

Учебно-методическая статья
УДК 543.51
DOI 10.25205/2541-9447-2022-17-3-89-101

**Центр коллективного пользования
«Ускорительная масс-спектрометрия НГУ-ННЦ»**

**Василий Васильевич Пархомчук¹, Алексей Валентинович Петрожицкий²,
Михаил Михайлович Игнатов³, Екатерина Васильевна Пархомчук⁴**

^{1,2}Институт ядерной физики имени Г. И. Будкера СО РАН
Новосибирск, Россия

²⁻⁴Новосибирский государственный университет
Новосибирск, Россия

^{2,4}Институт археологии и этнографии СО РАН
Новосибирск, Россия

⁴Институт катализа им. Г. К. Борескова СО РАН
Новосибирск, Россия

¹parkhomchuk@inbox.ru, <https://orcid.org/0000-0001-5833-0051>

²petrozhav@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-6653-2232>

³mmignatov@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0001-5659-0431>

⁴ekaterina@catalysis.run, <https://orcid.org/0000-0003-2200-884X>

Аннотация

В данной статье представлены сведения о ресурсах ЦКП «УМС НГУ-ННЦ» и состоянии ускорительной масс-спектрометрии (УМС) в России. Описаны ключевые отличия метода УМС от традиционных способов определения радиоуглерода, приведен принцип действия ускорительных масс-спектрометров российского (Уникальная научная установка «УМС ИЯФ СО РАН») и швейцарского (MICADAS-28) производства, а также даны основные сведения о методиках изготовления графитовых мишеней для УМС-анализа.

Ключевые слова

ускорительная масс-спектрометрия, радиоуглеродное датирование, пробоподготовка, графитизация

Для цитирования

Пархомчук В. В., Петрожицкий А. В., Игнатов М. М., Пархомчук Е. В. Центр коллективного пользования «Ускорительная масс-спектрометрия НГУ-ННЦ» // Сибирский физический журнал. 2022. Т. 17, № 3. С. 89–101. DOI 10.25205/2541-9447-2022-17-3-89-101

Accelerator Mass Spectrometry “Golden Valley”

Vasily V. Parkhomchuk¹, Alexey V. Petrozhitskii², Mikhail M. Ignatov³,
Ekaterina V. Parkhomchuk⁴

^{1,2}Budker Institute of Nuclear Physics SB RAS
Novosibirsk, Russian Federation

²⁻⁴Novosibirsk State University
Novosibirsk, Russian Federation

^{2,4}Institute of Archaeology and Ethnography SB RAS
Novosibirsk, Russian Federation

⁴Boreskov Institute of Catalysis SB RAS
Novosibirsk, Russian Federation

¹parkhomchuk@inbox.ru, <https://orcid.org/0000-0001-5833-0051>

²petrozhav@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-6653-2232>

³mmignatov@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0001-5659-0431>

⁴ekaterina@catalysis.run, <https://orcid.org/0000-0003-2200-884X>

Abstract

Information about the resources of the laboratory “AMS Golden Valley” and the state of affairs in accelerator mass spectrometry (AMS) in Russia is presented. The key differences of the AMS method from traditional methods for determining radiocarbon are described, the principle of operation of accelerator mass spectrometers of Russian (unique scientific facility “AMS BINP SB RAS”) and Swiss (MICADAS-28) production is given, and basic information is given about the methods for preparing graphite targets for AMS-analysis.

Keywords

accelerator mass spectrometry, radiocarbon dating, sample preparation, graphitization

For citation

Parkhomchuk V. V., Petrozhitskii A. V., Ignatov M. M., Parkhomchuk E. V. Accelerator Mass Spectrometry “Golden Valley”. *Siberian Journal of Physics*, 2022, vol. 17, no. 3, pp. 89–101. DOI 10.25205/2541-9447-2022-17-3-89-101

29 мая 2020 года на основании Соглашения, подписанного ректором Новосибирского Государственного Университета (НГУ) и директорами трех учреждений Новосибирского научного центра (ННЦ) – Института ядерной физики им. Г. И. Будкера (ИЯФ) СО РАН, Института археологии и этнографии СО РАН и Института катализа им. Г. К. Борескова СО РАН – создано научно-исследовательское подразделение физического факультета НГУ ЦКП «Ускорительная масс-спектрометрия НГУ-ННЦ». ЦКП зарегистрирован на сайте журнала Radiocarbon как радиоуглеродная лаборатория AMS Golden Valley (или по-русски «Золотая Долина» – по названию места основания новосибирского Академгородка). Цель создания ЦКП – проведение перспективных фундаментальных и прикладных научных исследований, в том числе с использованием ускорительной масс-спектрометрии (УМС), подготовка высококвалифицированных кадров, оказание услуг исследователям и научным коллективам НГУ, институтов ННЦ и иным заинтересованным пользователям.

В ЦКП успешно функционирует такое оборудование, как: ускорительные масс-спектрометры российского (Уникальная научная установка (УНУ) «УМС ИЯФ СО РАН») и швейцарского (MICADAS-28) производства; абсорбционно-каталитический стенд для зауглероживания биологических образцов, в том числе меченных изотопом ^{14}C ; швейцарский графитизатор AGE-3; система автоматизированной пробоподготовки ASE350 для экстракционной очистки образцов; изотопный масс-спектрометр Delta V Advantage для анализа изотопных сдвигов по ^{13}C , ^{15}N , ^{18}O и ^2H ; элементный анализатор Flash 2000 для анализа легких элементов; аналитический и препаративный комплекс высокоэффективной жидкостной хроматографии Agilent; электронный микроскоп Hitachi TM 3000 с EDX-приставкой и др.

Метод ускорительной масс-спектрометрии появился в 70-х годах XX века. Методом УМС можно измерять содержание в образце долго живущих космогенных и антропогенных изотопов, таких как ^{10}Be , ^{14}C , ^{26}Al , ^{129}I и др. Данные изотопы практически не имеют естественных каналов образования в земной коре. Они образуются в верхних слоях атмосферы под действием космического излучения или имеют техногенное происхождение. В первом случае интенсивность их образования определяется солнечной активностью и составом атмосферы, то есть примерно постоянна во времени и равномерно распределена по поверхности Земли. Во втором случае источником их образования, как правило, являются объекты атомной промышленности или испытания атомного оружия. Эти источники имеют локальный характер. После образования происходит вовлечение данных изотопов в климатические и геологические процессы переноса. В конечном итоге они осаждаются на поверхность земли в виде отложений. Поскольку указанные изотопы не стабильны, то со временем происходит уменьшение их концентрации относительно исходной. Измеряя эту разницу можно сделать выводы о возрасте исследуемых объектов или получить информацию об интенсивности геологических или климатических процессов, а также найти место расположения источника техногенного заражения. Наибольший интерес представляет изотоп ^{14}C , так как углерод – один из основных биологических элементов.

Традиционным для определения содержания ^{14}C методом является регистрация распадов с помощью жидкостных сцинтилляционных счетчиков. Период полураспада ^{14}C составляет около 5 700 лет. Естественное отношение ^{14}C к ^{12}C в современном образце составляет $1,2 \cdot 10^{-12}$. Поэтому 1 г углерода, выделенного из современной древесины, будет давать только 14 распадов в минуту. Для получения статистической точности 0,2 % нужно накопить $2,5 \cdot 10^4$ распадов, для чего потребуется примерно 10^6 с, то есть почти 12 суток. Если взять 100 г углерода, время сократится до 2,8 ч. Мы видим, что накопление достаточной статистики осложнено малой удельной активностью ^{14}C . Поэтому измерение радиоуглерода данным методом требует использования значительного количества образца, что во многих случаях практически невозможно.

В методе УМС, в отличие от метода регистрации распадов, происходит прямой подсчет атомов радиоуглерода в образце. Работа ускорительного масс-спектрометра основана на формировании ионного пучка из углерода образца, последовательной очистки пучка от фоновых примесей и непосредственного подсчета ионов ^{14}C . На практике для анализа методом УМС достаточно взять всего 1 мг чистого углерода [1]. Скорость счета ^{14}C на современном образце будет примерно 100 Гц, и для набора статистической точности 0,2 % потребуется чуть меньше часа. Содержание ^{14}C в исследуемом образце определяется относительно эталонного образца с известной концентрацией ^{14}C .

Первый ускорительный масс-спектрометр (УНУ «УМС ИЯФ СО РАН») в России был создан и запущен Институтом ядерной физики им. Г. И. Будкера СО РАН в 2011 г. в Новосибирске и в течение последующих 10 лет представлял собой единственный в России УМС (рис. 1) [1–3]. На рисунке 2 представлена схема ускорительного масс-спектрометра, чувствительность данной установки составляет 10^{-15} ($^{14}\text{C}/^{12}\text{C}$).



Рис. 1. Уникальная научная установка «Ускорительный масс-спектрометр ИЯФ СО РАН»

Fig. 1. Unique scientific facility “Accelerator Mass-Spectrometer of the Budker Institute of Nuclear Physics SB RAS”

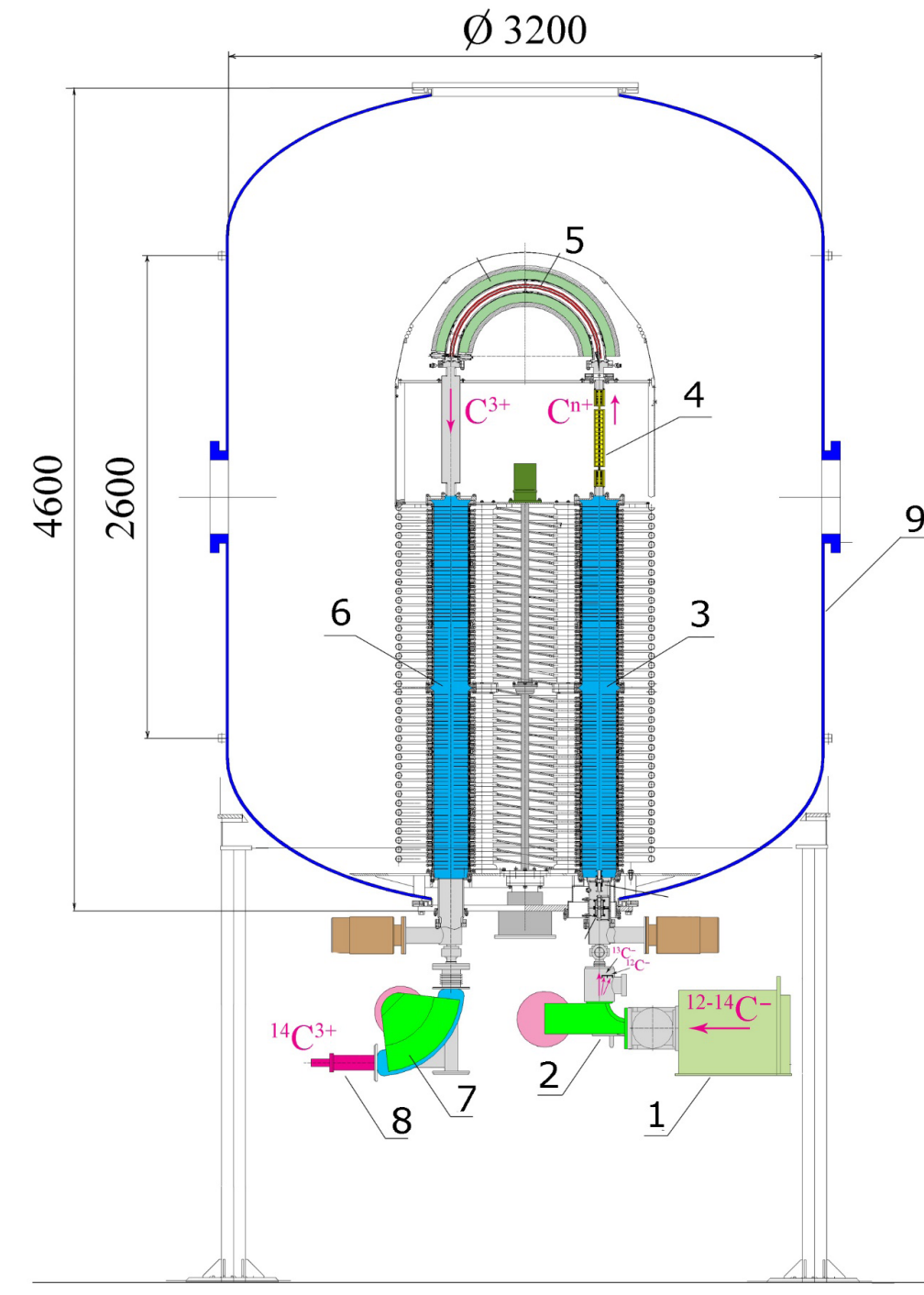


Рис. 2. Схема УНУ «УМС ИЯФ СО РАН»: 1 – источник отрицательных ионов. 2 – первый магнитный спектрометр, 3 – первая ускорительная трубка, 4 – перезарядная мишень, 5 – 180° электростатический поворот, 6 – вторая ускорительная трубка, 7 – второй магнитный спектрометр, 8 – времяпролетный детектор ионов, 9 – электроизоляционный бак ускорителя

Fig. 2. Scheme of the USF “AMS BINP SB RAS”: 1—source of negative ions; 2—first magnetic spectrometer; 3—first accelerating tube; 4—charge-exchange target; 5—180° electrostatic rotation; 6—second accelerating tube; 7—second magnetic spectrometer; 8—TOF ion detector 9—electrically insulating tank of the accelerator

Проведение радиоуглеродного анализа методом УМС состоит из следующих этапов.

1. Генерация ионного пучка. В отличие от обычной масс-спектрометрии в методе УМС традиционно используются источники отрицательных ионов распылительного типа. Использование отрицательных ионов решает сразу несколько проблем. Наиболее важно подавление формирования фона от изобар. Изобары – это паразитные ионы с тем же атомным весом A , что и исследуемые, но с отличным зарядом ядра Z . В случае с ^{14}C ($Z = 6$, $A = 14$) изобарой является азот ($Z = 7$, $A = 14$). В общем случае ионы изобар очень тяжело отделить от ионов интересующего изотопа. При одинаковом заряде иона и одинаковой атомной массе невозможно произвести разделение в электрических или магнитных полях. Для этого нужно либо добиться полной ионизации, и тогда разные заряды ядер позволят произвести разделение ионов в магнитном спектрометре, либо можно воспользоваться зависимостью ионизационных потерь в веществе от заряда ядра. То есть ионы пучка тормозятся в тонкой пленке. В результате у ионов изобар происходят потери энергии, отличные от ионов интересующего нас изотопа. Оба способа требуют ускорения ионов до сравнительно высоких энергий, что достигается использованием электростатического ускорителя с напряжением 3–5 МВ. В случае радиоуглерода изобарой является основной изотоп ^{14}N . Но азот не образует стабильных отрицательных атомарных ионов, поэтому его полное подавление происходит прямо в ионном источнике. Данное свойство является одним из базисных, на которых основан метод УМС для ^{14}C .

Формирование пучка отрицательных ионов углерода происходит по следующей схеме. Графитизированный образец, запрессованный в центр алюминиевого держателя, является катодом. Центральная область с углеродом имеет диаметр 1 мм. Она облучается сфокусированным потоком ионов цезия. Сфокусированный поток ионов цезия образуется следующим образом. В вакуумном резервуаре находится небольшое количество металлического цезия, примерно 1–3 г. Резервуар нагревается до температуры 150–200 °С. Затем пары цезия по трубке подаются на ионизатор – вогнутую сферическую молибденовую поверхность, нагретую до 1000 °С и находящуюся под потенциалом +8 кВ относительно катода. Напряжение на катоде составляет –25 кВ, на ионизаторе – –17 кВ относительно земли. На поверхности ионизатора происходит термическая ионизация атомов цезия. Получившиеся ионы цезия ускоряются в направлении катода электрическим полем. Сферическая поверхность ионизатора и правильная геометрия электрического поля обеспечивают фокусировку ионов цезия в центр катода.

На поверхности углеродного образца одновременно происходит несколько процессов: часть ионов цезия остается на поверхности катода и понижает работу выхода электронов, другая часть, бомбардируя катод, производит распыление процезированной поверхности. Цезий, с одной стороны, будучи щелочным металлом, легко отдает свой единственный внешний электрон, с другой стороны, обладая высокой массой, эффективно распыляет материал углеродной поверхности. В результате этого распыления образуется небольшой процент отрицательных ионов. Помимо атомарных ионов углерода C^- , также образуются молекулярные ионы, CN^- , CN_2^- и другие, а также кластерные ионы C^{2-} , C^{3-} и прочее. Продукты распыления катода оседают на внутренних поверхностях ионного источника и больше не участвуют в формировании пучка. Поэтому распылительный ионный источник с твердым катодом обладает малой памятью между образцами. Это свойство дает значительное преимущество перед газовыми ионными источниками. Электрическое поле производит ускорение отрицательных ионов с поверхности катода в направлении, противоположном движению ионов цезия. На выходе из ионного источника происходит дополнительное ускорение пучка до полной энергии 25 кэВ. Благодаря малому диаметру катода (1 мм) полученный пучок обладает очень высокой яркостью. В зависимости от настроек источника можно получать токи 10–100 мкА C^- . Катоды с образцами установлены в барабан. Последовательное получение пучка с разных катодов обеспечивается вращением барабана. В барабане УМС ИЯФ помещается 23 катода. Данный тип ионного источника был придуман в 70-х годах XX века и с тех пор используется с небольшими изменениями почти на всех существующих УМС.

2. Далее в первом магнитном спектрометре происходит разделение исходного пучка по массам 12, 13, 14 и их последовательная инжекция в ускоритель. Поскольку счет ^{14}C на выходе УМС пропорционален току исходного пучка, то необходимо измерение токов массы 12 или 13 на выходе УМС для нормирования счета ^{14}C . На данном этапе пучок массы 14 состоит в основном из фона молекул $^{12}\text{CH}_2^-$ и $^{13}\text{CH}^-$. После магнитного спектрометра происходит ускорение пучка в первой ускорительной трубке до напряжения +1 МВ.

3. После ускорения пучок с энергией 1,025 МэВ попадает в перезарядную мишень. В мишени происходит обдирка ионов пучка в столкновениях с атомами мишени с заряда -1 до различных зарядовых состояний 0, +1, +2, +3, +4 и пр. Спектр зарядовых состояний получается благодаря вероятностной природе столкновительной ионизации и росту энергии ионизации с зарядом. Чем выше заряд, тем меньше соответствующий процент ионов пучка. При этом существует зарядовое состояние, перезарядка в которое происходит с максимальной эффективностью для заданной энергии ионов. Оно растет с ростом энергии пучка. Так, для перезарядки в состояние +1 максимальная эффективность достигается при энергии 0,2 МэВ и составляет примерно 50 %. Для перезарядки в состояние +3 максимальная эффективность достигается при энергии уже 2 МэВ и составляет 55 %, а на энергии 1 МэВ составляет всего 20 %.

В УМС ИЯФ используется мишень на парах магния. В других УМС, как правило, используется газовая мишень с рециркулирующей рабочей газом. Использование магния имеет два преимущества: пары магния конденсируются на холодных поверхностях и тем самым, с одной стороны, не ухудшают вакуум в ускорителе, а с другой стороны, позволяют отказаться от системы рециркуляции, за счет чего упрощается конструкция. Улучшение вакуума в ускорителе уменьшает фон ^{14}C в измерениях.

После перезарядной мишени в УМС ИЯФ происходит фильтрация пучка в 180° электростатическом повороте. Отбирается зарядовое состояние +3. В этом зарядовом состоянии молекулы фона $^{12}\text{CH}_2^{3+}$ и $^{13}\text{CH}^{3+}$ нестабильны из-за кулоновского отталкивания. В результате они почти мгновенно распадаются на осколки. Использование заряда +3 для уничтожения молекул фона является вторым базисным принципом, на котором основан метод УМС для ^{14}C . Осколки молекул имеют неправильное соотношение энергии и заряда для прохождения 180° электростатического поворота, поэтому полностью отсеиваются. Именно перезарядка в состояние +3 вызывает необходимость ускорения ионов до энергии порядка 1 МэВ. Далее пучок ускоряется во второй ускорительной трубке до энергии 4,025 МэВ. После этого происходит окончательная фильтрация пучка во втором магнитном спектрометре, а затем измерение тока ^{13}C для нормировки счета ^{14}C .

4. Наконец, происходит регистрация ионов. В УМС ИЯФ используется тонкопленочный времяпролетный детектор. Он состоит из трех датчиков, разделенных двумя пролетными промежутками. Датчики регистрируют момент пролета иона, формируя на выходе электрический импульс. Измерив время между импульсами, мы получаем время пролета соответствующих промежутков. Фоновые ионы, имеющие массу или энергию отличную от таковой у ^{14}C , будут давать неправильное время пролета. Таким образом, детектор способен не только регистрировать факт прохождения иона, но и производить фильтрацию фона по времени пролета. После набора статистики ^{14}C производится сравнение измеряемых образцов с образцами-стандартами (с известной концентрацией радиоуглерода). Далее из содержания ^{14}C вычисляется радиоуглеродный возраст, из которого можно получить календарный возраст, используя калибровочную кривую.

Для получения графитизированных катодов для УНУ «УМС ИЯФ СО РАН» сотрудниками Института катализа им. Г. К. Борескова разработана и собрана абсорбционно-каталитическая установка [4], которая дает хорошую производительность и достаточную для радиоуглеродного датирования чистоту проб. Установка включает стадии сжигания образца, прошедшего перед этим процедуру очистки и выделения целевого вещества (целлюлозы из древесины, коллагена из кости, гуминовых кислот из почв и т. д.), сорбции углекислого газа на селективном

сорбенте, десорбции и каталитического восстановления CO_2 водородом. Процесс сжигания углеродсодержащего образца (4–10 мг) реализуется на катализаторе ИКТ-12-8 при $900\text{ }^\circ\text{C}$. Адсорбция на сорбенте CO_2 , в качестве которого может использоваться CaO , проводится при температуре $550\text{ }^\circ\text{C}$, затем линия вакуумируется, сорбент помещается в горячую зону при $920\text{ }^\circ\text{C}$ для десорбции CO_2 . Выделяющийся CO_2 с помощью жидкого азота вымораживается в кварцевой или пирексовой пробирке, содержащей 7–8 мг порошка $\alpha\text{-Fe}$ (Aldrich-325 mesh), измеряется давление газа, вводится 20 % избыток относительно стехиометрического количества водорода и проводится каталитическое зауглероживание при $550\text{ }^\circ\text{C}$ и общем давлении около 1,2 бар в течение 5–6 часов. В холодной зоне пробирки для зауглероживания имеется осушитель – персульфат магния или силикагель, пропитанный серной кислотой, необходимый для удаления образующейся воды и сдвига равновесия в сторону образования элементарного углерода. После завершения процесса порошок, содержащий 2–3 мг углерода, прессуется в таблетки и направляется на анализ на УНУ «УМС ИЯФ СО РАН». Процедуре зауглероживания, помимо исследовательских образцов, подвергаются также стандартные образцы, применяемые во всех мировых радиоуглеродных лабораториях, например щавелевой кислоты OхI и SRM 4990C (OхII) или сахарозы ANU. Относительное содержание радиоуглерода $^{14}\text{C}/^{13}\text{C}$ в исследовательских образцах нормируется на содержание $^{14}\text{C}/^{13}\text{C}$ в современном углероде, определяемом по стандартным образцам.

Можно отметить, что на описанной установке графитизации достигаемая чистота проб не превышает 0,8 %, в среднем около 1 % от современного уровня ^{14}C , однако в отличие от зарубежных аналогов разработанная система графитизации позволяет быстро и недорого получать качественные зауглероженные пробы от нетипичных объектов: например, высокосернистых материалов (тяжелые нефти, и др.), меченных ^{14}C биологических тканей, вирусов, органических аэрозольных частиц [5–7]. Кроме того, в ЦКП проводится датирование нагара на керамике и металлических изделиях, карбонатных натеков, растворенного в артезианской воде углекислого газа и растворенного в подземных водах метана. Некоторые уникальные методики подготовки графитизированных проб для УМС-анализа зарегистрированы как ноу-хау и запатентованы в России [8].

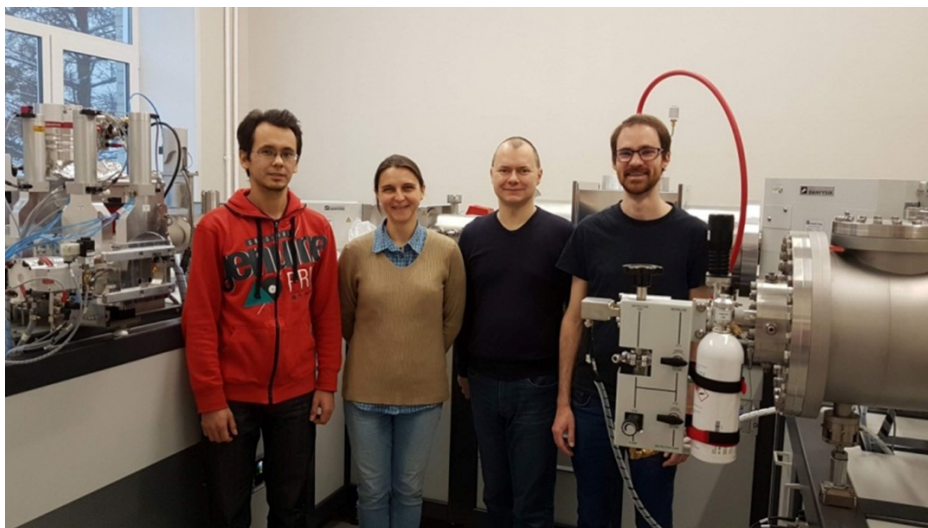


Рис. 3. Сотрудники НГУ после запуска MICADAS-28 в 2019 году (слева направо): А. В. Петрожицкий, Е. В. Пархомчук, М. М. Игнатов, а также сотрудник Ionplus Саша Максайнер (крайний справа)

Fig. 3. NSU employees after the launch of MICADAS-28 in 2019 (left to right): A. V. Petrozhitsky, E. V. Parkhomchuk, M. M. Ignatov, and the specialist of Ionplus Sascha Maxeiner

За время совместной работы химиков и физиков Новосибирска спрос на УМС-исследования в России значительно возрос, на УНУ «УМС ИЯФ СО РАН» проводится радиоуглеродный анализ более 1 500 образцов в год. В 2019 году НГУ приобрел MICADAS-28 (рис. 3) и появилась возможность дальнейшего развития областей применения УМС-анализа.

Установленная в НГУ система радиоуглеродного анализа MICADAS (Mini Carbon Dating System) включает в себя систему графитизации (AGE-3 или Automated Graphitisation Equipment), систему прессования подготовленного графита и непосредственно ускорительный масс-спектрометр.

Автоматическая система графитизации AGE-3 [9] позволяет за один цикл работы провести графитизацию до семи образцов. Основной концепцией AGE-3 является отказ от использования жидкого азота для сбора CO_2 . AGE-3 соединяется с элементным анализатором (Elementar Vario Isotope) для подготовки образцов графита (0,4–1 мг С). CO_2 , полученный при сжигании исходного образца и отделенный от остальных примесей на хроматографической колонке, из элементного анализатора переносится потоком гелия в адсорбционную ловушку AGE-3, в качестве которой выступает цеолит. При комнатной температуре CO_2 улавливается адсорбцией на ловушке. После концентрирования CO_2 и вакуумирования ловушки для удаления газа-носителя, ее нагревают до 420 °С в течение 50 с и выдерживают при этой температуре в течение 10 с. CO_2 десорбируется из цеолита и переносится в вакуумированный реактор графитизации за счет расширения газа. В качестве реагента добавляется газообразный водород, катализатором служит порошок железа (примерно 5 мг Fe на 1 мг С). Затем реакторы нагреваются до 580 °С в течение 120 мин, вода удаляется в ловушках, охлаждаемых элементами Пельтье. Для дальнейшего измерения полученный графит помещается в катоды с помощью пневматического пресса. Катоды вставляются в линейный магазин, вмещающий до 39 образцов. Чистота графитизированных проб достигает 0,2 % от современного уровня ^{14}C и позволяет проводить радиоуглеродный анализ древних артефактов возрастом до 75 тыс. лет.

Ускорительный масс-спектрометр MICADAS специально разработан и предназначен для рутинного выполнения радиоуглеродного анализа. Конструкция MICADAS подробно описана в [10; 11]. В отличие от УМС ИЯФ СО РАН, конструкция MICADAS имеет следующие особенности, которые позволяют производить измерения ^{14}C с минимальными затратами.

5. Гибридный источник отрицательных ионов углерода. Для загрузки образцов в ионный источник MICADAS, в отличие от УМС ИЯФ, применяется вакуумная шлюзовая камера. Шлюз имеет отдельную систему откачки и систему шиберов с пневматическим приводом. Это позволяет производить смену образцов без нарушения вакуума в основной камере ионного источника. Образцы устанавливаются в магазин, имеющий 39 мест. Он линейно перемещается по направляющей внутри шлюза относительно магнитного манипулятора. Манипулятор производит захват соответствующего образца и помещает его в держатель катода в ионном источнике. Формирование пучка ионов C^- происходит аналогично УМС ИЯФ СО РАН. По окончании цикла измерений образца манипулятор извлекает текущий катод и устанавливает его обратно в магазин. После этого магазин перемещается на следующую позицию. Смена образца занимает примерно 10 с. Извлечение магазина из ионного источника происходит автоматически. Использование шлюза позволяет исключить влияние процедуры смены магазина на режим работы ионного источника. В результате повышается стабильность параметров и сокращаются потери времени на повторный запуск и настройку режима работы. Напряжение на катоде составляет –38кВ, рабочий ток С – 65–85 мкА [9].

6. Тандемный ускоритель с напряжением до 200 кВ с вакуумной электрической изоляцией и коммерчески доступным высоковольтным полупроводниковым источником питания. В этом ускорителе используется толстая гелиевая перезарядная мишень. Гелий из мишени свободно вытекает в вакуумный объем ускорителя и скачивается мощной системой откачки. В этом же объеме находится электрическое поле, ускоряющее пучок. В этой концепции отсутствуют ускорительные трубки, что упрощает конструкцию ускорителя и позволяет отказаться

от использования элегаза (SF_6). В MICADAS используется перезарядка ионов в состояние +1. В этом состоянии молекулы $^{12}\text{CH}_2^+$ и $^{13}\text{CH}^+$ стабильны. Их развал производится в множественных столкновениях с атомами мишени. Поэтому плотность мишени существенно больше, чем необходимо для достижения зарядового равновесия в пучке. Уникальность гелия заключается в том, что он все еще имеет высокое сечение перезарядки в +1, но при этом рассеяние ионов пучка на нем мало из-за его малой массы. Именно возможность уничтожения молекул в столкновениях позволила использовать сравнительно низкую энергию ионов 200 кэВ. При этом необходимо уточнить, что данный способ уничтожения молекул не дает абсолютного подавления, а лишь ослабляет молекулярный фон примерно в 10^6 раз относительно современного уровня ^{14}C .

7. Магнитные спектрометры на постоянных магнитах. В MICADAS для создания магнитного поля в спектрометрах используются постоянные магниты. Это позволяет избавиться от источников питания обмоток, системы охлаждения обмоток и снизить потребление электроэнергии. В номинальном режиме MICADAS потребляет 2,5 кВт. После второго магнита происходит регистрация токов $^{12}\text{C}^+$ и $^{13}\text{C}^+$ цилиндрами Фарадея. Далее ионы $^{14}\text{C}^+$ попадают в электростатический анализатор, который позволяет избавиться от разброса энергий, возникшего в результате прохождения пучка через перезарядную мишень.

8. Ионизационный детектор ^{14}C . В MICADAS для регистрации ионов используется газовый ионизационный детектор полного поглощения. Рабочий газ – чистый изобутан с рабочим давлением 14 мбар. Камера детектора отделена от вакуума ускорителя окном из нитрида кремния толщиной 50 нм. В детекторе производится продольный сбор первичной ионизации без газового усиления. Выходные импульсы усиливаются малощумящим встроенным предусилителем. Данный детектор является простым счетчиком ^{14}C . В отличие от полупроводниковых детекторов аналогичного функционала, детектор MICADAS обладает существенно большей радиационной стойкостью, то есть параметры детектора не деградируют с ростом набранного числа ^{14}C .

9. Программное обеспечение. Система управления MICADAS имеет очень высокую степень автоматизации, что сильно упрощает настройку измерения ^{14}C и облегчает эксплуатацию машины. Измерения могут производиться круглосуточно в автоматическом режиме без участия оператора. Установка MICADAS не требует выключения, поэтому все источники питания постоянно включены и находятся в номинальном режиме работы. Это позволяет получить высокую стабильность измерений и производительность. Данные, полученные во время измерения, обрабатываются с использованием программного обеспечения BATS (v. 4.30). Обработка включает нормализацию данных, автоматические коррекции для образцов-бланков, стандартизированных образцов, учитывает фракционирование изотопов и систематические эффекты, возникающие во время измерения.

В 2022 году ЦКП «УМС НГУ-ННЦ» успешно прошел неформальную международную сертификацию своей деятельности. В сентябре 2022 года в Цюрихе (Швейцария) состоялась научная конференция, на которой были подведены результаты «всемирного экзамена» датировочных лабораторий The Glasgow International Radiocarbon Intercomparison (GIRI), занимающихся ускорительной масс-спектрометрией (УМС). Из 146 мировых ускорительных масс-спектрометров в конкурсе принимали участие 70 лабораторий, и только 55 лабораторий, включая ЦКП «УМС НГУ-ННЦ», успешно его прошли. Данные о радиоуглеродном датировании 17 различных образцов GIRI – китовой кости, гуминовых кислот, ячменной шелухи, целлюлозы, древесины – показали 100 % попадание в «ответы экзаменационных задач».

Подводя итоги, можно сказать, что начатая несколько лет назад работа в ЦКП «УМС НГУ-ННЦ» набирает обороты: помимо самостоятельно проводимых научных исследований сотрудники выполняют совместные работы со множеством научных организаций различного профиля и учреждениями культуры, а также участвуют в образовательной деятельности – ведут курсы по радиоуглеродному датированию и изотопному анализу для студентов НГУ и прово-

дят мастер-классы по указанным направлениям. В перспективе планируется создание курса по ускорительной масс-спектрометрии, включающего в том числе лабораторный практикум для студентов.

Список литературы

1. Алиновский Н. И., Гончаров А. Д., Ключев В. Ф., Константинов С. Г., Константинов Е. С., Крючков А. М., Пархомчук В. В., Петриченков М.В., Растигеев С. А., Рева В. Б. Ускорительный масс-спектрометр СО РАН // Журнал технической физики. 2009. Т. 79, № 9. С. 107–111.
2. Parkhomchuk V. V., Rastigeev S. A. Accelerator mass spectrometer of the center for collective use of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences // Journal of Surface Investigation. 2011. Vol. 5, iss. 6. Pp. 1068–1072.
3. Пархомчук В. В., Петрожицкий А. В., Растигеев С. А. Селекция ионов в ускорительном масс-спектрометре ИЯФ СО РАН // Письма в журнал “Физика элементарных частиц и атомного ядра”. 2012. Т. 9, № 4–5. С. 729.
4. Lysikov A. I., Kalinkin P. N., Sashkina K. A., Okunev A. G., Parkhomchuk E. V., Rastigeev S. A., Parkhomchuk V. V., Kuleshov D. V., Vorobyeva E. E., Dralyuk R. I. Novel simplified absorption-catalytic method of sample preparation for AMS analysis designed at the Laboratory of Radiocarbon Methods of Analysis (LRMA) in Novosibirsk Akademgorodok // International Journal of Mass Spectrometry. 2018. Vol. 433. P. 11–18.
5. Parkhomchuk E. V., Gulevich D. G., Taratayko A. I., Baklanov A. M., Selivanova A. V., Trubitsyna T. A., Voronova I. V., Kalinkin P. N., Okunev A. G., Rastigeev S. A., Reznikov V. A., Semeykina V. S., Sashkina K. A., Parkhomchuk V. V. Ultrasensitive detection of inhaled organic aerosol particles by accelerator mass spectrometry // Chemosphere. 2016. Vol. 159. P. 80–88.
6. Пархомчук Е. В., Петрожицкий А. В., Игнатов М. М., Кулешов Д. В., Калинин П. Н., Прокопьева Е. А., Кутнякова Л. А., Пархомчук В. В. Ускорительная масс-спектрометрия для биомедицинских приложений (краткий обзор) // Траектория исследований – человек, природа, технологии. 2022. Т. 1, № 1. С. 61–77.
7. Прокопьева Е. А., Пархомчук Е. В., Соболев И. А., Шестопапов А. М. Разработка нового метода диагностики вирус-клеточного взаимодействия с помощью ускорительной масс-спектрометрии // Современные проблемы науки и образования. 2019. № 1.
8. 1) Метод определения сверхнизких концентраций вирусов для диагностики *in vitro* и *in vivo*. Свидетельство о регистрации НОУ-ХАУ №44 от 29.12.2020 г. 2) Способ пробоподготовки биоорганических образцов. Патент РФ № 2560066, опубл. 20.08.2015, Бюл. № 23. 3) Метод пробоподготовки биоорганических образцов. Патент РФ № 2574738, опубл. 10.02.2016, Бюл. № 4. 4) Метод диагностики вирусов и вирусных инфекций. Патент РФ № 2759906, опубл. 18.11.2021 Бюл. № 32.
9. Wacker L., Němec M., Bourquin J. A revolutionary graphitisation system: Fully automated, compact and simple // Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. with Mater. Atoms. 2010. Vol. 268. Pp. 931–934.
10. Synal H.-A., Stocker M., Suter M. MICADAS: A new compact radiocarbon AMS system // Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. with Mater. Atoms. 2007. Vol. 259. Pp. 7–13.
11. Fahrni S. M., Wacker L., Synal H. A., Szidat S. Improving a gas ion source for ^{14}C AMS // Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. with Mater. Atoms. 2013. Vol. 294. Pp. 320–327.

References

1. Alinovsky N. I., Goncharov A. D., Klyuev V. F., Konstantinov S. G., Konstantinov E. S., Kryuchkov A. M., Parkhomchuk V. V., Petrichenkov M. V., Rastigeev S. A., Reva V. B. Accelerator mass spectrometer for the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences. *Technical Physics*, 2009, vol. 54, iss. 9, pp. 1350–1354. (in Russ.)
2. Parkhomchuk V. V., Rastigeev S. A. Accelerator mass spectrometer of the center for collective use of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences. *Journal of Surface Investigation*, 2011, vol. 5, iss. 6, pp. 1068–1072.
3. Rastigeev S. A., Frolov A. R., Goncharov A. D., Klyuev V. F., Konstantinov E. S., Kutnyakova L. A., Parkhomchuk V. V., Petrozhitskii A. V. Development of the BINP AMS complex at CCU SB RAS. *Problems of Atomic Science and Technology*, 2012, iss. 3, pp. 188–190. (in Russ.)
4. Lysikov A. I., Kalinkin P. N., Sashkina K. A., Okunev A. G., Parkhomchuk E. V., Rastigeev S. A., Parkhomchuk V. V., Kuleshov D. V., Vorobyeva E. E., Dralyuk R. I. Novel simplified absorption–catalytic method of sample preparation for AMS analysis designed at the Laboratory of Radiocarbon Methods of Analysis (LRMA) in Novosibirsk Akademgorodok. *International Journal of Mass Spectrometry*, 2018, vol. 433, pp. 11–18.
5. Parkhomchuk E. V., Gulevich D. G., Taratayko A. I., Baklanov A. M., Selivanova A. V., Trubitsyna T. A., Voronova I. V., Kalinkin P. N., Okunev A. G., Rastigeev S. A., Reznikov V. A., Semeykina V. S., Sashkina K. A., Parkhomchuk V. V. Ultrasensitive detection of inhaled organic aerosol particles by accelerator mass spectrometry. *Chemosphere*, 2016, vol. 159, pp. 80–88.
6. Parkhomchuk E. V., Petrozhitskiy A. V., Ignatov M. M., Kuleshov D. V., Kalinkin P. N., Prokopyeva E. A., Kutnyakova L. A., Parkhomchuk V. V. Accelerator mass–spectrometer for biomedical applications (short review), 2022, vol. 1, iss. 1, pp. 61–77. (in Russ.)
7. Prokopyeva E. A., Parkhomchuk E. V. Accelerator mass–spectrometer for detecting ultra–low concentration of viral particles, labelled by radiocarbon. *Research trajectory – human, nature, technologies*, 2022, vol. 1, iss. 1, pp. 61–77. (in Russ.)
8. 1) Method for determination of ultra–low concentrations of viruses for in vitro and in vivo diagnostics. Registration certificate KNOW-HOW No. 44 dd December 29, 2020. 2) Method for sample preparation of bioorganic samples. Ru Patent No. 2560066, publ. 08/20/2015, Bull. no. 23. 3) Method of sample preparation of bioorganic samples. Ru Patent No. 2574738, publ. 02/10/2016, Bull. No. 4. 4) Method for diagnosing viruses and viral infections. Ru Patent No. 2759906, publ. 11/18/2021 Bull. No. 32. (in Russ.)
9. Wacker L., Němec M., Bourquin J. A revolutionary graphitisation system: Fully automated, compact and simple. *Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. with Mater. Atoms*, 2010, vol. 268, pp. 931–934.
10. Synal H.-A., Stocker M., Suter M. MICADAS: A new compact radiocarbon AMS system. *Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. with Mater. Atoms*, 2007, vol. 259, pp. 7–13.
11. Fahrni S. M., Wacker L., Synal H. A., Szidat S. Improving a gas ion source for ^{14}C AMS. *Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. with Mater. Atoms*, 2013, vol. 294, pp. 320–327.

Информация об авторах

Василий Васильевич Пархомчук, академик РАН, доктор физико-математических наук, главный научный сотрудник, Институт ядерной физики им. Г. И. Будкера СО РАН (Новосибирск, Россия), профессор, Новосибирский государственный университет (Новосибирск, Россия)

Алексей Валентинович Петрожицкий, научный сотрудник, Институт ядерной физики им. Г. И. Будкера СО РАН (Новосибирск, Россия), Новосибирский государственный университет (Новосибирск, Россия)

Михаил Михайлович Игнатов, ведущий инженер, Институт археологии и этнографии СО РАН (Новосибирск, Россия), Новосибирский государственный университет (Новосибирск, Россия)

Екатерина Васильевна Пархомчук, кандидат химических наук, директор ЦКП, доцент кафедры физической химии, Новосибирский государственный университет (Новосибирск, Россия)

Information about the Authors

Vasiliy V. Parkhomchuk, Academician of the Russian Academy of Sciences, Doctor of Physical and Mathematical Sciences, Chief Researcher, Budker Institute of Nuclear Physics SB RAS (Novosibirsk, Russia), Professor, Novosibirsk State University (Novosibirsk, Russia)

Alexey V. Petrozhitsky, Researcher, Budker Institute of Nuclear Physics SB RAS (Novosibirsk, Russia), Novosibirsk State University (Novosibirsk, Russia)

Mikhail M. Ignatov, Leading Engineer, Institute of Archeology and Ethnography SB RAS (Novosibirsk, Russia), Novosibirsk State University (Novosibirsk, Russia)

Ekaterina V. Parkhomchuk, Candidate of Chemical Sciences, Director of the Central Collective Use Center, Associate Professor of the Department of Physical Chemistry, Novosibirsk State University (Novosibirsk, Russia)

*Статья поступила в редакцию 21.01.2022; одобрена после рецензирования 15.06.2022;
принята к публикации 12.07.2022*

*The article was submitted 21.01.2022; approved after reviewing 15.06.2022;
accepted for publication 12.07.2022*