

X射线晶体光学性能光电综合测试方法

韩跃平 李瑞红

中北大学电子测试技术国家重点实验室, 山西 太原 030051

摘要 报道了一种针对X射线转换晶体光学性能综合测试的光电检测方法。从效能角度对测试装置进行优化,对系统固有的工频干扰与尖峰脉冲噪声采取了有效抑制措施。利用该装置测试了山西长城微光器材股份有限公司研制的某未知闪烁晶体的可见光光谱响应、光学转换效率、空间分辨率等性能。研究的光电综合测试方法为闪烁晶体材料的研制提供了一种性能测试借鉴。

关键词 测量;闪烁晶体;光学性能;光谱响应;转换效率

中图分类号 O734; O434.1 文献标识码 A doi: 10.3788/LOP51.061206

Study of Optical Performance Measurement Method for X-Ray Scintillation Crystals

Han Yueping Li Ruihong

National Key Laboratory of Electronic Measurement Technology, North University of China,
Taiyuan, Shanxi 030051, China

Abstract A photoelectrical test method and the system are developed for measuring the optical performances of some scintillation crystals. The theoretical critical focal length of the measurement system is deduced and used in order to make the most of both X-ray photons and the effective area of the scintillation crystal panel. Furthermore, coaxial cable ordered is used to replace the carried wire to remove power noise. Experiments are successfully done to integrally test the spectral response, conversion efficiency and spatial resolution of some scintillators made by Shanxi Changcheng Microlight Equipment Co. Ltd. and the results show that the presented system is helpful to test the scintillator properties.

Key words measurement; scintillation crystal; optical performance; spectral response; conversion efficiency

OCIS codes 120.4640; 340.7440; 110.7440

1 引言

无机闪烁晶体作为射线检测的“眼睛”,受到高能光子(X、 γ 射线)激发后能发出易于探测的可见光,实现对材料或产品内部缺陷的无损检测,被广泛应用于高能物理与核物理、医学影像、安检、工业等领域^[1-6]。常用的闪烁晶体有碘化钠 NaI、碘化铯 CsI、锗酸铋 BGO、钨酸铅 PbWO₄、氟化钡 BaF₂、硫氧化二钆 Gd₂O₃S、铝酸钇 YAP:Ce、硅酸钆 GSO:Ce、硅酸镨 LSO:Ce 等^[7-11]。不同的闪烁晶体最大闪烁发射波长、光产额、闪烁衰减时间、辐射长度、辐射硬度及密度、熔点、硬度、吸潮性等物理性能都有所不同,其性能好坏直接影响到检测系统的探测灵敏度与图像的空间分辨率^[12]。国内外学者一直致力于寻找一种具有 NaI 的光产额、Bi₄Ge₃O₁₂ (BGO)的密度、而且发光比 BGO 快数倍以上的闪烁晶体^[13-17]。国内中国科学院上海硅酸盐研究所、中国科学院上海光学精密机械研究所、中国科学院安徽光学精密机械研究所、长春理工大学、北京玻璃研究院等单位对诸如 PbWO₄、PWO、F,Y 双掺钨酸铅、NaBi(WO₄)₂、Ce³⁺:YAG、CaBiO₂Cl、Lu₂Si₂O₇:Ce、SrBiO₂Cl 等材料的研

收稿日期: 2014-01-02; 收到修改稿日期: 2014-02-11; 网络出版日期: 2014-05-20

基金项目: 国家自然科学基金(601171178)、山西省自然科学基金(2012011010-3)、2012年度山西省高等学校优秀青年学术带头人支持计划

作者简介: 韩跃平(1974—),男,博士,副教授,主要从事 X 射线无损检测、图像处理与模式识别等方面的研究。

E-mail: yuepinghan@163.com

制与测试做了大量的工作。

评价闪烁晶体的性能指标主要有光学转换效率、光谱特性、响应时间、以及分辨率等。大量文献检索表明,国内外众多学者对新兴闪烁晶体材料光学性能的测试均采取了独立仪器对单一光学性能的测试或模拟验证方式。邵明国等^[18]测试了 Eu^{3+} 扩散钨酸铅晶体(PbWO_4)的光学性能,用Perkin-Elmer的lambda 950分光光谱仪测试了透射光谱,用HORIBA Jobin Yvon公司的FluoroMax-4荧光光谱仪测试了发射光谱,光产额和发光衰减时间的测试则在北京玻璃研究院进行。沈琦等^[19]用垂直坩埚下降法生长出大尺寸钨酸镭(CdWO_4)晶体,用日本岛津UV-2501PC型紫外可见分光光度计测试晶体的透光率,用美国Perkin-Elmer公司的LS50B型荧光光谱仪测试了光致发射光谱,用英国Edinburgh公司的FLS920型光谱仪测试了衰减时间,用R6231型光电倍增管将荧光光脉冲转变为电信号测算了晶体的相对光产额。桂强等^[20]采用改进的Bridgman法定向生长出 $\Phi 50\text{ mm} \times \Phi 50\text{ mm}$ 的溴化镧(LBC)晶体,用SBP500三光栅光谱仪测试了晶体的X射线激发发射谱,用UV3010紫外可见分光光度计测试晶体的透光率,用超短脉冲X射线衰减时间谱仪测定衰减时间。

针对长城微光器材股份有限公司新型研制的某种未知闪烁晶体材料,本文报道了一种综合测试其发射波长、光学转换效率、衰减时间和分辨率等光学性能的光电检测技术与装置。

2 实验

2.1 测试装置总体设计

图1为设计的闪烁晶体光学性能测试装置。

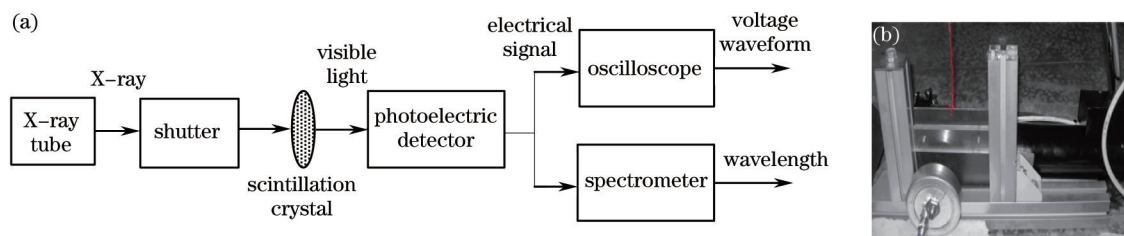


图1 闪烁晶体光学性能测试装置。(a)原理框图;(b)实际测试装置

Fig.1 Test system for optical properties of scintillation crystals. (a) Scheme of system; (b) real system setup

射线源发出X射线,穿过快门作用于闪烁晶体后激发出可见光,光电探测器探测到可见光信号,输出给后面的光谱仪测试波长,并将同时光信号转换为电信号输出给示波器测试输出电压。快速关闭快门,可通过观察示波器电压信号的衰减测试晶体的时间衰减曲线。

2.2 主要实验仪器选取

1) 低剂量的XXY-603钨靶射线源:管电压40~100 kV连续可调,管电流0.1~0.5 mA连续可调,射线出束角 24° ,焦斑直径 $\Phi_a = 0.4\text{ mm}$ 。

2) 气动快门:其中心区域由足以完全阻断60 kV X射线束的铜板制成。

3) 光电探测器:内部采用了TK120PD型号的PIN光敏二极管,由于在其P型和N型半导体之间夹着一层相对很厚的本征半导体,从而使得PN结空间电荷层间距加宽,结电容变小,响应时间变短,频带展宽,可承受较高的反偏电压,线性输出范围宽。利用PIN光敏二极管的光伏特性,将其从闪烁晶体屏接收到的可见光信号转变为弱电压输出信号。系统有两个输出接口(见图1):从正负极引出的电压测试接口;中间通孔为光谱仪测试接口。

4) 测试仪:测试波长范围为200~850 nm的USB2000+微型光谱仪;TDS1012B双通道数字存储示波器;WT1005-62-N5鉴别率板及视频采集系统。

5) 直径 $\Phi_a = 30\text{ mm}$ 的某未知闪烁晶体屏,由长城微光器材股份有限公司提供。

2.3 系统优化

如图2所示,射线源发出的射线在锥束角 θ 内以球面波的形式向外散射。当锥束角 θ_0 、射线源焦斑 Φ_a 、成像屏直径 Φ_d 一定时,理论上有一临界焦距 f_0 存在。由图中几何关系可得射线源和成像屏的临界焦距

f_0 可表示为

$$f_0 = \frac{1}{2}(d-a)\cot\frac{\theta_0}{2}. \quad (1)$$

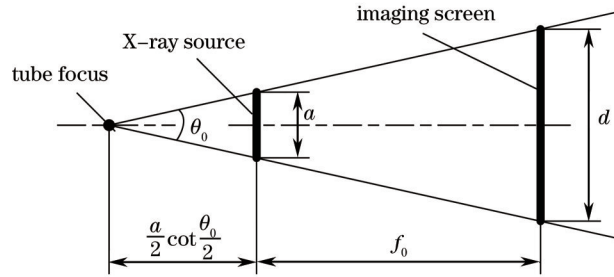


图2 系统临界焦距

Fig.2 Relationship of f_0 with θ_0 , a and d

当实际焦距 $f < f_0$ 时,射线源发出的光子全部到达成像屏上,但闪烁屏的有效接收成像面积不能充分利用,进而损失成像器件的有效像元,导致分辨率下降。当射线剂量过大时,一方面有可能使得射线照射到的中心区域产生光子过量转换而饱和,另一方面外部圆环区域则因为没有接收射线而属于视觉盲区。在该模式下测试到的光子转换效率有一定偏差,不利于测试系统的整体性能优化。

一般情况下,为了提高系统的透度灵敏度与空间分辨率,并有效利用成像器件的像元,总是选择焦距 $f > f_0$,此时,射线源发出的射线束只有部分到达成像屏,成像屏获取的射线锥束角 θ 必然小于射线源固有的出束角 θ_0 。随着 $\Delta f = f - f_0$ 的增加,直接导致成像屏任意位置所获取的射线光子当量以 $(\theta/\theta_0)^2$ 锐减。

设计的系统旨在最大限度地探测闪烁晶体的光学性能,既要充分利用射线源的出射 X 光子,又要使用晶体屏的全部有效探测单元,故系统标定在临界焦距下 $f_0 = 69.63 \text{ mm}$,取近似值 70 mm 。

2.4 系统降噪

X 射线照射闪烁屏后会辐出可见光,可见光照射到光电器件上会有电信号产生,示波器用来测量输出的电压信号。实测中,存在工频干扰,未发射 X 射线前示波器上就有频率为 50 Hz 的正弦波输出,如图 3(a) 所示。发射 X 射线后正弦波略有上移,正弦波有效值远大于其上升值,系统信噪比过低,难以准确读取有用信号。

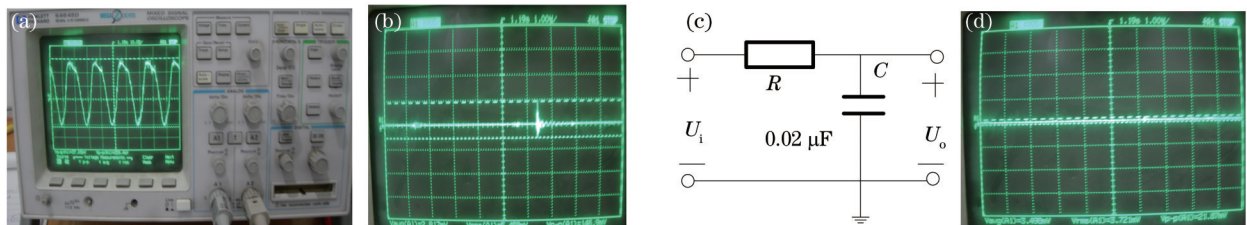


图3 示波器探测到的波形。(a)无射线且不使用同轴电缆;(b)使用同轴电缆受射线激发;(c)低通滤波器;(d)改进的波形
Fig.3 Voltage waves tested by the oscilloscope. (a) Without X-ray wakening and without coaxial cable; (b) X-ray wakened and with coaxial cable; (c) low-pass filter; (d) modified waveform

用同轴电缆替换示波器原配信号线,消除了工频干扰,但仍有不规则的尖峰脉冲噪声,如图 3(b)所示。设计了一前置无源低通滤波器,如图 3(c)所示,电阻 $227 \text{ k}\Omega$,电容 $0.02 \mu\text{F}$,上限截止频率为

$$f_H = \frac{1}{2\pi RC} = \frac{1}{2\pi \times 227 \times 10^3 \times 0.02 \times 10^{-6}} = 35 \text{ Hz}. \quad (2)$$

这样,示波器输出波形有了很大改善,如图 3(d)所示。通过示波器可以准确读取有用信号的幅值。

3 结果与讨论

3.1 发射光谱测试

X 射线的最短波长 λ_{\min} 、最大波长 λ_{\max} 、平均波长 $\bar{\lambda}$ 分别表示为

$$\lambda_{\min} = \frac{h \cdot c}{eV} = \frac{1239.5}{V}(\text{nm}), \quad (3)$$

$$\lambda_{\max} \approx 1.5\lambda_{\min}, \quad (4)$$

$$\bar{\lambda} = M\lambda_{\min}, \quad (5)$$

式中 $h=6.626 \times 10^{-34} \text{ J}\cdot\text{s}$ 为普朗克常数, $c=2.998 \times 10^8 \text{ m/s}$ 为光速, V 是 X 射线源管电压, 单位 V, $e=1.6021 \times 10^{-19} \text{ C}$ 为电子所带的电荷, $M \approx 1.3 \sim 1.4$ 。

研制配方说明, 该晶体激发的每个可见光子能量为 $E_{0\text{vis}} = 2.5 \text{ eV} = 4 \times 10^{-19} \text{ J}$ 。由(5)式可得其波长为接近 500 nm 的绿光, 实际测试值与理论计算值一致。

3.2 每秒发射光子数、转换效率测试

对于光学转换效率的测试, 大多采用了在相同条件下测试同体积的 NaI(Tl) 晶体做参照, 或与同类材料的标准晶体相比较的方法测试^[11,14]。

众所周知, X 射线管的转换效率为

$$\eta = kZV, \quad (6)$$

式中 k 值为 $(1.1 \sim 1.4) \times 10^{-9}$, 取中间值 1.25×10^{-9} , 钨靶原子序数 $Z=74$ 。故而可得 X 射线管输入功率 P 和能转变为 X 射线的功率 P_{0x} 之间关系

$$P_0 = P\eta, \quad (7)$$

式中 P 可由射线管电压与管电流计算得到。

而波长为 $\bar{\lambda}$ 的 X 射线每个光子能量为

$$E_0 = \frac{hc}{\lambda}, \quad (8)$$

则 X 射线管每秒发射 X 光的光子数为

$$N_1 = \frac{P_0}{E_0} = \frac{P_0}{hc/\lambda}. \quad (9)$$

对应不同的 X 射线源管电压与管电流, 示波器测得光电转换器的输出电压见表 1。

表 1 不同射线源管电压与管电流下光电探测器的输出电压

	0.1 mA	0.15 mA	0.2 mA	0.25 mA	0.3 mA	0.35 mA	0.4 mA	0.45 mA	0.5 mA
40 kV	30.71	41.61	49.58	56.55	60.69	64.60	67.97	70.70	73.58
50 kV	46.96	59.07	66.67	73.41	78.37	83.52	86.88	89.74	92.78
55 kV	54.13	66.63	76.02	82.13	86.67	91.22	94.37	97.58	100.31
60 kV	58.51	71.21	79.17	86.89	91.14	96.39	100.58	103.38	106.58

为有效探测闪烁体发射光子的总能量 E_a , 采用直径 3 mm、波长 550 nm、视场角为 30° 的 GaP 发绿光的发光二极管代替闪烁屏, 电路如图 4 所示, 使光电转换器的输出电压和原输出电压相同, 则发光二极管发射的光能等效于闪烁体发射光子的总能量 E_a 。

发光二极管在电流为 20 mA 时发光强度为 15 mcd, 辐射强度为 $1/683 \text{ W}\cdot\text{sr}^{-1}$, 计算得每安培发光强度

$$P_{0\text{vis}} = \frac{15 \text{ mcd}}{20 \text{ mA}} \cdot \frac{1}{683} = 1.098096 \times 10^{-3} \text{ W/A}. \quad (10)$$

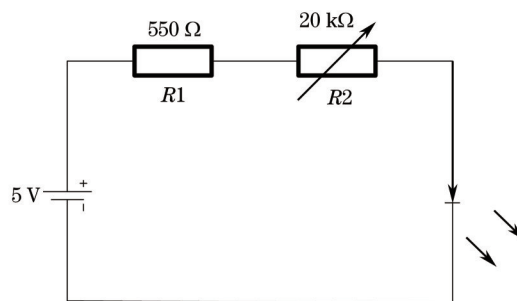


图 4 发光二极管代替闪烁屏测试电路

Fig.4 Circuits using light-emitting diodes instead of crystal

电流 $I(\text{mA})$ 不同时发光二极管的发光强度

$$P_{\text{vis}} = I \cdot P_{0\text{vis}} = I \cdot 1.098096 \times 10^{-3} \text{ W}. \quad (11)$$

每秒发射可见光的光子数

$$N_2 = \frac{P_{\text{vis}}}{E_{0\text{vis}}} = \frac{I \cdot 1.098096 \times 10^{-3}}{4 \times 10^{-19}}. \quad (12)$$

可得转换效率

$$\eta_{\text{con}} = \frac{N_2}{N_1}. \quad (13)$$

对应不同的输出电压,调整变阻器的阻值,计算得相应的电流值 I 及每秒发射可见光的光子数 N_2 。最终求得能量转换效率与射线源管电压、管电流之间的关系,见图 5。

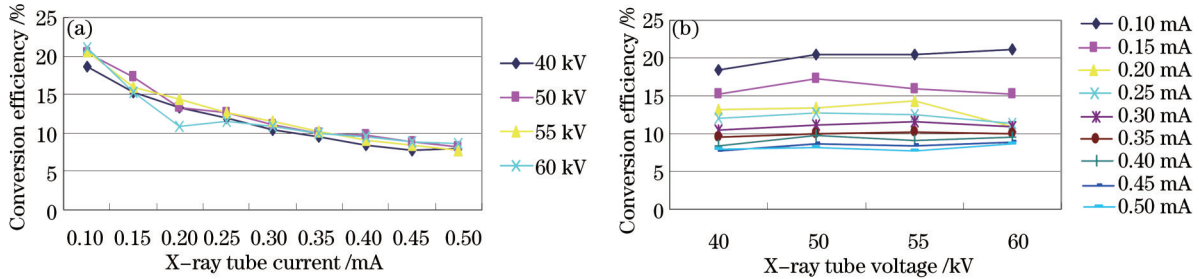


图 5 不同电压和电流条件下晶体的转换效率。(a)电压一定;(b)电流一定

Fig.5 Conversion efficiency of the crystal under various voltages and currents. (a) Different fixed voltages; (b) different fixed currents

由图 5 可得,转换效率随 X 射线管电流的增大而减小;同一电流下,管电压变化时,转换效率基本不变。

3.3 分辨率测试

采用 WT1005-62-N₅ 鉴别率板测试 CCD 相机和视频采集系统的分辨率,相机焦距 8.5 mm,物距 45 mm, CCD 尺寸 4.8 mm × 3.6 mm,鉴别率板高度 19.2 mm,则放大倍数为 0.1875。从视频采集到的图像可计算得 CCD 相机和视频采集系统的分辨率优于 9 lp/mm,如图 6 所示。

用同样的 CCD 相机和视频采集系统测量闪烁屏的分辨率为 4 lp/mm,如图 7 所示。

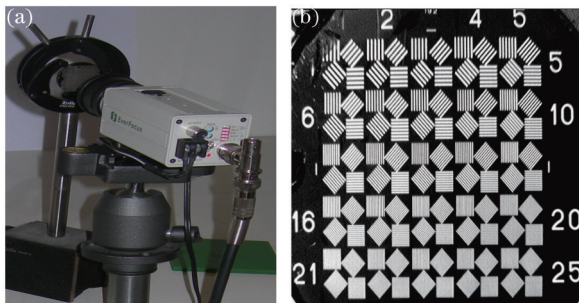


图 6 采样系统的空间分辨率测试。(a)测试系统;(b)分辨率图

Fig.6 Spatial resolution test of sampling system. (a) Measurement system; (b) image of spatial resolution

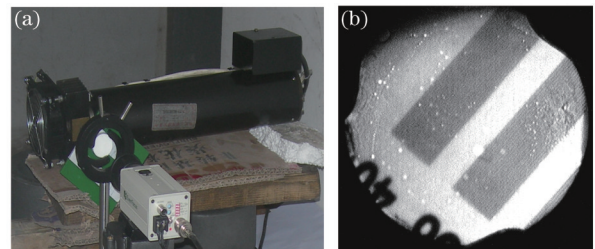


图 7 闪烁晶体的空间分辨率测试。(a)测试系统;(b)分辨率图

Fig.7 Spatial resolution test of scintillation crystal. (a) Measurement system; (b) image of spatial resolution

4 结 论

研究了一种综合测试 X 射线闪烁晶体光学性能的方法,实现了对某新型闪烁晶体的光谱响应、光学转换效率、空间分辨率等参数的测试。实测表明,闪烁晶体的光学转换效率随 X 射线源管电流的增大而减小,对电压变化不明显。提出的测试方法对闪烁晶体材料的研制提供了一种测试参考。

参 考 文 献

- 1 Han Yueping, Li Ruihong. Study of automatic test of the assembly structures inside products based on X-ray stereoscopic

- vision [J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2013, 50(12): 121104.
- 韩跃平, 李瑞红. 基于 X 射线立体视觉的产品装配结构自动检测技术研究[J]. *激光与光电子学进展*, 2013, 50(12): 121104.
- 2 Li Jinjun, Zhao Hong. Feature patch-based vision measuring technique for complex surface and silhouette [J]. *Acta Optica Sinica*, 2011, 31(8): 0812003.
- 李进军, 赵宏. 基于特征面片的复杂型面轮廓视觉测量方法[J]. *光学学报*, 2011, 31(8): 0812003.
- 3 Jan Tous, Martin Horvath, Ladislav Pina, *et al.*. High-resolution application of YAG:Ce and LuAG:Ce imaging detectors with a CCD X-ray camera [J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, 2008, 591(3): 264-267.
- 4 Chen Jianzhao, Lin Danying, Huang Jianheng, *et al.*. Research progress of phase contrast methods for high-resolution X-ray microscope [J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2013, 50(6): 060004.
- 陈剑钊, 林丹樱, 黄建衡, 等. 用于高分辨 X 射线显微镜的相衬方法研究进展[J]. *激光与光电子学进展*, 2013, 50(6): 060004.
- 5 Lu Qinghua, Xu Chongchuan, Wang Hua, *et al.*. Research on dimension measurement of large size ceramic floor tiles based on machine vision [J]. *Acta Optica Sinica*, 2013, 33(3): 0312004.
- 卢清华, 许重川, 王华, 等. 基于机器视觉的大幅面陶瓷地砖尺寸测量研究[J]. *光学学报*, 2013, 33(3): 0312004.
- 6 Wu Xiaoyan, Yu Yingjie, Lü Lijun, *et al.*. Review on non-destructive detection of inner defects of object [J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2013, 50(4): 040002.
- 伍小燕, 于瀛洁, 吕丽军, 等. 物体内部缺陷无损检测技术综述[J]. *激光与光电子学进展*, 2013, 50(4): 040002.
- 7 Cao R P, Peng M Y. Super-broad near-to-mid-infrared luminescence from Bi₅ cluster in Bi₅(GaCl₄)₃ [J]. *Opt Express*, 2012, 20(3): 2562-2571.
- 8 Nedilko S, Scherbatskyi V. Luminescent spectroscopy and structure of centers of the impurity Eu³⁺ ions in lead tungstate crystals [J]. *J Luminescence*, 2010, 9130: 1805-1812.
- 9 Natalia Zaitseva, Leslie Carman. Application of solution techniques for rapid growth of organic crystals [J]. *J Crystal Growth*, 2011, 314(3): 163-170.
- 10 I Kandarakis, D Cavouras, I Sianoudis, *et al.*. On the response of Y₃Al₅O₁₂: Ce (YAG: Ce) powder scintillating screens to medical imaging X-rays [J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, 2005, 538(4): 615-630.
- 11 Qin Laishun, Shi Hongsheng, Shu Kangying, *et al.*. Research progress of a new scintillation crystal SrL₂:Eu [J]. *Journal of the Chinese Ceramic Society*, 2010, 38(10): 1977-1981.
- 秦来顺, 史宏声, 舒康颖, 等. 新型闪烁晶体 SrL₂:Eu 及研究进展[J]. *硅酸盐学报*, 2010, 38(10): 1977-1981.
- 12 Han Yueping, Han Yan, Li Ruihong, *et al.*. Development of an advanced X-ray detector for inspecting inner microscopic structural details in industrial applications [J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, 2009, 600(3): 440-444.
- 13 A Rack, S Zabler, B R Muller, *et al.*. High resolution synchrotron-based radiography and tomography using hard X-rays at the BAMline (BESSY II) [J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, 2008, 586(2): 327-344.
- 14 I Valais, C Michail, S David, *et al.*. A comparative study of the luminescence properties of LYSO:Ce, LSO:Ce, GSO:Ce and BGO single crystal scintillators for use in medical X-ray imaging [J]. *Physica Medica*, 2008, 24(2): 122-125.
- 15 S F Wang, J Zhang, D W Luo, *et al.*. Transparent ceramics: processing, materials and applications [J]. *Progress in Solid State Chemistry*, 2013, 41(1): 20-54.
- 16 Zhao Jingtai, Wang Hong, Jin Tengting, *et al.*. Research development of inorganic scintillating crystals [J]. *Materials China*, 2010, 29(10): 40-48.
- 赵景泰, 王红, 金腾腾, 等. 闪烁晶体材料的研究进展[J]. *中国材料进展*, 2010, 29(10): 40-48.
- 17 Zewu Y, Gregory B, Edith B. Scintillation properties of improved 5% Eu²⁺-doped BaCl₂ single crystal for X-ray and g-ray detection [J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, 2013, 698(1): 7-10.
- 18 Shao Mingguo, Xiang Weidong, Cai Qian, *et al.*. Study on the luminescence properties of Eu³⁺ diffused PbWO₄ crystal [J]. *Journal of Synthetic Crystals*, 2012, 41(4): 872-876.
- 邵明国, 向卫东, 蔡倩, 等. Eu³⁺扩散钨酸铅晶体(PbWO₄)光学性能研究[J]. *人工晶体学报*, 2012, 41(4): 872-876.
- 19 Shen Qi, Chen Hongbing, Wang Jinhao. Scintillation property of cadmium tungstate single crystal grown by vertical bridgman technique [J]. *Journal of Synthetic Crystals*, 2012, 41(4): 844-852.
- 沈琦, 陈红兵, 王金浩. 坩埚下降法生长钨酸镉晶体的闪烁性能[J]. *人工晶体学报*, 2012, 41(4): 844-852.
- 20 Gui Qiang, Zhang Chunsheng, Zou Benfei, *et al.*. Crystal growth and scintillation properties of CeCl₃ doped LaBr₃ crystal with 2-inch diameter [J]. *Journal of Synthetic Crystals*, 2013, 42(4): 616-619.
- 桂强, 张春生, 邹本飞, 等. 直径 2 英寸氯化铈掺杂溴化镧晶体的制备与闪烁性能研究[J]. *人工晶体学报*, 2013, 42(4): 616-619.