

电子倍增器活化再生

吴逸平 刘淑如

(中国科学院上海原子核研究所)

贺在方

(上海电真空器件研究所)

〔摘要〕 本文报导用化学去污和真空活化处理方法,使性能已降低的铜-铍极电子倍增器恢复了增益,达到了延长使用寿命的目的。

电子倍增器作为质谱计的检测部件常因多次暴露大气或受分析试样的沾污(如被分析的金属、有机物或油泵的油蒸汽),一段时期后增益明显降低,不能继续使用。我们通过化学去污和真空活化处理方法^(1,2),使性能已降低的电子倍增器恢复了增益,延长了使用寿命,如我所一个电子倍增器,经活化再生后,放大倍数从 10^2 恢复到 10^6 数量级。

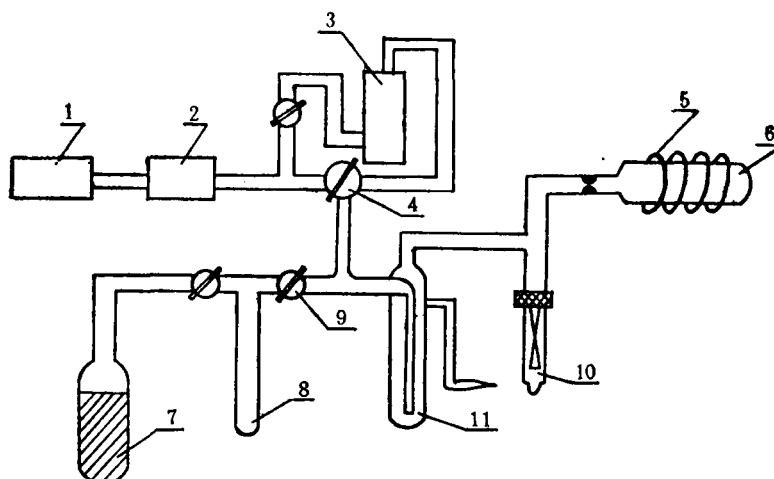


图1. 电子倍增器活化装置

- 1—机械泵 2—阀门 3—油泵 4—三通塞
5—GP-3.5高频感应加热炉(上海金陵无线电厂生产) 6—电子倍增器
7—高锰酸钾(加热分解) 8—贮氧处 9—二通塞 10—冷阱
11—真空规

1984年4月20日收到。

被玷污的电子倍增器铜-铍打拿极用有机溶剂洗去油脂后,再用 1.0^N 盐酸溶液(据使用情况,选择不同的清洗浸蚀液)冲洗或浸泡数十秒钟,然后用三氯乙烯、甲醇、丙酮溶液反复淋洗、漂清^[3],用热空气吹干后,迅速安置于真空系统中(见图1),操作条件如下:

(1) 系统真空度达到 $10^{-5} \sim 10^{-6}$ 托后,进行高频感应加热,预热温度要逐步提高至 400°C 左右,脱气时间约需一整天。

(2) 保持真空度 1×10^{-6} 托,使加热脱气尽量完全,才可进行通氧活化;若脱气不完全,要继续进行预热脱气。

(3) 氧气从纯高锰酸钾加热分解而得。通氧时系统真空度通常为 $7 \times 10^{-2} \sim 10 \times 10^{-2}$ 托,温度开始为 550°C 左右,后逐渐升高至 $700^\circ\text{C} \sim 740^\circ\text{C}$,明显可感到氧气正和铜铍打拿极进行作用,吸氧反应后系统真空度约为 10^{-3} 托。反复进行20余次吸氧反应,使铜铍表面逐渐转变为光亮金黄色。

(4) 在高真空下继续进行高频加热20分钟,再逐渐冷却,隔天取出电子倍增器,迅速装至仪器中去。

对活化后的电子倍增器进行下列测试(电子倍增器的工作电压为2.7千伏):

1. 信噪比(S/N)测定:配制0.5微克/毫升硼酸钠溶液,在 CH_4 型质谱计上用表面电离法(固体离子源)测定硼同位素峰高,测得(S/N) > 10。

2. 线性测定:我们原测得天然硼同位素和浓缩硼同位素 ^{10}B 的含量(百分数)分别为 19.73 ± 0.06 , 89.61 ± 0.20 (95%可信度),详细测定已在文献[4]中叙述;现再用化学法配制 ^{10}B 含量为25%、50%、75%左右的样品,测定结果见表1。

表1 配制的样品测定值

化学法配制 ^{10}B (%)	质谱测定值 ^{10}B (%)	标准偏差
26.34	26.38; 26.36; 26.27 26.32; 26.33; 26.33 平均值为26.33	± 0.02 (95%可信度)
54.14	53.43; 54.64; 53.47 53.76; 53.67; 53.76 平均值为53.69	± 0.11 (95%可信度)
73.22	72.47; 72.58; 72.96 72.46; 72.64; 72.57 平均值为72.61	± 0.11 (95%可信度)

3. 用稳定同位素稀释法测定硼酸溶液中痕量硼的浓度,测定方法见文献[4],和化学配制值进行核对,测定结果见表2。

上述实验结果表明,我们用化学去污和高频加热通氧方法能使电子倍增器再生,性能恢复到原有水平。

表 2. 配制的硼酸溶液测定结果

基 准 硼 溶 液 浓 度	质谱法测定结果微克/毫升
1.00微克/毫升	1.05 (7.193±0.05)
	1.01 (7.242±0.06)
	1.02 (7.223±0.05)
	1.10 (7.143±0.06)
	(95%可信度)

参 考 文 献

1. George.E.salser Rev.Scient.Instrum., 37, 674 (1966)
2. Tilmann D.Märk and H.J.OSKAM Rev.Scient.Instrum., 42, 1725 (1971)
3. A.Roth著 真空技术 第313页机械工业出版社1980年
4. 杨承宗主编 第二次全国质谱学会资料选编, 第55页, 原子能出版社1982年

FAST Rejuvenation of Copper-Beryllium Multipliers for Mass Spectrometer

Wu Yiping, Liu Shuru

(Shanghai Institute of Nuclear, Academia Sinica)

He Zaifang

(Shanghai Institute of Electrical Vacuum Devices)

Received 20, April 1984

Abstract

A simple procedure for rejuvenating copper-beryllium electron multiplier is described. Firstly removing the contamination on the surface of dynodes by chemical cleaning, then activating the multiplier by high-frequency heating in vacuum. Using this procedure the gain of multiplier has been rejuvenated, the life-time can be prolonged.