

超灵敏小型回旋加速器质谱计 性能提高与部件改进

陈茂柏

(中国科学院上海原子核研究所 上海 201800)

摘要 综述在把已建成的小回旋加速器建设成一台加速器质谱计的六年的调试与性能提高过程中对原物理设计和设备部件所进行的改进以及 SMCAMS 的目前性能水平。

关键词 性能提高, 计数率, 分辨率, 重复性, 精度

中图分类号 TL 542 A

1989年初,在前三年可行性研究的基础上,我们很快完成了加速器质谱计的物理设计。1989年夏,主体设计方案经过部分的调整后基本确定,并开始了国家自然科学基金重大项目的工程实施。自1992年8月磁场垫补完成后,各系统加工也已完成,工程转入了主体调试阶段。注入系统先独立在器外调试,后再与主体连接,开始总体调试。首先,使束流通过注入偏转板,注入至加速轨道。1992年12月9日,在引出半径($R=510\text{mm}$)测到 ^{12}C 束流,1993年1月13日,将束流引出加速器,并测得 ^{13}C 和 ^{13}CH 的谱线峰。1993年2月17日将 ^{12}C 束流引至探测器位置附近临时装配的荧光屏上,并于1993年3月5日,成功地测定了 ^{14}C 谱峰。以后,SMCAMS进入性能提高调试,并对设备部件进行大量的改进工作,以便把已建成的小回旋加速器建设成一台加速器质谱计。

1 SMCAMS 设备部件的改进^[1-4]

1.1 样品及其压制^[5]

SMCAMS 的极有限研制经费不可能包含建立实验室的样品制备系统。开始调试设备时,只能使用糖碳粉末与银粉的混合物。这种样品的压制及相应的比例会引起很大的分馏效应。首先,样品的配方十分讲究,如碳粉参银粉的比例要适中,银粉跟碳粉的颗粒不能太大,根据我们用的配方,碳粉跟银粉的比例大致为体积比7:1。其次,由于银粉比重较大,容易沉积到混合物的下端,因而每次取样时必须把样品摇均匀,以免造成银粉跟碳粉的局部不均匀。由于这种不均匀性很难克服,导致各个样品座中的样品所需钝化时间(新样品的表面必须覆盖一层银)差别从5min至2h不等, ^{12}C 的流强差别也很大。于是我们在较长时间内采用普通的HB铅笔芯刮成粉末再压制成样品来调试设备。为了用小样品量,在HB铅笔芯粉末后面加铜粉一块压制。以后为了精确调节 ^{14}C ,我们曾把HB铅笔芯粉末标记成浓缩的 ^{14}C 样

品作试验,以使 ^{14}C 的计数率大一些。实验表明,标记颗粒极不匀。即使用超精细粉末标记,还是不均匀,无法稳定测定 ^{14}C 。我们找到了反应堆旁的石墨材料,可惜测不到 ^{14}C 。于是把反应堆石墨材料放到反应堆中辐照。辐照后的石墨材料中 ^{14}C 的计数比现代样品强100倍。这就给了我们一种“强化”样品来直接调试 ^{14}C 。但是这种强化样品使设备的本底有所提高。直到在测试实际样品时,我们才购买到石墨化的糖碳样品。

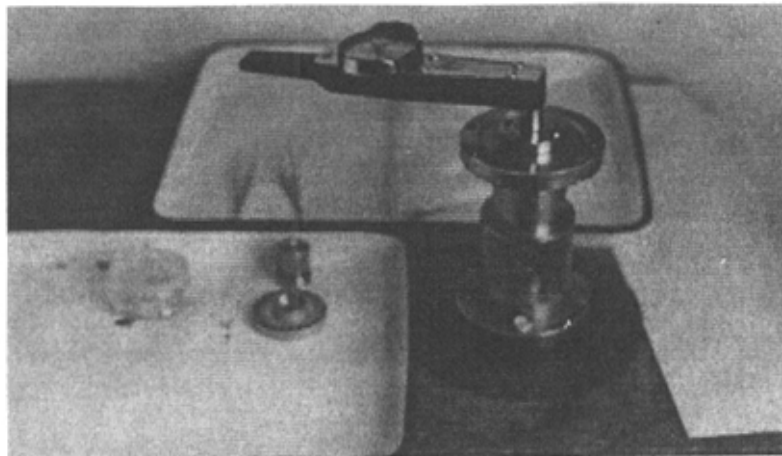


图1 自行设计的样品粉末压制装置

Fig.1 The home made sample powder pressing device

另外,我们原先没有专门的样品粉末压制设备,只靠手工敲压,敲样时不同样品的用力大小不一样会导致样品的松紧程度不同,这也是引起分馏效应的因素之一。现在,我们设计了一个手柄旋转式的样品压制设备(图1),并用力矩表进行定标,以保证压力一致。

1.2 多样品装置改进与重新设计

SMCAMS上的离子源向我所串列加速器室购得,根据它们的多样品装置结构,我们也设计了一台推拉式,但是垂直型的多样品装置^[6]。垂直型的难度在于必须考虑机械平衡,因此样品数不能多。另一难度是样品座容易掉,所以曾设计过三种张紧样品座的结构。后来凭借挡铯板上加一定位圆柱槽^[3],使定位精度达到0.04mm。由于推拉式结构复杂,没有搞自动控制,一直是手动的。

根据NEC公司的多样品装置是旋转式的,又根据用户反映没有发现记忆效应的影响,所以我们研制了一台旋转式的、自动控制^[7]的垂直型多样品装置,它有24个样品座位。

1.3 离子源上的改进

离子源的电离器寿命远长于规定时间。但电离器的加工并不太精确,不同电离器的铯束聚在样品表面的焦点位置都稍不同。离子源外电离器旁的抑制电子的小磁铁场强由5mT降低到最小可能值2mT,位置移到了长的吸出电极外的中间位置^[3]。

1.4 注入输运管道内的部件改进^[1,4]

发现三膜片透镜的聚焦电极外边竟呈三角形,导致电场非轴对称。把它改成圆形后,三个电极间的固定支柱用聚四氟乙烯杆连接,并在每个杆的上端另加一个小伞形帽子(图2),以

保护连接杆这一段不被粒子或铯蒸汽轰击而发黑,防止造成绝缘下降。三膜片电极的第三电极电压原来加不高,后来在聚焦电极电源上接 $8M\ \Omega$ 电阻就能稳定地加上高压。

原设计有一个3挡可变光栏($\phi 5mm$ 、 $\phi 10mm$ 、 $\phi 15mm$),为减少分馏效应已不用。

导向器的孔径已由 $\phi 50mm$ 扩大到 $\phi 60mm$ 。其上的固定限束光栏孔径由 $\phi 38mm$ 扩大至 $\phi 45mm$ 。

观察束流斑点的水晶片因二次电子的逃逸而测不准束流强度。在管道壁与水晶片间加偏压,因绝缘差,只能加 $-150V$,仍有电子逃逸。今已改成口径为 $\phi 15mm$ 的法拉第筒,该筒较深,故可不加负偏压。

1.5 注入静电偏转板的改进工作

注入静电偏转板位置作了反复精细调节,使出口束流接近最佳初始条件。垂直注入静电偏转板的传输效率从观察两块极板上有无萤光可以定性判断的。

本来在它的出口处放置水晶片定量测束流,由于二次电子被强大的偏转板电场吸出而无法测准。因为垂直注入偏转板的电压并不高,故把垂直注入静电偏转板的宽度从 $6mm$ 扩大到 $8mm$,以达到平顶传输。水平注入静电偏转板的内表面束痕很深,故把宽度也从 $6mm$ 扩大到 $8mm$ 。其端部有两个束斑亮点,一个是 ^{12}C ,一个是 C_2 。起先我们只让 ^{12}C 亮点进入水平注入静电偏转板,宽度扩大后,我们把入口往 C_2 亮点移以使两个亮点都进入通道,这样 ^{12}C 注入束流就增大。两付注入静电偏转板都没有考虑等效边界效应,起先两端加铜屏蔽套,后来把两付偏转板各削去 $5mm$ 。削去后的垂直偏转板不再是 90° 张角,入口就很难与垂直注入束流对准,出口又难保证束流水平射出。

在加引出电压时发现大半径束流突然消失这一现象,使我们意识到低能加速器内电场渗透的严重影响,于是把中心 $R\ 15cm$ 处($\phi 30cm$ 范围)用紫铜皮屏蔽住,防止两付注入偏转板渗透电场对中心区粒子运动的影响。高压引线也用屏蔽线包住。

水平注入静电偏转板工作一段时间后出现不稳定现象,经检查是固定高压板的绝缘支柱因“电子负载”而发黑,绝缘恶化。等位线围绕着高压偏转板穿过绝缘柱形成闭合线,负离子加速器中的强大的电子流被正高压电极吸引而向它加速过程中,同时在磁场中以很小的曲率半径、高的拉摩频率围绕等位线旋转,在它逐步移向较高的等位线,但还没有来得及碰撞高压电极,就沿着穿过绝缘柱的等位线碰撞到了绝缘柱,这就是“电子负载”发黑

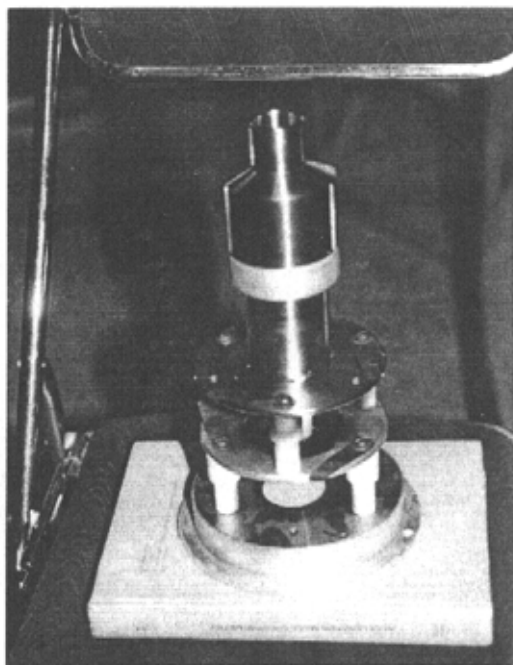


图2 三膜片电极结构及带小伞形帽子的绝缘撑

Fig.2 The structure of the three aperture electrodes and its insulators with small umbrella

绝缘柱的机理。我们在水平注入静电偏转板的下方加一块铜板(图3), 并与高压板电连接, 以产生一个平行于磁场的电场力分量。这样, 进入该铜板“领空”的电子立刻被强大的电场力“击落”到铜板上, 而保护了绝缘柱。垂直水平注入静电偏转板的绝缘柱正好在高压板的平行于磁场的电场内, 所以没有“电子负载”问题。

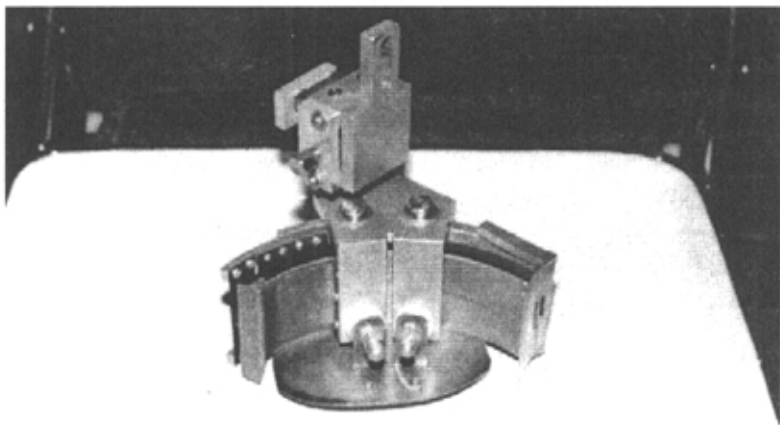


图3 水平注入静电偏转板下加一块抑制“电子负载”的铜板, 该板边缘发黑处系被“击落”的电子所致

Fig.3 The “electron load” suppressing copper plate attached beneath the horizontal deflector

1.6 加速D电极孔隙的增高

在中心5cm范围内的D电极的上下铝支架上有明显的束流轰击痕迹(图4), 表明在中心区

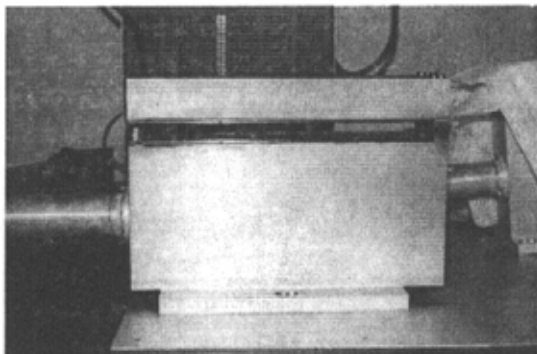


图4 在中心5cm范围内的D电极上下铝支架上有明显的束流轰击痕迹

Fig.4 The beam spot on the D electrode within the radius of 5cm

的束流轴向振荡振幅较大。若根据束痕高低, 则必须把加速D电极的有效孔隙增大到30mm, 即增大一倍。这样, 中心平面上的有效电位就会降低很多, 就必须重新研制 $V_{p-p}=2\text{ kV}$ 的

三角波电源。我们试着把电极D, T, H参数中的D, 即D电极与接地极之间的间隙从3mm扩大到5mm, 经计算表明, 在 $V_{D-p}=1\text{kV}$ 的原三角波电源下, 依然可得到同样的能量增益。这是因为接地电极离开D电极远了, 提高了中心平面上的有效电位; 另外, 加速间隙中的渡越时间长了, 能量增益也增大, 这就是SMCAMS中“三明治”式微分电极的特殊性^[8]。经计算也表明, 渡越时间增长引起的能散变大是可接受的。

1.7 加速室真空系统的改进

真空度对低能负重离子的影响是很大的, 图5是在SMCAMS上早期测量的束流与真空度的关系曲线。原设计中加速室配置2台500L/s的分子泵, 后改用一台1500L/s的分子泵。开始时工作真空只有 $6 \times 10^{-4} \sim 8 \times 10^{-4}\text{Pa}$, 在大半径几乎测不到 ^{12}C 束流。后经检漏使真空达到 $1.8 \times 10^{-4}\text{Pa}$, 引出半径510mm处束流 I_{510} 才达到120nA。于是我们在另一个接泵口加装了一个液氮捕集器, 每当一加液氮, 真空立即提高约一倍, 从 $5.4 \times 10^{-4}\text{Pa}$ 升高到 $3.0 \times 10^{-4}\text{Pa}$, 这就大大缩短了调束流前所需的抽真空时间。液氮捕集器在 $3.0 \times 10^{-4}\text{Pa}$ 后作用就不明显了, 因此工作极限真空还只有 $1.2 \times 10^{-4} \sim 1.5 \times 10^{-4}\text{Pa}$ 。但若把液氮捕集器内的液氮吹掉, 真空就从 $1.2 \times 10^{-4}\text{Pa}$ 下降到 $1.2 \times 10^{-2}\text{Pa}$, 表明液氮捕集器的吸附作用还是很大。经过仔细调束和辅以其它改进, 在 $1.2 \times 10^{-4}\text{Pa}$ 时, 得到 $I_{510}=300\text{nA}$ 。在反复不断的检漏与堵漏后, 最佳真空可达 $6 \times 10^{-5} \sim 7 \times 10^{-5}\text{Pa}$, 得到 $I_{510}=550\text{nA}$ 。

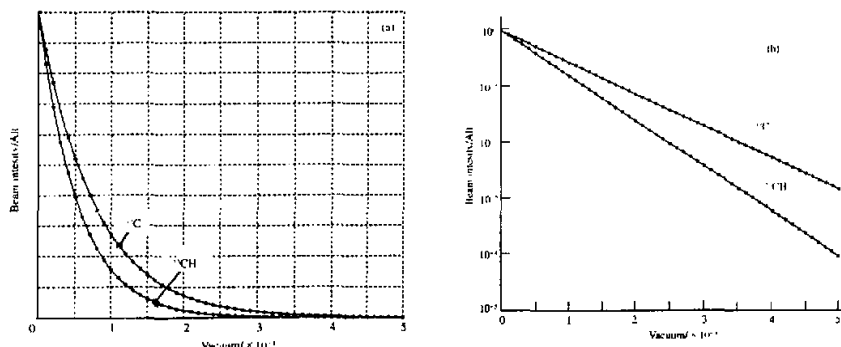


图5 束流强度与真空关系图

Fig.5 Beam intensity vs vacuum

SMCAMS是一个无气源的设备, 随着运行和束流的长期轰击后, 真空室的真空度会逐步提高。但每天下班要把液氮吹掉, 分子泵关停, 每次做实验要开启分子泵, 要加液氮。这不仅麻烦, 真空度也提不高。1995年改用二台1800L/s的冷凝泵后, 就可长期连续不停地抽真空, 使工作真空提高到 $3 \times 10^{-5}\text{Pa}$ 。

应该指出, 束流管道上的法兰口都用无氧铜垫圈刀口密封。磁铁上各密封口原设计都用银丝密封, 后根据制造厂建议, 都改用普通的电熔丝焊成环作密封圈, 它们可以多次重复使用。但是否会影响真空度进一步提高, 不清楚。

1.8 引出偏转板的改进工作

原物理设计中, 引出偏转板的出口束流与径向偏了约 4° , 这样出口束流与相距很近

的磁场线圈间的磁力线方向也有 4° 交角。如果束流偏离中心平面, 譬如偏向中心平面以上, 磁场分量的作用就会造成引出束流在引出后的测量管道中偏向下。后来我们把引出偏转板转到出口束流基本上沿半径方向, 在荧光屏上束流就居中心了。后来由于引出束流方向与引出束流管道的走向还不一致, 引出管道上又没有束流导向装置, 只能把引出偏转板出口端沿着弧线接长了 5mm, 使束流沿着管道轴线。为了提高引出效率, 引出偏转板间隙宽度从原来 6mm 放宽到入口为 8mm, 出口为 9mm。

引出偏转板除了像注入水平偏转板全身屏蔽外, 其入口端也必须屏蔽, 否则偏转电压会影响大半径的束流。但即使把入口端屏蔽到只有 $8\text{mm} \times 8\text{mm}$ 的输入孔, 经计算仍有 2% 的电位场漏出屏蔽罩^[3]。

1.9 引出输运管道内部件的改进

引出管道逐节利用荧光屏来对中。第一付静电四极透镜孔径从原来的 50mm 放大到 60mm, 其与引出偏转板出口距离缩短 22cm (去掉弹性管)。测量偏转板间隙从原来 25mm 放宽到 35mm, 与第一付静电四极透镜距离缩短 4cm。原来 ^{14}C 测量室与 ^{13}C , ^{12}C 测量室在一起 (图 6), 测量 ^{12}C 时, 工作着的探测器的本底计数太强。现在把 ^{14}C 测量室与 ^{13}C , ^{12}C 测量室分开, ^{13}C , ^{12}C 测量是用放置在原测量室的新设计的 $\phi 40\text{mm}$ 和 $\phi 15\text{mm}$ 二个标准法拉第筒, 用负 450V 来抑制二次电子, 法拉第筒外壁加屏蔽套以防电子打在法拉第筒外壁。用大口径法拉第筒可以在交替加速时不交变透镜电源, 调束时易捕捉到束流。用小口径法拉第筒代替水晶片可判断束斑大小及束流是否对中束流管道。 ^{14}C 束流输运线加长, 通过测量偏转板 9° 的偏转后, 再经过增设的第二付三单元静电四极透镜^[4], 使 ^{14}C 再会聚, 以满足单粒子探测器对束斑小于 10mm 的要求。

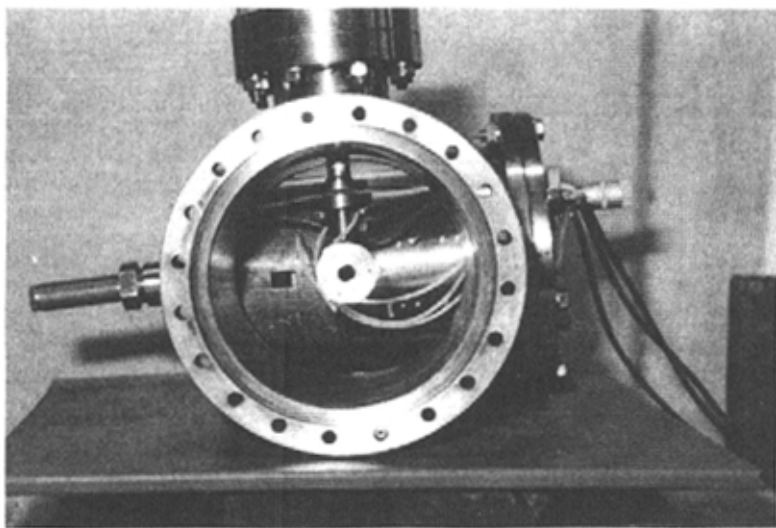


图 6 原来, 探测器 (左边方孔) 与法拉第筒 (中间圆孔) 处于同一测量室内

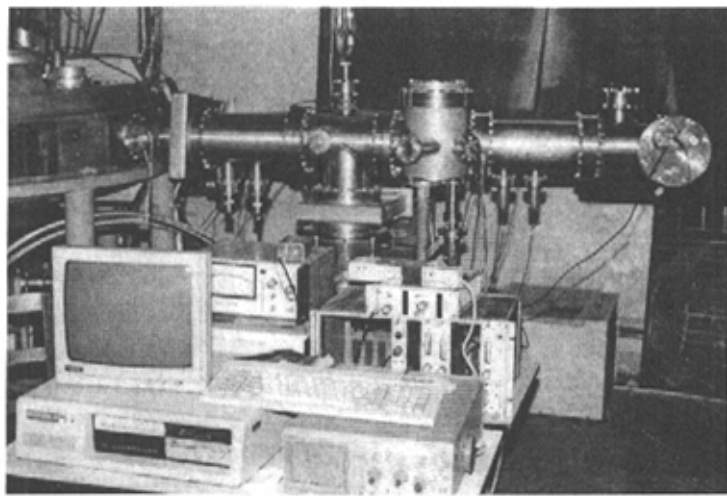
Fig.6 Originally, the detector (left hole) and Faraday cup (right hole) were located in the same measuring chamber

1.10 微通道板探测器的改进^[9]

探测器工作一段时间后出现不稳定现象,并连续损坏新更换的微通道板多次。于是我们对原来使用的探测器结构作了下述改进^[11]:把两块微通道板间的金属弹性环改为硬性金属圈;在接收板和微通道板间增加了绝缘间隔环;选用二块体电阻接近的微通道板;并加分压电阻保证所加的电压相同;特别是精洗微通道板绝缘座使探测器稳定可靠。

1.11 X射线干扰的抑制^[10,11]

由于我们采用全部粒子的同时注入和三种粒子的交替加速运行模式,导致X射线的强烈干扰。实验表明,它们大多来自中心区,因为移动探测靶并不影响本底计数率。X射线主要由 ^{12}C 和 C_2 粒子束流引起,当交替加速 ^{14}C 时,约有 $10\ \mu\text{A}$ 的 ^{12}C 粒子同时注入到中心区,并有 $2\ \mu\text{A}$ 的 C_2 粒子注入到大半径,X本底计数率曾达 0.2counts/s 。我们在中心区($R=275\text{mm}$)内放置了一块钨的阻挡板,把X射线干扰降低了 $2/3$,但是 C_2 粒子还无法挡掉;加速器引出口处除了保证束流引出偏转板的孔道外,其余空隙部分用聚碳酸酯绝缘材料块(现改用铝块)屏蔽,使单粒子探测器X射线本底又降低到原来的五分之一,X本底计数率达到 0.05counts/s 。这些X射线部分来自被束流轰击的引出偏转板,部分来自输运管道的光学元件,它们被沿着引出偏转板的等位线逃逸的电子所轰击。实验表明,在输运管道上采用核物理实验方法常用的铅屏蔽无法把X本底干扰降到满意值,而且随着小回旋加速器束流强度的提高,X本底干扰又趋恶化。最后我们去掉输运管道上的铅屏蔽,把探测器室转到高于加速器中心平面 20cm 处(图7),就把X射线的干扰抑制掉 $1-2$ 个数量级,在强束流下保持 0.04counts/s 本底计数。



(a)

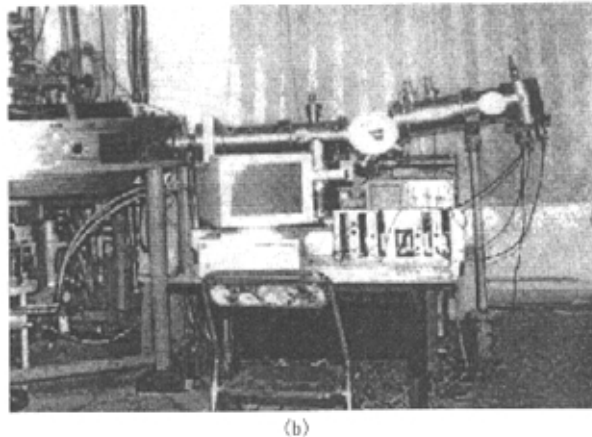


图7 测量室位置原来在中心平面(a)偏高到中心平面之上20cm(b)

Fig.7 The detector at the original position (a)

and at the position(b) above 20cm over the medium plane of the cyclotron

1.12 电子仪器设备与控制系统的改进

三角波电源进行了改进;进口了一台稳定度为 ± 2 ppm的磁铁电源;3付偏转板高压电源与注入能量电源改用从Glassman公司购置的电源,稳定度为 $\pm 0.05\%$,上升时间为10 ms;改造了束流积分仪;改进了全部电源的接地与防干扰;改进了多道光纤传输参量调节器等等。新的控制系统正在改进中。

2 SMCAMS性能提高

2.1 新颖回旋加速器的性能

2.1.1 传输效率的测定^[3] SMCAMS性能提高是与仔细的束流诊断工作分不开的。在不断完善设备,提高加速器传输效率的过程中,我们发展了一套有效地测试加速器各段效率的方法。如图8所示,加速器中 180° 对称安装有两个内探测靶,称之为4*探测靶(左)和5*探测靶(右),我们组合运用这两个探测靶,并采用倒测法测试加速器各段的传输效率。

(1) 加速器引出效率 η_{ex} : 先对加速器调试引出束流,得到加速器的最大引出 $^{12}\text{C}^-$ 束流值 I_{ex_max} 。由外向内推进5*探测靶,逐步挡住粒子轨道上的最后几圈 $^{12}\text{C}^-$ 束流(因为是多圈引出),使其不进入引出偏转板,直到引出束流 I_{ex_max} 下降到二个量级以下。此时,5*探测靶位置约在 $R=510\text{--}515\text{mm}$,探测的束流 $I_5(\text{Rex})$ 与 I_{ex_max} 的比即为引出效率 η_{ex} 。

(2) 大半径加速效率 $\eta_{\text{大}}$: 继续推进5*探测靶,直到 $R=400\text{mm}$,此时5*靶探测的束流记为 $I_5(R400)$,大半径效率 $\eta_{\text{大}} = I_5(\text{Rex}) / I_5(400)$ 。

(3) 小半径加速效率 $\eta_{\text{小}}$ 和绕过水平偏转板接地电极的第一圈效率 η_1 : 继续向内推进5*探测靶到小半径,束流 I_5 持续上升。一般5*探测靶到达 $R=290\text{--}295\text{mm}$ 后,束流 I_5 开始下降。这样测到的束流最大值 $I_5(295)$ 是从水平偏转板引出的 $^{12}\text{C}^-$ 束流在第一圈通过“1”形电极后的,包括被加速和被减速(因为能量增益很小)的所有 $^{12}\text{C}^-$ 束流。但这些粒子不能

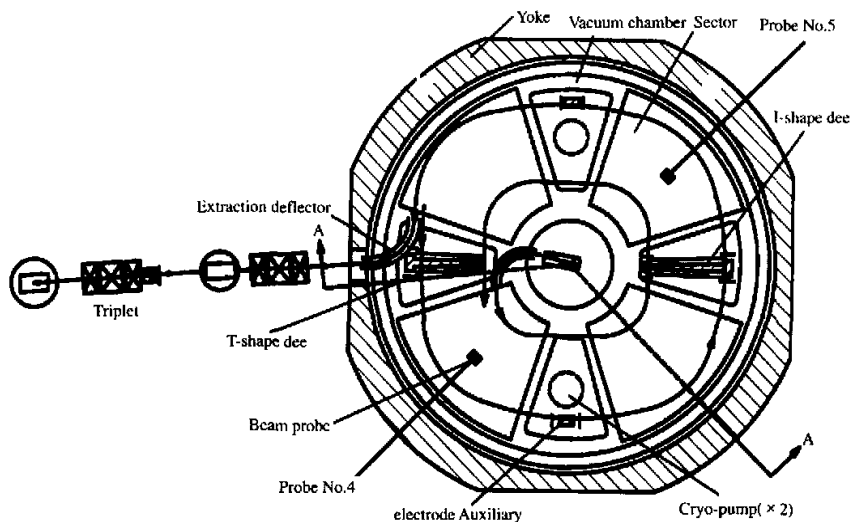


图8 4°与5°探测靶的方位示意图

Fig.8 Scheme of the position of 4° and 5° probes

全部绕过水平偏转板，为了测量第一圈绕过水平偏转板的 ^{12}C 束流，由外向内推进4°靶，直到把5°靶的束流 $I_5(295)$ 全部挡掉（一般要求5°的束流下降至少二个量级），这样测得了从水平偏转板引出的 ^{12}C 与 C_2 束流之和 $I_4(273)$ 。再外拉4°靶，直至5°的束流恢复到原来的值 $I_5(295)$ ，此时4°靶记录的是同时从水平偏转板引出的小部分 C_2^- 分子束流，记为 $I(\text{C}_2)$ 。大部分 C_2^- 分子束流则以较大的回旋半径到达了 $R=450\text{mm}$ 范围。接着外拉5°靶，让打在其上的第一圈的 ^{12}C 束流 $I_5(295)$ 打到4°靶，此时4°靶记录的是第一圈绕过水平偏转板的 ^{12}C 束流 I_1 和 C_2^- 分子束流 $I(\text{C}_2)$ 之和，记为 $I_4(^{12}\text{C}+\text{C}_2)$ 。因此，第一圈绕过水平注入偏转板的 ^{12}C 束流为 $I_1 = I_4(^{12}\text{C}+\text{C}_2) - I(\text{C}_2)$ 。得到小半径效率 $\eta_{\phi} = I_5(400)/I_1$ ，和第一圈绕过效率 $\eta_1 = I_1/I_5(295)$ ，其中包括从水平注入偏转板的出口是直流束流变为交流损失50%。

(4) 两付注入静电偏转板的传输效率 η_{inj} ：两付注入静电偏转板的传输效率 η_{inj} 很难测准，其原因有二：①由于注入系统没有预分析磁铁，所有的粒子（包括较大的 C_2^- 分子束流）同时注入两付偏转板，故不能单独测量 $^{12}\text{C}_2^-$ 束流通过该两付偏转板的传输效率。②二次电子影响效率的正确测量。离子束流打在测量靶上，会打出一个或多个二次电子，二次电子的逸出，会减弱靶上测到的负离子流强，甚至会测到正的流强。我们曾在垂直注入偏转板的入口限流孔和出口水晶片上测量束流，当垂直注入偏转板上不加偏转电压时，入射在其上的束流打出的二次电子被加30V抑制电压的限流孔吸引，而当加上几千伏偏压后，由限流孔和水晶片上打出的二次电子均被偏转板上的高压吸走，垂直注入偏转板的入射束流强度和引出束流强度（即水平注入偏转板的入射束流）均无法测量。

我们只能用水平偏转板引出的 ^{12}C 与 C_2 束流之和 $I_4(273)$ 与注入输运管道的法拉第筒的束流 I_{inj} 之比作为两付注入静电偏转板的传输效率 η_{inj} 。或者，认为法拉第筒的束流 I_{inj} 中

的 50% 是 C_2^- 束流, 则 $^{12}C^-$ 的 $\eta_{inj}=2[I_5(295)/I_{inj}]$ 。

垂直注入偏转板的传输效率可在暗房条件下从侧面观察窗用肉眼观察(图9), 若注入束流碰撞垂直注入偏转板的内壁, 则可看到一层淡兰光。随着参数调节, 此层淡兰光会移动, 直至消失。这时, 可认为传输效率最高。此法不适合于调水平偏转板的束流, 因为该淡兰光

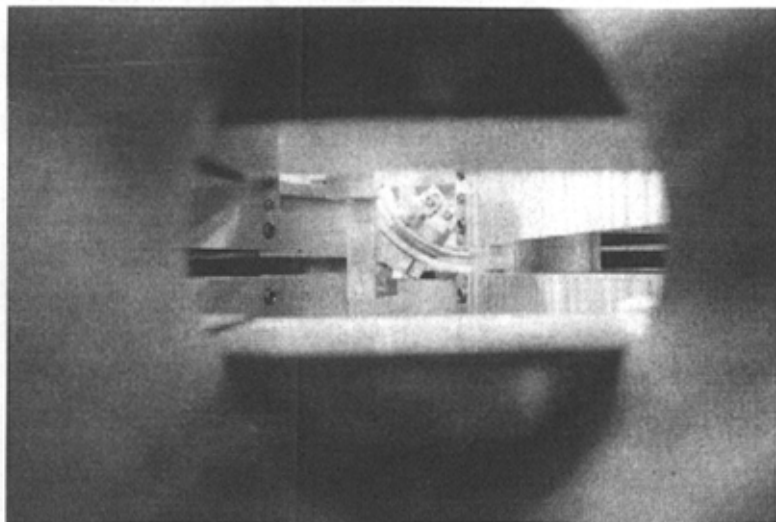


图9 从磁铁侧壁观察窗可观察到垂直注入静电偏转板

Fig.9 The vertical deflector inside the minicyclotron viewed from the side window of the yoke

始终存在, 说明一直有粒子碰撞到水平偏转板的内壁。用此方法测得的加速器各段传输效率如下所示:

名 称	传输效率 /%
两付注入偏转板的效率 η_{inj}	65
第一圈绕过效率 η_1	30-35
小半径效率 η_s	37-40
大半径效率 η_x	63-70
引出效率 η_{ex}	60-80

2.1.2 束流强度与稳定性 一般, 注入法拉第筒上的束流强度 I_{inj} (包括 C_2^- 束流) 要达到 30-35 μA 就可以获得足够的引出束流 I_{ex} 。经常的 I_{inj} 达到 50 μA 左右。若加大 Cs 供应量, I_{inj} 可达 80 μA 以上。

在 5° 探测靶方位测得束流经过 2 付注入静电偏转板后绕过第一半圈的最大 $^{12}C^-$ 束流 $I_5(295)_{max} = 27 \mu A$ (曾经到过 40 μA , 一般 10 μA 以上)。 $I_5(400)_{max} = 2 \mu A$ (一般 1 μA 以上)。 $I_5(510) = 1.2 \mu A$ (一般 0.9 μA)。引出的最大 $^{12}C^-$ 束流 $I_{ex}(^{12}C^-)_{max} = 750-780 nA$ (一般 500 nA 以上)。另外, 测得在该方位的 C_2^- 束流 $I_5(450)_{max} = 4-5 \mu A$, 一般不超过 1 μA 。

由于 SMCAMS 是同时注入各种同位素离子及它们的氢化物分子离子的, 所以除了可探测

$^{12}\text{C}^-$ 的内靶束流外, 其它粒子束流太弱, 无法测量内束, 只能测得外靶束流。测得过的最大外束流分别为: $I_{ex}(^{13}\text{C}^-)_{\max}=30\text{nA}=3 \times 10^{-8}\text{A}$, $I_{ex}(^{12}\text{CH}^-)_{\max}=3 \times 10^{-8}\text{A}$, $I_{ex}(^{13}\text{CH}^-)_{\max}=3 \times 10^{-10}\text{A}$ 。所以, 束流($^{12}\text{CH}^-$)与($^{13}\text{C}^-$)是同一量级。束流($^{13}\text{CH}^-$)是($^{13}\text{C}^-$)的1%, 在交替加速中, 应把束流($^{13}\text{CH}^-$)中的($^{13}\text{C}^-$)加到束流($^{13}\text{C}^-$)中去。照理, ($^{13}\text{C}^-$)应是($^{12}\text{C}^-$)的1%, 故最大($^{12}\text{C}^-$)束流应为3000nA, 但SMCAMS上只能达到750nA, 其原因尚待研究。

此外, 直接测得加速器中5#和4#方位的束流径向分布曲线如图10所示。在5#方位的曲线比4#方位的曲线干净, 但其上的2个小峰也确不准是什么粒子。

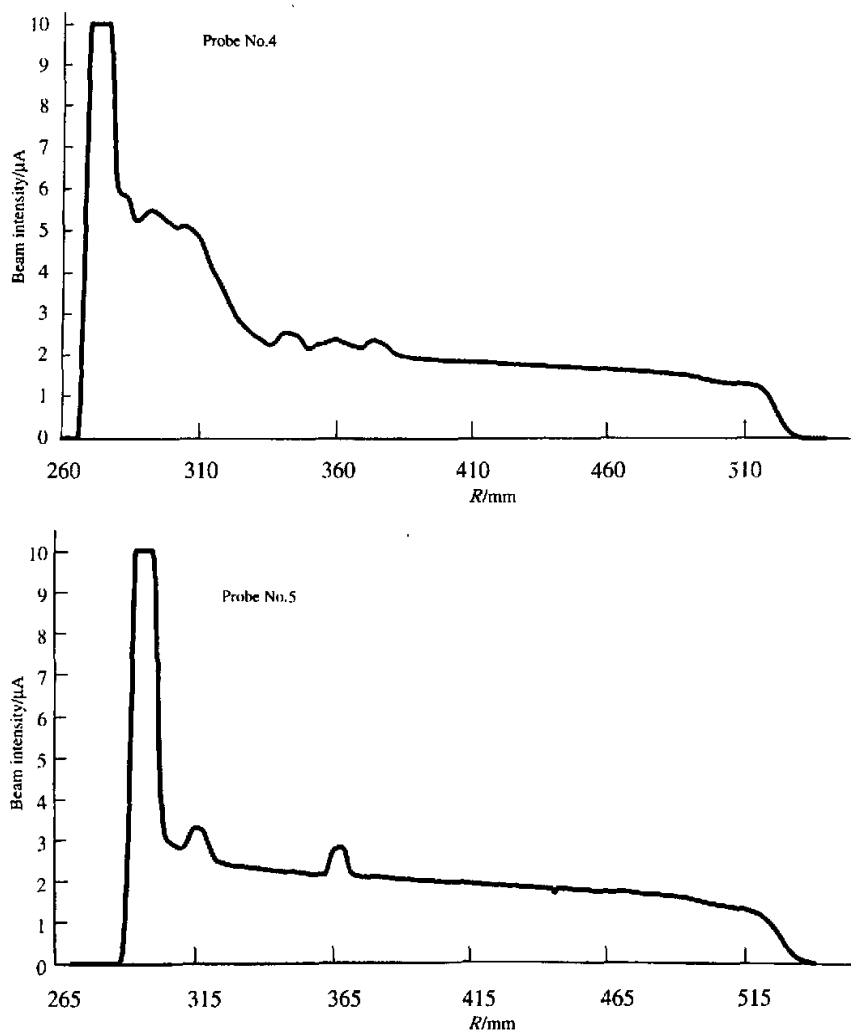


图10 4#与5#探测靶测量的束流径向分布曲线

Fig.10 Radial distribution of beam measured on No. 4 and No. 5 probe

用改变频率法测量束流相位偏移沿径向分布, 测得的曲线见图 11。由于传统的处理方法是针对正弦波的, 在三角波下不能得出具体的数值, 可以定性地得出, 小半径的相移沿负方向, 大半径折向正方向。

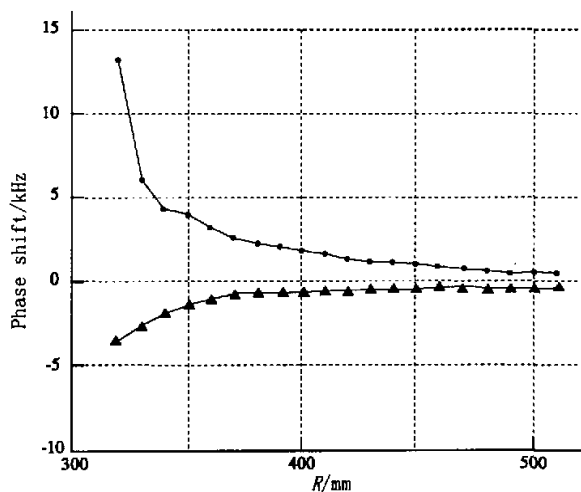
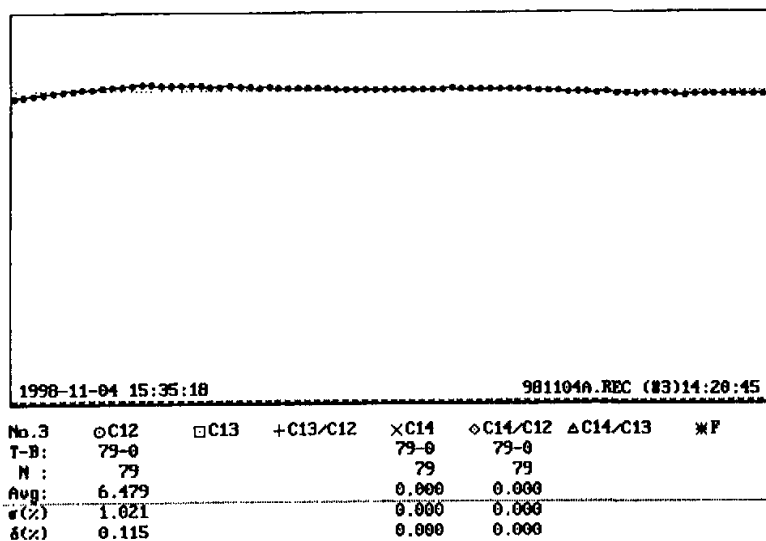


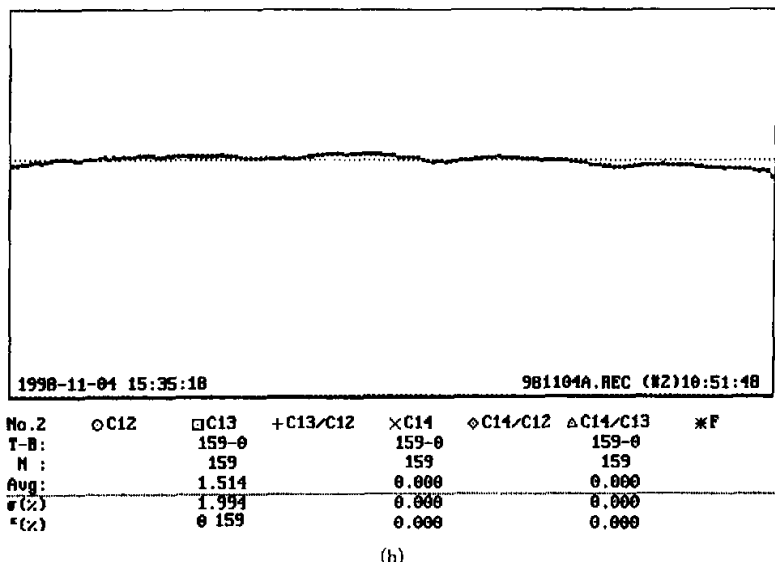
图 11 变频法相位测量结果

Fig.11 RF phase of particle vs radius, which is measured by changing frequency

束流的稳定性是保证加速器质谱计高精度分析的重要指标之一, 在交替加速自动控制系统中, 我们采用“假交替”的方法, 即交替加速两种相同的粒子, 获得了 ^{12}C 和 ^{13}C 的长时间的束流稳定性, 如图 12a 和图 12b 所示。



(a)



(b)

图 12 ^{12}C (a) 和 ^{13}C (b) 束流的长时间稳定性Fig.12 Stability of beam ^{12}C (a) and ^{13}C (b)

2.1.3 SMCAMS 运行参数 一般, 铯管加热电流 $I_{\text{Cs管}}=2\text{A}$, 铯炉加热电流 $I_{\text{Cs炉}}=1.2\sim 1.6\text{A}$, 视 Cs 的含量与需要量而变。电离器的加热功率约 200W , 用久了的电离子器加热电流不超过 20A , 但新的电离器的加热丝较粗, 其加热电流可达到 24A 。电离器加热电流对离子源产额影响极大, 稍微增大一些, 注入法拉第筒上的束流强度 I_{inj} 就很快上升。所以, 电离器加热电流的稳定度很重要。电离器的电压按经验固定在 $V_i = 5.5\text{kV}$, 电离器电流指示 $I_i = 2\text{mA}$, 通过样品的电流 $I_s = 1.2\sim 1.5\text{mA}$ 。 I_i 与 I_s 中一部分是通过冷却水的电流。

离子源吸出电压原来固定为 $V_{\text{吸}} = 20\text{kV}$, 现在随注入能量交变, 17.5kV ($^{12}\text{C}^-$), 16.15kV ($^{13}\text{C}^-$, $^{12}\text{CH}^-$), 15.0 kV ($^{14}\text{C}^-$, $^{13}\text{CH}^-$)。三膜片聚焦电压随样品表面影响较大, 3 种离子不能完全按相似比例。注入系统的导向器的导向电压对 3 种离子也需分别调到最佳。现在第二付导向器不加电压, 为了防止电荷积累或感应, 把四块导向板接地。引出输运管道内的第一付三单元四极透镜不参与交替变化, 而按 $^{13}\text{CH}^-$ 束流最大设置, 因其后的法拉第筒口径较大, $^{12}\text{C}^-$ 与 $^{13}\text{C}^-$ 束流都能接受。第二付三单元四极透镜与测量偏转板电压都按 $^{13}\text{CH}^-$ 束流最大设置。加速电压, 及 3 付静电偏转板电压均按 3 种离子的相似比设置, 并经反复微调。加速电压分别为 $V_{\text{b}} = 980\text{V}$ ($^{12}\text{C}^-$), 930V ($^{13}\text{CH}^-$, $^{12}\text{CH}^-$), 860V ($^{14}\text{C}^-$, $^{13}\text{CH}^-$)。兹列出测量真实未知样品时的一套较好运行参数(表 1)。表 1 中, E_0 为初始能量, V_t 为聚集电压, X_1Y 为 X 方向导向电压, X_2 、 Y_2 为 Y 方向导向电压, V_v 为垂直注入偏转电压, V_h 为水平注入偏电压, V_{ex} 为引出偏转电压, V_0 为加速电压, F 为高频频率, V_1 、 V_2 分别为第一、第二付四极透镜垂直电压, V_{-1} 、 V_{-2} 分别为第一、第二付四极透镜水平电压, V_{a} 为测量偏转板电压, V_{d} 为打拿极电压, V_{ncp} 为微通道板电压, V_{a} 为阳极电压。

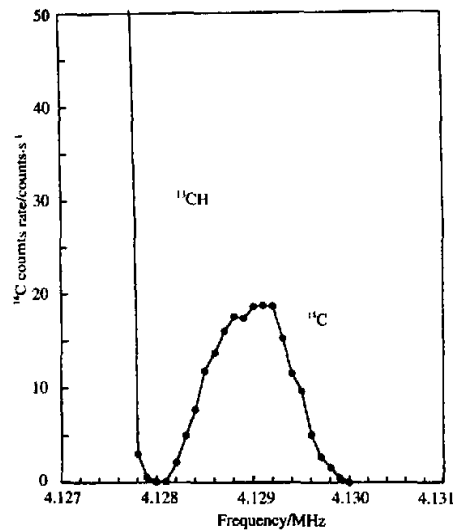
表 1 SMCAMS 运行参数表

Table 1 SMCAMS typical operation parameters

	(^{12}C)	(^{13}C , ^{12}CH)	(^{14}C , ^{13}CH , $^{12}\text{CH}_2$)
运行日期 Operating dag	1998. 3. 26	1998. 9. 18	1998. 9. 18
E_0/keV	17.5	16.15	15.0
V_1/kV	5.194	4.3853	3.9651
V_2/kV	-0.3345	-0.5000	-0.5000
V_3/kV	0.0896	-0.5000	-0.5000
V_4/kV	-0.0064	2.6230	2.4281
V_5/kV	0.0024	2.6070	2.4146
V_6/kV	2.966	2.712	2.506
V_7/kV	2.856	2.620	2.425
V_{ex}/kV	5.297(5.267)	4.886(4.695)	4.534(4.360)
V_0/V	980	930	860
f/MHz	4.8183	4.4465(^{13}C) 4.4450(^{12}CH)	4.1290(^{14}C) 4.1267(^{13}CH) 4.1254($^{12}\text{CH}_2$)
V_1/kV		6.7844	6.4640
V_2/kV		6.7617	6.3920
V_3/kV			2.8823
V_4/kV			4.9596
V_5/kV			5.6110
V_6/V			-300
V_{ex}/V			1500-1650
V_0/V			300

2.2 新颖加速器质谱计性能水平^[12]

2.2.1 ^{14}C 计数率 1993 年刚建成 SMCAMS 时的 ^{14}C 计数率只有 1-1.5 Counts/s。后经二年的仔细束流诊断; 精确定形、定位和屏蔽 3 付静电偏转板; 扩大加速电极有效孔径; 探测器前增加一付三单元四极透镜等措施, 在 1995 年 10 月 ^{14}C 计数率达到 5 Counts/s^[12]。以后在财政部与科学院重大设备装备费的支持下, 我们进口了一台高稳定度 ($\pm 2\text{ppm}$) 磁场电源和二台 1800L/s 的冷凝泵。这不但大大提高了束流稳定性, 使稳定度达到 1.5% (1h 内); 由于冷凝泵可连续抽气, 使加速室内的真空度由 $7 \times 10^{-5}\text{Pa}$ 提高到 $3 \times 10^{-5}\text{Pa}$, 又大大提高了束流强度, 使 ^{14}C 的计数率达到 10-15 Counts/s。在正式测定实际未知样品前, 我们基本上彻底抑制了 X 射线的干扰, 降低了多道分析器的甄别域, 大大提高了探测器探测效率。於是在 1998 年 11 月测试标准的石墨

图 13 ^{14}C - ^{13}CH 频谱曲线(糖碳样品)Fig.13 ^{14}C - ^{13}CH response curve for sugar sample

化糖碳样品时, ^{14}C 计数率达到 24Counts/s(图 13), 与一般的串行 AMS 水平相当。应该指出, 串行 AMS 是直流束流, 而 SMCAMS 是脉冲束流, 要达到一样水平的 ^{14}C 计数率是不容易的。

2.2.2 本底水平(丰度灵敏度) 当 SMCAMS 不出束流停机时, 测得微通道板探测器的噪声约 0.001counts/s^[13], 这意味着探测器本身的探测极限是 10^{-15} 。但一旦开启束流, 探测器本底计数就曾达到 0.2counts/s, 这些本底来自加速室内 X 射线干扰。在中心区和引出口处采取了阻挡以降低 X 射线本底措施后, 本底计数率在 5counts/s ^{14}C 计数率时降为 0.05counts/s(图 14)。这些残余的 X 射线用核物理实验常用的铅块阻挡不净, 随着小回旋加速器性能改善和束流强度的提高, X 本底计数越来越高, 根本无法供地学或考古应用。后来我们把探测器室转 90°, 以至偏高加速器中心平面 20 cm(图 7), 才彻底抑制了 X 射线干扰, 在 24counts/s 的束流下, 本底限制在 0.04counts/s, 已测定了近三万年的古代地质样品, 和近四万年的空白样品。

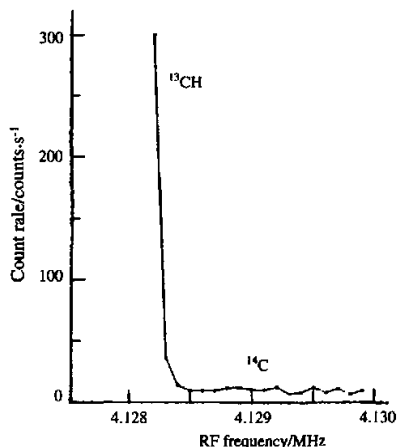


图 14 本底计数曲线

Fig.14 The background noise in the detector induced by X-ray interference

2.2.3 分析精度和准确度 与串行 AMS 相比, SMCAMS 提高分析精度和测量准确度的困难在于: ①在水平注入偏转板入口、通道与外壁和引出偏转板入口与通道内无法实现“平顶”传输。偏转板的高压电源或入射束流轨道的微小改变, 都导致传输效率的改变而引起分馏效应; ②无法实现各种同位素离子的同时加速与测量, 且它们间的轨道只是相似轨道, 而不是完全一致的轨道。因此, 任何参数的改变对不同粒子的轨道的影响是不同的, 会引起分馏效应; ③交替加速时, 大部分电源的电压都要交替变化达 15%, 这恰恰与上述二点要求电源参数严格稳定不相容; ④小回旋加速器提供的是脉冲束, ^{14}C 计数率不易再提得很高, 要高的统计精度, 就要求延长测试时间, 从而影响测量精度。

此外, SMCAMS 的现实状况也造成提高分析精度和测量准确度的困难: ①大部分国产电源的稳定度不够, 上升时间太长(5-8s)。光纤控制系统的输送与反馈电参数的正确度与稳定性还不够; ②由于在注入加速器前故意省去了预分析磁铁, 不能实现“同时在线监督”; ③注入与引出管道内的光学元件因粒子能量低而采用静电的, 在交替测试那些能量不同而动量相同的粒子时, 它们的电参数都要交变。

为了避免样品制备中及它的年代不确定引起的误差因素, 我们开始是比较二个相同的样品的。在 1998 年 9-10 月份正式测试实际未知样品时, 测量精度达 1% (最近已达 0.7%)。经对比, 结果都在 1-2 σ (标准偏差) 范围内一致, 符合很好。其中一个美国新草酸标准样品, 经 $\delta^{13}\text{C}$ 校正后, 与国际标准值符合在 0.5%。

2.2.4 分辨率(频谱曲线) ^{14}C 和 ^{13}CH 所需要的分辨率约 1800, 但要精确测定 ^{13}C , 必须把 ^{13}C 和 ^{12}CH 分开, 所需要的分辨率约 3000。我们设置的“禁区(隔离带)”恰巧使 SMCAMS 分辨率达到 3000。图 15-17 给出了加速器对不同离子的频谱曲线, 其中, ^{13}C , ^{12}CH 和 ^{13}CH , $^{12}\text{CH}_2$,

的频谱曲线清楚地表明加速器的分辨率已超过 3000。

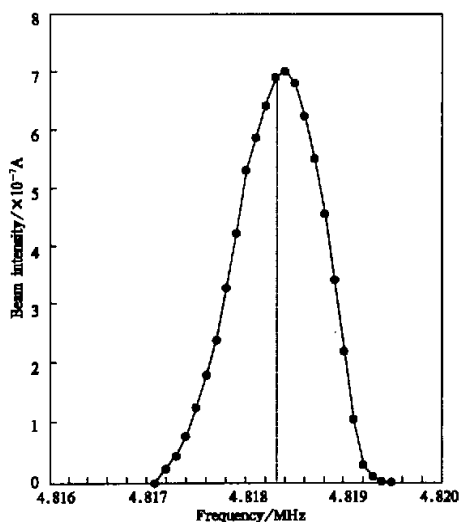


图 15 ^{12}C 频谱曲线
Fig.15 Spectrum for ^{12}C

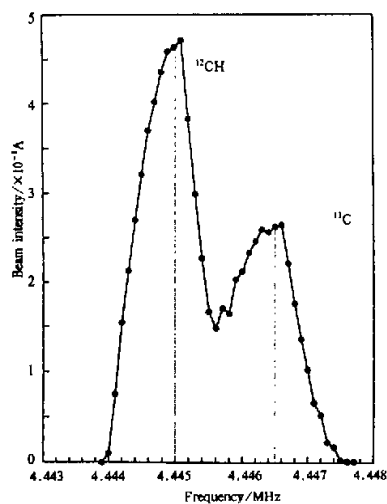


图 16 $^{13}\text{C}-^{12}\text{CH}$ 频谱曲线
Fig.16 Spectrum for $^{13}\text{C}-^{12}\text{CH}$

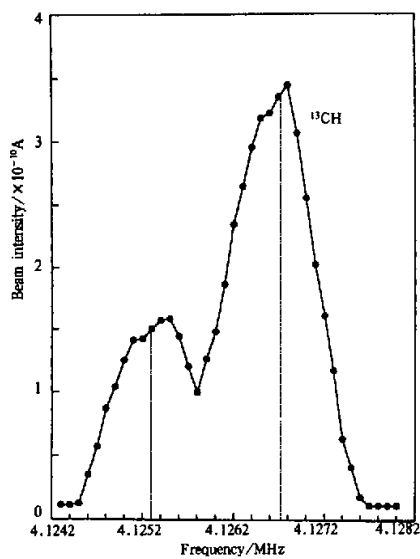


图 17 $^{13}\text{CH}-^{12}\text{CH}_2$ 频谱曲线
Fig.17 Spectrum for $^{13}\text{CH}-^{12}\text{CH}_2$

我们曾故意降低加速电压的幅值到 622V, 使 ^{13}C 和 ^{12}CH 离子回旋圈数从 100 圈增加到 120 圈, 分辨本领增加到 3600, 从图 18 可见, ^{13}C 和 ^{12}CH 谱线完全分开了。所以预见 SMCAMS 有潜力进一步提高分辨本领, 譬如可达到 6000。

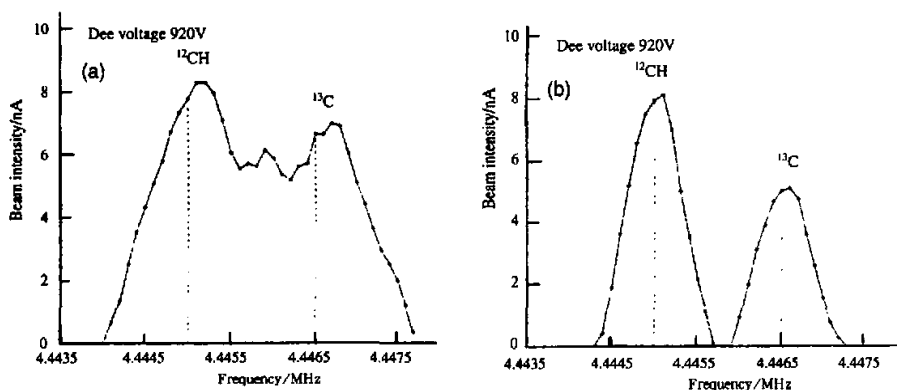


图 18 SMCAMS 分辨率为 3000(a) 和 3600 (b) 时 ^{13}CH 和 $^{12}\text{CH}_2$ 的频谱

Fig.18 The spectrum for ^{13}CH and $^{12}\text{CH}_2$, when SMCAMS has a resolution of (a) 3000 and (b) 3600.

参 考 文 献

- 1 陈茂柏, 中国科学院特殊支持项目<超灵敏小型回旋加速器质谱计 ^{14}C 分析方法的实验研究>总结. 1997. 1
CHEN Maobai. Internal report. 1997. 1
- 2 李德明, 国家自然科学基金重大项目<超灵敏小型回旋加速器质谱计>总结. 1993. 7
LI Deming. Internal report. 1997. 7
- 3 刘永好. 博士论文. 1999
LIU Yonghao. Thesis for Doctor. 1999
- 4 刘永好, 陈茂柏, 李德明, 等. 核技术, 1999, 22(9):557
LIU Yonghao, CHEN Maobai, LI Deming, *et al.* Nucl Tech, 1999, 22(9):557-562
- 5 徐森林. 中国科学院特殊支持项目<超灵敏小型回旋加速器质谱计 ^{14}C 分析方法的实验研究>总结. 1997. 84
XU Senlin. Internal report. 1997. 84
- 6 卢相顺. 中国科学院特殊支持项目<超灵敏小型回旋加速器质谱计 ^{14}C 分析方法的实验研究>总结. 1997. 87
LU Xiangshun. Internal report. 1997. 87
- 7 陈国生. 中国科学院特殊支持项目<超灵敏小型回旋加速器质谱计 ^{14}C 分析方法的实验研究>总结. 1997. 68
CHEN Guosheng. Internal report. 1997. 68
- 8 贾文红, 超灵敏小型回旋加速器质谱计旋转式垂直型多样品装置的自动控制系统核技术(待发表)
JIA Wenhong, The autocontrol system of the vertical rotatable multi-sample device in SMCAMS Nucl Tech.
(to be published)
- 9 CHEN Maobai, XU Senlin, LI Deming, *et al.* Nucl Instr Meth, 1990, A297: 47
- 10 卢相顺, 陈茂柏, 李德明, 等. 核技术, 1998, 21(3):163-166
LU Xiangshun, CHEN Maobai, LI Deming *et al.* Nucl Tech, 1998 21(3):403-406
- 11 卢相顺, 陈茂柏, 李德明, 等. 核技术, 1998, 21(7):163-166
LU Xiangshun, CHEN Maobai, LI Deming *et al.* Nucl Tech, 1998 21(3):403-406
- 12 CHEN Maobai, LU Xiangshun, LI Deming, *et al.* Nucl Instr Meth, 2000, B172: 193-200
- 13 CHEN Maobai, LU Xiangshun, CHEN Guosheng, *et al.* Nucl Instr Meth, 1997, B123:102-106
- 14 Zhang Y, Wei Y, Wang Q, *et al.* Nucl Instr Meth. 1991, A302: 76

Improvement of the SMCAMS equipment and performance

Chen Maobai

(Shanghai Institute of Nuclear Research, the Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800)

Abstract

The improvement for the original physics design and existing equipment in SMCAMS as well as its performance are summarized, during the last six years of process of adjustment and improvement to develop the established minicyclotron into a super-sensitive mass spectrometer.

Key words Performance improveent, Counting rate, Resolution, Reproducibility

CLC TL 542