

# Podstawy akceleratorowej spektrometrii mas

---

Techniki pomiarowe

---

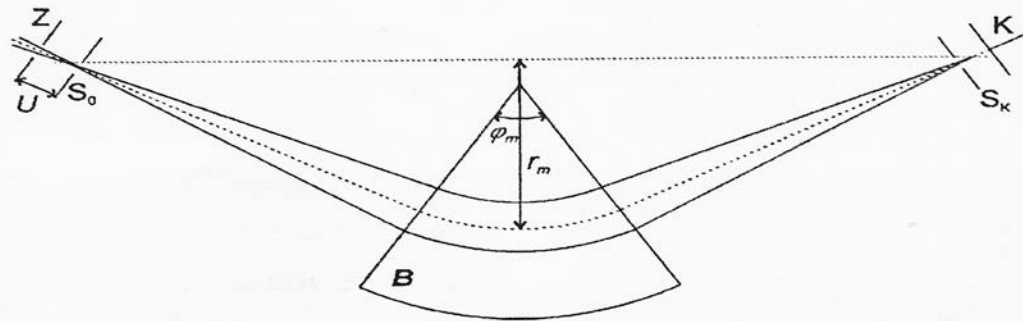
# Podstawy spektrometrii mas

- Spektrometria mas jest narzędziem znajdującym szerokie zastosowanie w badaniach fizycznych i chemicznych. Umożliwia analizę substancji poprzez wytworzenie z niej wiązki jonów, rozdzielenie jej ze względu na masy poszczególnych jonów oraz pomiar prądów jonowych. Wyznaczyć można w ten sposób między innymi względne koncentracje izotopów w danej substancji. Zasadniczymi elementami spektrometru masowego są: źródło jonów, układ analizujący oraz układ pomiarowy.

W spektrometrii mas stosowane są źródła jonów dodatnich, wytwarzanych przy pomocy następujących metod:

- Jonizacji atomów lub cząsteczek za pomocą bombardowania elektronami;
  - Jonizacji przy wykorzystaniu różnych typów wyładowania w gazie;
  - Termicznej emisji jonów z powierzchni ciał stałych.
-

- Najważniejszymi elementami źródeł jonów są: komora jonizacji, układ szczelin wyciągających jony z obszaru jonizacji (układ ekstrakcji), układ formujący jony w wiązkę (ogniskujący) oraz układ przyspieszający jony do żądanej energii.
- Do analizy wiązki najczęściej wykorzystuje się jednorodne sektorowe pole magnetyczne, rzadziej radialne pole elektryczne lub kombinacje obu pól równocześnie.
- Jednorodne pole magnetyczne, ograniczone dwiema płaszczyznami przecinającymi się pod kątem  $\varphi_m$  ma dwie podstawowe właściwości: ogniskuje rozbieżne monoenergetyczne wiązki zawierające jony tych samych mas oraz rozdziela wiązki jonów o różnych masach (Ryc. 1).



Ryc. 1 Spektrometr mas z sektorowym polem magnetycznym ogniskujący kierunkowo w płaszczyźnie prostopadłej do pola magnetycznego (płaszczyzna rysunku). Z - źródło jonów,  $S_0$  - szczelina źródła jonów,  $U$  - napięcie przyspieszające jony,  $\varphi_m$  - kąt rozwarcia pola magnetycznego,  $r_m$  - promień krzywizny toru,  $S_k$  - szczelina kolektora, K - kolektor.

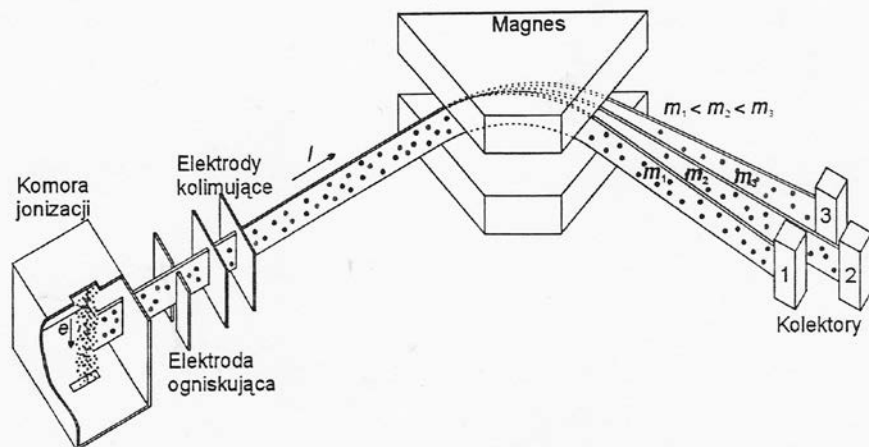
- Na cząstkę naładowaną o ładunku  $q$  poruszającą się z prędkością  $v$  w polu magnetycznym o indukcji  $B$  działa siła Lorentza:

$$F_L = q(v \times B),$$

powodująca zakrzywienie toru cząstki. Przyrównując tą siłę do siły dośrodkowej i wykorzystując związek  $qU = mv^2/2$  otrzymujemy podstawowy wzór spektrometrii mas:

$$\frac{m}{q} = \frac{r_m^2 \cdot B^2}{2U}$$

- Zakładając, że wielkości  $B$  i  $U$  są znane, to przy znanym ładunku jonów w spektrometrze mas można wyznaczać masy jonów. (Ryc. 2).



Ryc. 2 Kształt wiązki jonów wytworzonej w źródle z jonizującą wiązką elektronową oraz zasada działania spektrometru mas z sektorowym polem magnetycznym.  $I$  - wiązka jonowa,  $e^-$  - wiązka elektronów.

- Pomiar natężeń prądów jonowych przeprowadza się najczęściej przy pomocy puszek Faradaya dla dużych natężeń tych prądów.
- Wielkością decydującą o zakresie stosowania danego spektrometru masowego jest jego zdolność rozdzielcza definiowana jako:

$$R = \frac{M}{\Delta M}$$

gdzie  $M$  i  $M+\Delta M$  oznaczają dwie sąsiednie możliwe do rozdzielenia masy wyrażone w jednostkach masy atomowej.

- Zdolność rozdzielcza spektrometru wyrażona jest wzorem

$$R = \frac{M}{\Delta M} r_m$$

- Elementem stosowanym do analizy wiązki jonów w akceleratorowej spektrometrii mas (AMS) równie często jak magnes jest analizator elektrostatyczny (oznaczany ESA z ang. *electrostatic analyser*). Składa się on z dwóch równoległych sferycznych lub cylindrycznych płyt przewodzących umieszczonych w odległości  $d$ , do których przyłożono różnicę potencjałów  $\Delta V$  (Ryc. 3). Między płytami powstaje radialne pole elektryczne o natężeniu  $E$ , w którym na cząstkę o ładunku  $q$  działa siła:

$$F = \frac{\Delta V}{d} q = qE$$

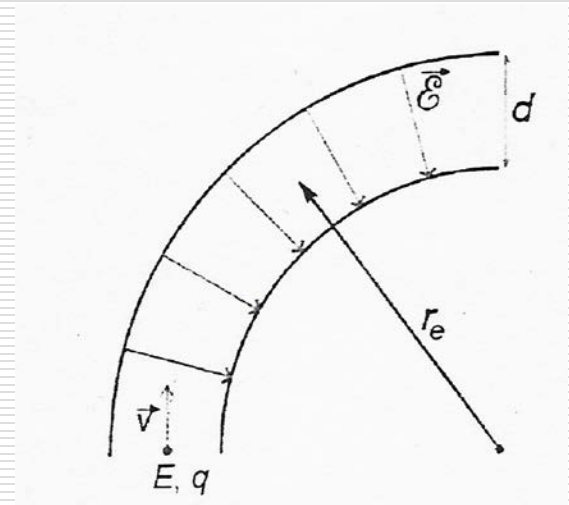
- Analizator elektrostatyczny filtruje cząstki o sztywności elektrycznej równej:

$$Er_e = \frac{mv^2}{q} = \frac{2E}{q}$$

- Cząstki te poruszają się po torach kołowych i przechodzą przez analizator, natomiast cząstki o innej sztywności elektrycznej są odchylane od łuku wyznaczonego promieniem  $r_e$  o  $\Delta y$ :

$$\Delta y \approx \frac{qEL^2}{4E}$$

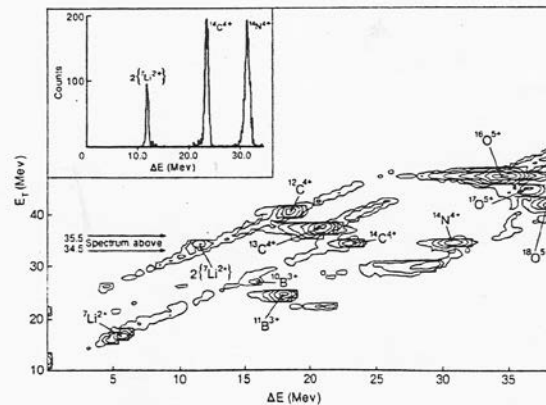
- gdzie  $L$  oznacza długość płyt analizatora, i w ten sposób eliminowane z wiązki.



Ryc. 3 Pole elektryczne i tor cząstki naładowanej wewnątrz analizatora elektrostatycznego.

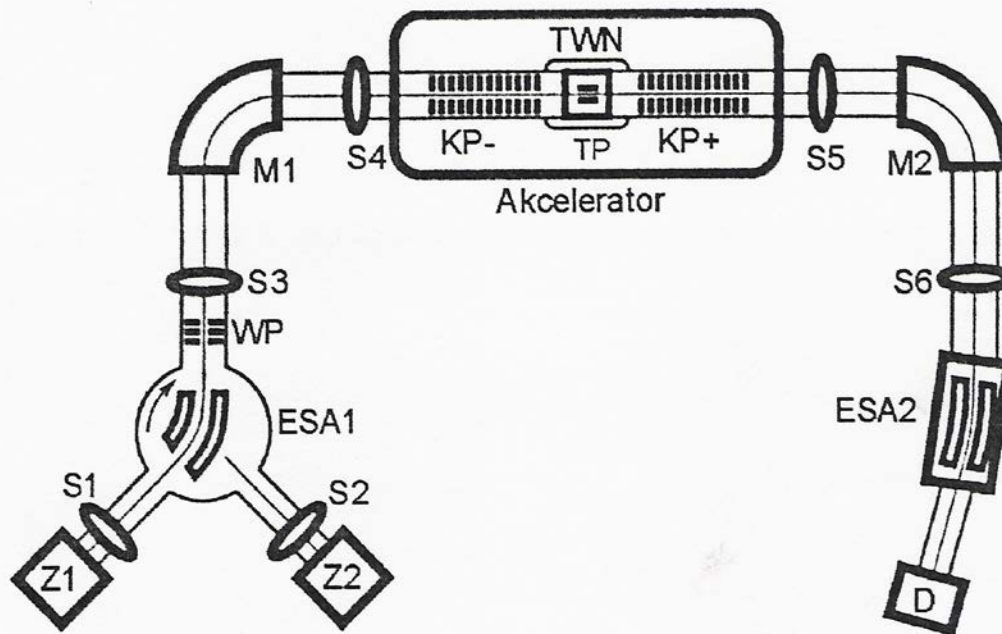
# Akceleratorowa spektrometria mas

- W roku 1977 D. E. Nelson oraz C. L. Bennett zaproponowali niezależnie od siebie zastosowanie akceleratora typu Van de Graaffa w układzie dwustopniowym do datowania radiowęglowego. Widmo otrzymane przez Nelsona (1977) dla próbki drewna pochodzącego z lat AD 1880-1890 przedstawia Ryc. 4.



Ryc. 4 Widmo jonów zarejestrowane podczas jednej z pierwszych prób datowania  $^{14}C$  przy pomocy akceleratorowej spektrometrii mas.

- Przykładowy schemat spektrometru AMS przedstawia Ryc. 5



Ryc. 5 Schematyczny układ systemu AMS z dwoma źródłami jonów. Z1, Z2 - dwa źródła jonów. S1-S6 - soczewki kolimujące wiązkę jonów. ESA1 - analizator elektrostatyczny. WP - wstępne przyśpieszenie jonów w polu elektrycznym. M1 - magnes wstrzykujący. Akcelerator - akcelerator dwustopniowy (tandem). KP-, KP+ - kanały przyśpieszenia jonów odpowiednio ujemnych i dodatnich. TWN - terminal wysokiego napięcia. TP - tarcza gazowa lub węglowa do przeładowania jonów. M2 - magnes analizujący. ESA2 - analizator elektrostatyczny. D - detektor do identyfikacji i zliczania jonów.



---

# ŹRÓDŁO JONÓW

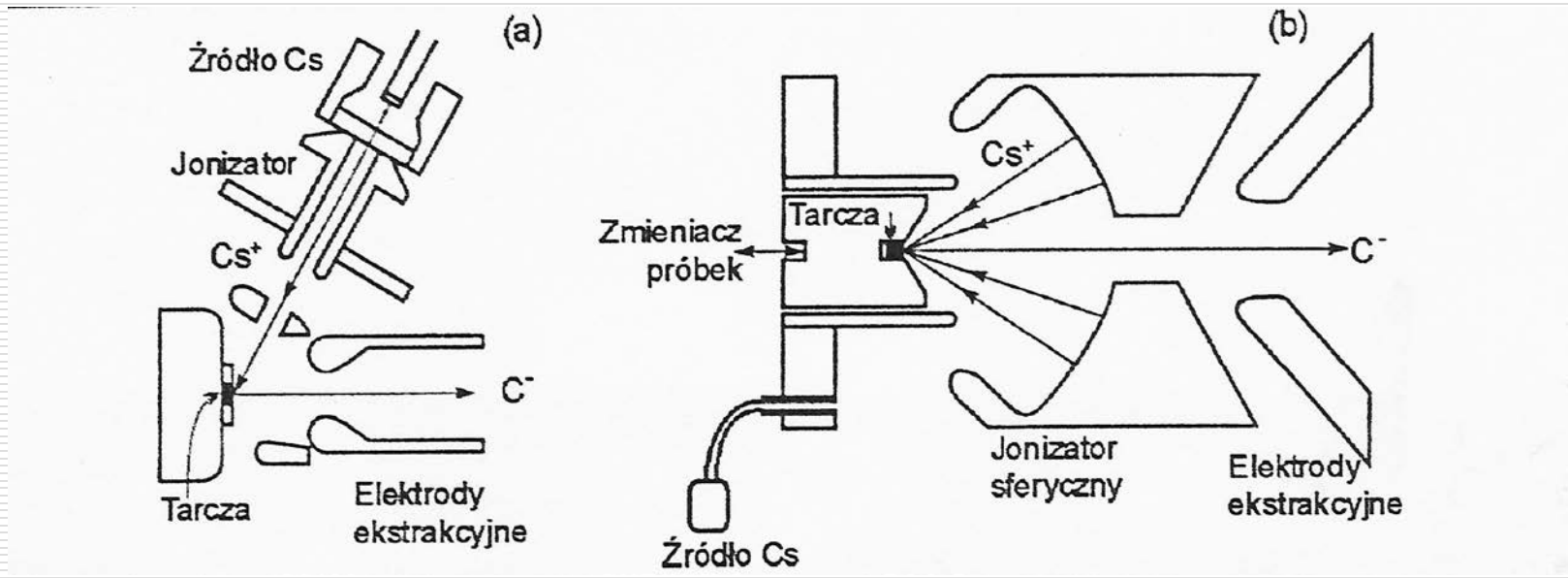
- W źródle jonów z odpowiednio przygotowanej próbki wytwarzany jest strumień jonów ujemnych. Dla potrzeb datowania radiowęglowego badaną próbkę przygotowuje się do postaci grafitu. Wielkościami determinującymi pracę całego spektrometru AMS jest wydajność źródła, intensywność uzyskiwanych wiązek, mierzona jako prąd jonów uzyskiwany ze źródła, oraz emitancja źródła definiowana jako:

$$\varepsilon = r\Theta E^{1/2}$$

gdzie  $r$  oznacza promień wiązki (rzędu mm),  $\theta$  - połowę kąta rozproszenia wiązki (rzędu mrad), a  $E$  - energię jonów.

- W technice AMS wykorzystywane są przede wszystkim źródła jonów ujemnych działające na zasadzie rozpylenia katodowego.
-

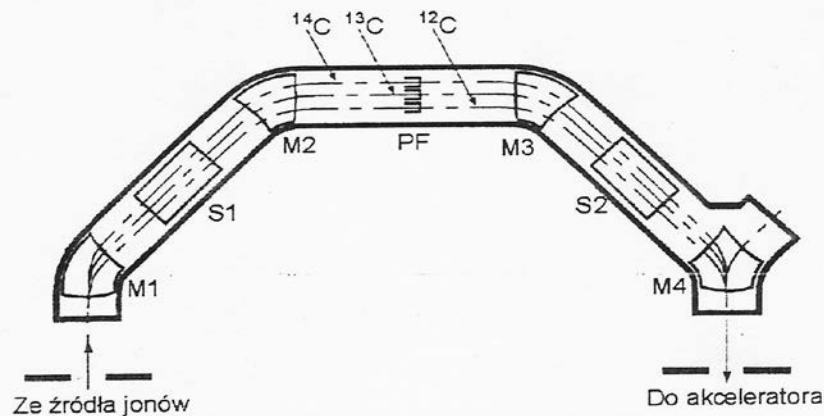
- Schemat budowy źródeł jonów dwóch typów przedstawiony został na Ryc. 6. Jony ujemne opuszczające źródło posiadają energię rzędu 40-60 keV.



Ryc. 6 Schemat geometrii dwóch typów źródeł jonów wykorzystywanych w spektrometrach AMS: (a) źródło z ogniskowanym strumieniem cezu, (b) źródło wysokiej wydajności.

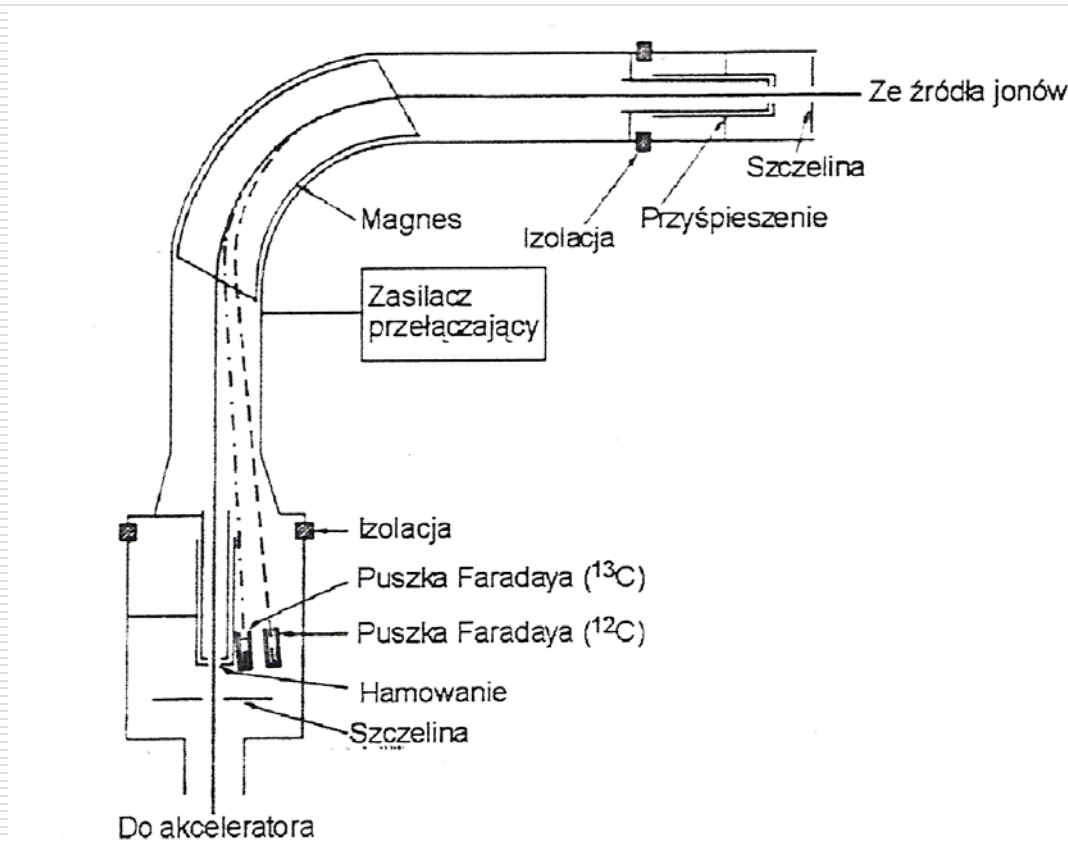
# Układ wstrzykujący

- Układ wstrzykujący tworzą źródła jonów oraz elementy transportujące i analizujące wiązkę przed akceleratorem. Wstępna analiza wiązki pozwala na eliminację jonów atomowych i molekularnych, które mogą stanowić znaczną część jonów wytworzonych w źródle. W spektrometrach AMS stosuje się dwie techniki wstrzykiwania jonów: jednoczesną i sekwencyjną.



Ryc. 7 Przykładowy system wstrzykiwania jednoczesnego z użyciem czterech magnesów (M1-M4). S1, S2 - soczewki, PF - ruchome puszki Faradaya.

- Drugim sposobem jest wstrzykiwanie sekwencyjne wiązek jonów o poszczególnych masach. Realizowane jest poprzez przykładanie szybkozmiennego napięcia do odpowiednio izolowanych fragmentów komory próżniowej magnesu wstrzykującego ( Ryc. 8).



Ryc. 8 System sekwencyjnego wstrzykiwania jonów do akceleratora

---

# Akcelerator dwustopniowy (tandem)

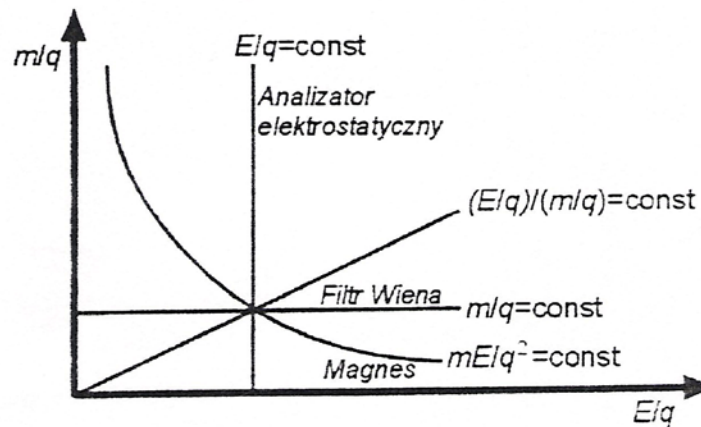
- Akceleratory dwustopniowe należą do klasy akceleratorów elektrostatycznych, w których cząstki są przyśpieszane w stałym polu elektrycznym. Aby uzyskać energie rzędu MeV niezbędne są napięcia rzędu MV, które bez odpowiedniej izolacji wywoływałyby wyładowania w powietrzu. Z tego względu akcelerator jest umieszczony w obudowie wypełnionej gazem izolującym.
- W systemach AMS stosuje się dwa typy akceleratorów, różniące się metodą wytwarzania wysokiego napięcia.
  - Z generatorem van de Graffa,
  - Z generatorem Cocrofta - Waltona,

W generatorze Cocrofta sygnał napięcia o częstotliwości radiowej jest stopniowo wzmacniany przez szereg kaskad złożonych z prostowników i kondensatorów.

---

# Analiza wysokoenergetycznej wiązki

- Po wyjściu z akceleratora wiązka składa się z różnych cząstek - oprócz izotopów pierwiastka podlegającego pomiarowi znajdują się tam też fragmenty molekuł i inne jony o różnej energii i ładunku powstające w akceleratorze. Zanim wiązka jonów dotrze do detektora należy z niej usunąć jak największą ilość tych innych jonów, czego dokonuje się przy pomocy kombinacji analizatorów wiązki.



Ryc. 9 Miejsca wartości  $m/q$  i  $E/q$  jonów transmitowanych przez różne typy analizatorów. Jon o wartościach  $m$ ,  $E$  i  $q$  odpowiadających punktowi przecięcia będzie transmitowany przez wszystkie analizatory.

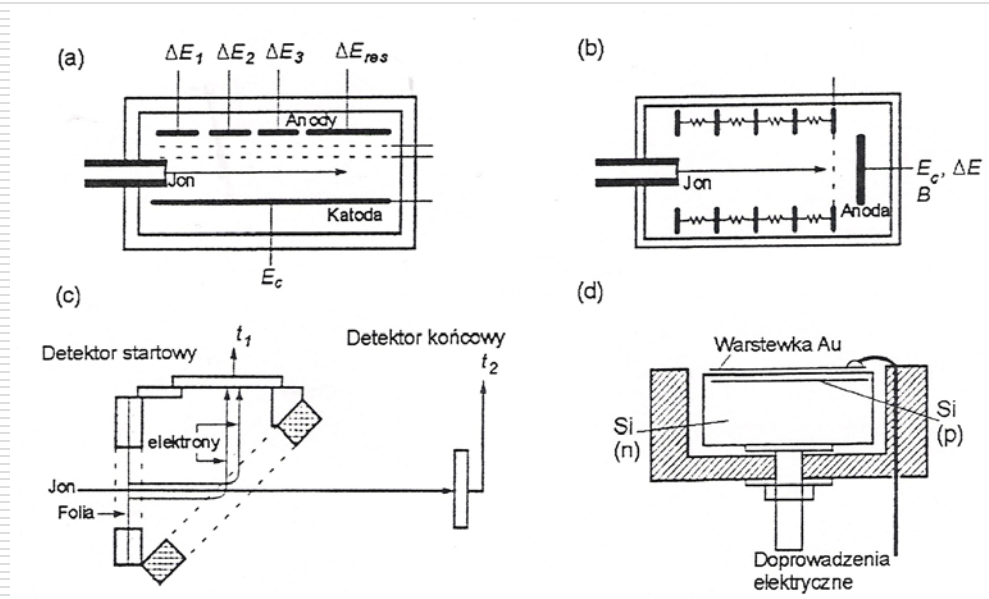
---

# Detektory

Ostatnim krokiem w analizie AMS jest pomiar dla każdego jonu co najmniej dwóch z poniższych wartości, co umożliwia ostateczne określenie masy i liczby atomowej:

- Energii całkowitej  $E_c$ ;
  - Strat energii na jednostkę drogi, która wzrasta wraz ze wzrostem energii do maksimum zwanego pikiem Bragga, a następnie dla większych energii ( $> 5-10$  MeV) spada zgodnie z zależnością określoną wzorem Bethego-Blocha, którą w uproszczeniu można zapisać jako:
$$\frac{dE}{dx} = \frac{kZ^2}{v^2},$$
gdzie  $k$  oznacza stałą,  $Z$  - liczbę atomową a  $v$  - prędkość jonu.
  - Strat energii na jednostkę drogi w pikie Bragga, które rosną w przybliżeniu liniowo z liczbą atomową  $Z$ ;
  - Zasięgu będącego sumą  $(dE/dx)^{-1}$  który, dla jonów o tej samej prędkości różni się w przybliżeniu jak  $1/Z^2$ ;
  - Energii resztkowej jonu po przejściu przez ściśle określoną grubość absorbenta, zależnej od  $Z$ ;
  - Czasu przelotu między dwoma detektorami, który jest określony przez energię i masę jonu;
  - Kąta lub pozycji toru jonu względem detektora w celu identyfikacji rozproszonych jonów.
-

- W systemach AMS stosuje się różne typy detektorów, z których najpopularniejsze to wieloanodowe detektory jonizacyjne, detektory Bragga, detektory półprzewodnikowe i detektory czasu przelotu (Ryc. 10).



Ryc. 10 Schematy detektorów stosowanych w technice AMS. (a) wieloanodowy gazowy detektor jonizacyjny; (b) detektor Bragga; (c) detektor czasu przelotu; (d) detektor półprzewodnikowy z barierą powierzchniową. Linia przerywaną zaznaczono siatki.