

名古屋大学タンデトロンAMS¹⁴Cシステムの現状 (2022)
Status Report of the Nagoya University Tandetron AMS

北川浩之
Hiroyuki Kitagawa

名古屋大学宇宙地球環境研究所
Institute for Space–Earth Environmental Research, Nagoya University

**Corresponding author. E-mail: hiroyuki.kitagawa@nagoya-u.jp*

Abstract

Since January 1999, the Nagoya University Tandetron accelerator mass spectrometer (Tandetron AMS, High Voltage Engineering Europa Model 4130-AMS) has been in operation, and ¹⁴C measurements of 30,144 samples were carried out. In FY2022 (April 2022 to February 2023), ¹⁴C measurements of 1,114 samples were completed by now. To operate the Tandetron AMS more systematically and improve the reliability of ¹⁴C measurements, some upgrading and maintenances have been carried out: replacement of PLS and interlock algorithm modification, maintenance of compressed air supply system, adjustment of C⁺ beamline in the injection system, replacement of telemeter cards and optical cables for AMS control and data transmission, repairment and maintenance of autosampler system, adjustment of high energy side beamline alignment, and the remaking of sample preparation equipment for collaborative research users. In this year, the Nagoya University Tandetron AMS is effectively used for a wide variety of ISEE joint research.

Keywords: ¹⁴C; Tandetron AMS; troubleshooting

1. はじめに

1999年1月27日に名古屋大学で運用を開始したオランダHVEE社タンデトロン加速器質量分装置(タンデトロンAMS、High Voltage Engineering Europe社製Model 4130-AMS)は、その後24年間に亘って地球科学・環境分野、歴史・考古学分野・文化財化学などの多様な研究に活用されてきた。2021年4月までに、中村俊夫名古屋大学名誉教授が中心となり28,571試料(機関コード、NUTA2-28571までの炭素14 (¹⁴C) が測定された。その後、本報告著者が引継ぎ、2023年2月末までにNUTA2-30441までの測定を行った。2022年度は、タンデトロンAMSのトラブルシューティングやメンテナンスのために試料測定の時間を十分に確保することができなかったが(図1)、装置の性能テストに関係した測定を含め、総数1,114試料の¹⁴C測定を行った。

本報告では、今年度に行った主なトラブルシューティングやアップグレードについて記録を書きとどめる。

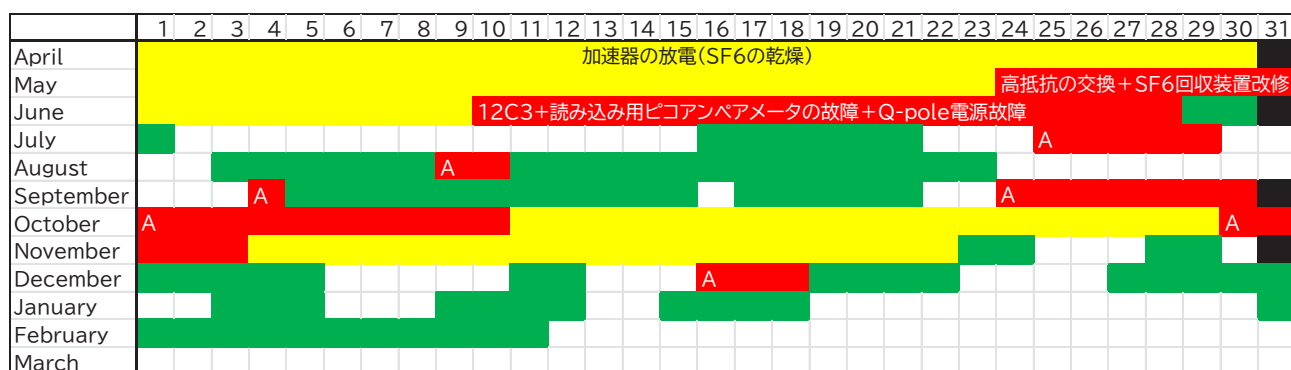


図1. 名古屋大学タンデトロン質量分析計の利用状況(2022年度)。赤色カラムはトラブルシューティングの期間(Aは試料自動交換装置の不都合)。緑色カラムは測定を実施。黄色は修理部品の入荷待ち期間でタンデトロンAMSを利用できなかった。本年度前半は、加速器のスパーク発生の対処、後半は自動試料交換装置の不都合が頻繁に発生した。昨年12月以降は、大きなトラブルの発生もなく、順調に測定が行われている。

2. 加速器本体のメンテナンス

2021年11月、加速器タンク内に設置されている荷電交換用のアルゴンガス循環ポンプ(ターミナルポンプ)の発電機を稼働させるロッドが破損した(写真①)。修理後、タンデトロンAMSの運用可能な値まで絶縁ガスSF₆の露点が低下しなくなり、ターミナル電圧が約2メガボルト(MV)(通常の¹⁴C測定では2.5 MVで運用)で放電(スパーク)が発生する状況になった。SF₆回収装置(加速器に充填されたSF₆の循環機能をもつ)のメンテナンス(オイルミストの交換等)・改良(SF₆への油分混入を避けるため、ロータリポンプをスクロールポンプに交換)(写真②)、ゼオライトを充填した乾燥カラム増設(写真③)を行い、その結果、SF₆の露点が下がり、2.5 MVのターミナル電圧の印加が可能となった。しかし、1~2回/日の頻度でスパークが不定期に発生する問題が解消されなかった。

加速器の放電には様々な原因が考えられる。その1つの可能性ある原因として、加速器に用いられている160本の高抵抗(400メガオーム)の劣化を疑った。再度、加速器のタンクを開け、加速器に使われているすべての高抵抗の抵抗値を測定し、明らかに劣化している十数個の高抵抗の交換を行った。その結果、加速器のスパークの発生は止まり、その後は安定した運用が可能となった。

3. インターロックシステム

タンデトロンAMSには、誤動作や操作の手順誤りなどを防ぎ安全性を高める機構(インターロックシステム)が備わっている(写真④)。このインターロックシステムは、タンデトロンAMSの制御・測定で用いられているコンピュータでなく、無停電電源装置(UPS)から電源供給されているプログラマブルロジックコントローラ(PLC)で制御されている。本装置に利用されているシーメンス社Simatic TI435 PLC(光洋電子工業のOEM製品)の故障・交換に合わせ、トラブル時やオペレーションミスを行った時にインターロックシステムが確実に機能するように必要な変更を行った。これは、タンデトロンAMS運用に不慣れな学生などによる運用を可能とするための取り組みの1つでもある。将来的には、学内外のユーザが自らタンデトロAMSの運用が可能な環境を整備できればと考えている。

4. インジェクションのビームアライメントの調整

タンデトロンAMSでは、イオナイザーで生成されたセシウムの正イオン(Cs⁺)を試料グラファイトに照射することで、炭素の負イオンを発生させる仕組みを採用している。発生した負イオンビームは静電レンズ(Einzel lens)で収束され、イオンビーム方向はステアラ(X,Y-steerer)で調整され、質量分析用マグネットに導入される(写真⑤)。本装置の設置時に用いられたアライメント調整用ツールを利用し、イオナイザー、試料カソードの位置を最適化することで、インジェクション部でのC⁻イオンビームの透過率を数%改善することができた。そ

の結果、Cs⁺発生のためのCs蒸気供給量(Csリザーバーの温度を低下)を減じた運用が可能となり、イオンソースの清掃の頻度を減らすことができ、試料交換後のイオンソースの真空化に必要な時間の短縮が図られた。

5. テレメーターカード・光ケーブルの交換

タンデトロンAMSシステムでは、光ケーブルを用い測定データや制御信号のやり取りが行われている。制御用コンピュータや真空計や検出器からの信号は、テレメーターカードを介して光信号に変換して伝送されている(写真⑥)。テレメーターカードや光ケーブルの劣化により、信号、データを確実に伝送できないケースがおきている。今年度は、誤動作が頻繁に発生するイオン源制御に係るテレメーターカードと光ケーブルを集中的に交換した。タンデトロンAMSのより安定した運用を目指し、次年度以降にイオン源以外を制御するテレメーターカードと光ケーブルの交換を実施する予定である。

6. オートサンプラーのメンテナンス

名古屋大学タンデトロンAMSでは58試料を自動交換可能な用のオートサンプラーが設置されている(写真⑦)。このオートサンプラーはハーモニック・ドライブ・システムズ社製の4つのサーボモータ(X,Y, Θ, Z軸)を用いて制御されている。ターゲットのX(水平)及びY(鉛直)方向の位置を制御するサーボモータは、マクソンジャパン株式会社製のサーボアンプ(MMC-QR030024-02LD00A)を用いることでより厳密な位置制御(計算上は10マイクロメートルオーダの制御)が可能である。このサーボアンプの機能で、イオン源に導入されたターゲットの位置を任意に移動することが可能となり、直径2mmのターゲットホルダーの穴に圧密されたグラファイト試料のCs⁺照射位置を任意の時間間隔で変えることができる。試料グラファイトを局所的でなく、全体的にイオン化することが可能である。この機能は他のタイプのAMSには備わっていない、本装置特有の機能である。

現在、サーボアンプの劣化に伴い位置制御の再現性が低下し、X及びYサーボモータが常時稼働しモータへの負荷がかかっている。オートサンプラーを使ったターゲット交換時のトラブルの原因になっている。現在利用しているサーボアンプは既に製造中止で入手できないため、互換性があるサーボアンプへの代替作業を進めている(次年度も継続して実施)。

7. 高エネルギーサイドのビームラインの見直し(ビーム強度依存性)

加速器で加速された高エネルギーイオンビーム(C³⁺)は、4極磁石(quadrupole)の磁場でビームを収束させ、ビームの方向をX及びY-steererを用いて調整、質量分析用90度分析マグネットに導入される(写真⑧)。今年度は、4極磁石の電源の修理を行った折に、高エネルギーサイドのビームラインのアライメントを調整した。

名古屋大学タンデトロンAMSでは、ビーム強度(試料の炭素量などで変化)によって¹⁴C/¹²C比及び¹⁴C/¹³C比が変化する傾向が認められる(以後、「ビーム強度依存性」という)。試料ごとに得られるビーム強度が著しく異なる場合、ビーム強度によって¹⁴C/¹²C測定結果が若干であるが変化する。

現状では、炭素14年代キャリブレーションデータの取得や歴史時代の遺物の高精度測定などを行う時には、標準試料・年代測定試料の調整条件を可能な限り揃え(少量試料の測定に関しては、少量試料の標準試料を用意)、全ての試料のビーム強度が揃うように試料調整を行っている。

試料から得られたビームの強度が標準試料からのものの50%程度以下の場合、ビーム強度依存性にかかわる補正の要否についての詳細な検討を行い、必要と判断される場合はビーム強度依存性にかかわる補正を行っている。例えば、標準試料からの¹³C³⁺イオンビームが200 nAの場合、試料からの¹³C³⁺イオンビームが100 nA以下の場合、必要とされる測定精度にもよるが、ビーム強度依存性の補正を行っている(その補正を行うためには、少量の標準試料から作成した弱いビームしか得られないターゲットの測定もあわせて行う必要がある)。

他機関に導入されている同型タンデトロンAMS(例えば、オランダ・フローニンゲン大学)にお

いてもビーム強度依存性の存在が確認されている。現在、加速電圧、高エネルギー側のビーム収束、分析マグネットなどの設定パラメータの再検討を行い、ビーム強度依存性による測定結果への影響が小さくなるように、高エネルギーサイドのビームラインを見直している。

8. 試料調整装置のアップデート

名古屋大学タンデトロンAMSは、 ^{14}C 測定に特化した設計であり、安定して装置運用ができれば年間3,000試料以上の高精度測定が可能な性能をもつ。今年度は、トラブルシューティングやメンテナンスのため時間が割かれ、約1,000試料の測定しかできなかった。次年度以降は、より多くの測定時間の確保が可能となると期待している。

タンデトロンAMSを有効活用するためには、試料調整の効率化を図ることが重要な課題である。3000試料の試料調整には試料調整装置及びその運用体制の抜本的な見直しが必要となる。今年度は、鉄触媒水素還元法によるグラファイト生成装置(写真⑨、写真⑩)、炭酸塩試料のリン酸分解装置(写真⑪)の改良を行った。これらの試料調整装置は、パートタイム職員の勤務時間内(6時間)で、12試料の調整が可能な設計となっている。週2日勤務のパートタイム職員が、12個の炭酸塩試料の分解、得られた CO_2 の還元(グラファイトの生成)、ターゲットへのグラファイトの圧密などの作業を実施できる設計仕様である。現在、有機物試料(植物遺体など)の燃焼及びグラファイトの生成の一連の作業の自動化が可能な装置の開発を進めている。

謝辞

酢屋徳啓氏(SVE)には加速器本体の修理作業などを含む装置の運用の支援をいただいた。次のメーカーのエンジニアの方々からは有益な助言及び技術提供をいただいた。ターミナルポンプ発電機駆動用ロッドカップリング(ケーティーアールジャパン)、インターロックシステム用PLC(光洋電子工業)、 $^{12}\text{C}^{3+}$ 測定用ピコアンメータ(テクトロニクス&フルーク)、サーボモータ用アンプ(マクソソージャパン株式会社)、サーボモータ(ハーモニック・ドライブ・システムズ)。

写真：①加速器タンク内に設置されている荷電交換用のアルゴンガス循環ポンプ(ターミナルポンプ)の発電機の駆動部。発電機とタンク外に設置されたモータを連結するシャフトのカップリングが破損。② SF_6 回収装置の改良。ロータリーポンプからオイルフリーのスクロールポンプに交換。③今年度新たに増設したゼオライトを充填した SF_6 絶縁ガスの乾燥カラム。加熱機能を有し、ゼオライトに吸着した水分を除きカラムを再生することができる。④無停電電源装置(UPS)から電源供給されているプログラマブルロジックコントローラ(PLC)(今年度交換)。誤動作や操作の手順誤りなどを防ぎ安全性を高めるために必要不可欠な機能であるインターロックシステムはこのPLCで制御されている。操作ミス、装置のトラブルの時のインターロックのアルゴリズムのアップデートを実施。⑤タンデトロンAMSのインジェクション。 Cs^+ イオンビーム照射で発生した負イオンは静電レンズで収束され、ステーラ(X-, Y-steerer)でビームの進行方向が調整されて、質量分析用のマグネットに導入される。インジェクションのビームアライメントの厳密な調整を実施することで、ビームの透過率が改善。⑥オートサンプラーを制御するテレメーターカード群。テレメーターカードの電源のコンデンサーが劣化し、誤動作が起きるため、交換・修理を実施。⑦自動試料交換装置。ターゲットホルダーに58個の試料をセットすることができる。サーボモータをコントロールすることで、順次試料がイオン源に導入される。現状ではターゲット位置の水平(X)・鉛直(Y)方向の制御に問題があり、試料導入エラーが発生することがある。イオン源内でのターゲットの位置をコントロールするサーボモータアンプの交換が望まれる(現在、取り組み中)。⑧加速された高エネルギーイオンビーム(C^{3+})の制御部。4極磁石(quadrupole)の磁場でビームを収束させ、X-及びY-steererでビームの進行方向を調整後、同位体分析用マグネットに導入される。今年度は4極磁石の電源の故障が発生した。また、この部分の調整を行うことで、測定データのビーム強度依存性の効果の影響を小さくする試みに取り組んでいる。

⑨鉄触媒を使った水素還元法によるグラファイト生成装置(本年度設置)。同時に12試料の処理を行うことが可能である。⑩グラファイト生成装置の反応容器内の圧力モニター。炭素量0.1~1 mgの試料に関しては3時間内で $100 \pm 3\%$ (200試料の平均) で還元が進行する。⑪12試料のマニュホールドを備えた炭酸塩試料。

