ZESZYTY NAUKOWE POLITECHNIKI ŚLĄSKIEJ 1985

Seria: MATEMATYKA-FIZYKA z. 47 Nr kol. 832

Anna PAZDUR
Adam WALANUS

Instytut Fizyki Politechniki Śląskiej
w Gliwicach

TRÓJLICZNIKOWY ZESTAW POMIAROWY W LABORATORIUM C-14 W GLIWICACH

Streszczenie. W artykule przedstawiono szczegółowy opis nowego zestawu licznikowego L4, zawierający dane o konstrukcji liczników oraz aparaturze elektronicznej współpracującej z zestawem. Przebadano charakterystyki zestawu licznikowego i stwierdzono jego przydatność do datowania metodą ^{14}C.

1. WSTĘP

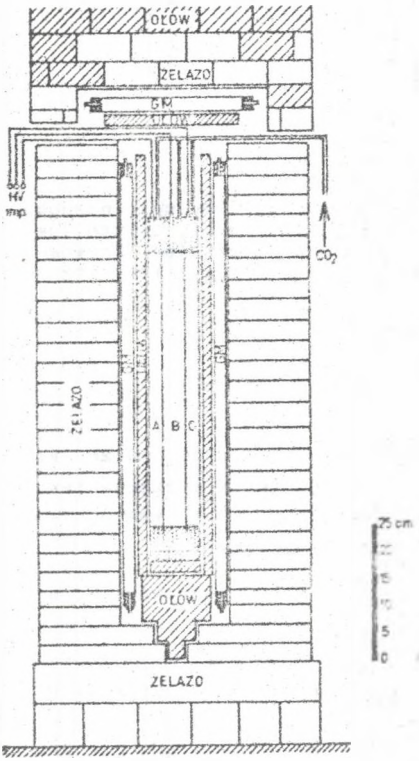
W połowie roku 1982 w Laboratorium ^{14}C w Gliwicach uruchomiony został zestaw liczników proporcjonalnych (LP) L4, w którym gazem liczącym jest CO_2, otrzymywany z próbek w sposób standardowy (Pazdur et al, 1985). Założenia konstrukcyjne przy budowie zestawu L4 były następujące:

1. Detektor proporcjonalny złożony z trzech oddzielnych liczników o tej samej geometrii, które mogłyby być używane bądź wszystkie trzy równocześnie, bądź oddzielnie każdy z liczników. Z punktu widzenia jednego z liczników pozostałe dwa stanowią dodatkową osłonę antykoincydencyjną (Tans, Mook, 1979).
2. Osłona antykoincydencyjna (AK) złożona z oddzielnych liczników Geigera-Müllera (GM), gwarantuje łatwość montażu i uzyskania lepszej szczelności próżniowej w porównaniu z osłonnymi licznikami pierścieniowymi GM.
3. Zastosowanie "czystych" pod względem zawartości radioizotopów i skutecznych osłon materiałowych przed składową miękką promieniowania kosmicznego i otoczenia.
4. Możliwość stosowania wyższych ciśnień CO_2 niż stosowane dotychczas w licznikach L1 i L3 (Pazdur, Pazdur, 1985).
5. Prostota samej konstrukcji liczników, umożliwiająca np. wymianę nici anodowej.
6. Zastosowanie do konstrukcji liczników LP i liczników GM łatwo dostępnych materiałów (miedź handlowa, żywica epoksydowa).

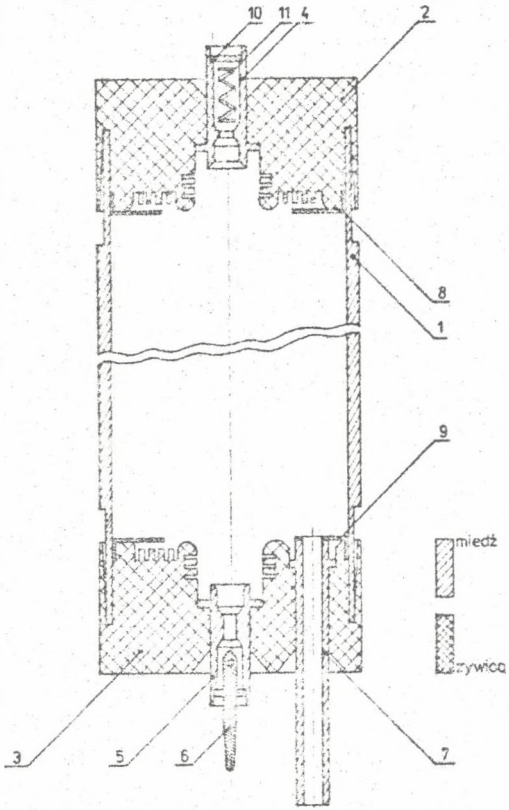
7. łatwość demontażu całego zestawu w przypadku konieczności wymiany któregoś z liczników LP bądź GM.

Decyzja umieszczenia całego zestawu liczników w osłonie materiałowej, którą stanowi żelazna beczka wykonana wiele lat temu, była bardzo kłopotliwym ograniczeniem wymiarów całego układu liczników i osłony ołowiowej umieszczonej bezpośrednio przy licznikach proporcjonalnych.

Zestaw całego układu licznikowego wraz z osłonami materiałowymi jest przedstawiony na rys. 1.



Rys. 1. Schemat zestawu licznikowego L4 (przekrój pionowy)



Rys. 2. Konstrukcja pojedynczego licznika proporcjonalnego

1 - katoda, 2,3 - denka, 4,5 - tulejki centrujące nić anodową, 6 - doprowadzenie wysokiego napięcia, 7 - wlot CO_2, 8,9 - pierścienie formujące pole, 10 - zamknięcie tulejki, 11 - sprężynka napinająca nić

2. KONSTRUKCJA LICZNIKÓW

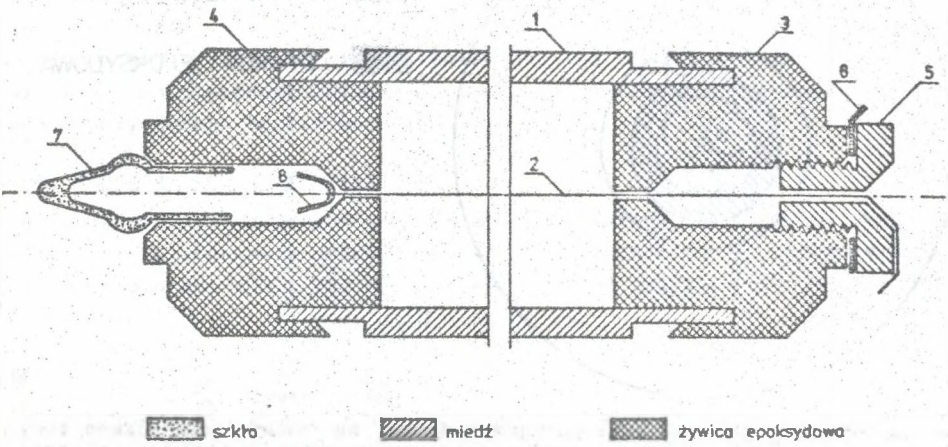
2.1. Liczniki proporcjonalne

Liczniki A,B,C, (rys. 2) zaprojektowane w Laboratorium, wykonane zostały ze zwykłej miedzi handlowej i żywicy epoksydowej. Średnica katody po-

jedynczego licznika wynosi 2 r_k = 36 mm, a objętość 0,5 dcm^3. Nić anodowa stanowi drut stalowy o średnicy 2 r_a = 25 μm. Na wewnętrznych powierzchniach denek liczników wykonano szereg głębokich rys wydłużających drogę ewentualnych przebić elektrycznych na powierzchni denek.

2.2. Liczniki Geigera-Müllera

Liczniki GM podobnie jak i LP zaprojektowano i wykonano w Laboratorium z miedzi i żywicy epoksydowej (por. rys. 3). Średnica katody wynosi 26 mm a długość 80 cm, średnica anody (drut wolframowy) 0,1 mm. Liczniki wypełnione są mieszaniną argonu (106 hPa) i alkoholu etylowego (20 hPa).



Rys. 3. Konstrukcja licznika Geigera-Müllera

1 - katoda, 2 - nić anodowa, 3,4 - denka, 5 - śruba montażowa nici, 6 - doprowadzenia wysokiego napięcia, 7 - wlot Ar + C_2H_5OH, 8 - końcówka montażowa nici

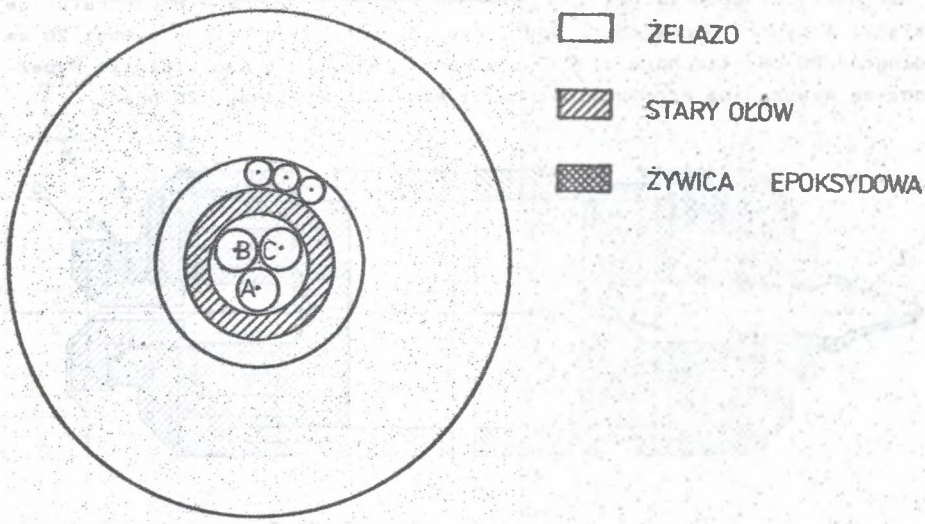
3. OSŁONA MATERIAŁOWA

Osłonę materiałową zestawu licznikowego L4 stanowi warstwa starego wyselekcjonowanego ołowiu o grubości 18 mm otaczająca bezpośrednio liczniki LP oraz "beczka" żelazna o grubości ścianki 15 cm, w której umieszczony jest zestaw liczników LP i liczników GM bocznej osłony antykoincydencyjnej (por. rys. 1). Od dołu i od góry liczniki LP osłonięte są denkami ołowianymi i grubą warstwą żelazną.

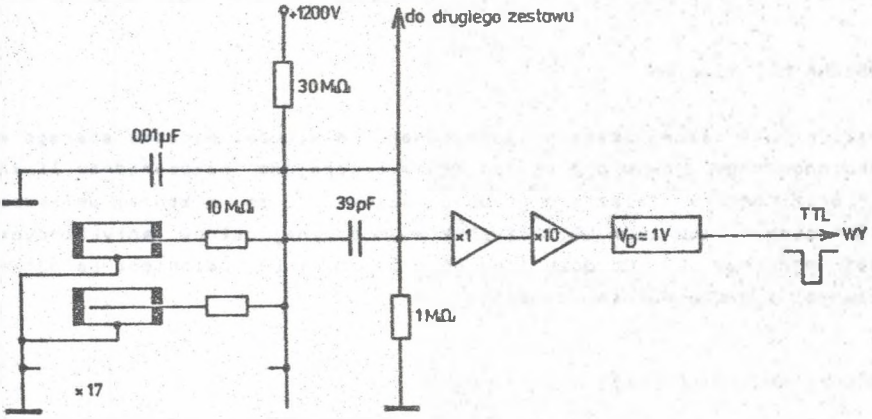
4. OSŁONA ANTYKOINCYDENCYJNA

Liczniki GM stanowiące osłonę antykoincydencyjną zestawu L4 pracują w dwóch zespołach: osłony bocznej i górnej. Osłona boczna składa się z 17 liczników GM, górna - 11 liczników GM. Boczną osłonę stanowi pojedyncza

warstwa liczników GM (rys. 4), która nie zapewnia dobrej szczelności osłony przed składową warstwą promieniowania kosmicznego. Przepuszczalność osłony oszacowana metodą Monte Carlo wynosi 1%, co powoduje wzrost tła liczników LP o 1 cpm. Dlatego do systemu antykoincydencji włączono również liczniki LP. Każdy licznik LP włączony jest antykoincydencyjnie z pozostałymi dwoma licznikami LP i ze wszystkimi licznikami GM.



Rys. 4. Przekrój poziomy zestawu liczników L4. Na rysunku zaznaczono tory mionów, które mogłyby zostać zarejestrowane w kanale szybkości zliczeń tła z powodu nieszczelności bocznej osłony licznikowej



Rys. 5. Schemat podłączenia liczników GM do zasilania wysokim napięciem

Każdy z dwóch zespołów liczników osłonnych ma osobny układ elektroniczny (rys. 5). W obrębie zespołu anody liczników połączone są równolegle poprzez opór 10 MΩ, co w połączeniu z dużym oporem gaszącym minimalizuje ładunek przepływający w impulsie przez licznik.

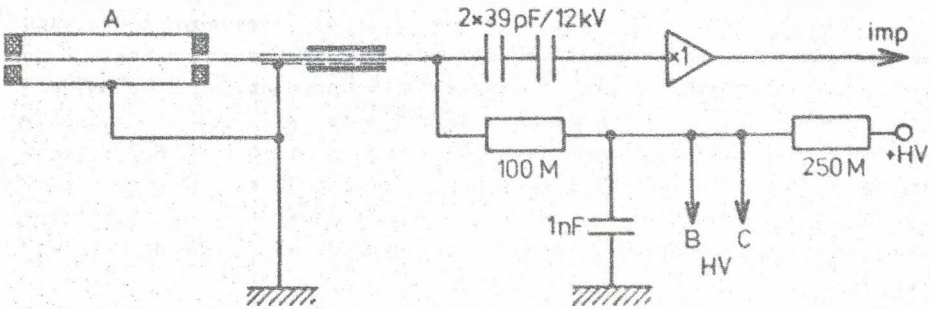
5. UKŁAD ELEKTRONICZNY KOINCYDENCJI I ANTYKOINCYDENCJI LICZNIKÓW L4

5.1. Tor liczników proporcjonalnych

Impulsy zbierane z anody licznika LP są ujemne, a ich stała czasu narastania zdeterminowana procesami zachodzącymi w liczniku wynosi około 5 μs. Stała czasu opadania wynika z zastosowania wysokonapięciowych kondensatorów separujących o niskiej pojemności (1/2 x 68 pF = 34 pF) i wynosi ok. 80 μs. Oporność wejściowa wtórników napięciowych, zbudowanych na dwóch tranzystorach PC 177 wynosi ok. 2 MΩ.

5.1.1. Kondensatory separujące

Wysokie napięcie podawane jest na anody liczników LP (rys. 6). Napięcie to jest filtrowane w dolnoprzepustowych filtrach RC z pojemnościami ok. 1 nF i oporami 100 i 250 MΩ. Najważniejszym zagadnieniem jest jednak



Rys. 6. Schemat podłączenia liczników proporcjonalnych A,B i C do zasilania wysokim napięciem

dopasowanie stałoprądowe anody znajdującej się na potencjale +6 kV do wtórnika, którego wyjście ma potencjał bliski zera. Kondensator separujący jest w takiej sytuacji spolaryzowany napięciem 6 kV. Pracuje on wtedy jak komora jonizacyjna dając małe impulsy wywołane przypadkowymi jonizacjami w obszarze dielektryka. W celu wyselekcjonowania odpowiedniego kondensatora prowadzono badania w dobrze ekranowanym układzie z wtórnikiem LM 102, na którego wejściu był podłączony badany kondensator. Napięcie polaryzujące wynosiło do 12 kV. Najlepsze efekty osiągnięto dla kondensatorów ceramicznych typ 68 pF/12 kV przy szeregowym podłączeniu dwóch takich

kondensatorów. Ostatecznym testem braku impulsów od kondensatorów jest, dające zerowy efekt, zliczenie impulsów przy odłączonych licznikach LP, a załączonym napięciu.

5.1.2. Wzmacniacze i dyskryminatory

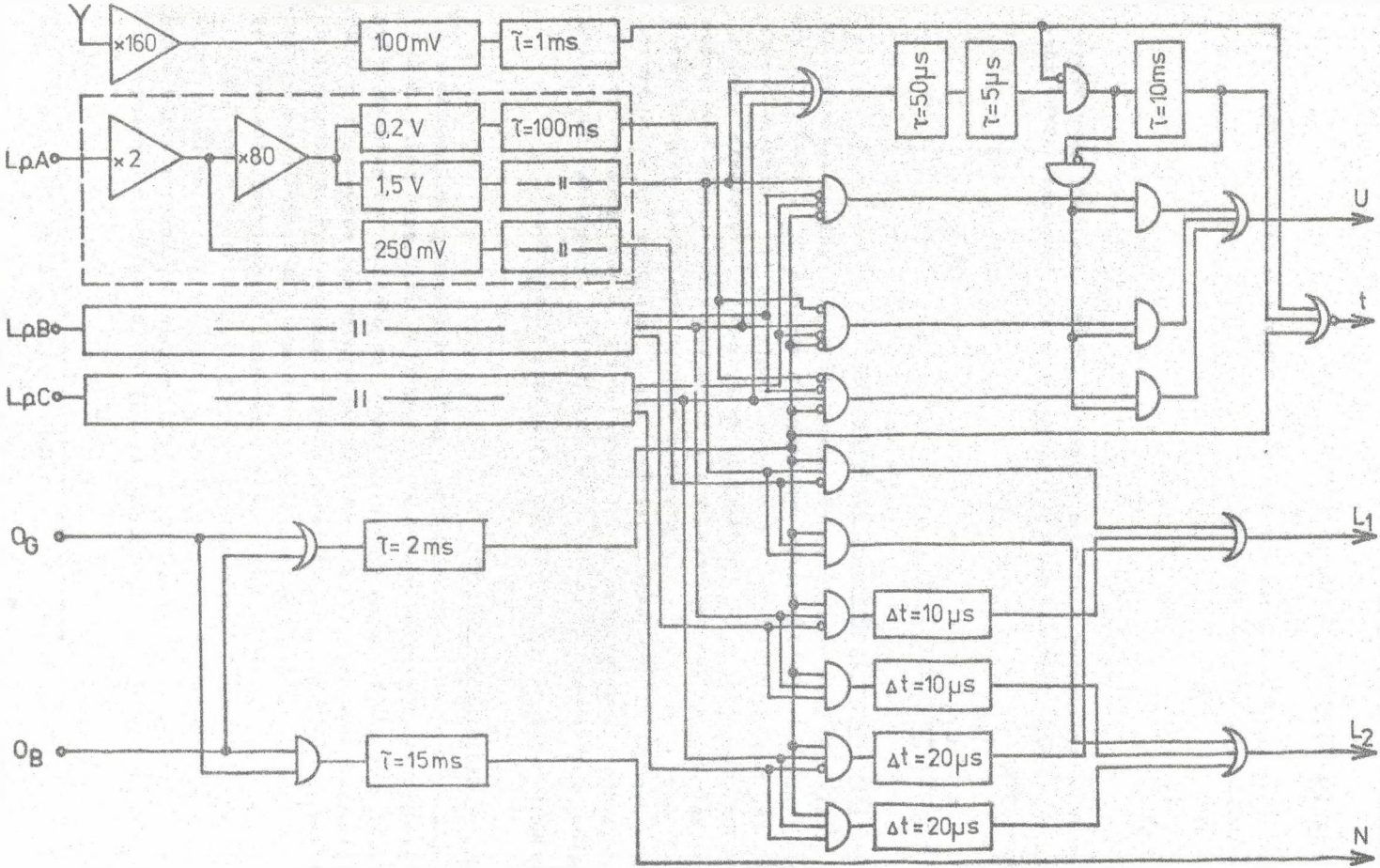
Do wzmacniania impulsów z liczników LP używa się wzmacniaczy z filtrami aktywnymi CAMAC typ 1101, przy czym ze wzmacniacza wyprowadza się również impulsy z wyjścia wstępnego wzmacniacza liniowego o wzmocnieniu 2 (rys. 7). Stała czasu filtru gaussowskiego wynosi 7 μs, wzmocnienie - ok. 80. Impulsy po wzmocnieniu dyskryminowane są w trzech dyskryminatorach zbudowanych na bazie układów ULY 7 710. Poziomy dyskryminacji przeliczone na wyjścia wzmacniacza wynosą ok. 1 mV, 5 mV i ok. 125 mV. Ten ostatni próg uzyskuje się przy wykorzystaniu tylko wzmocnienia liniowego o wzmocnieniu 2. Należy podkreślić, że nie oznacza to rezygnacji z filtru aktywnego, gdyż impulsy przekraczające próg 125 mV wykorzystywane są tylko w koincydencji z impulsami z dyskryminatora 5 mV.

5.2. Układ koincydencji i antykoincydencji

Z punktu widzenia pojedynczego licznika LP osłona AK składa się z dwóch liczników LP. Do antykoincydencji używane są te impulsy z liczników LP, które przekroczyły najniższy próg dyskryminacji 1 mV. Liczniki, ze względu na antykoincydencje, są więc 5 razy czulsze niż w głównym torze zliczania rozpadów ^{14}C. Stała czasu wszystkich antykoincydencji wynosi 50 μs. Impulsy za dyskryminatorem 5 mV, będące w antykoincydencji z sumą wszystkich impulsów z pozostałych liczników, są zliczane w kanale U. W kanale tym zliczana jest suma tego typu impulsów z trzech liczników LP. Wszystkie impulsy za dyskryminatorem 5 mV generują bramkę 10 ms, blokującą zliczanie impulsów i czas pomiaru. Celem tej bramki jest niedopuszczanie do zliczania fałszywych impulsów wtórnych, mogących pojawić się po impulsie głównym.

Impulsy z liczników LP, pochodzące od mionów, zliczane są w kanałach L_1 i L_2. Impulsy za dyskryminatorem 5 mV, będące w koincydencji z sumą impulsów z osłon i w antykoincydencji z impulsami za dyskryminatorem 125 mV, po zsumowaniu dla trzech liczników LP, są zliczane w kanale L_1. Sumator dla trzech liczników zawiera konieczne bramki przesuwające, gdyż niektóre impulsy z różnych liczników LP są w koincydencji, co prowadziłoby do zliczania jednego zamiast dwóch impulsów. Tor kanału L_2 jest podobny, z tym że impulsy za dyskryminatorem 5 mV muszą być w koincydencji z impulsami za dyskryminatorem 125 mV.

Osobnym torem przesyłane są do układu rejestracji przerwania czasu pomiaru t.



Rys. 7. Schemat logiczny sposobu rejestracji impulsów

6. POMIARY KALIBRACYJNE ZESTAWU LICZNIKÓW L4

W laboratorium ^{14}C w Gliwicach stabilność napięcia pracy liczników LP jest kontrolowana poprzez parametr k

$$k = \frac{L_1}{L_2}.$$

Parametrem kontrolującym wydajność detekcji, a więc czystość gazu wypełniającego licznik, jest parametr C (Pazdur, Walanus, Mościcki, 1978) zdefiniowany jako

$$C = \frac{L_1 + L_2}{N} = \frac{L}{N},$$

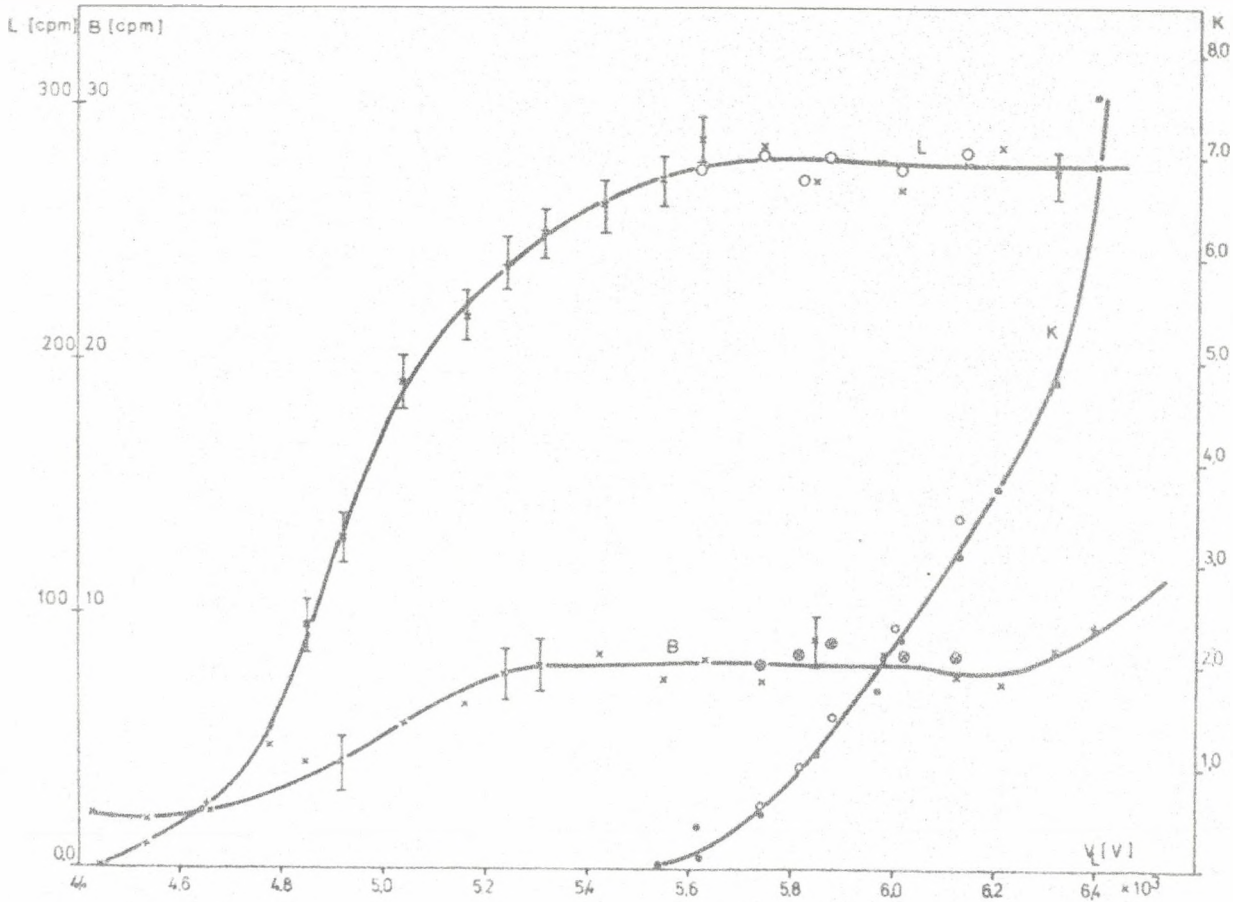
6.1. Charakterystyki liczników proporcjonalnych

Na etapie pomiarów kalibracyjnych charakterystyki układu liczników LP zostały pomierzone dla liczników wypełnionych martwym CO_2 (tło) i CO_2 aktywnym (ANU Sucrose Standard). Przebieg wartości tła (B) liczników oraz L i k w funkcji napięcia (V_L) podawanego na liczniki przedstawia rys. 8. Podobne zależności ilustruje rys. 9 dla liczników wypełnionych standardem ANU 1-2, przy czym U = B + S - szybkość zliczeń standardu. Punkt pracy licznika wybrany na podstawie kryterium k = 1 znajduje się w środku obszaru platesu charakterystyk B i L oraz U i L, a jednocześnie w zakresie silnej zależności k od V_L ($\frac{\Delta k}{\Delta V_L}$ = 0,1/30 V). Ciśnienie CO_2 w obu przypadkach wynosiło p_L = 0,37 MPa (ciśnienie standardowe).

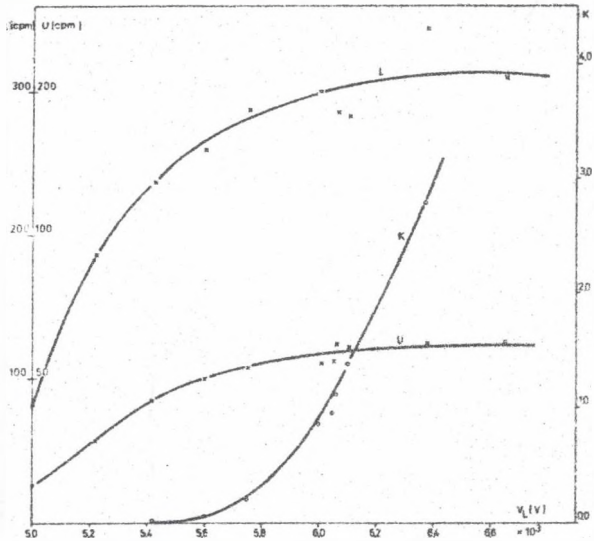
6.2. Widmo amplitudowe impulsów

Na rys. 7 widoczna jest zależność L od V_L dla każdego z liczników A, B, C oddzielnie. W okolicy napięcia V_L = 6000 V (napięcie pracy, k ≈ 1) szybkości zliczeń L są do siebie zbliżone, co oznacza, że warunki pracy, jak również skuteczność osłon antykoincydencyjnych dla wszystkich trzech liczników są takie same. Widma impulsów tła, impulsów tła i standardu oraz wyliczonego na ich podstawie widma standardu dla licznika A są przedstawione na rys. 10, 11a i 11b. Linią przerywaną zaznaczono stosowany we wszystkich zestawach licznikowych dolny próg dyskryminacji równy 5 mV. Równocześnie z badaniem widm z licznika A były mierzone szybkości zliczeń tła i standardu dla liczników B i C. Średnie szybkości zliczeń z poszczególnych przedziałów amplitudowych oraz liczników B i C wynoszą:

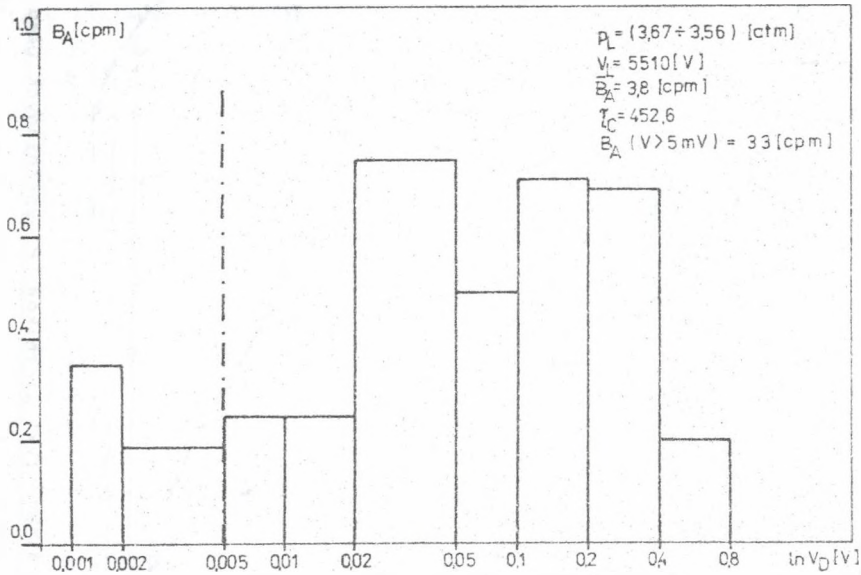
		A	B	C
tło	cpm	3,09	2,74	3,35
U	cpm	20,0	20,4	21,05



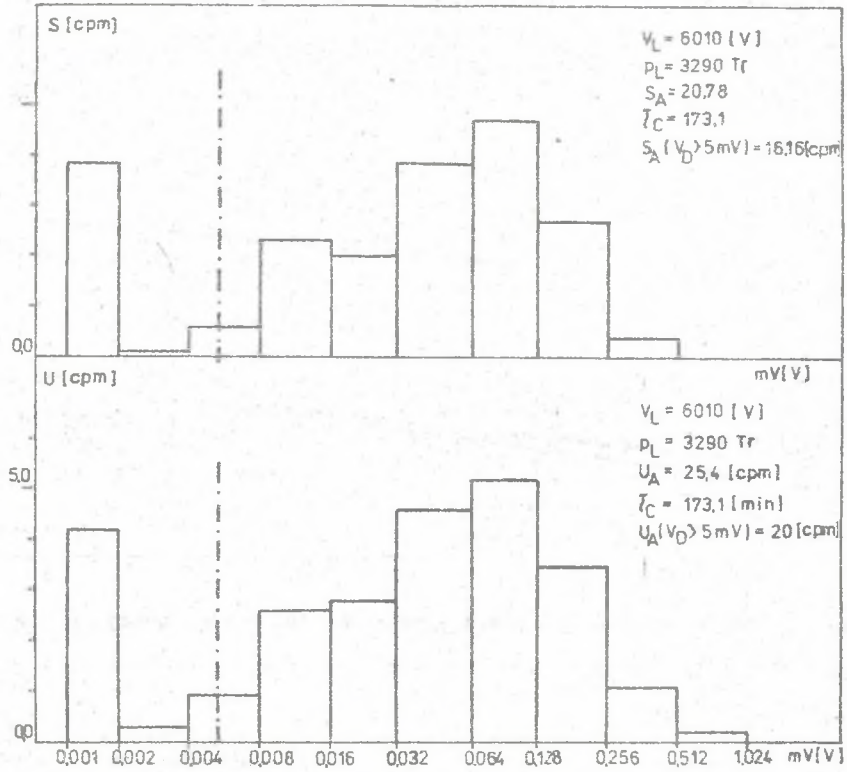
Rys. 8. Charakterystyki liczników LP wypełnionych tłem (p_L = 0,37 MPa)



Rys. 9. Charakterystyki liczników LP wypełnionych standardem ANU 1-2 (p_L = 0,37 MPa)



Rys. 10. Widmo impulsów tła z licznika A



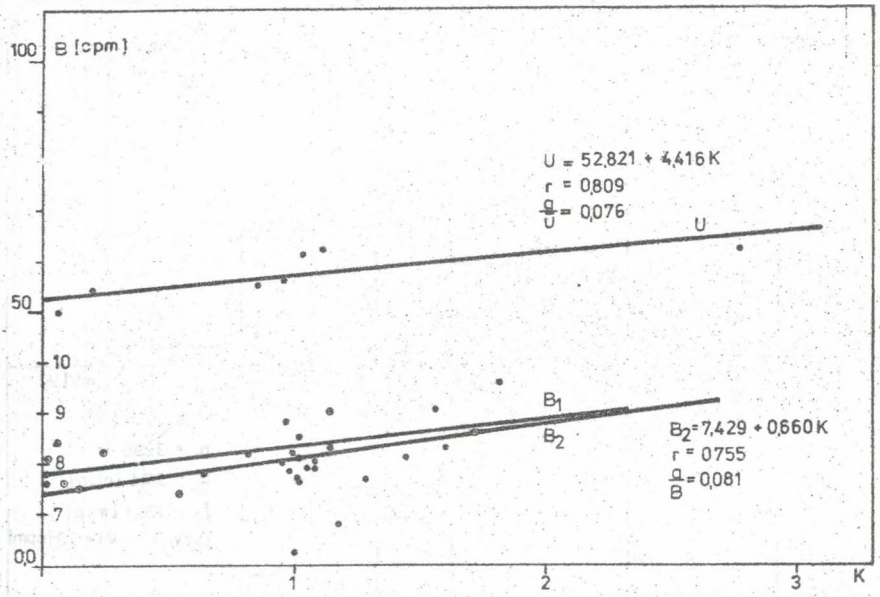
Rys. 11

a - sumaryczne widmo impulsów tła i standardu ANU 1-2, b - widmo impulsów standardu

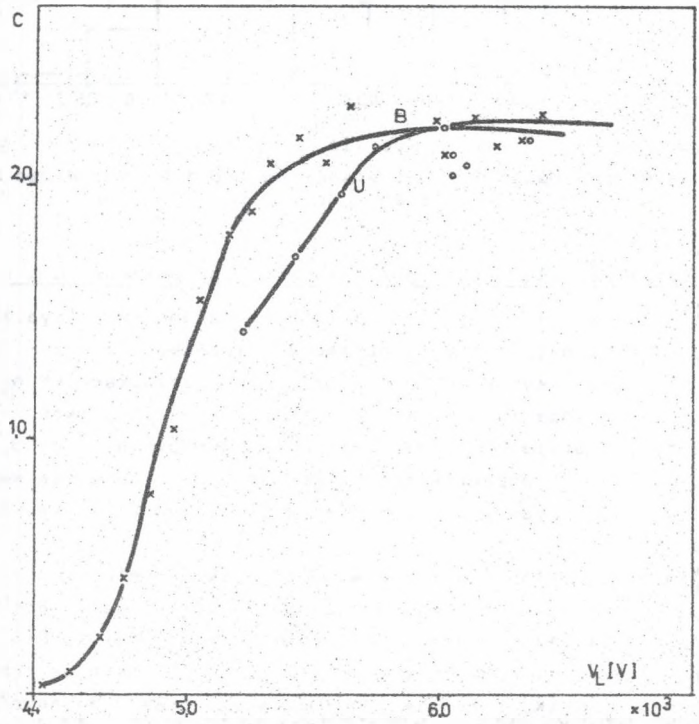
6.3. Szybkość zliczeń tła i standardu w funkcji parametrów C i K

Szybkości zliczeń tła i standardu w funkcji parametru C (rys.12) zmierzone zostały dla różnych wartości napięć na licznikach LP i licznikach osłony AK. Wpływ zmian wysokiego napięcia V_L na licznikach LP na wartość parametru C, szczególnie istotny w obszarze plateau liczników, ilustruje rys. 13a i 13b. Wszystkie zmierzone zależności funkcyjne, tzn. B(C), U(C), $C(V_L)$, w interesujących przedziałach zmian wartości, dają się aproksymować prostymi najmniejszych kwadratów o stosunkowo wysokich współczynnikach korelacji.

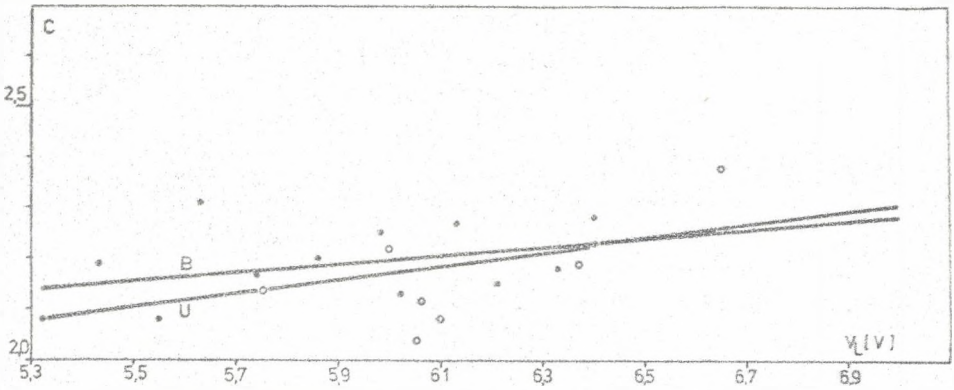
Istotną liniową zależność (wysokie współczynniki korelacji) w interesujących przedziałach zmian wartości wykazują wyniki pomiarów B(K) i U(K) przedstawione na rys. 14a i 14b. W przypadku charakterystyki B(K) oddzielnie aproksymowano punkty pomiarowe o krótkim (10 min) czasie trwania pojedynczego pomiaru ($B_1(K)$) i długim (do 3000 min) czasie pojedynczego pomiaru ($B_2(K)$).



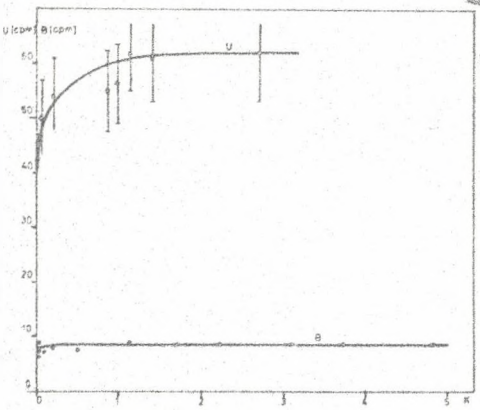
Rys. 12. Szybkości zliczeń tła i standardu ANU 1-2 w funkcji parametru C



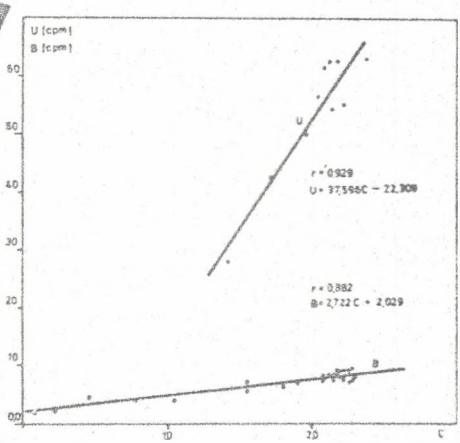
Rys. 13a. Zmiana parametru C z wysokim napięciem V_L podawanym na liczniki LP



Rys. 13b. Zmiana parametru C z wysokim napięciem przyłożonym na liczniki LP, w obszarze napięcia pracy ($k \approx 1$)



Rys. 14a. Szybkość zliczeń tła w funkcji parametru k



Rys. 14b. Szybkość zliczeń standardu ANU 1-2 w funkcji parametru k

Liniowość powyższych zależności umożliwia stosunkowo łatwą korelację wyników pomiarów wieku próbek w przypadku ewentualnych niewielkich odchyleń mierzonych wartości od wartości uzyskanych w standardowych warunkach pomiaru.

6.4. Pierwsze datowania kontrolne

W celu ostatecznego zbadania przydatności zestawu licznikowego L4 do pomiarów chronometrycznych poddano pomiarowi wieku trzy próbki: Gd-1559, Gd-1653 i Gd-1564, których wiek był uprzednio mierzony za pomocą licznika L1. Wyniki datowań są przedstawione w tabeli 1.

Tabela 1

Wyniki datowań kontrolnych

Numer próbki	L4 T ± ΔT [lat B.P.]	L1 T ± ΔT [lat B.P.]
Gd - 1559	10 090 ± 140	9 720 ± 110
Gd - 1653	11 040 ± 150	11 120 ± 120
Gd - 1564	11 080 ± 250	10 970 ± 120

Do obliczeń wieku przyjęto średnią wartość tła z różnych niezależnych pomiarów:

$$B = 8.10 \pm 0.05 \text{ cpm}$$

oraz standardu NBS

$$S_o = 33.37 \pm 0.405 \text{ cpm.}$$

Z przebadanych charakterystyk zestawu L4 oraz pomiarów porównawczych wieku próbek wynika przydatność zestawu L4 do określania wieku próbek metodą radiowęglową.

LITERATURA

Pazdur A., Pazdur M.F., 1985, Aparatura pomiarowa Laboratorium C-14 w Gliwicach. Doświadczenia konstrukcyjne i eksploatacyjne; Zesz. Nauk. Pol. Śl. Seria, Mat.-Fiz., Geochronometria, Nr 1, 55-69.

Pazdur A., Awsiuk R., Goslar T., Pazdur M.F., 1985, Spalanie próbek organicznych i oczyszczanie CO_2 przeznaczonego do pomiarów radiowęglowych; Zesz. Nauk. Pol. Śl. Seria Mat.-Fiz., Geochronometria, Nr 2, 109-115.

Pazdur M.F., Walanus A., Mościcki W., 1978, A method of continuous examination of counting efficiency during measurements of natural radiocarbon in a CO_2 - field proportional counter; Nucl. Instr. Meth., 151, 541-547.

Tans P.P., Mock W., G., 1979, Design, construction and calibration of a high accuracy carbon - 14 counting set-up; Radiocarbon 21, 22-40.

СЧЁТНАЯ УСТАНОВКА ИЗ ТРЁХ ПРОПОРЦИОНАЛЬНЫХ СЧЁТЧИКОВ В ГЛИВИЦКОЙ РАДИОУГЛЕРОДНОЙ ЛАБОРАТОРИИ

Р е з ю м е

В работе представлено подробную характеристику новой счётной установки, составленной из трёх пропорциональных счётчиков. Описано конструкцию пропорциональных счётчиков, активных и материальных защит и электронной аппа-

ратуры. Приведено результаты физических исследований установки, включая результаты первых определений возраста, которые свидетельствуют, что установка пригодна для хронометрических исследований.

THE THREE-COUNTER SET-UP IN GLIWICE RADIOCARBON LABORATORY

S u m m a r y

The article presents a detailed description of the new counting set-up L4, consisting of three proportional counters. The construction of proportional and GM counters is described, as well as material shield and electronics. Results of the studies of set-up performance are given, including first dates on samples of known age, which prove the suitability of this new counting system for dating.