

MS-10 质谱计控制器的改造

桑海清

(中国科学院地质研究所)

潘谷臣

(中国科学院北京科学仪器研制中心)

[摘要] A. E. I. MS-10 质谱计控制器是一台电子管电路仪器。本工作采用集成电路代替加以改造,使新控制器获得了良好的稳定性。放大器的测量范围从 10mV—10V 扩大到 10mV—100V,测量误差为 $\pm 0.5\%$ 以内。适用于 K—Ar 和 ^{40}Ar — ^{39}Ar 定年。

关键词 质谱计 控制器 集成电路

一、前 言

MS-10 质谱计是英国 AEI 公司六十年代初期的产品。由于它具有结构简单,灵敏度高,工作稳定,使用维护方便等优点,所以应用甚为广泛。文中这台质谱计从 1980 年调入中科院地质所以来,在 K—Ar 和 Ar—Ar 法同位素年龄测定中发挥了重要作用。

由于 MS-10 质谱计控制器采用电子管电路,寿命已达 30 年,其电子元件已老化失效,放大器漂移严重,无法工作,多数电子元件原厂家已不生产,国内又购不到配件。为使该仪器恢复正常工作,有两种方案可选:(1)进口一台集成电路控制器,虽省事可靠,但价格昂贵(6 千英镑左右),且手续多、时间长;(2)立足国内,制做一台新的控制器,这样虽花费精力,但节约资金和时间,维修方便。我们选择了后者,与中科院北京科学仪器研制中心合作,改制了一台新的集成电路控制器。

二、改造后的控制器结构

新控制器是根据 MS-10 质谱计的第三代产品——RGA-10 质谱计控制器的技术指标及电参数设计制作的^[1]。设计思想从整机性能优良,工作稳定可靠,观察操作方便及坚固耐用等要求出发,整个仪器采用了经严格挑选的先进的电子元件,集成块采用美国 AD 公司的产品,以保证仪器性能稳定可靠,最终达到 RGA-10 质谱计控制器的水平。新控制器主要分为三部分:

1992 年 6 月 5 日收

1. 离子源供电 包括灯丝电流(3.4A),发射电流(10 μ A、50 μ A、100 μ A、150 μ A 四档可选),推斥电压(-5V~+10V 可调),电离电压(5V~105V 可调),收集极电压(30V)及灯丝保护等几部分电路。设有数字表头,各电参数均可在面板上观察和调节,使用方便。

2. 加速电压和质量显示 加速电压的变化范围为 40V~2040V,可手动调节,也可自动扫描。扫描速度共六档:0.01、0.03、0.1、0.3、1、3amu/s。质量数分为 50 和 200 两档,设有数字质量显示器,可显示质量数和相应的加速电压值,使质量数的选择准确直观。

3. 静电计放大器 因 MS-10 质谱计离子源灵敏度较高,在⁴⁰Ar/³⁹Ar 年龄测定中,样品用量一般为 200~300mg,部分阶段析出的 Ar 同位素常通过漏导阀控制让一部分样品进行分析,这样造成较大的同位素分馏,增大测量误差。如果全部进样,放大器最大量程 10V 档就会超过满度。为解决此问题,在静电计中设有 10¹¹ Ω 和 10¹⁰ Ω 两个高阻,用微型继电器进行控制,当正离子流强度小于 10⁻¹⁰A 时,通过 10¹¹ Ω 高阻进行测量;当正离子流强度大于 10⁻¹⁰A 时,通过 10¹⁰ Ω 高阻进行测量,即在原放大器量程七档的基础上增加了 30V 和 100V 档,如图 1 所示。表 1 列出了静电计放大器的主要性能。放大器设有输出表头和记录仪接口,对 Ar 同位素的测量误差在 0.5% 以内。

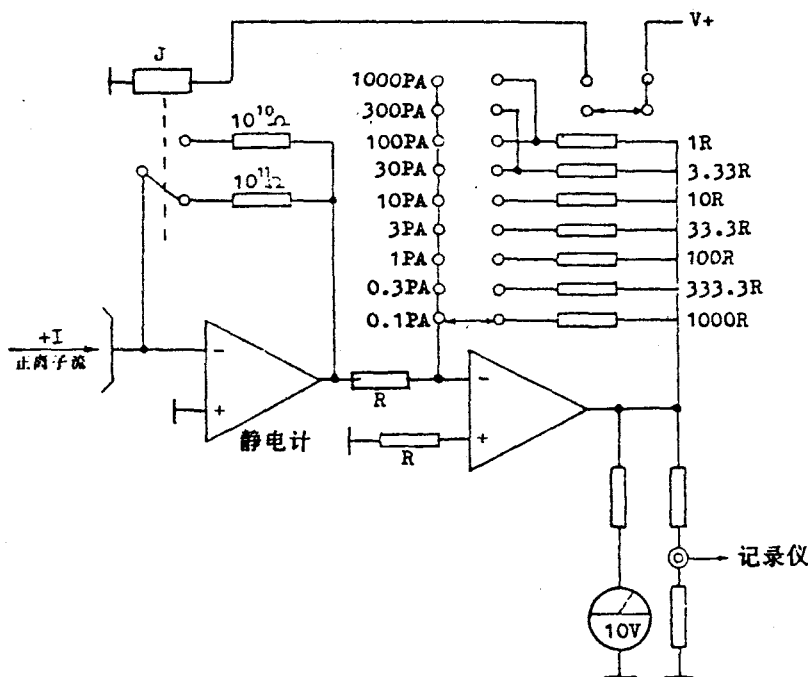


图 1 静电计放大器电路原理图

表 1 静电计放大器性能

输入电流 (A)	输入电压 (V)	放大倍数	输出电压 (V)	放大器量程 (pA)	高阻 (Ω)
1×10^{-9}	100*	1	10	1000	10^{10}
3×10^{-10}	30*	3.33	10	300	10^{10}
1×10^{-10}	10	1	10	100	10^{11}
3×10^{-11}	3	3.33	10	30	10^{11}
1×10^{-11}	1	10	10	10	10^{11}
3×10^{-12}	0.3	33.3	10	3	10^{11}
1×10^{-12}	0.1	100	10	1	10^{11}
3×10^{-13}	0.03	333	10	0.3	10^{11}
1×10^{-13}	0.01	1000	10	0.1	10^{11}

* 并联在 3V 和 10V 档上, 经 $10^{10}\Omega$ 高阻测量, 相当于扩大了 10 倍

三、控制器的检验

1. 电参数稳定性的检测

对做好的控制器通电工作四小时以上, 进行了电参数稳定性的观察测量, 表 2 是一些主要电参数的观测值。可以看出该控制器稳定性很好, 放大器也十分稳定, 对最灵敏的 10mV 档而, 第一次调零后, 连续工作四小时以上, 不用再调零点。同时抗干扰能力也很强, 当环境温度较高(30℃左右)、湿度较大(80%左右)时, 放大器工作也不受影响。

表 2 控制器主要电参数观测值

时间	灯丝电流 (A)	发射电流 (μ A)	电离电压 (V)	收集电压 (V)	排斥电压 (V)	加速电压(40 Ar) (V)
7:30	3.30	55	70.8	30	1.2	108
8:30	3.26	53	70.5	30	1.0	107
9:30	3.26	53	70.5	30	1.0	107
10:30	3.26	53	70.5	30	1.0	107
12:30	3.26	53	70.5	30	1.0	107

2. 最佳工作电参数的测定

每台仪器都有其最佳工作电参数, 在此条件下, 仪器的灵敏度最高, 离子流强度最大、分辨能力最好。我们先后用一定量的空气 Ar、 36 Ar 稀释剂及标准样, 在不同的电参数条件下进行了多次测定。最后选定排斥电压为 +1V, 电离电压为 70V, 发射电流为 50 μ A, 灯丝电流为 3.35A, 对 40 Ar 的加速电压为 107V, 在此条件下测得 40 Ar、 36 Ar、 38 Ar、 37 Ar、 34 Ar 这

五种同位素离子流最稳、强度最大,分辨较好(如图 2 所示)。

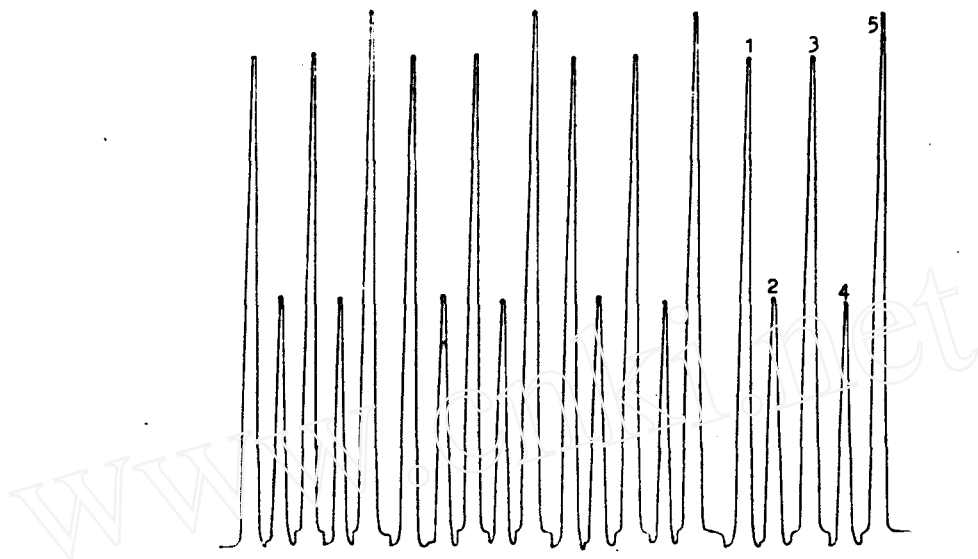


图 2 MS-10 控制器测量的 Ar 同位素质谱图

(1— $^{40}\text{Ar} \times 10^4 \text{mV}$ 2— $^{38}\text{Ar} \times 10^3 \text{mV}$ 3— $^{36}\text{Ar} \times 10 \text{mV}$ 4— $^{34}\text{Ar} \times 10^2 \text{mV}$ 5— $^{32}\text{Ar} \times 10 \text{mV}$)

3. 空气中 $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ 比值的测定

对 Ar 同位素分析而言,每年都要对 $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ 比值进行多次测量,以便监测该比值的稳定性。因为 $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ 比值能否保持长期稳定,是检验仪器对 Ar 同位素测量是否准确的一个重要指标^[2],同时也是 K-Ar 和 Ar-Ar 法年龄测定中扣除样品中大气 Ar 组分的重要参数。不同类型的仪器对 $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ 的测量值在 295.5 ± 5 以内。(Nier, 1950)。对 MS-10 控制器而言,当排斥极电压在 0.8~1.5V 范围内变化时, $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ 在 295.5 ± 5 以内。所以我们选定排斥电压为+1V,表 3 是 MS-10 控制器对 $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ 比值的测定结果。可以看出,不同时间内测定的 $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ 比较稳定,其平均值为 295.53,标准偏差为 ± 0.59 。

表 3 空气中 $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ 比值的测定结果

测定日期	$^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$
91.4.24	294.9
91.4.25	295.1
91.4.28	295.3
91.4.28	295.7
91.5.14	295.6
91.5.14	296.5
91.5.15	295.8
91.5.15	296.4
91.8.20	294.8
91.8.20	295.2
平均值	295.53
标准偏差	± 0.59

四、标准样品的测定

在建立了上述工作条件后,我们用 MS-10 控制器先后对我国 K-Ar 标准样 ZBH-25 黑云母、ZBJ 角闪石、ZGC 粗面岩及国际样 BSP-1 角闪石进行了 K-Ar 稀释法及 ^{40}Ar - ^{39}Ar 快中子活化法年龄测定,其结果列于表 4。实验表明测量值与标准值比较吻合,证明 MS-10 质谱计控制器的工作性能及技术指标稳定可靠,可以正式投入 K-Ar 和 Ar-Ar 法同位素年龄的分析测定工作。

表 4 标准样品的测定结果

样品名称	样品重量 (g)	测定值 t (Ma)	标准值 t (Ma)	测定方法
ZGC 粗面岩	0.1860	52.3 ± 0.7		K-Ar
ZPH-25 黑云母	0.1265	132.63 ± 1.41	132.7 ± 1.2	K-Ar
ZBH-25 黑云母	0.1838	132.74 ± 1.25	132.7 ± 1.2	K-Ar
ZBJ 角闪石	0.1464	132.92 ± 2.43	132.8 ± 1.8	K-Ar
ZBJ 角闪石	0.1624	132.81 ± 2.40	132.8 ± 1.8	K-Ar
BSP-1 角闪石	0.1005	2056.3 ± 18.6	2060 ± 8	K-Ar

注:(1)ZGC 粗面岩年龄标准目前还未给定;(2)Ar-Ar 年龄为全熔融年龄

五、结 语

从 MS-10 质谱计控制器的整机性能及对 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 比值和标准样的测定结果来看,该控制器的技术性能达到了英国产品 RGA-10 质谱计控制器的水平。特别是放大器优于 RGA-10 的放大器。该控制器的主要优点是:

1. 稳定性好,抗干扰能力强,耐热耐湿性能好;
2. 采用了数字显示表头,离子源电参数、加速电压和质量数都可在仪器面板上显示,观察测量调试都很方便;
3. 把放大器量程由原来的七档扩大到九档,即增加了 30V 和 100V 档,扩大了放大器的测量范围,这在同类仪器中也是不多见的。

实验证明,该控制器的改造是成功的,其性能稳定、质量可靠,既节约了资金(成本小于 1 万元),又得到了满意的效果,达到了国外同类产品的水平。

参加本工作的还有中国科学院地质研究所胡世玲、王松山及裘冀同志。

致谢:本工作得到了中国质谱学会副秘书长王梦瑞及中科院地质所霍卫国同志的关怀与支持,并就某些问题做了有益的讨论,在此表示衷心感谢。

参 考 文 献

- [1] 英国 VSS 公司 RGA-10 质谱计说明书, (1986)
- [2] David et al, Improved Resolution and Precision of Argon Analysis Using a MS-10 Mass Spectrometer, *Eclogae Geo. Helv.* Vol. 63/1, 275(1970)

Modified Controller of MS-10 Mass Spectrometer

Shang Haiqing

(Institute of Geology, Academia Sinica, Beijing 100029, PRC)

Fan Guochen

(Beijing Research and Development Center of Scientific Instruments, Academia Sinica, Beijing 100080, PRC)

Received 5, June 1992

Abstract

The controller of A. E. I. MS-10 mass spectrometer is an instrument using electronic tube circuit. It has been modified with an integrated circuit by the authors. The new controller has a good stability. Measurement range of the amplifier is enlarged from 10mV-10V to 10mV-100V. The measurement error is within $\pm 0.5\%$. It is suitable for K-Ar and $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ age dating.

Keywords: mass spectrometer, controller, integrated circuit