



兰州大学西部环境教育部重点实验室

加速器质谱仪 培训和操作使用说明手册

负责人：王宗礼，曹辉辉，何建华
联系电话：0931-8912430



特别声明

本材料所列出的有关仪器的操作方法和实验步骤，仅用于西部环境教育部重点实验室内部学生上机前的培训材料，不作为同类仪器操作的指导教程，任何单位或个人不得擅自转载或发表，利用本材料操作仪器发生的人身伤害和仪器损坏问题，本实验室和作者本人不承担任何责任，特此声明。



目录

- 基本介绍
- 工作原理
- 外观结构示意图
- 测试前检查
- 样品测试准备
- 样品测试



基本介绍

- 中文名称：加速器质谱仪
- 英文名称：Accelerator Mass Spectrometer
- 所属分支实验室：年代学实验室
- 型号：MICADAS20
- 价值：1700万元
- 制造商：瑞士Ionplus公司
- 仪器功能：14C年代测试
- 预约类型：在线预约
- 仪器位置：兰州大学城关校区西区祁连堂105



工作原理



加速器质谱分析（accelerator mass spectrometry）是指加速器与质谱分析相结合的一种核分析技术。将待测样品在加速器的离子源中电离，随后将离子束引出并加速，再借助电荷态、荷质比、能量和原子序数的选择，鉴别被加速的离子并加以记录，实现同位素比值的测定。



外观结构示意图





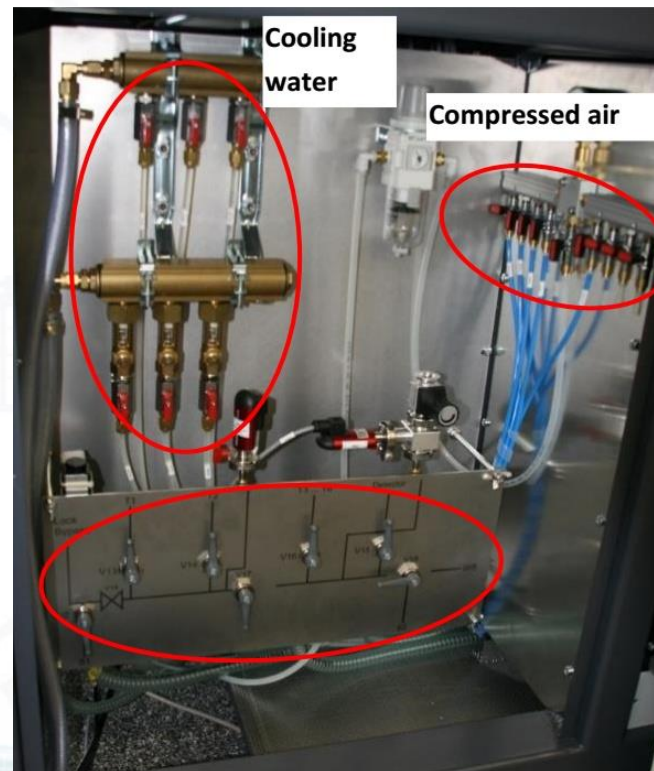
测试前检查—辅助设备检查



压缩空气装置



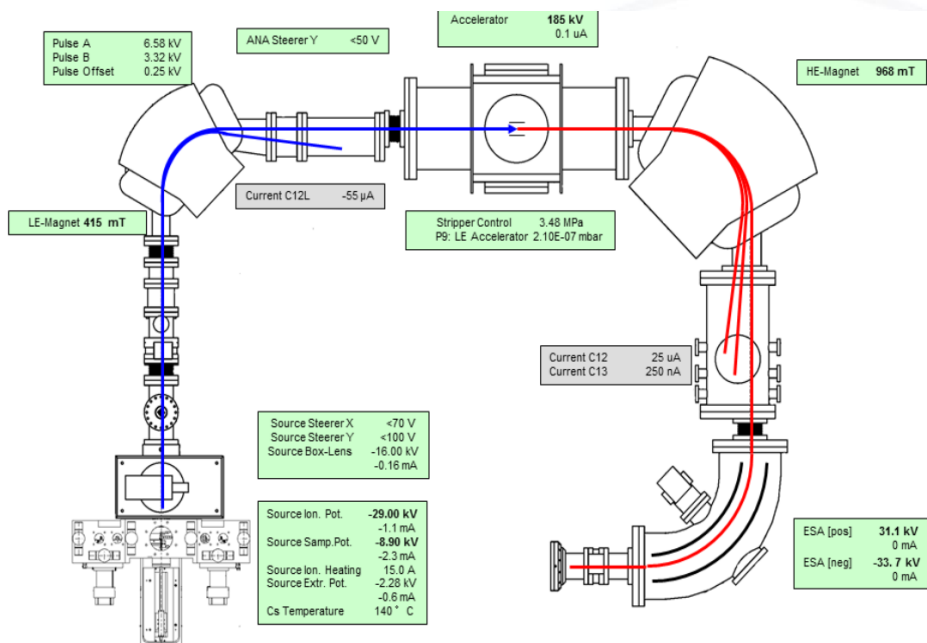
循环冷却水装置



检查压缩空气装置、循环冷却水等设备运行是否正常。调整压缩空气终端压力约4.2MPa；循环冷却水温度小于20摄氏度。



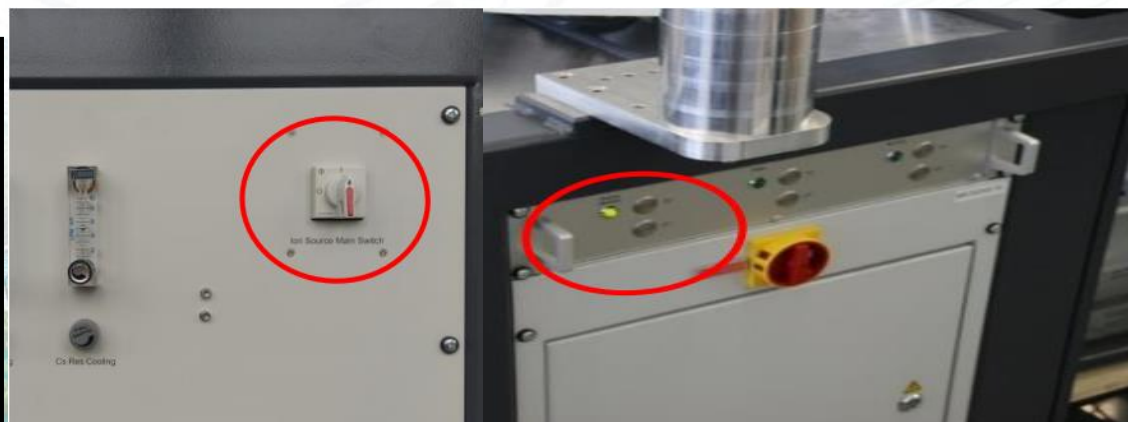
测试前检查—电压电流检查



Power Supply	Typical values	Max. output
01-Ionizer potential	-28.7 kV / -1.2 mA	-30 kV / -2.5 mA
02-Cathode potential	-9.1 kV / -2.6 mA	-10 kV / -7.5 mA
03-Extraction potential	-2.7 kV / -0.5 mA	-15 kV / -5 mA
04-Box lens	-15.6 kV / -0.16 mA	-30 kV / -2.5 mA
05-Pulsing	6.6 kV / 3.2 kV	+/- 10 kV / +/- 40 mA
06-Accelerator	185.0 kV / 0.2 μA	200 kV / 0.2 mA ¹
07-HE-ESA pos.	30.8 kV / 0 mA	+50 kV / 1.5 mA
08-HE-ESA neg.	-33.3 kV / 0 mA	-50 kV / 1.5 mA



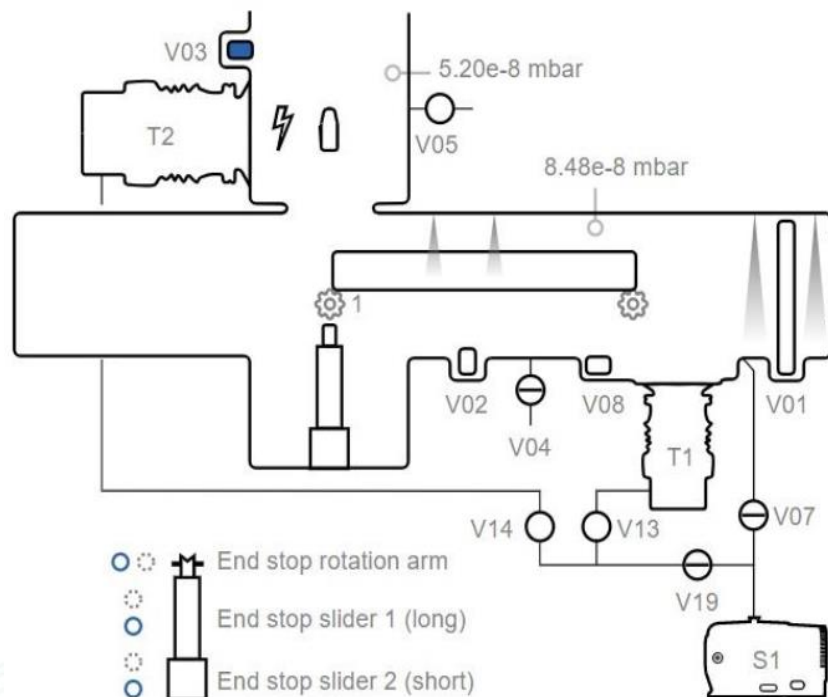
检查离子源、脉冲、加速器、静电分析器、低能/高能质量分析器工作电压及额定电流。各单元都满足运行条件方可进行下一步工作。





测试前检查—系统真空检查

Ready to measure



✓ Vacuum pressure	
P01: Fore-Vac. T1-T2	1.41e-1 mbar
P02: Fore-Vac. T3-T8	7.30e-1 mbar
P05: Lock	2.69e-6 mbar
P06: Source	1.37e-7 mbar
P09: LE Accelerator	3.83e-7 mbar
P10: HE Analyser	1.28e-7 mbar
P12: Detector Press.	2.06e+1 mbar

检查进样器P05、离子源P06、加速器P09、高能分析器P10真空低于 5×10^{-7} mbar 以及检测器压力在 5-20 mbar 之间，各项指标满足要求后开展下一步工作。



测试前检查—剥离气体检查



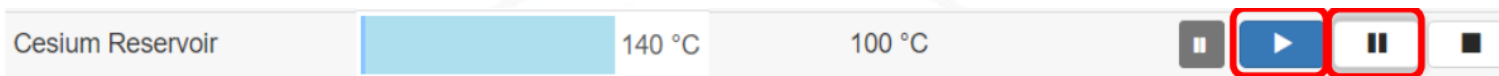
氮气钢瓶气体压力大于2.0MPa



剥离器气体压力调整至3.2MPa



样品测试准备—Cs源升温



点击铯源启动按钮，对铯源开始加热

铯源开始加热后，调整阴极和铯源压缩空气的压力到标定值



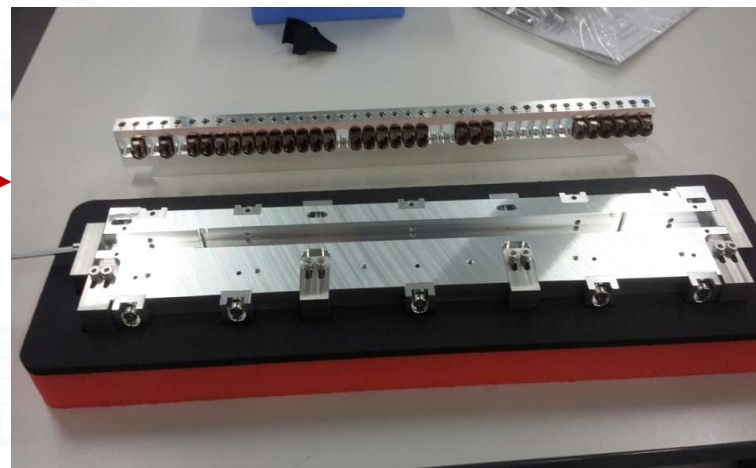
铯源温度升至额定值后，启动脉冲
Pulse A、Pulse B

Parameter	Normal	Actual 1	Actual 2
Wire			
Ice Cathode Potential	430	-8.93 kV	-1.05 mA ✓
Ice Ion Potential	2000	-15.18 kV	-1.28 mA ✓
Ice Ionizer Heating	1786	15.00 A	8.65 V ✓
Cesium Reservoir	150 °C	100 °C	
Ice Extractor Potential	384	-2.807 kV	-0.44 mA ✓
Ice Steamer X	4894	2.5 V	✓
Ice Steamer Y	4997	2.5 V	✓
Ice Box-Lens	1003	-15.18 kV	-1.265 mA ✓
Magnet	0	0.13 A	0.05 V ✓
P A (°C)	2083	0.125 kV	✓
P B (°C)	10434	0.125 kV	✓
Offset	900	0.126 kV	✓
Steamer Y	2820	2.5 V	✓
erator	2707	185.49 kV	0.2 µA ✓
air Control	3800	2.13 MPa	0.06 V ✓
Magnet	3460	25.32 kV	-0.31 kV ✓

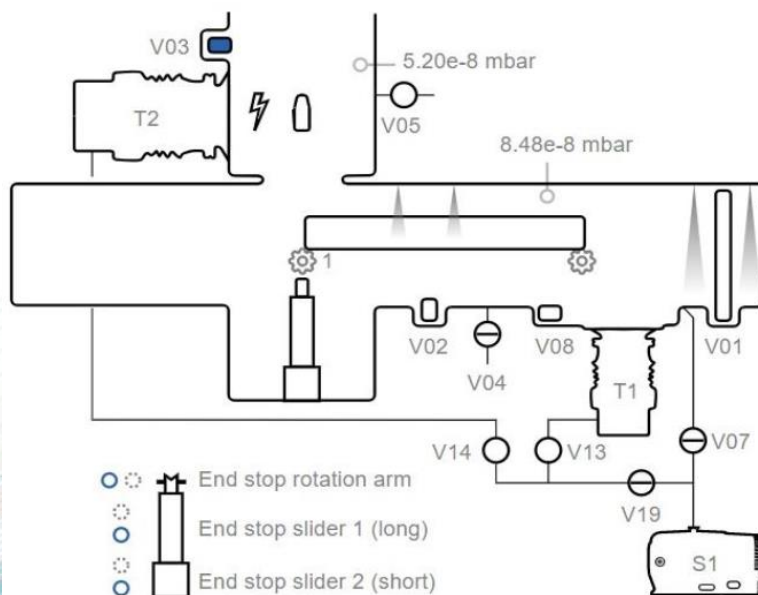


样品测试准备-安装样品靶盘

待测石墨样品压靶后，逐次把样品阴极以及标准、本底样品安装到靶座上。为防止污染，该过程应佩戴一次性医用手套。此外，额外准备2-3个OX2标准用于束流调谐（tuning）



Ready to measure

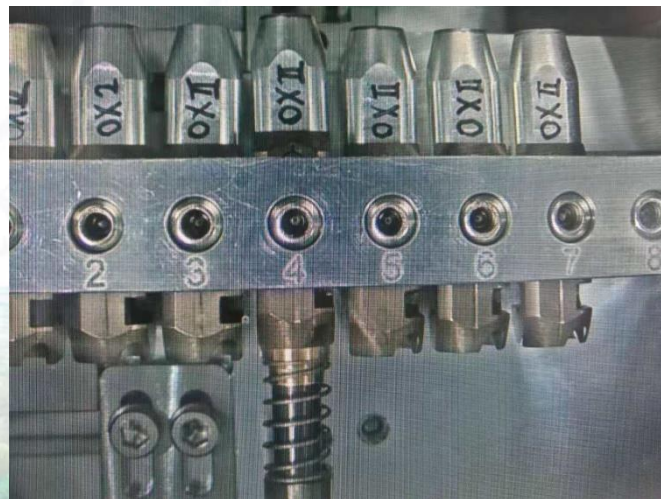
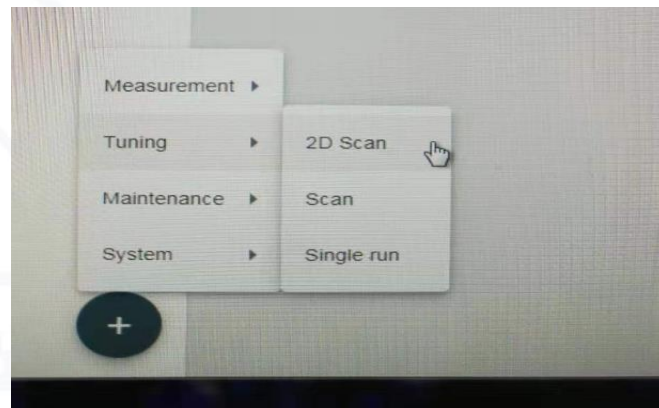


安装好样品阴极的靶座送入进样器，等待进样器真空低于 5×10^{-7} mbar后，进行束流调谐。



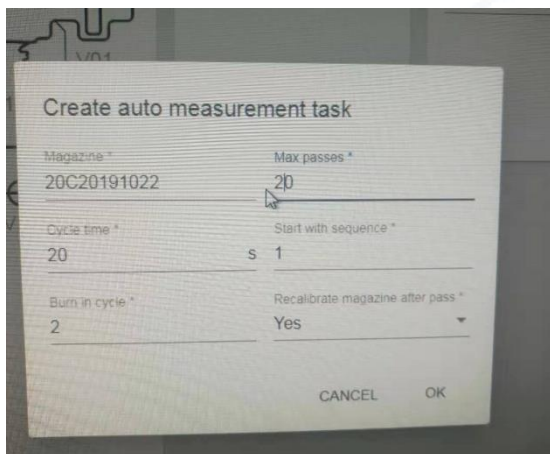
样品测试准备—束流调谐tuning

- 1、利用进样器手臂把OX2标准送入离子源；等待3-5min 是LE12C-流值稳定在 $40-70\mu\text{A}$ ，开始调谐。
- 2、在控制软件建立tuning task，分别对Extraction potential, x-steerer, y-steerer, box lens 等指标反复调谐。当OX2标准的 $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ 比值介于 1.08×10^{-2} - 1.09×10^{-2} ； $^{14}\text{C}/^{12}\text{C}$ 比值介于 1.50×10^{-12} - 1.54×10^{-12} ；传输效率大于46%时，调谐完成。
- 3、如上述指标多次调谐仍不能满足规范值时，需要对Pulse offset, pulse A, pulse B等参数进行调谐。



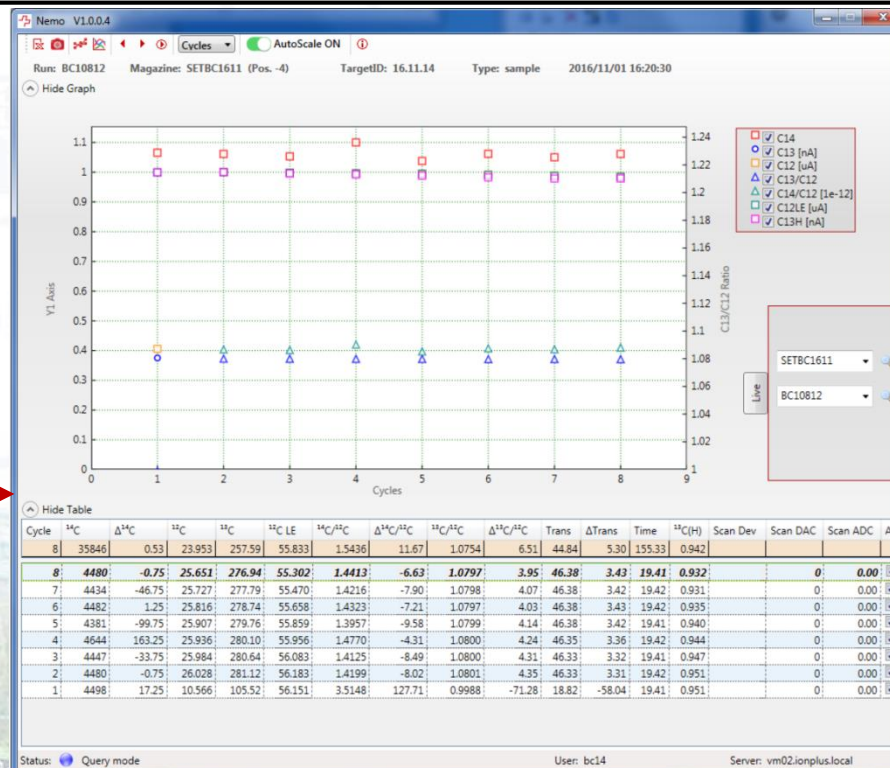


样品测试



建立测试task, 对样品 $^{14}\text{C}/^{12}\text{C}$ 比值进行测试

测试过程中, 再次确认给类标准的 $^{14}\text{C}/^{12}\text{C}$ 、 $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ 比值变化在额定范围之内。

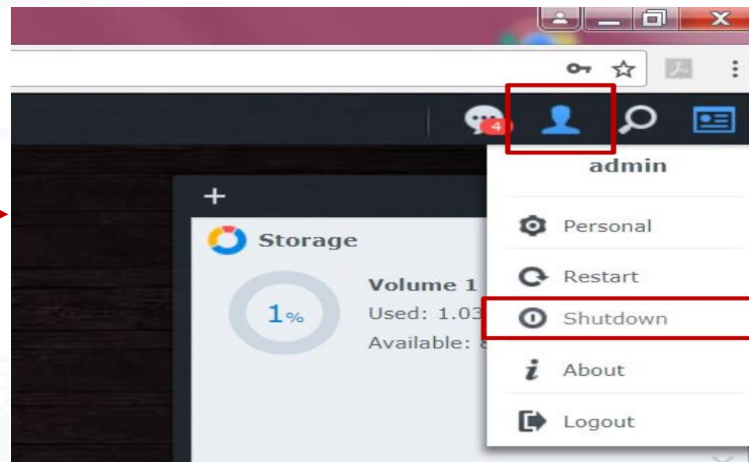




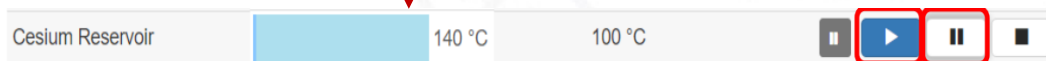
样品测试



测试完成后，存储数据到data base；导出后完成测试报告



停止铯源和脉冲Plus A、Plus B



调整铯源压缩空气充分冷却



调整各单元参数，使仪器处于待机状态等待下一轮样品测试