 等. 分布和抑制更高阶谐波 of 计量线在 5—140 nm [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2016, 24(7): 1550-1556. (in Chinese)
- [10] BURNS D T, BÜERMANN L. Free-air ionization chambers[J]. *Metrologia*, 2009, 46(2): S9-S23.
- [11] ZHUP P, WANG J Y, YUAN Q X, *et al.*. Recent theoretical and experimental progress in hard X-ray phase contrast imaging and CT at BSRF [C]. *IPAP Conference Series 7, Proceedings of the 8th International Conference on X-ray Microscopy (Invited Talk)*, IPAP, 2006: 407.
- [12] SELTZERS M, BARTLETT D T, BURNS D T, *et al.*. Fundamental quantities and units for ionizing radiation[J]. *Journal of the ICRU*, 2011, 11(1): 1-41.

5 结 论

在北京同步辐射光源 4W1A 成像实验站上使用自由空气电离室测量了 15 keV 处同步辐射 X 射线的绝对光强。通过在线通量监测系统解决了光源随时间变化的问题,并对自由空气电离室 X 射线的空气衰减修正因子及复合损失修正因子进行了测量,获得了在 15 keV 处同步辐射硬 X 射线使用自由空气电离室复现的空气比释动能率,进一步得到了相应的光子通量。最后,多次测量了空气比释动能率,测量结果的相对标准偏差为 0.074%。

6 致 谢

感谢中国计量科学研究院徐沔老师的帮助及建议,同时感谢北京同步辐射光源 4W1A 实验站的工作人员。

- [12] THOMASD J. ICRU report 85: fundamental quantities and units for ionizing radiation [J]. *Radiation Protection Dosimetry*, 2012, 150(4): 550-552.
- [13] SELTZERS M. Definitions of basic quantities and terms [J]. *Journal of the International Commission on Radiation Units and Measurements*, 2014, 14(1): 9-14.
- [14] 余继利, 王培玮, 吴金杰, 等. 同步辐射 X 射线自由空气电离室电子损失和散射荧光修正因子的蒙特卡洛模拟[J]. *核电子学与探测技术*, 2015, 35(12): 1163-1166.
- YU J L, WANG P W, WU J J, *et al.*. Synchrotron radiation X-ray Free-air ionization chamber electron loss and scattering fluorescence correction factor [J]. *Nuclear Electronics & Detection Technology*, 2015, 35(12): 1163-1166. (in Chinese)
- [15] BURNSD T, KESSLER C, BÜERMANN L. Key comparison BIPM. RI (1)-K2 of the air-kerma standards of the PTB, Germany and the BIPM in low-energy X-rays [J]. *Metrologia*, 2014, 51(1A): 06011.
- [16] NIATELM T. An experimental study of ion recombination in parallel-plate free-air ionization chambers [J]. *Physics in Medicine & Biology*, 1967, 12(4): 555-563.
- [17] BOUTILLONM. Volume recombination parameter in ionization chambers [J]. *Physics in Medicine & Biology*, 1998, 43(8): 2061-2072.

作者简介:



李华鹏(1989—),男,河南驻马店人,博士研究生,2012年于郑州大学获得学士学位,主要从事同步辐射应用及计量的研究。E-mail: hplee@ihep. ac. cn



郑伟宁(1989—),男,福建永春人,本科,主要从事机械设计工作。E-mail: weinzheng@163. com