

B4-88/76

UNIVERSITÄT BONN

Physikalisches Institut

Eine Gasüberwachungsanlage mit einem
Quadrupol-Massenspektrometer für die
ZEUS-Übergangsstrahlungskammern



Diplomarbeit



von
Udo Kapp
Juli 1988

Post address:
Nussallee 12
D-5300 Bonn 1
W-Germany



BONN-IR-88-35
Bonn University
July 1988
ISSN-0172-8741

UNIVERSITÄT BONN

Physikalisches Institut

Eine Gasüberwachungsanlage mit einem
Quadrupol-Massenspektrometer für die
ZEUS-Übergangsstrahlungskammern

Diplomarbeit

von
Udo Kapp
Juli 1988

Post address:
Nussallee 12
D-5300 Bonn 1
W-Germany



BONN-IR-88-35
Bonn University
July 1988
ISSN-0172-8741

Referent: Prof. Dr. Klaus Heinloth
Koreferent: Prof. Dr. Rudolf Wedemeyer

Inhaltsverzeichnis

0.1	Einleitung	2
1	Die ZEUS-Übergangsstrahlungskammern	3
1.1	Der ZEUS-Detektor	3
1.2	Die Übergangsstrahlungskammern	5
1.3	Das geplante Gasversorgungssystem	9
2	Die Gasanalyseanlage	11
2.1	Das Quadrupol-Massenspektrometer	11
2.2	Die Hochvakuumanlage	14
2.3	Rechner zur Steuerung der Anlage	18
3	Software zur Gasanalyseanlage	19
3.1	Übersicht	19
3.2	Das Hauptmenü	19
3.3	Die Aufnahme von Massenspektren	20
3.4	Die grafische Darstellung und Auswertung von Massenspektren	21
4	Die Testmessungen	24
4.1	Vorbereitung und Ablauf der Testmessungen	24
4.2	Die Auswertung der Massenspektren	26
4.3	Übersicht der Meßergebnisse	33
5	Diskussion der Meßergebnisse	35
6	Zusammenfassung und Ausblick	36
A	Technische Daten des Massenspektrometers QMG 112	37
B	Datenformate der Schnittstelle QMI 112	39
C	Die Dialogbox zur Aufnahme eines neuen Massenspektrums	42
D	Die Fenster zur grafischen Darstellung von Massenspektren	44
	Literaturverzeichnis	46

0.1 Einleitung

Bei DESY in Hamburg ist seit 1985 der Doppelspeicherring HERA (*Hadron-Elektron-Ringanlage*) im Bau, der 1990 in Betrieb genommen werden soll. An vier Stellen in diesem Ring treffen Elektronen mit einem Impuls von 30 GeV/c auf Protonen mit einem Impuls von 820 GeV/c. Für zwei dieser Kollisionspunkte sind Großdetektoren im Bau, sie heißen H1 und ZEUS.

Das Physikalische Institut der Universität Bonn ist am ZEUS-Experiment mit der Entwicklung und dem Bau zweier Komponenten beteiligt. Das sind die Rückwärtsdriftkammer RTD (*Rear Tracking Detector*) und der Vorwärtsdetektor, bestehend aus den Driftkammern FTD (*Forward Tracking Detector*) und den Übergangsstrahlungskammern TRD (*Transition Radiation Detector*). An zwei weiteren Komponenten, nämlich dem Vorwärtskalorimeter FCAL (*Forward Calorimeter*) und dem Rückwärtskalorimeter RCAL (*Rear Calorimeter*), arbeitet das Bonner Institut mit.

Weil die Protonen bei der Kollision einen sehr viel größeren Impuls haben als die Elektronen, erscheinen die entstehenden Sekundärteilchen vor allem in einem engen Kegel um die Flugrichtung des primären Protons. Der Vorwärtsdetektor, der diesen Kegel überdeckt, ist daher zum Teilchennachweis besonders wichtig. Die Übergangsstrahlungskammern sollen dabei Elektronen von den sehr viel häufigeren Hadronen trennen.

Die RÖNTGEN-Übergangsstrahlung (mit einer Photonenergie von einigen keV) wird durch Proportionalkammern nachgewiesen. Weil diese Kammern sehr empfindlich auf Verunreinigungen im Füllgas reagieren, ist eine sehr aufwendige Gasreinigung und -überwachung erforderlich. Diese Gasüberwachung ist das Thema der vorliegenden Arbeit.

Kapitel I gibt einen Überblick über den ZEUS-Detektor, die Übergangsstrahlungskammern und das geplante Gasversorgungssystem. Zu diesem Gassystem gehört die Analyseanlage, die in den Kapiteln II (Hardware) und III (PC-Software zur Steuerung) beschrieben ist. Kapitel IV enthält die Test- und Kalibriermessungen, deren Ergebnisse in Kapitel V diskutiert sind. Kapitel V behandelt auch mögliche Erweiterungen und Verbesserungen an der Anlage, und Kapitel VI faßt diese Arbeit abschließend zusammen.

Kapitel 1

Die ZEUS-Übergangsstrahlungskammern

1.1 Der ZEUS-Detektor

Bei den Elektron-Proton-Stößen im HERA-Doppelspeicherring sind Impulsüberträge Q^2 bis etwa $98\,400\text{ (GeV/c)}^2$ und eine Schwerpunktennergie bis etwa 314 GeV möglich. Bei diesen Impulsüberträgen erscheint das Proton als Gruppe dreier unabhängiger Quarks, man kann daher HERA als Elektron-Quark-Collider auffassen. Folgende Reaktionstypen herrschen bei dieser Elektron-Quark-Wechselwirkung vor [ZEU85]:

- Neutraler Strom

Zwischen dem Elektron und einem Quark des Protons wird ein Photon oder ein Z -Boson ausgetauscht. Dabei wird ein großer Impuls auf das Elektron und der entgegengesetzte Impuls auf das Quark übertragen, so daß ein Hadronbündel, der *Current Jet*, entsteht. Das primäre Elektron hat dann den umgekehrten Transversalimpuls des Current Jets.

- Geladener Strom

Hier ist das Austauschteilchen ein W -Boson. Dabei entsteht aus dem primären Elektron ein *Neutrino*, das den meist großen Transversalimpuls des Current Jets ausgleicht.

- Boson-Gluon-Fusion

Das Austauschboson (γ , Z_0 oder $W^\pm$) reagiert mit einem Gluon zu einem *Quark-Antiquark-Paar*, aus dem ebenfalls ein Jet entsteht. Dieser Mechanismus ist für die Bildung *schwerer Quarks* (z.B. bottom oder das vermutete top-Quark) verantwortlich. Wenn diese zerfallen, entstehen *einzelne Leptonen* in einem kleinen Winkel zu diesem Jet.

Allen drei Mechanismen ist der *Proton-Jet* gemeinsam, der aus den beiden „Zuschauer“-Quarks des primären Protons entsteht. Er verschwindet wegen seines kleinen Transversalimpulses weitgehend im Strahlrohr. Durch Gluon-Bremsstrahlung, die immer möglich ist, können auch noch *weitere Jets* entstehen.

Darüber hinaus soll ZEUS bei der Suche nach *exotischen Teilchen* mit Massen bis $314\text{ GeV}/c^2$ helfen.

Um alle diese möglichen Reaktionen genau erfassen zu können, besteht ZEUS aus verschiedenen Detektorteilen, die schalenförmig um den Wechselwirkungspunkt errichtet werden. Besonderer Wert wird dabei auf die *Kalorimetrie* (zur Messung von Energie der Hadron-Jets) und die *Lepton-Hadron-Trennung* (zum Nachweis der Zerfallsprodukte schwerer Quarks) gelegt. Die Anordnung entspricht dem bei Collidern üblichen Schema, also innen die Spurdetektoren, dann die Kalorimeter und außen die Müondetektoren. Sie ist aber wegen der sehr ungleichen Impulse von Elektron und Proton besonders auf den Vorwärtsteil, d.h. in Protonrichtung, ausgerichtet (siehe Abb. 1.1). Im einzelnen besteht ZEUS aus folgenden Komponenten:

- Der Zentraldetektor zur Spurerkennung

Er besteht aus der hochauflösenden *Vertexkammer* (VXD) zur Bestimmung des Kollisionspunktes und sekundärer Vertizes, den *Driftkammern* (FTD, CTD, RTD) zur Impulsmessung und den *Übergangsstrahlungskammern* (TRD, siehe Abschnitt 1.2) zur Verbesserung der Elektron-Hadron-Trennung.

Der Zentraldetektor wird von einem supraleitenden *Solenoid*, der ein 1.8 Tesla starkes Magnetfeld erzeugt, umschlossen.

- Das hochauflösende Kalorimeter (FCAL, BCAL, RCAL)

Dieses *Sampling-Kalorimeter* mit angereichertem Uran (^{238}U) als Absorber und Plastik-Szintillatoren als Detektor mißt vor allem die Energie der Hadron-Jets. Die innere Schicht dieses Kalorimeters erfaßt elektromagnetische Schauer.

- Das Restenergie-Kalorimeter (FBAC, BBAC, RBAC)

Dieses *Sampling-Kalorimeter* mit dem Eisen des Magnet-Rückflußjochs als Absorber und Drahtkammern als Detektor hat nur mäßige Energieauflösung, es erfaßt die „späten“ Hadronschauer und Müonen.

- Die Müon-Drahtkammern (FMUI, BMUI, RMUI, FMUO, BMUO1, BMUO2, RMUO)

Die Müonen werden erst *ganz außen* gemessen, da sie im Kalorimeter nur selten Schauer erzeugen.

- Die Kleinwinkel-Detektoren (in Abb. 1.1 nicht dargestellt)

Diese Detektoren stehen entfernt vom ZEUS-Hauptdetektor im HERA-Tunnel und erfassen die Teilchen *nahe der Strahlachse*, also z.B. den Proton-Jet, und dienen der Luminositätsmessung.

1.2 Die Übergangsstrahlungskammern

Wie schon im vorigen Abschnitt erwähnt, ist eine wirksame Elektron-Hadron-Trennung bei ZEUS besonders wichtig, weil Elektronen eine Signatur des Zerfalls schwerer Quarks sein können. Nach solchen Zerfällen erscheinen die Elektronen inmitten der Hadron-Jets. Weil in diesem Fall auf ein Elektron im Mittel etwa 300 Hadronen kommen, muß diese Trennung Hadronen mit einem *Faktor 1 000* gegenüber Elektronen unterdrücken. Dieses kann man nicht mit *einer* Detektorkomponente erreichen, daher benutzt man drei Komponenten zum Elektronnachweis:

- Das elektromagnetische Kalorimeter

Das ist der innere Teil des hochauflösenden Kalorimeters, in dem die Elektronen bevorzugt Schauer bilden.

- Die zentralen Driftkammern

In diesen wird der spezifische Energieverlust dE/dx gemessen, der bei Elektronen mit einem Impuls unter etwa 6 GeV/c höher ist als bei Hadronen gleichen Impulses.

- Die Übergangsstrahlungskammern

Diese vier Kammern (2 Kammern TRD1, 2 Kammern TRD2, siehe Abb. 1.2) werden *zwischen den Vorwärtsdriftkammern* eingebaut, weil die meisten Jets in der Protonrichtung liegen. Sie dienen zum Elektronnachweis im Impulsbereich von 1 bis 30 GeV/c, weil bei diesen Impulsen die Übergangsstrahlung *praktisch nur von Elektronen* erzeugt wird.

Die Übergangsstrahlung entsteht, wenn ein geladenes Teilchen die Grenzfläche zwischen zwei verschiedenen Dielektrika durchquert (siehe [APP87]). Dabei ist die insgesamt abgestrahlte Intensität, d.h. der Erwartungswert der Gesamtenergie der Photonen, proportional zum LORENTZ-Faktor γ und zum Quadrat der Teilchenladung. Sie ist also bei Elektronen viel größer als bei den anderen geladenen Teilchen. Weil die Wahrscheinlichkeit der Abstrahlung eines Photons an einem einzelnen Übergang nur von der Größenordnung der Feinstrukturkonstanten $\alpha \approx 1/137$ ist,

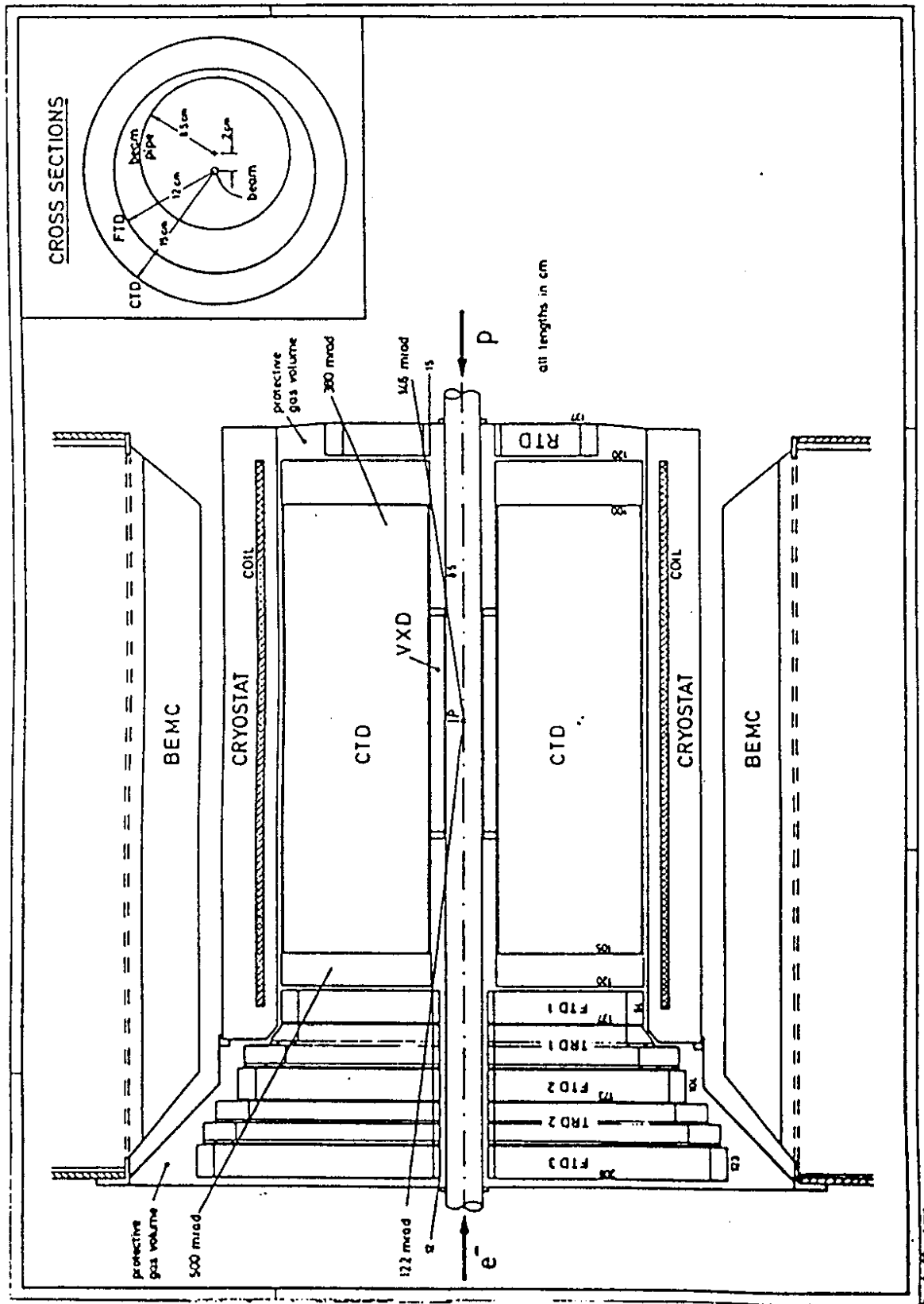


Abb. 1.2: Schnitt durch den inneren Teil von ZEUS längs der Strahlrichtung, entnommen aus [ZEU86].

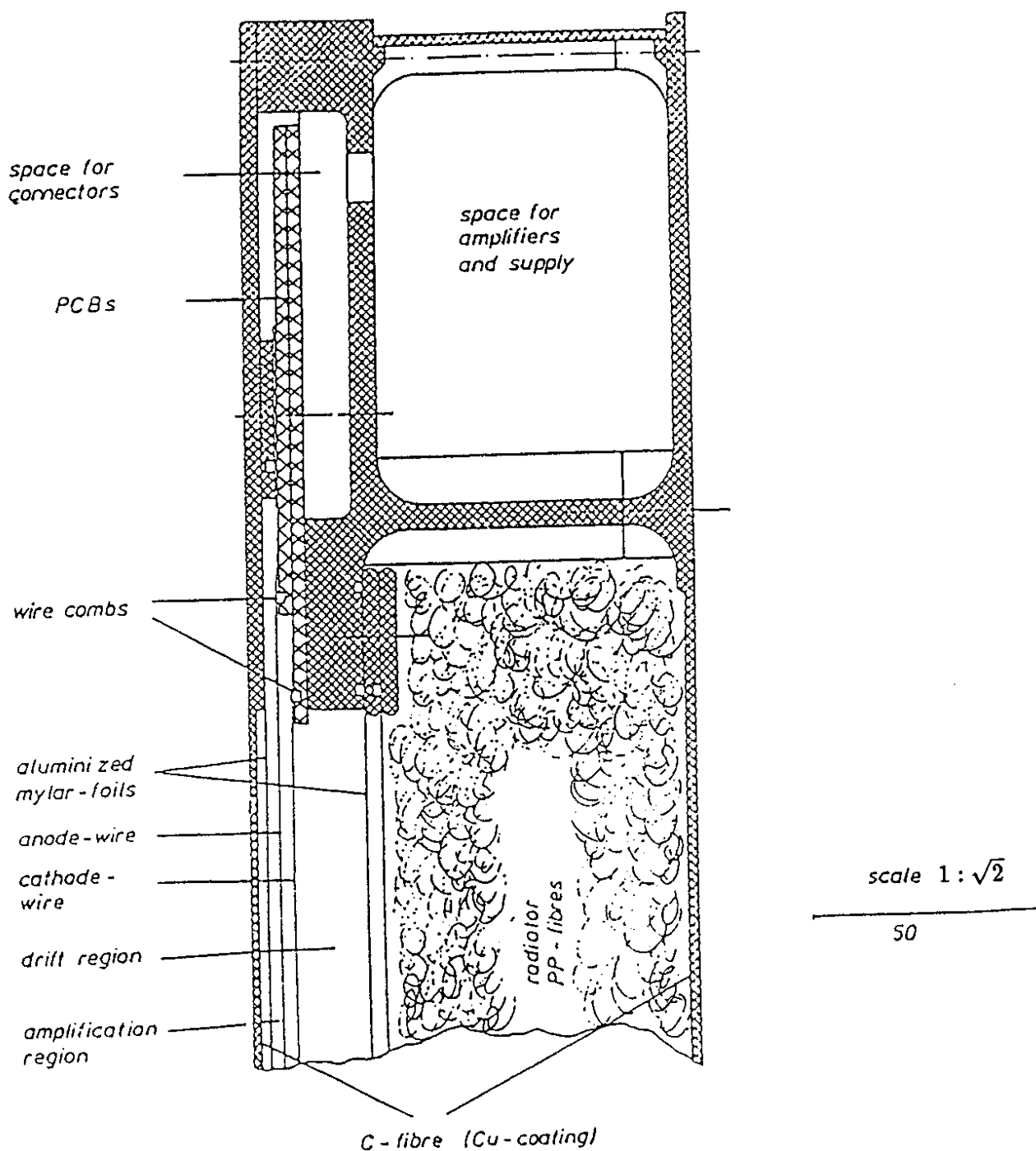


Abb. 1.3: Radialschnitt durch den äußeren Rand einer der vier ZEUS-Übergangsstrahlungskammern, entnommen aus [ZEU87]. Der Protonenstrahl in HERA bewegt sich von rechts nach links.

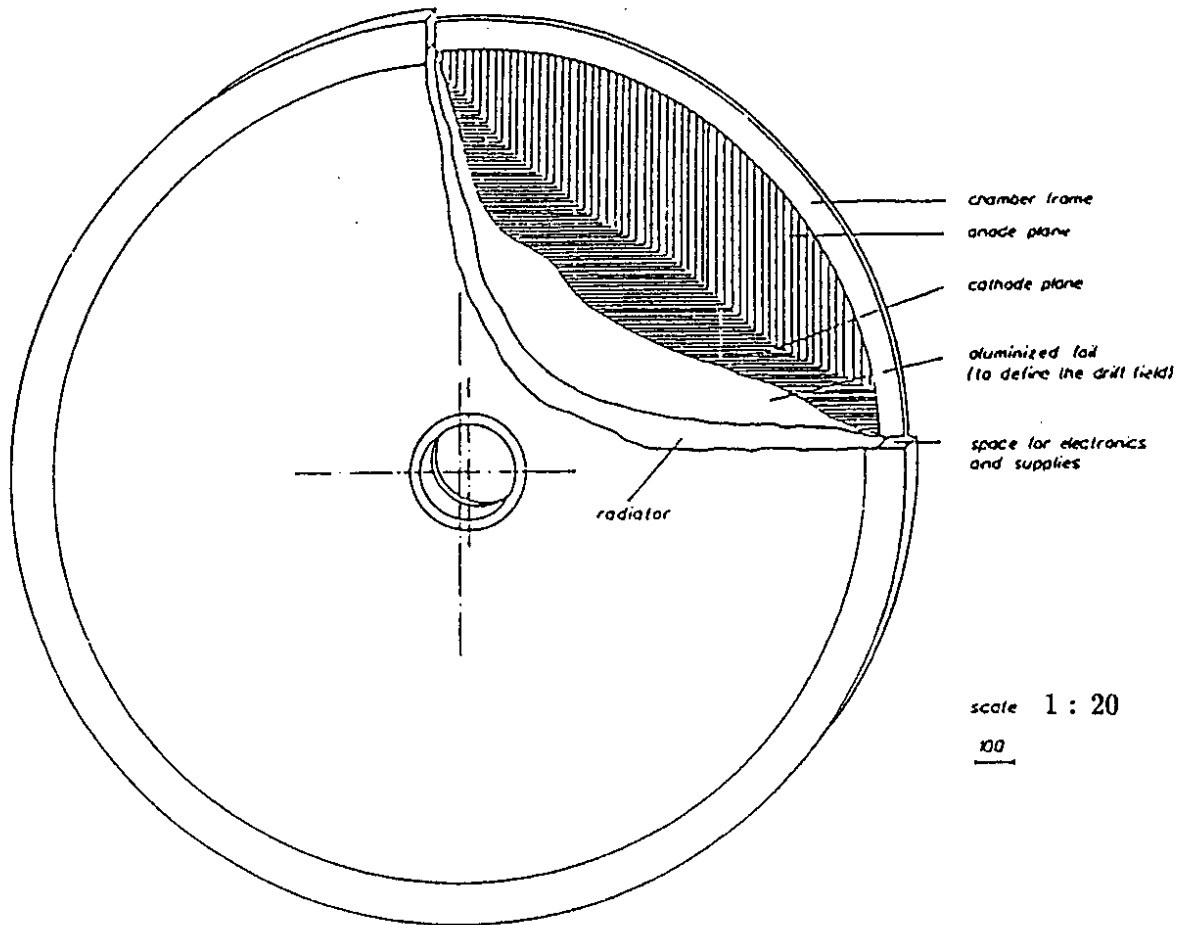


Abb. 1.4: Gesamtansicht einer ZEUS-Übergangsstrahlungskammer, entnommen aus [ZEU87]. Der Elektronenstrahl in HERA bewegt sich auf den Betrachter zu.

sind *einige 100 Übergänge* in einem Detektor nötig. So viele Übergänge erreicht man in den 7 cm dicken Lagen aus Polypropylenfaser-Vliesen, die bei ZEUS als Radiatoren verwendet werden (siehe [ZEU87] und Abb. 1.3). Die hier erzeugte Übergangsstrahlung liegt im RÖNTGENbereich mit einer *typischen Photonenergie von einigen keV*.

An diesen mit *Stickstoff* gefüllten Radiator schließt sich die insgesamt 22 mm dicke *Nachweiskammer* an (siehe [ZEU87], Abb. 1.3 und Abb. 1.4). Sie wird durch eine 23 μm dünne aluminiumbedampfte Kunststoffolie vom Radiator getrennt.

Das Kammergas zwischen diesen Folien besteht *überwiegend aus Xenon* (90 Vol.-%) mit kleinen Beimengungen von Kohlendioxid (8 Vol.-%) und Methylpropan („Isobutan“, 2 Vol.-%), den sog. Quenchern. Der Gasraum wird durch eine Potentialdrahtlage in zwei Schichten unterteilt, nämlich die 16 mm dicke *Driftregion*, in der die Photonen der Übergangsstrahlung absorbiert werden, und die 6 mm dicke *Gasverstärkungsregion* mit der Signaldrahtlage in der Mittelebene.

1.3 Das geplante Gasversorgungssystem

Die Gasversorgung der ZEUS-Übergangsstrahlungskammern wird aus folgenden Gründen sehr aufwendig:

- Genaue Druckregelung

Die Wand zwischen dem Radiator und der Übergangsstrahlungs-Nachweiskammer muß für die nachzuweisende RÖNTGENstrahlung durchlässig sein, damit die Photonen aus dem Radiator die Nachweiskammer erreichen können. Daher setzt man an dieser Stelle eine *dünne Folie* ein, die *nicht durch Gasdruck verformt* werden darf, weil sich sonst die Kammergeometrie und damit die elektrischen Felder innerhalb der Kammer unzulässig ändern würden. Der Gasdruck in den Kammern darf deshalb nur *einige Mikrobar* vom Umgebungsdruck (≈ 1 bar) abweichen.

- Hohe Forderungen an die Gasreinheit in den Detektorkammern

Die Übergangsstrahlungs-Detektorkammern sind, wie alle Driftkammern, besonders empfindlich auf *elektronegative Verunreinigungen*, da diese die Gasverstärkung drastisch verringern. Die Verstärkung beruht nämlich darauf, daß die Elektronen im starken elektrischen Feld nahe den Signaldrähten so schnell werden, daß sie weitere Elektron-Ion-Paare erzeugen. Dieser Effekt setzt sich dann lawinenartig fort, wenn die neuen Elektronen nicht durch Verunreinigungen wieder eingefangen werden. Von den wirksamsten Elektronenfängern, nämlich *Sauerstoff* und *Wasserdampf*, sind daher nur Volumenanteile von *einigen ppm* im Kammergas zulässig [ZEU87].

- Großer Bedarf an teurem Xenon

Die Detektoren der vier ZEUS-Übergangsstrahlungskammern haben insgesamt 173 Liter Gasvolumen (siehe [ZEU87]), das mit dem Gemisch aus 90 Vol.-% Xenon und 10 Vol.-% Quencher gefüllt wird. Damit der Xenonverbrauch im Langzeitbetrieb nicht zu hoch wird, muß man das Gas *fortlaufend umpumpen und reinigen*.

Abb. 1.5 zeigt das Schema der geplanten Gasversorgung der vier Übergangsstrahlungskammern. Vorgesehen sind *zwei getrennte Gassysteme*, nämlich eines für den Stickstoff in den Radiatoren und eines für das Xenon-Quencher-Gemisch in den Detektorkammern. Der Analysator für das Gas der Detektorkammern wird in die Gasleitung *unmittelbar hinter dem Hinterdruckbehälter* eingesetzt. Er hat vor allem zwei Aufgaben:

- Mischungsüberwachung

Die Volumenanteile von Xenon (90 %), Kohlendioxid (8 %) und Isobutan (2 %) sollen mit etwa 0,1 Vol.-% Genauigkeit eingehalten werden.

- Nachweis von Verunreinigungen

Elektronegative Verunreinigungen, wie Wasserdampf und Sauerstoff, sollen schon in Volumenanteilen unter 10 ppm erkannt werden.

Als Hauptinstrument der Gasüberwachung soll ein *Quadrupol-Massenspektrometer* eingesetzt werden und zusätzlich ein *Monitorzählrohr* mit einem radioaktiven Präparat (^{55}Fe , Photonenergie 5,9 keV). Dieses Zählrohr dient zum fortlaufenden Test der Gasverstärkung.

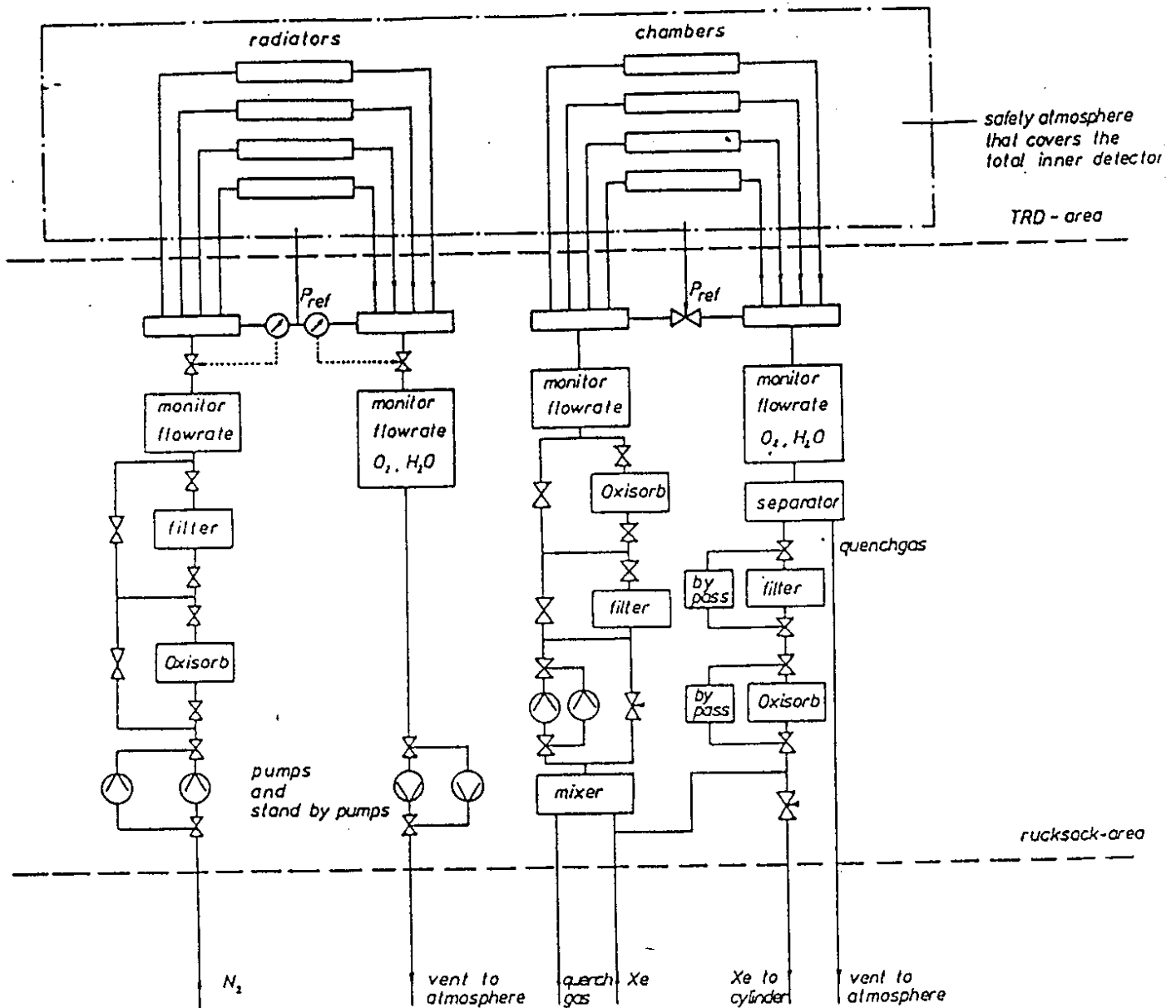


Abb. 1.5: Übersicht der Gasversorgung der ZEUS-Übergangsstrahlungskammern, entnommen aus [ZEU87]. OXISORB ist ein chemischer Sauerstoffabsorber der Firma MESSER-GRIESHEIM.

Kapitel 2

Die Gasanalyseanlage

2.1 Das Quadrupol-Massenspektrometer

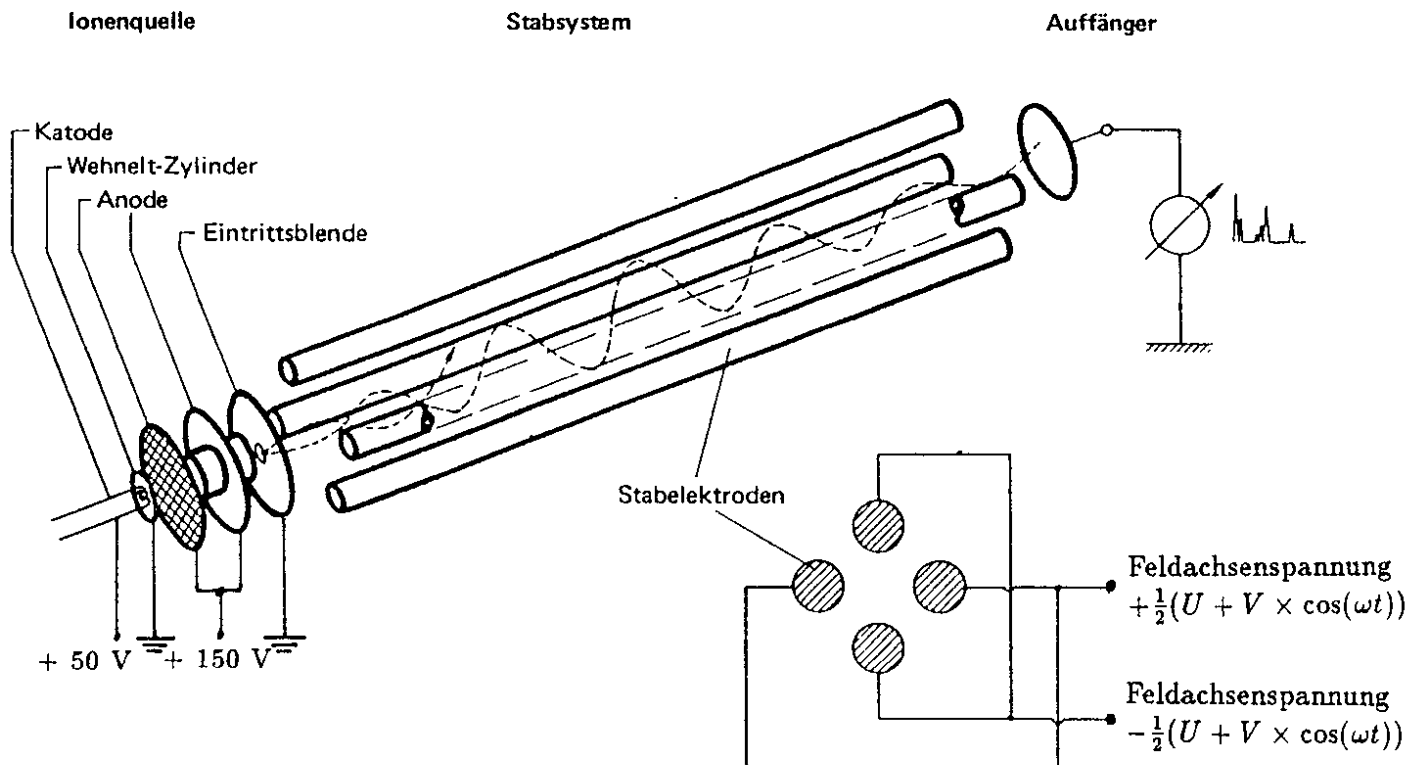


Abb. 2.1: Schematische Darstellung eines Quadrupol-Analysators, entnommen aus [BAL84].

Wie schon im vorigen Kapitel angegeben, soll das Analysegerät das Kammergas in zweierlei Hinsicht überwachen. Einerseits ist die Gasmischung, d.h. das Verhältnis zwischen Xenon und den Beimengungen, zu kontrollieren, und andererseits ist nach Verunreinigungen zu suchen. Ein Massenspektrometer kann diese beiden Aufgaben gleichzeitig erfüllen, denn es kann Gasanteile von einigen ppm bis zu 100 % erfassen. Ein weiterer Vorteil ist die Schnelligkeit der Messung, die Meßzeit bei einem bestimmten Massenwert beträgt nur wenige Sekunden. Die Spektrometersignale sind leicht zu interpretieren, weil die Massenzahl direkt auf die Gasart schließen läßt. Außerdem ist ein Massenspektrometer leicht zu kalibrieren, denn das Signal, das ist der Ionenstrom bei einer bestimmten Massenzahl, ist proportional zum Partialdruck des zugehörigen Gases.

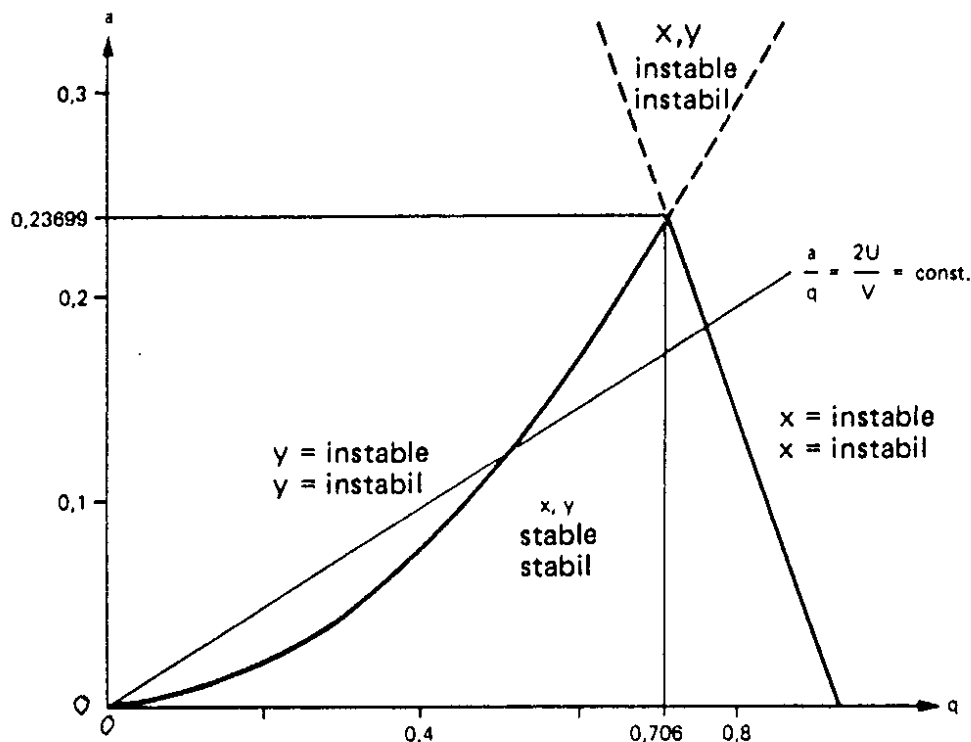


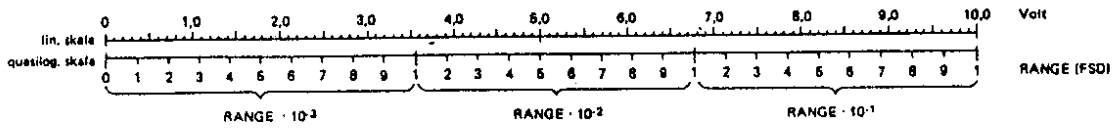
Abb. 2.2: Stabilitätsdiagramm, entnommen aus [BAL84].

Ein Massenspektrometer arbeitet wie ein Ionisations-Vakuummeter. Zuerst wird das Gas in einer Hochvakuumkammer ionisiert, dann leitet man die Ionen auf eine Auffangelektrode, von der sie über einen Meßverstärker abfließen. Der so gemessene Strom ist das Drucksignal. Beim Massenspektrometer liegt zwischen der Ionenquelle und dem Auffänger ein Trennsystem, das mit elektromagnetischen Feldern die Ionen nach ihrer spezifischen Masse M/e sortiert. Eine technisch einfache und daher für Gasanalysatoren vielbenutzte Anordnung ist das *Quadrupol-Spektrometer* (siehe [PAU58] und [BAL84]), das vor allem für kleine Massen (bis etwa 200 u) geeignet ist.

Abb. 2.1 zeigt den Aufbau des hier verwendeten Massenanalysators QMA 120 von BALZERS (Zu den technischen Daten siehe Anhang A.). Der Analysator arbeitet im *Hochvakuum* bei einem Totaldruck von etwa 2×10^{-6} mbar. Die von der Glühkathode kommenden Elektronen werden durch eine Gleichspannung von etwa 100 Volt beschleunigt und ionisieren im Anodenzyylinder die Gasatome und -moleküle. Die Gasionen werden dann durch die Eintrittsblende ins Trennsystem abgesaugt.

Zur Trennung der Ionen nach ihrer Masse dient ein *elektrisches Quadrupolfeld*. Die für ein ideales Quadrupolfeld nötige Hyperbelform der vier Elektroden wird hier durch Kreiszylinderstäbe von 100 mm Länge und 6 mm Durchmesser angenähert. Zwischen den Stabpaaren liegt eine einstellbare Gleichspannung U (von 0,5 V bis 137 V), der eine ebenfalls einstellbare Wechselfspannung $V \times \cos \omega t$ (Frequenz 2,0 MHz, V reicht von 1 V bis 820 V.) überlagert wird. Die Feldachsenspannung von ca. 6 Volt bremst die Ionen auf dem Weg zur Auffangelektrode.

MASSSTAB:



ÜBERTRAGUNGSFUNKTION AUTO RANGE:

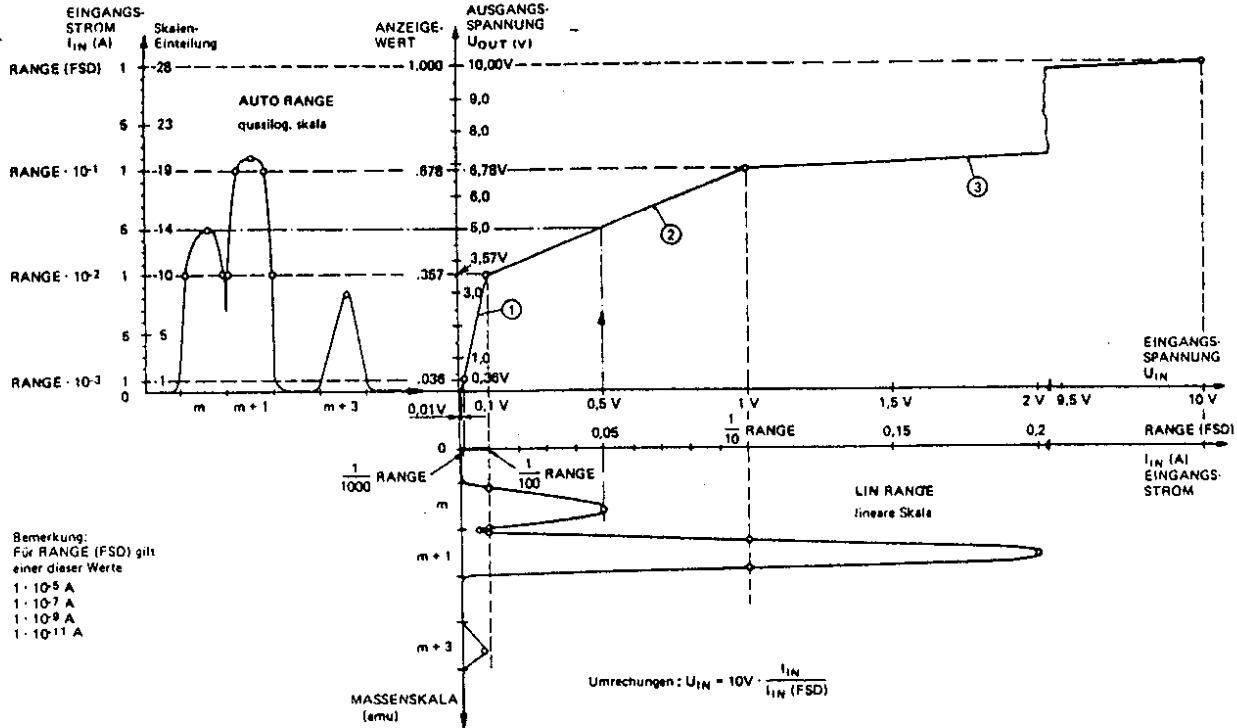


Abb. 2.3: Quasilogarithmische Nachverstärkung, entnommen aus [BAL84].

Die Ionen, die sich längs der Feldachse in z-Richtung bewegen, werden durch die Wechselspannung zu Schwingungen in x- und y-Richtung angeregt. Mit der klassischen Punktmechanik kann man diese Bewegung berechnen. Die Rechnung ergibt, daß es nur von zwei Größen abhängt, ob die Ionenbahn stabil ist, d.h. in der Nähe der Feldachse bleibt, oder nicht. Im letzteren Fall entfernt sich das Ion immer weiter von der Feldachse. Diese Kenngrößen sind

$$a = \frac{e}{M} \times \frac{8U}{r_0^2 \omega^2} \quad \text{und} \quad q = \frac{e}{M} \times \frac{4V}{r_0^2 \omega^2}.$$

Dabei ist e die Ionenladung, M die Ionenmasse, r_0 der Feldradius (Die Oberflächen der vier Elektroden sind durch die Hyperbelgleichungen $y^2 - x^2 = r_0^2$ und $x^2 - y^2 = r_0^2$ bestimmt.) und ω die Kreisfrequenz der Wechselspannung.

Abb. 2.2 zeigt das Stabilitätsdiagramm, nur Ionen mit Werten von a und q unterhalb der beiden Kurven haben stabile Bahnen. Bei fest eingestellten Feldparametern liegen alle Ionen auf einer Geraden $a/q = \text{const.}$, und nur Ionen in einem bestimmten Massenintervall bleiben in der Nähe der Feldachse. Breite und Lage dieses Intervalls auf der Massenskala kann man durch passende Wahl von a und q in weiten Grenzen verändern. Meist legt man die Arbeitsgerade möglichst weit nach oben, so daß nur ein kleines Fenster um $q \approx 0,706$ offen bleibt. Aus der Gleichung für q (siehe

oben) folgt, daß die durchgelassene spezifische Masse M/e *proportional* zu V ist. Die Wechselspannung ergibt also den Massenwert. Durch eine passende Steuerung der Gleichspannung U (U etwa proportional zu V) erreicht man eine *konstante Breite* des durchgelassenen Massenintervalls $\Delta(M/e)$ von etwa 1 u/Elementarladung.

Die Ionen, die auf ihrem Weg durch das Quadrupolfeld in der Nähe der Feldachse geblieben sind, erreichen schließlich den FARADAYbecher, von dem aus sie über den *Vorverstärker* abfließen. Dieser Vorverstärker liefert ein dem Ionenstrom proportionales Spannungssignal, das im Spektrometer-Steuergerät noch einmal *nachverstärkt* wird. Für die Vorverstärkung gibt es vier Meßbereiche: 10^{-5} A, 10^{-7} A, 10^{-9} A und 10^{-11} A Ionenstrom bei maximalem Signal. Dazu kommen noch vier Bereiche der Nachverstärkung: lineare Verstärkung um die Faktoren 1, 10, 100 und stückweise lineare (quasilogarithmische) Verstärkung. In diesem AUTO-Bereich werden kleine Signale stark vergrößert dargestellt, wie man in Abb. 2.3 sieht. Die AUTO-Skala hat gegenüber einer logarithmischen Skala den Vorteil eines definierten Nullpunktes. Ein Partialdruck von 2×10^{-6} mbar (das ist der Druck während der Gasanalysen) ergibt einige 10^{-10} A Ionenstrom. Die untere Meßgrenze des Verstärkers liegt bei etwa 2×10^{-15} A, das ergibt einen *nachweisbaren Gasanteil* von etwa 10^{-5} .

2.2 Die Hochvakuumanlage

Ein Massenspektrometer mißt –getrennt für jede Ionenmasse– den *Partialdruck am Ort der Ionenquelle*. Damit sich die Ionen ohne Stöße mit anderen Gasteilchen durch das Trennsystem bewegen können (der Weg von der Ionenquelle zum FARADAYbecher ist etwa 12 cm lang) ist im Massenanalysator ein Hochvakuum erforderlich. Zum Schutz der Glühkathode und der Ionenquelle darf bei dem hier benutzten Analysator der *Totaldruck höchstens* 10^{-5} mbar betragen (siehe [BAL84]), daher wird das Spektrometer bei etwa 2×10^{-6} mbar betrieben.

„Betrieben“ bedeutet, daß das zu prüfende Gas mit diesem Druck in die Hochvakuumkammer eingelassen wird. Dort wird es dann *zusammen mit dem Restgas in der Kammer* analysiert. Damit dieses Restgas nicht zu sehr stört, muß sein Druck, d.h. der Enddruck ohne Gaseinlaß, wesentlich kleiner als der Prüfgasdruck sein. *Der Enddruck sollte also unter* 10^{-8} mbar *liegen*. Insbesondere sind die vom Spektrometer nachzuweisenden Verunreinigungen, vor allem Sauerstoff und Wasserdampf, im Restgas unerwünscht.

Das Hauptproblem bei der Massenspektrometrie ist die *Gasabsorption und -desorption an den Oberflächen der Vakuumkammer*. Denn durch die Absorption beim Einlaß des zu prüfenden Gases gehen manche Komponenten teilweise verloren. Sie werden nach dem Gaseinlaß wieder frei und täuschen dann Restgas vor. Diese Effekte sind beim *Wasserdampf* am stärksten und bei Sauerstoff wesentlich geringer. Bei Edelgasen spielen sie hier keine Rolle. Um die störende Pufferwirkung minimal zu halten, müssen alle Oberflächen im Hochvakuumraum *möglichst klein und ständig beheizt* sein. Ein kurzes Hochheizen würde nichts nützen, da die so gereinigte Oberfläche nach dem Abkühlen besonders eifrig Gas aufnimmt.

Solche kleinen und warmen Oberflächen ermöglichen auch ein schnelles Auspumpen der Kammer vom Prüfgasdruck zum Restgasdruck. Das ist für einen zügigen Meßablauf, wo die Massenspektren ständig mit dem Restgas verglichen werden müssen, sehr wichtig. *Sorptionspumpen*, z.B. Ionengetterpumpen, sind für die hier vorliegende Meßaufgabe *nicht gut geeignet*, denn sie nehmen vor allem die chemisch aktiven Verunreinigungen in dem zu prüfenden Übergangsstrahlungskammergas auf. Gepumpt würden also fast nur die nachzuweisenden Störgase und nicht der Hauptbestandteil Xenon. Nur mit flüssigem Stickstoff gekühlte oder noch kältere Absorber pumpen auch das Xenon im ausreichendem Maße, sie sind aber im Dauerbetrieb zu wartungsaufwendig.

Kernstück der Anlage ist die *Hochvakuumglocke* aus Edelstahl (siehe Abb. 2.4), bei der die Zylinderwand, die kreisförmige Deckfläche und die beiden längeren seitlichen Rohrstützen durch Heizplatten etwa 100° C warm gehalten werden. An den zweitlängsten der vier seitlichen Stützen ist der Quadrupol-Analysator angeflanscht, ihm gegenüber liegt die Öffnung für das Feinstdosierventil zum Gaseinlaß. Im längsten Rohrstützen steckt eine BAYARD-ALPERT-Röhre. Dieses Ionisations-

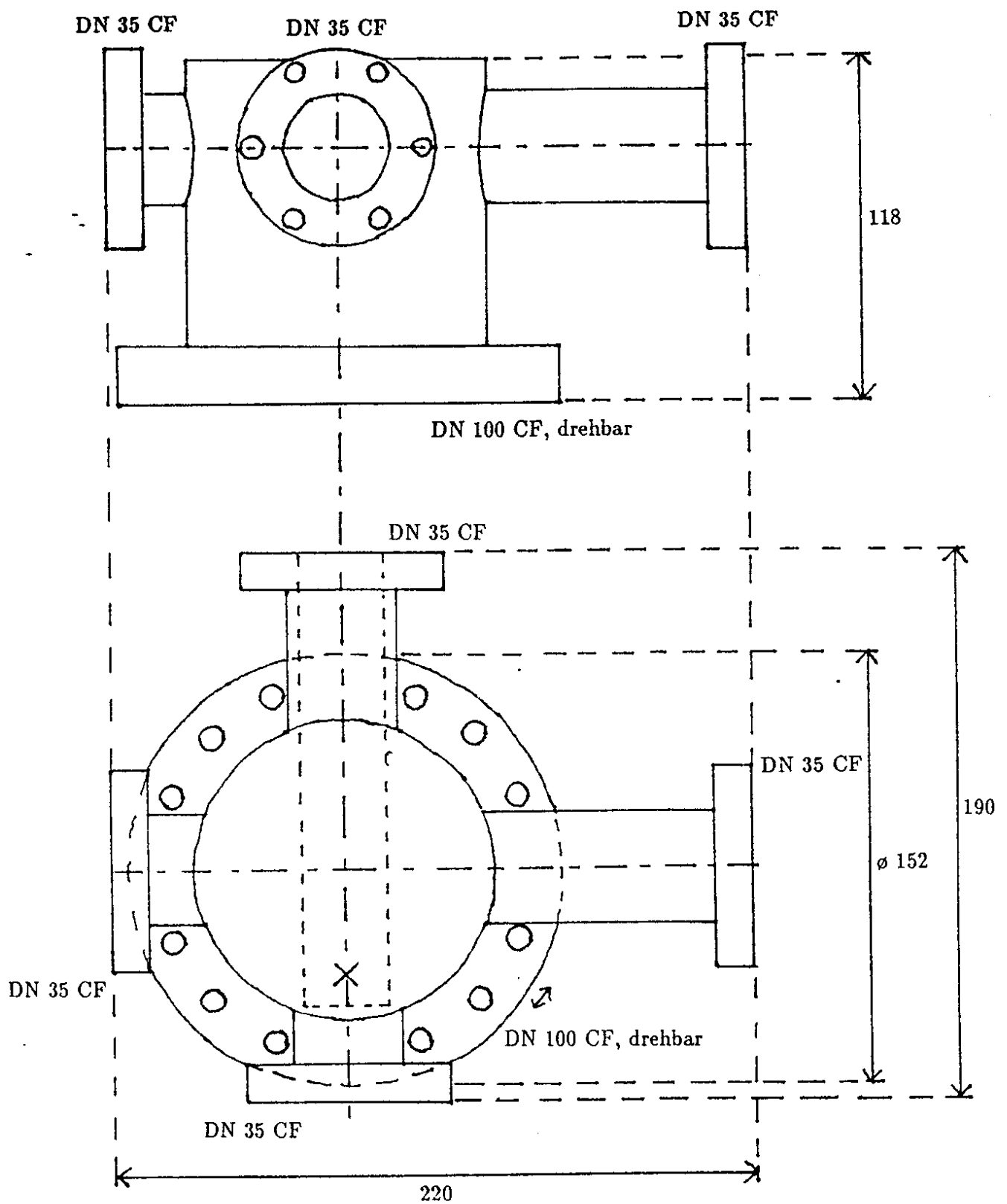


Abb. 2.4: Hochvakuumglocke aus Edelstahl, Maßstab 1 : 2. Die gestrichelte Linie markiert den Umriss des Quadrupol-Analysators QMA 120 und das Kreuz die ungefähre Lage der Ionenquelle.

Vakuummeter überwacht das Hochvakuum und steuert das Dosierventil zum Gaseinlaß so, daß der Totaldruck konstant gehalten wird. Der vierte Stutzen ist eine Reserve für eventuelle weitere Einbauten. Im gesamten Hochvakuumbereich werden *CF-Flansche* mit Kupferdichtungen verwendet, da diese unter den Normflanschen am dichtesten sind und sie im Gegensatz zu Kunststoffdichtungen nicht ausgasen. Der Sauerstoffanteil im Hochvakuum-Restgas liegt dadurch unter der Meßgrenze des Massenspektrometers, d.h. unter 10^{-11} mbar.

Direkt an den großen Bodenflansch der Stahlglocke ist eine *Turbomolekularpumpe* (PFEIFFER TPU 170) mit rund 170 ℓ/s Saugvermögen geschraubt. Diese im Verhältnis zum Hochvakuumbehälter große Pumpe wurde gewählt, um einen möglichst kleinen Restgasdruck zu erreichen. Wegen des begrenzten Leitwertes der Gaswege von der Pumpe zur Ionenquelle des Massenspektrometers würde eine noch stärkere Pumpe kaum noch etwas bringen (siehe [WUT82]). Der Enddruck am Massenspektrometer liegt bei etwa 2×10^{-9} mbar. An der BAYARD-ALPERT-Röhre, die in einer Nische eingebaut ist, um das Massenspektrometer nicht zu stören, ist er etwa fünfmal so groß. Außer dem niedrigen Enddruck hat die Turbomolekularpumpe noch weitere Vorteile (siehe [WUT82]): Ihr Saugvermögen ist weitgehend von der Gasart unabhängig, und es gibt, anders als bei der Diffusionspumpe, die ein gekühltes Baffle zum Zurückhalten der Öldämpfe braucht, keine kalten Sorptionsflächen im Hochvakuumraum. Der obere Teil der Pumpe wird nämlich, wie die Hochvakuumglocke selbst, durch eine Heizmanschette auf einer Temperatur von rund 100° C gehalten. Eine noch höhere Temperatur, die hier zur Vermeidung der Gasaufnahme an Oberflächen erwünscht ist, vertragen übliche Turbomolekularpumpen nicht (siehe [BAL84]).

Eine Übersicht der gesamten Vakuumanlage gibt die Abb. 2.5.

Die Turbomolekularpumpe braucht zum Betrieb ein Vorvakuum, das mit einer *zweistufigen Drehschieberpumpe* (PFEIFFER DUO 004 B) mit etwa 4 m^3/h Saugvermögen erzeugt wird. Ein Wärmeleitungs-Vakuummeter (nach dem PIRANI-Prinzip) zeigt dieses Vorvakuum von etwa 5×10^{-3} mbar an. Im beheizten Katalysator verbrennen die von der Vorpumpe aufsteigenden Öldämpfe mit Luftsauerstoff, den der Katalysator bei regelmäßigen Belüftungen speichert. Das verhindert eine Verunreinigung der übrigen Anlage. Zum Regenerieren des Katalysators schließt man das Schutzventil zwischen Vorvakuumraum und Turbomolekularpumpe, damit keine Luft in den Hochvakuumraum gelangt. Danach wird das Schraubkappenventil in der Nähe der PIRANI-Röhre kurzzeitig geöffnet.

Vom Vorvakuumraum führt ein Edelstahl-Wellschlauch zum *Gaseinlaßbereich*, diese Leitung dient zum Auspumpen dieses Bereiches vor einem Gaswechsel. Der Gasstrom von den Detektor-kammern fließt durch eines der vier kleinen Eckventile zum Feinstdosierventil und von dort durch ein zweites Eckventil zu den Gasreinigungsanlagen. Über ein drittes Eckventil, das normalerweise geschlossen ist, läßt man ein *Kalibriergas* aus einer Druckflasche ein (siehe Kap. 4). Das vierte Eckventil, das ebenfalls im Normalbetrieb geschlossen ist, dient als Absperrung zum Vorvakuumraum.

Im Gaseinlaßbereich und im gesamten Vorvakuumraum werden *Kleinflansche* mit Aluminium-Dichtringen verwendet, da die Kleinflansche preiswert sind und sich leicht montieren lassen. Die Aluminiumringe haben gegenüber den sonst üblichen Kunststoffringen den Vorteil, daß sie nicht ausgasen und auch nicht mit der Zeit porös werden.

Das zu prüfende Gas von den Übergangsstrahlungskammern wird *etwa mit Atmosphärendruck* um den Ventilsitz eines Feinstdosierventils (BALZERS UDV 235) herumgeführt. Dabei wird ein kleiner Teil dieses Gasstroms direkt in die Hochvakuumglocke zum Massenspektrometer abgelassen. Das Dosierventil öffnet man nur so weit, daß im Hochvakuumraum ein Totaldruck von etwa 2×10^{-6} mbar entsteht, da dieser Druck zum Betrieb des Massenanalysators am günstigsten ist (siehe [BAL84]). Die Turbomolekularpumpe fördert etwa 100 ℓ/s Gas von der Einlaßstelle aus dem Hochvakuumraum zur Vorpumpe. (Das ist etwas weniger als das volle Saugvermögen, weil auf dem Weg vom Einlaßventil zur Turbopumpe einige Hindernisse liegen.) Die einzulassende Gasmenge beträgt also nur rund

$$100 \ell/s \times 2 \times 10^{-6} \text{ mbar} = 2 \times 10^{-4} \text{ mbar}\ell/s,$$

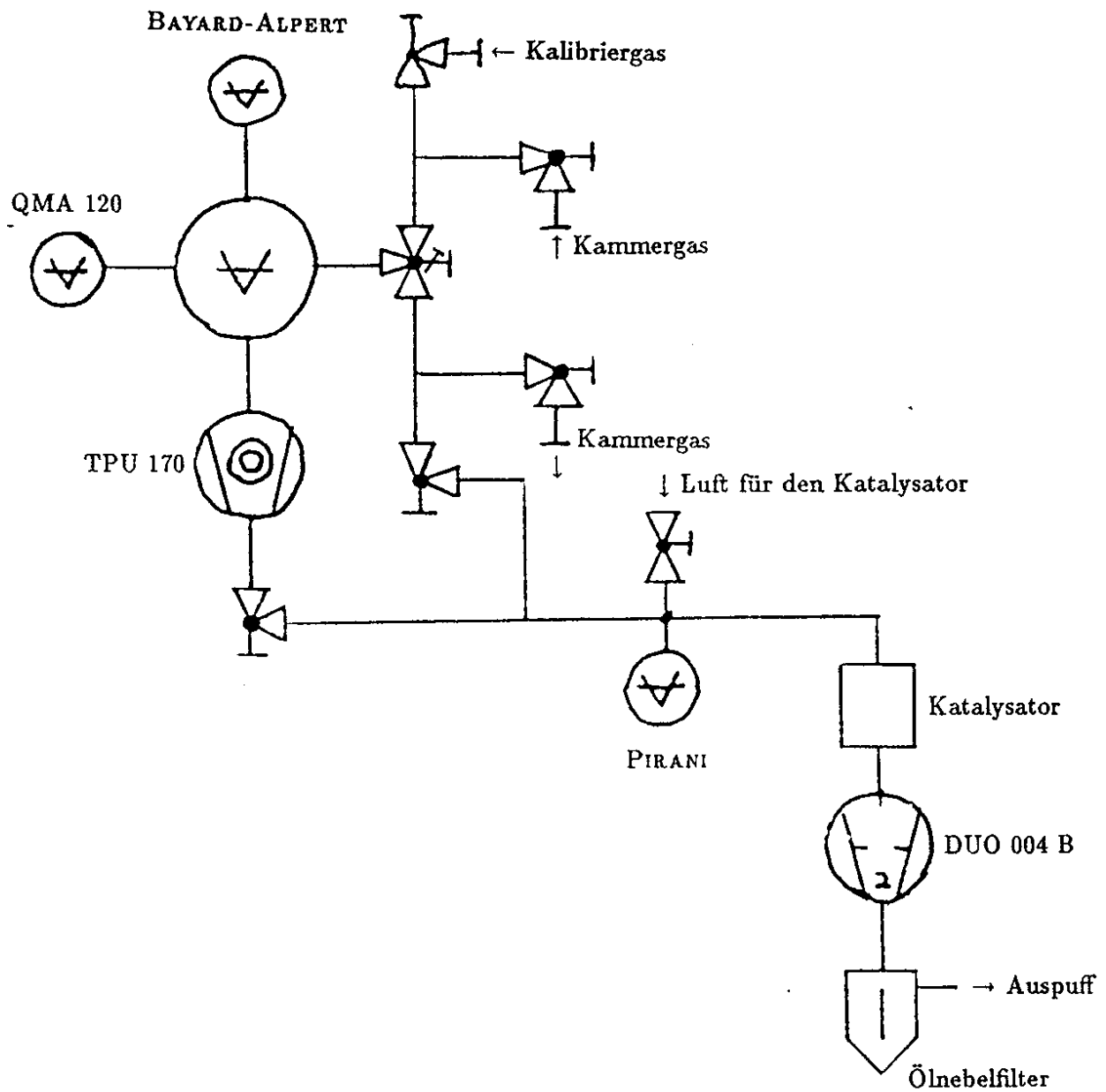


Abb. 2.5: Schema der gesamten Vakuumanlage.

das sind bei Atmosphärendruck nur etwa $0,2 \text{ mm}^3/\text{s}$, der Gasverbrauch für die Analyse ist also vernachlässigbar. Weil dieser Gasverbrauch so winzig ist, kann man kein normales Dosierventil über ein T-Stück an die Leitung schließen. Diese Abzweigung wäre nämlich ein vom Gasstrom kaum gespülter toter Raum, aus dem man dann das Gas analysieren würde. Daher braucht man ein Spezialventil, in dem der Hauptgasstrom *um den Ventilsitz fließt*.

Das Feinstdosierventil ist durch thermomechanische Verstellung *fernbedienbar*. Zuerst öffnet man das Ventil mit der Einstellschraube etwas weiter als nötig. Dann wird der Ventilbolzen elektrisch geheizt und durch seine Längenausdehnung der Ventilsitz in Richtung auf den Teller bewegt. So wird das Ventil definiert geschlossen. Zur automatischen Regelung des Drucks in der Hochvakuumkammer benutzt man das Gleichspannungssignal (0 bis 10 Volt) der BAYARD-ALPERT-Röhre, das man zu einem Regelgerät (BALZERS RVG 050) führt.

Bei Massenspektrometern ist eine Druckreduzierung in zwei Stufen üblich. Das zu prüfende Gas läßt man zuerst in ein Hilfsvakuum mit einigen Millibar Totaldruck ab und führt es dann ins Hochvakuum. Dadurch vermeidet man eine Entmischung des Gases beim Einlaß, und man kommt mit einem einfacheren Dosierventil aus. Durch dieses Hilfsvakuum fließt aber rund $1 \text{ mbar}\ell/\text{s}$ Gas. Weil diese große Menge des teuren Kammergases wieder in den Kreislauf zurückgeführt werden muß, darf die Hilfsvakuumpumpe das geförderte Gas nicht verunreinigen und auch keine Lecks zur Außenluft haben. Vor allem die letztere Forderung ist nur sehr schwer zu erfüllen. Daher ist es technisch einfacher, auf ein Hilfsvakuum zu verzichten. Bei einer direkten Druckreduzierung von Atmosphäre auf Hochvakuum wird aber die Nachweisempfindlichkeit für leichte Gase relativ zu schweren Gasen kleiner (siehe Kap. 4).

2.3 Rechner zur Steuerung der Anlage

Das Massenspektrometer ist mit dem Steuerungsrechner über den *IEC 625-Bus* verbunden. Dieser Standardbus zur Meßgerätesteuerung ist Byte-seriell, d.h. auf 8 Datenleitungen werden die 8 Bits eines Datenzeichens jeweils zugleich übertragen.

Das Spektrometer ist über eine besondere Schnittstelle (BALZERS QMI 112) an den Bus angeschlossen. Vor jeder Messung, d.h. vor jeder Signalausgabe, empfängt es 7 Datenbytes, die unter anderem die aktuelle Massenzahl und den Ionenstrommeßbereich festlegen. Anschließend sendet es zwei Signalbytes, die z.B. den aktuellen Ionenstrom angeben. Welches Signal gesendet wird, hängt von den vorher empfangenen Steuerzeichen ab. Anhang B enthält die Datenformate der übertragenen Bytes.

Zur Steuerung des Massenspektrometers und der Aufnahme der Spektren dient ein ATARI ST-Mikrocomputer mit einer IEC-Bus-Schnittstelle von RHOTRON. Auf diesem Rechner kann man die Spektren speichern, grafisch darstellen und weiter auswerten. Die grafische Benutzeroberfläche (GEM von DIGITAL RESEARCH) ermöglicht eine einfache Programmbedienung.

Kapitel 3

Software zur Gasanalyseanlage

3.1 Übersicht

Das Programm gliedert sich in zwei Hauptteile (Untermenüs), die man vom Hauptmenü (Abschnitt 3.2) aus erreicht. Der erste Teil (Abschnitt 3.3) erlaubt das Erfassen der Massenspektren und ihre anschließende Speicherung auf Dateien. Mit dem zweiten Programmteil (Abschnitt 3.4) kann man diese gespeicherten Spektren grafisch darstellen und auswerten.

Das Programm wird über die *grafische Oberfläche* GEM¹ mit einer *Maus* bedient. Durch dieses Verfahren wird das Programm sehr leicht benutzbar. GEM stellt drei Hauptbedienungselemente zur Verfügung:

- Menüs

Die wählbaren Titel erscheinen in einer Zeile am oberen Bildschirmrand. Wenn man den Mauszeiger auf einen dieser Titel setzt, erscheint unter diesem eine Liste der möglichen Untertitel. Um einen der Untertitel auszuwählen, fährt man den Mauszeiger darauf und drückt dann den linken Mausknopf. Nach dieser Wahl verschwindet die Untertitelliste wieder vom Bildschirm, und nur die Menüzelle bleibt sichtbar. Diese Menüs heißen daher „pull down“-Menüs.

- Dialogboxen

Das sind Masken zur Eingabe von Anweisungen am Bildschirm. Diese Boxen enthalten Knöpfe, die man durch Anfahren mit dem Mauszeiger auswählt und durch Betätigen des linken Mausknopfes „drückt“. Einige Boxen enthalten auch kurze Textzeilen, in die man über die Tastatur Zeichen eingibt.

- Fenster

Diese verhalten sich wie kleine Bildschirme innerhalb des Hauptbildschirms. Jedes Fenster zeigt die Grafik eines Massenspektrums. Bis zu sieben Fenster gleichzeitig sind möglich, und bei jedem kann man Größe und Lage auf dem Bildschirm sowie den sichtbaren Ausschnitt des Massenspektrums wählen (siehe Abschnitt 3.4).

Die Bedienung und Programmierung von GEM sind in [STE86] und im Handbuch zum MEGAMAX-C-Compiler ([MEG86]), mit dem ich dieses Programm geschrieben habe, ausführlich beschrieben.

3.2 Das Hauptmenü

Die Titelleiste des Hauptmenüs (siehe Abb. 3.1) erscheint unmittelbar nach dem Programmstart auf dem Bildschirm. Die *Accessories* unter dem Titel *Desk* sind Hilfsprogramme, die beim Einschalten des Rechners geladen werden und dann von jedem GEM-Menü aus zugänglich sind. Diese Programme haben nichts mit den Massenspektren zu tun. Nach Wahl der Untertitel *QMG Info ...* unter *Desk* sowie *Measure ...*, *Display ...* unter *Help* bekommt man Informationstexte auf den Bildschirm. Unter dem Titel *File* gibt es die drei Optionen *Rename Spectrum ...* (Umbenennen

¹GEM ist ein Warenzeichen der DIGITAL RESEARCH Inc.

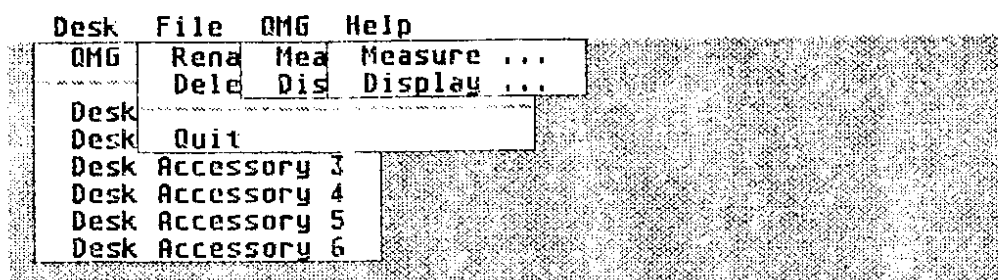


Abb. 3.1: Hauptmenü. Dieses Bild wurde mit dem MEGAMAX-Menü-Editor erzeugt. Beim tatsächlichen Programmlauf ist höchstens eine der vier Untertitellisten auf dem Bildschirm zu sehen.

einer Spektrum-Datei), **Delete Spectrum ...** (Löschen einer Spektrum-Datei) und **Quit** (Verlassen des Programms). Mit den beiden Optionen unter dem Titel **QMG** erreicht man zwei *neue Menüs*. **Measure ...** führt zur Erfassung eines Massenspektrums (siehe Abschnitt 3.3) und **Display ...** zur Darstellung und Auswertung von Spektren (siehe Abschnitt 3.4).

3.3 Die Aufnahme von Massenspektren

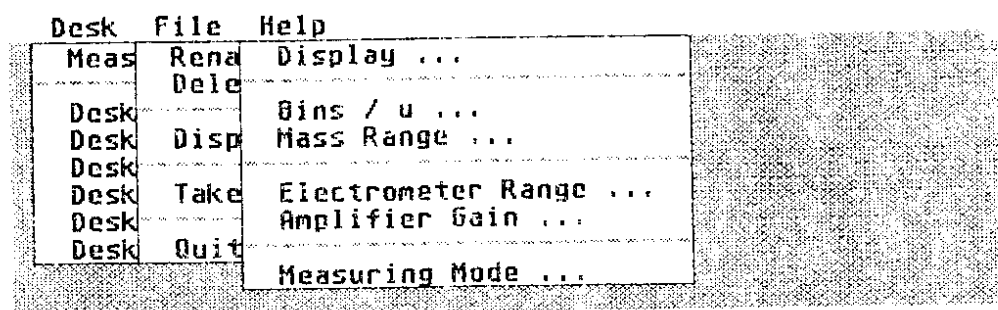


Abb. 3.2: Menü zur Erfassung von Massenspektren. Dieses Bild wurde ebenfalls mit dem MEGAMAX-Menü-Editor erzeugt.

Das in Abb. 3.2 gezeigte Menü enthält die Funktionen, die man zur Aufnahme eines Massenspektrums braucht. Die Titel **Desk** und **Help** entsprechen denen im Hauptmenü (siehe Abschnitt 3.2), es werden nur andere Informationstexte gezeigt. Unter dem Titel **File** gibt es ebenfalls die Funktionen **Rename Spectrum ...**, **Delete Spectrum ...** und **Quit** (Rücksprung zum vorigen Menü). Nach Wahl der Option **Display ...** erscheint das Menü zur Darstellung der Spektren (siehe Abschnitt 3.4), und nach Wahl von **Take Spectra ...** bekommt man die *Dialogbox* zur Aufnahme eines Massenspektrums auf den Bildschirm. In dieser Dialogbox kann man alle Parameter eines neuen Massenspektrums einstellen, wie z.B. den Massen- und Ionenstrommeßbereich (siehe Anhang C).

3.4 Die grafische Darstellung und Auswertung von Massenspektren

Desk	File	Analyse	Help
Disp	Meas	Overlay	Measure ...
		Subtrac	
Desk	Open		Open Window ...
Desk	Clos	Smooth	
Desk		Integra	Overlay a 2nd Spectrum ...
Desk	Prin	Differe	Subtract a 2nd Spectrum ...
Desk		Normali	
Desk	Rena		Smooth Spectrum ...
	Deld	Save As	Integral Spectrum ...
			Differential Spectrum ...
			Normalise Spectrum ...
	Quit		

Abb. 3.3: Menü zur Darstellung und Auswertung von Massenspektren. Dieses Bild wurde ebenfalls mit dem MEGAMAX-Menü-Editor erzeugt.

Das in Abb. 3.3 gezeigte Menü enthält die Funktionen zur grafischen Darstellung und Auswertung von Massenspektren. Die Titel *Desk* und *Help* entsprechen denen in den beiden anderen Menüs (siehe Abschnitt 3.2 und 3.3), es werden nur andere Informationstexte gezeigt. Die drei Punkte *Rename Spectrum ...*, *Delete Spectrum ...* und *Quit* unter dem Titel *File* haben dieselbe Funktion wie im Menü zur Aufnahme der Massenspektren (siehe Abschnitt 3.3). Nach Wahl des Punktes *Measure ...* unter dem Titel *File* erscheint das im vorigen Abschnitt beschriebene Menü.

Die drei übrigen Optionen unter dem Titel *File* betreffen die grafische Darstellung von Spektren. Nach der Wahl von *Open Window ...* gibt man in einer Dialogbox den Namen einer Spektrum-Datei an, und daraufhin wird das Spektrum in dieser Datei in einem *Fenster* auf dem Bildschirm gezeichnet (siehe Anhang D). Bis zu sieben Fenster können gleichzeitig sichtbar sein, es ist aber immer nur ein Fenster aktiv, d.h. für den Benutzer bedienbar. Der Punkt *Print Active Window ...* bedeutet, daß der in diesem aktiven Fenster gezeichnete Teil eines Spektrums gedruckt wird. Nach der Wahl von *Close Window ...* verschwindet das aktive Fenster vom Bildschirm, und ein anderes Fenster wird –falls vorhanden– aktiv. Nach *Quit* werden alle Fenster geschlossen.

Die Menüpunkte unter dem Titel *Analyse* sind erst wählbar, wenn ein Fenster zur Darstellung eines Spektrums offen ist, denn sie betreffen immer das Spektrum im jeweils aktiven Fenster. Nach Wahl des Punktes *Save As ...* kann man einen Dateinamen eingeben, dann wird das im aktiven Fenster gezeigte Spektrum in einer Datei mit diesem Namen gespeichert. Die übrigen sechs Menüpunkte unter dem Titel *Analyse* sind *Rechenfunktionen*, die das Spektrum im aktiven Fenster bearbeiten. Nach der Rechnung kommt das bearbeitete Spektrum ins aktive Fenster. Folgende Rechenfunktionen stehen zur Verfügung:

- *Overlay a 2nd Spectrum ...*

Damit wird ein zweites Spektrum dem ursprünglichen Spektrum im aktiven Fenster überlagert, d.h. in diesem Fenster werden beide Spektren gleichzeitig gezeichnet. Durch mehrfache Anwendung dieser Funktion kann man bis zu fünf Kurven überlagern, die sich dann durch ihre

Linienform unterscheiden (Die erste Kurve ist eine durchgezogene Linie, die zweite punktiert, die dritte gestrichelt usw.). Diese Darstellung ist zum Vergleich von Spektren sehr hilfreich.

Der Massenbereich des neuen überlagerten Spektrums ist die Schnittmenge der Bereiche der beiden Ausgangsspektren, und der Intensitätsmeßbereich ist der größere der beiden Ausgangsbereiche. Die Dichte der Meßpunkte im neuen Spektrum ist die größere der beiden Ausgangsdichten. Natürlich kann man nur Spektren mit gleichen Maßeinheiten der Intensität überlagern, denn der Vergleich von Strömen (Intensität bei den gemessenen Originalspektren) mit dimensionslosen Zahlen (Intensität bei den auf das Maximum = 1 normierten Spektren) ergibt keinen Sinn.

- **Subtract a 2nd Spectrum ...**

Damit wird vom Spektrum im aktiven Fenster ein anderes Spektrum abgezogen, und die Kurve des Differenzspektrums erscheint im aktiven Fenster. Diese Funktion braucht man vor allem, um ein Restgasspektrum abzuziehen.

Natürlich kann man die Differenz nur zwischen Spektren mit gleicher Intensitätseinheit bilden, außerdem müssen sich die Spektren auf der Massenskala überlappen. Das Massenintervall, der Intensitätsmeßbereich und die Dichte der Meßpunkte im neuen Spektrum werden auf die gleiche Weise festgelegt wie bei der Überlagerung von Spektren.

- **Smooth Spectrum ...**

Man glättet das Spektrum, indem man die Intensitäten über ein kleines Massenintervall mittelt. Die neuen Intensitäten $I_{neu}(m)$ ergeben sich nach der Formel:

$$I_{neu}(m) = \sum_{\mu \in [m - \frac{\Delta m}{2}, m + \frac{\Delta m}{2}]} \frac{I_{alt}(\mu)}{n(m)}.$$

Dabei sind $I_{alt}(\mu)$ die von der Masse abhängigen alten Intensitätswerte, Δm die Breite des Massenintervalls, über das gemittelt wird, und $n(m)$ die Zahl der Intensitätswerte im Massenintervall $[m - \frac{\Delta m}{2}, m + \frac{\Delta m}{2}]$. Die Breite Δm kann man im Bereich zwischen 0 u und 5 u beliebig eingeben. Massenbereich, Intensitätsbereich und Dichte des Spektrums bleiben unverändert.

Durch dieses Glätten kann man das Rauschen in einem Spektrum etwas verringern. Aufwendigere Verfahren, wie z.B. Spline-Interpolationen sind da besser, brauchen aber am Mikrocomputer ohne Arithmetik-Koprozessor zu viel Rechenzeit².

- **Integral Spectrum ...**

Das Spektrum wird integriert, d.h. die neuen Intensitätswerte erhält man nach der Formel:

$$I_{neu}(m) = \frac{1}{12.5 \text{ u}} \sum_{\mu \in [m_1, m]} I_{alt}(\mu) \times d.$$

Dabei ist m_1 die untere Massengrenze des Spektrums und d der Massenabstand zwischen zwei benachbarten Intensitätswerten. Die Summe teilt man durch 12.5 u, damit die neuen Intensitätswerte in den gegebenen Meßbereich passen³. Durch diese Division bleibt auch die Maßeinheit der Intensität erhalten, so daß man integrierte und nicht integrierte Spektren überlagern kann. Massenbereich, Intensitätsbereich und Dichte des Spektrums bleiben unverändert.

²Die hier implementierten Rechenfunktionen brauchen zur Ausführung je nach Länge und Dichte des Spektrums einige Sekunden (bei kurzen Einzelspektren) bis einige Minuten (bei mehrfach überlagerten langen Spektren). Sie sind so programmiert, daß Fließkommazahlen bei der Rechnung fast immer umgangen werden.

³Das Integral über einen einzelnen Massenpeak ist etwa gleich der Peakhöhe $\times 0.5$ u, weil ein Massenpeak näherungsweise eine GAUSSGLOCKE mit Halbwertsbreite 0.5 u ist.

Das Integrieren überführt jeden Massenpeak in eine „Treppenstufe“, deren Höhe proportional zum Partialdruck des zugehörigen Gases ist.

- **Differential Spectrum ...**

Man differenziert das Spektrum nach der Masse, d.h. die neuen Intensitätswerte ergeben sich nach der Formel:

$$I_{neu}(m + \frac{d}{2}) = 0.25 \text{ u} \times \frac{I_{alt}(m + d) - I_{alt}(m)}{d}.$$

Dabei ist d der Massenabstand zwischen zwei benachbarten Intensitätswerten. Die Differenz der benachbarten Werte multipliziert man mit 0.25 u, damit –wie beim Integrieren– die neuen Intensitätswerte in den vorhandenen Meßbereich passen und die Intensitätseinheit erhalten bleibt⁴. Die Dichte des Spektrums bleibt ebenfalls erhalten. Allerdings ändern sich die Massengrenzen, da die neuen Werte auf der Massenskala zwischen je zwei alten Werten liegen. Die untere Grenze wird um $d/2$ größer, die obere um $d/2$ kleiner, und das neue differenzierte Spektrum enthält einen Intensitätswert weniger als das alte.

Durch das Differenzieren unterdrückt man die Nullpunktschwankungen des Ionenstrom-Meßverstärkers. Denn diese fallen zwischen Intensitätswerten, die auf der Massenskala dicht beieinander liegen, kaum ins Gewicht.

- **Normalise Spectrum ...**

Damit wird das Spektrum so normiert, daß der maximale Absolutbetrag der Intensität gleich 1 ist, d.h. die neuen Intensitätswerte ergeben sich nach der Formel:

$$I_{neu}(m) = \frac{I_{alt}(m)}{|I_{alt}|_{max}}.$$

Dabei ist $|I_{alt}|_{max}$ der maximale Absolutbetrag der Intensität im gesamten alten Spektrum. Die Massengrenzen und die Dichte des Spektrums bleiben beim Normieren erhalten, aber die Intensitäten sind nun dimensionslose Zahlen zwischen -1 und $+1$.

Durch Normieren wird der jeweilige Totaldruck aus dem Massenspektrum herausdividiert. Das ist vor allem zur Untersuchung von Gasgemischen nützlich, bei denen der Hauptanteil immer aus demselben Gas besteht. Dann ergeben die Peakhöhen der übrigen Gase direkt den Anteil relativ zum Hauptgas.

⁴Das Maximum der Ableitung an einem Massenpeak liegt bei etwa Peakhöhe / 0.25 u und das Minimum entsprechend bei $-$ Peakhöhe / 0.25 u. Durch den Faktor 0.25 u bleiben also die Peakhöhen etwa gleich.

Kapitel 4

Die Testmessungen

Die Testmessungen sollen zeigen, wie gut das Massenspektrometer die in Abschnitt 1.3 genannten Aufgaben erfüllen kann. Diese Aufgaben sind die Überwachung der Gasmischung für die Übergangsstrahlungskammern und der Nachweis elektronegativer Verunreinigungen (Sauerstoff und Wasser). Mit einer speziellen *Kalibriermischung*¹ mißt man die Empfindlichkeit der Anlage für Stickstoff, Isobutan, Kohlendioxid und Xenon. Durch Analyse von *Luft* erhält man die Empfindlichkeit für Sauerstoff. Schließlich untersucht man eine fertige *Kammergasmischung*² zur Kontrolle dieser Kalibrierung und zur Berechnung der Nachweisgrenze für Sauerstoff. Das Massenspektrometer kann den Wasserdampf nicht mit der nötigen Empfindlichkeit nachweisen, da im Restgasuntergrund zu viel Wasser vorkommt und dieser Wasseranteil –bedingt durch Absorption und Desorption an den Oberflächen der Vakuumkammer– zu stark schwankt.

4.1 Vorbereitung und Ablauf der Testmessungen

Vor jeder Erfassung eines Spektrums soll der Restgasdruck in der beheizten Hochvakuumglocke (100° C) bei eingeschaltetem Massenspektrometer möglichst unter 10^{-8} mbar liegen (siehe Abschnitt 2.2). Beim ersten Evakuieren der Anlage brauchte man einige Wochen, um den *Enddruck* von etwa 2×10^{-9} mbar (abgelesen am Massenspektrometer) zu erreichen, weil an den Oberflächen des Vakuumraums sehr viel Gas gebunden war. Wenn man die Heizmanschetten oder auch nur die Glühkathode des Massenspektrometers ausschaltet, dann kühlen diese Wände ab. Sie nehmen dabei auch im Hochvakuum in einigen Stunden so viel Gas auf, daß es bis zum Enddruck wieder mehrere Tage dauert, wenn man Heizung und Massenspektrometer wieder einschaltet. Daher läßt man die Manschetten und die Kathode am besten *immer eingeschaltet*.

In der ersten Meßreihe ist das Restgas bei Enddruck untersucht worden. Dabei ging es vor allem darum, die *günstigste Dichte der Meßpunkte* (Bins/u, siehe die Anhänge B und C.) bei der Aufnahme eines Massenspektrums zu bestimmen. Dazu wurde das Restgasspektrum mit verschiedenen Dichten erfaßt, das Ergebnis zeigt die Abb. 4.1. Im Elektrometerbereich 10^{-11} A sind *164 Bins/u am besten*. Der Durchlauf einer Masseneinheit u dauert nämlich bei dieser Dichte rund 10 Sekunden³, so daß der Verstärker dem Signal bequem folgen kann. Je schneller der Durchlauf, um so stärker werden die Ionenstrompeaks verschmiert, wie man in Abb. 4.1 deutlich sieht. Im Bereich 10^{-9} A reichen schon *82 Bins/u*, da der Verstärker bei dieser hundertmal kleineren Empfindlichkeit schneller ist.

Durch diese vielen dicht beieinander liegenden Meßpunkte kann man die Spektren auch wirkungsvoll *glätten*, indem man die Intensitäten über einem kleinem Massenintervall Δm mittelt (siehe Abschnitt 3.4). Am günstigsten ist dabei eine Intervallbreite Δm von 0,2 u (siehe Abb. 4.2).

¹Zusammensetzung nach Angabe des Lieferanten MESSER-GRIESHEIM: Isobutan 1,96 Vol.-%, Kohlendioxid 1,95 Vol.-%, Helium 2,4 Vol.-%, Neon 2,4 Vol.-%, Krypton 2,2 Vol.-%, Xenon 1,95 Vol.-% und Stickstoff (Rest mit rund 88 Vol.-%). Der relative Fehler $\Delta p/p$ der Volumenanteile der sechs kleinen Beimischungen beträgt 2 %. Stickstoff wurde aus Preisgründen als Hauptgas gewählt, und die Edelgase sollen hohe Peaks an verschiedenen Massenzahlen erzeugen.

²Zusammensetzung nach Angabe des Lieferanten MESSER-GRIESHEIM: Isobutan 1,98 Vol.-%, Kohlendioxid 8,2 Vol.-% und Xenon (Rest mit rund 90 Vol.-%), d.h. wie das endgültige Kammergas. Der relative Fehler $\Delta p/p$ der Volumenanteile der beiden kleinen Beimischungen beträgt 2 %.

³Das sind für den ganzen Massenbereich von 0 bis 200 u etwa 40 Minuten. Bei der Gasüberwachung hier interessiert man sich aber nur für weniger als 20 Peaks, so daß man nur einige Minuten braucht.

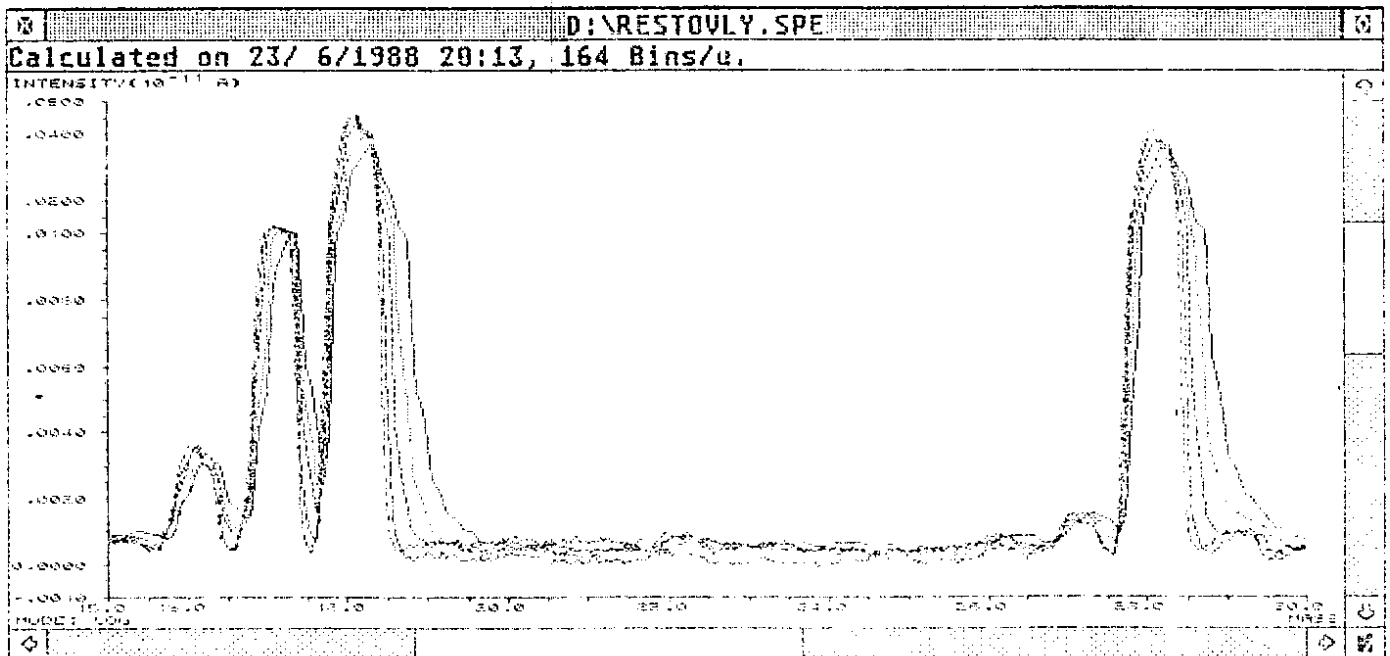


Abb. 4.1: Restgasspektrum, aufgenommen in fünf verschiedenen Dichten: —10 Bins/u,20 Bins/u, ---41 Bins/u, -.-82 Bins/u, ---164 Bins/u.

Dieses Glätten nimmt die vom Verstärkerrauschen kommenden „Zacken“ weg, ohne die Intensitätspeaks wesentlich zu verbreitern.

Der günstigste Meßbereich der Nachverstärkung im Massenspektrometer-Steuergerät ist AUTO, weil er kleine Intensitäten stark vergrößert (siehe Abb. 2.3).

Vor jedem Gaseinlaß zur Analyse nimmt man ein Restgasspektrum auf, um diesen Untergrund nachher abziehen zu können. Durch diese Differenzbildung korrigiert man auch den Signalnullpunkt des Meßverstärkers, falls dieser nicht genau abgeglichen ist. Die Aufnahme eines Gasspektrums läuft dann in folgenden Schritten ab:

- Evakuieren des Gaseinlaßbereiches

Mit der *Vorpumpe* werden die Leitungen zum Feinstdosierventil auf etwa 0,1 mbar leergepumpt, dabei ist das Eckventil zwischen Vorpumpe und Hochvakuumpumpe geschlossen. Danach schließt man das Eckventil vom Gaseinlaßraum zum Vorvakuumraum und öffnet das Ventil zur Hochvakuumpumpe wieder (siehe Abb. 2.5). Vor dem Gaseinlaß aus einer Druckflasche (z.B. bei der Kalibrier Mischung) evakuiert man auch den Zuleitungsschlauch und den Druckminderer, also den gesamten Weg bis zum Flaschenventil. Dadurch beseitigt man unerwünschte Gasreste, vor allem Luft.

- Füllen des Gaseinlaßbereiches

Den leergepumpten Gaseinlaßraum füllt man mit dem zu prüfenden Gas bis auf *Atmosphärendruck*.

- Öffnen des Feinstdosierventils

Man dreht das Einlaßventil so weit auf, daß der Druck im Hochvakuumraum bei 2×10^{-5} mbar liegt, das ist rund zehnmal mehr als zur Messung nötig.

- Einschalten des Druckreglers

Dieser Proportional-Integral-Regler schließt durch Heizen des Ventilbolzens das Dosierventil um einen definierten Betrag (siehe Abschnitt 2.2), so daß der Gasdruck auf dem zur Analyse

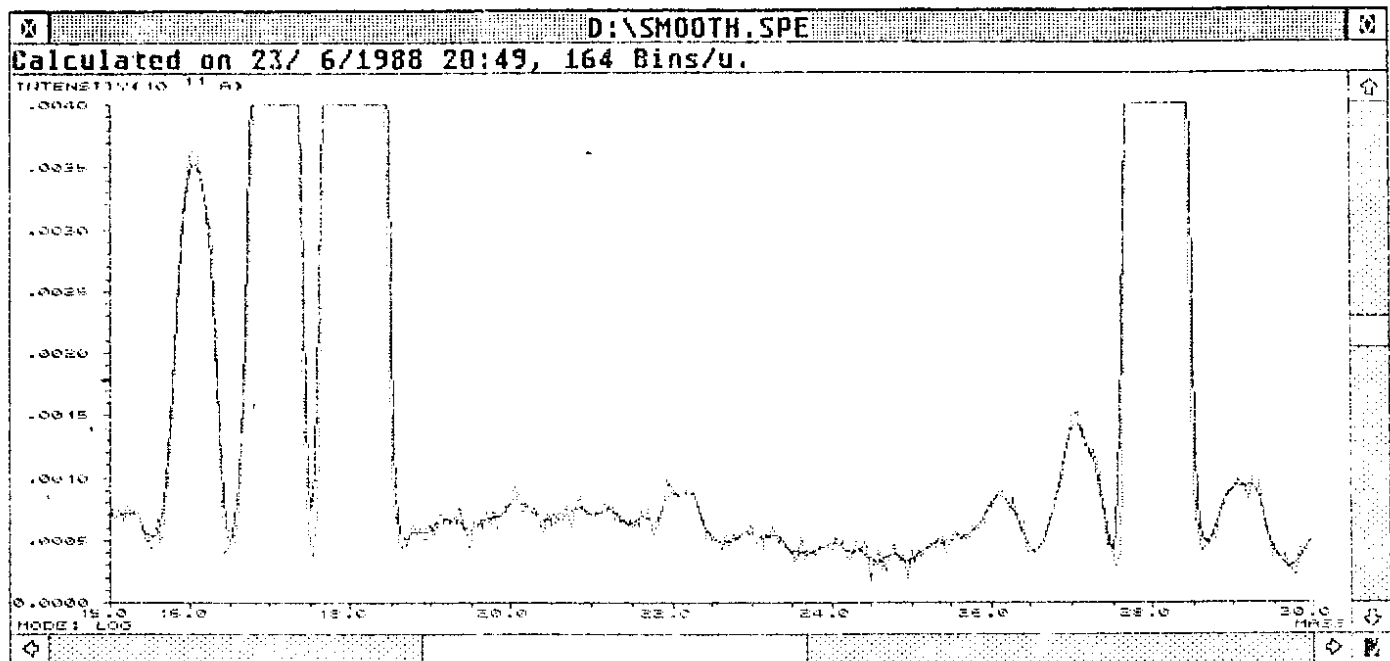


Abb. 4.2: Ungeglättetes Restgasspektrum (punktierter Linie) und mit der Intervallbreite $\Delta m = 0,2$ u geglättetes Restgasspektrum (ausgezogene Linie).

gewünschten Wert von 2×10^{-6} mbar gehalten wird. Die Einstellung dieses Solldrucks dauert nur einige Minuten.

- Aufnahme des Massenspektrums

Das Spektrum wird im Elektrometermeßbereich 10^{-9} A mit 82 Meßpunkten/u und im Bereich 10^{-11} A mit 164 Meßpunkten/u erfaßt und im Rechner gespeichert. Die Nachverstärkung ist in beiden Fällen AUTO. Der erste Bereich dient zur Messung der Hauptkomponenten eines Gases und der zweite zur Untersuchung der Nebenbestandteile und Verunreinigungen.

- Schließen des Einlaßventils

Man schaltet zuerst den Druckregler aus und wartet 5 Minuten, bis sich die Ventilheizung abgekühlt hat. Dann dreht man das Ventil wieder zu.

Nach einer solchen Messung, die etwa 30 Minuten dauert, vergehen *mehrere Stunden*, bis der Restgas-Enddruck von etwa 2×10^{-9} mbar wieder erreicht ist. Das liegt vor allem am Wasser, das sich an den Oberflächen festsetzt und nur sehr langsam desorbiert wird. Einen Restgasdruck von etwa 5×10^{-9} mbar erreicht man schon nach 20 Minuten. Dieser Druck ist klein genug, so daß man nun ein neues Spektrum messen kann.

4.2 Die Auswertung der Massenspektren

Ausgangspunkt der Kalibrierung sind die *Partialdrücke am Ort der Ionenquelle*, die das Massenspektrometer anzeigt. Für den Ionenstrom $I_{m,X}$, den ein Gas X bei der Massenzahl m hervorruft, gilt nämlich:

$$I_{m,X} = p_{Quelle,X} \times \epsilon_{m,X}. \quad (4.1)$$

Dabei ist $p_{Quelle,X}$ der Partialdruck des Gases X an der Ionenquelle und $\epsilon_{m,X}$ die Empfindlichkeit des Massenspektrometers für das Gas X bei der Massenzahl m . Diese Empfindlichkeit hängt vor allem von der Wahrscheinlichkeit ab, mit der aus einem Molekül des Gases X ein Ion mit der spezifischen Massenzahl m entsteht. „Spezifische Massenzahl“ bedeutet (Masse in u)/Ladungszahl, z.B. ergibt

Stickstoff (N_2) Ionen der spezifischen Massenzahl 28 (N_2^+), 14 (N_2^{++} und N^+), 7 (N^+) usw. Die Faktoren $\epsilon_{m,X}$ sind im Hochvakuum, d.h. bei einem Totaldruck unter 10^{-4} mbar, Konstanten⁴.

Der Partialdruck $p_{Quelle,X}$ eines Gases X an der Ionenquelle und damit auch der Ionenstrom ist proportional zum Partialdruck $p_{ein,X}$ dieses Gases auf der Gaseinlaßseite. Dies folgt daraus, daß der in den Hochvakuumraum eingelassene Gasstrom (Druck $\times$ Volumen/Zeiteinheit) gleich dem abgepumpten Gasstrom sein muß:

$$p_{ein,X} \times L_{ein,X} = p_{Quelle,X} \times L_{aus,X}. \quad (4.2)$$

Die linke Seite der Gleichung gibt den durch das Dosierventil einfließenden Strom und die rechte den durch die Vakuumpumpen abfließenden Strom an. $L_{ein,X}$ ist der Leitwert des Gaseingangs für das Gas X und $L_{aus,X}$ ist das Saugvermögen der Pumpen für das Gas X. Bei der Turbomolekularpumpe ist dieses Saugvermögen für alle Gase fast gleich, nämlich rund 150 ℓ/s (siehe Abschnitt 2.2). Der Eingangsleitwert ist auch für alle Gase fast gleich⁵, nämlich rund 10^{-7} ℓ/s . Wenn man diese Gleichung in die oben stehende Formel für den Ionenstrom einsetzt, erhält man:

$$I_{m,X} = p_{ein,X} \times \underbrace{\frac{L_{ein,X}}{L_{aus,X}}}_{f_{m,X}} \times \epsilon_{m,X}. \quad (4.3)$$

Dabei ist $f_{m,X}$ die auf den Eingangsdruck bezogene Empfindlichkeit des Spektrometers.

Ziel der Gasanalyse ist die Bestimmung der Volumenanteile der Komponenten, d.h. der Partialdruckverhältnisse. Daher normiert man die Empfindlichkeiten $f_{m,X}$ und die Ströme $I_{m,X}$ auf die entsprechenden Werte eines Bezugsgases. Dieses ist hier Xenon, da es der Hauptbestandteil des Kammergases ist. Damit erhält man die Verhältnisgleichung:

$$\frac{I_{m,X}}{I_{Xe}} = \frac{p_{ein,X}}{p_{ein,Xe}} \times \underbrace{f_{m,X}/f_{Xe}}_{k_{m,X}}. \quad (4.4)$$

Das Verhältnis der Partialdrücke $p_{ein,X}/p_{ein,Xe}$ ist gleich dem Verhältnis der Volumenanteile p_X/p_{Xe} . Die normierten Empfindlichkeiten $k_{m,X}$ kann man leicht aus den Ionenströmen berechnen, wenn man die Gaszusammensetzung kennt:

$$k_{m,X} = \frac{I_{m,X}}{I_{Xe}} \times \frac{p_{Xe}}{p_X}. \quad (4.5)$$

Umgekehrt berechnet man aus den Ionenströmen die Gaszusammensetzung, wenn man die normierten Empfindlichkeiten kennt:

$$\frac{p_X}{p_{Xe}} = \frac{I_{m,X}}{I_{Xe}} / k_{m,X}. \quad (4.6)$$

Zur Kalibrierung des Spektrometers, d.h. zur Bestimmung der Faktoren $k_{m,X}$, wurden die Spektren zweier Gasgemische aufgenommen. Das sind, wie schon zu Anfang dieses Kapitels erwähnt, eine spezielle Kalibriermischung¹ und Luft⁶. Anschließend wurde diese Kalibrierung mit dem Spektrum der fertigen Kammergas Mischung² geprüft⁷.

⁴Bei höheren Drücken können die Ionen mit anderen Ionen und Molekülen im Gasraum zusammenstoßen und chemisch reagieren. So entstehen dann weitere Ionensorten. Im Hochvakuum ist die freie Weglänge so groß, daß es für solche Stöße keine Gelegenheit gibt.

⁵Bei einer viskosen Eingangsströmung, die bei direktem Einlaß von Atmosphärendruck aus auftritt, reißen sich alle Gaskomponenten gegenseitig mit. Daher trennen sich die verschiedenen Gase nicht. Bei einer molekularen Einlaßströmung, die man beim Einlaß aus einem Hilfsvakuum (10 mbar oder weniger) hat, fliegen die Gasteilchen ohne Stöße mit anderen Gasteilchen durch die Eingangsöffnung. In diesem Fall ist der Leitwert proportional der thermischen Geschwindigkeit der Moleküle, d.h. leichte Moleküle werden mit dem Faktor $1/\sqrt{m}$ bevorzugt.

⁶Trockene Luft enthält 78,10 Vol.-% Stickstoff, 20,95 Vol.-% Sauerstoff und 0,93 Vol.-% Argon.

⁷Zuerst wurde das Kalibriergasspektrum aufgenommen, dann Kammergas und als letztes Luft. Denn die Kalibriermischung (praktisch nur inerte Gase) läßt sich am leichtesten aus dem Hochvakuumraum entfernen, bei der Kammermischung geht es etwas langsamer (wegen des höheren CO_2 -Gehaltes) und bei Luft am langsamsten (wegen der Feuchtigkeit). So blieb der Restgasanteil in den Spektren minimal.

Vor jedem Spektrum eines Gasgemisches wurde ein *Restgasspektrum* aufgenommen, das anschließend vom Spektrum der Mischung abgezogen wurde. Diese Differenzspektren wurden dann mit der Intervallbreite $\Delta m = 0,2$ u (siehe Abschnitt 4.1) geglättet und die Peakhöhen in der Spektrum-Grafik auf dem Bildschirm abgelesen⁸.

Die Auswertung brachte folgende Ergebnisse:

- Kalibriergas

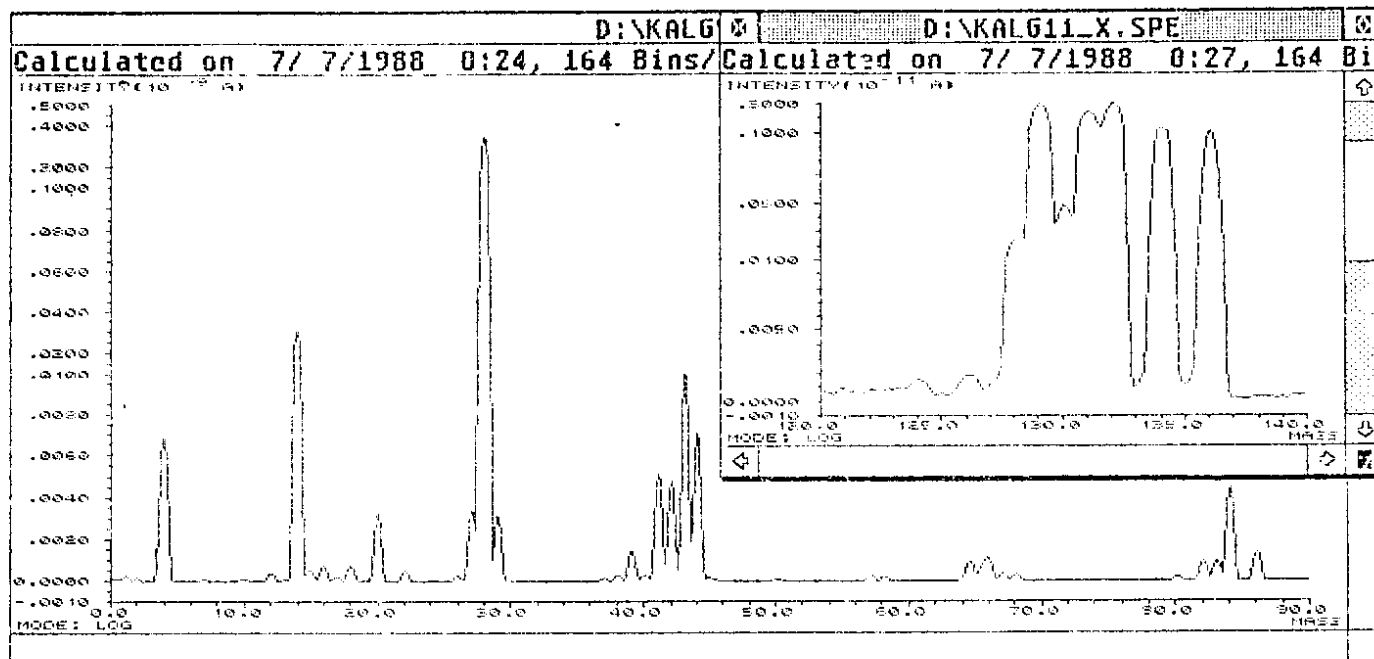


Abb. 4.3: Spektrum von Kalibriergas, bei dem das Restgas bereits abgezogen ist. Das kleine Fenster oben rechts zeigt das getrennt aufgenommene Spektrum im Massenbereich von Xenon.

Zuerst prüft man durch Messung der *Isotopenverteilung*⁹ von Krypton und Xenon, ob beim Gaseinlaß eine Massendiskriminierung auftritt. Man benutzt diese Edelgase, weil es in ihren Massenbereichen von 78 u bis 86 u (Krypton) und von 124 u bis 136 u (Xenon) keinen nennenswerten Restgasuntergrund gibt. Dazu wertet man ein Spektrum aus, das der Abb. 4.3 entspricht, aber im Elektrometerbereich 10^{-11} A aufgenommen wurde. Denn dieses Spektrum hat ein viel kleineres Rauschen als das mit dem Bereich 10^{-9} A, nämlich $\pm 2 \times 10^{-15}$ A statt $\pm 2 \times 10^{-14}$ A. Das Ergebnis zeigen die Tabellen 4.1 und 4.2.

Die in diesen und den folgenden Tabellen angegebenen *Fehler* der Ionenströme kommen aus zwei Quellen, nämlich dem *Verstärkerrauschen* (siehe oben) und dem Ablesfehler am Bildschirm (± 1 bei der zweiten Stelle nach dem Komma).

Die Tabellen zeigen, daß die *leichten Ionen* in der Hochvakuumkammer *etwas angereichert* werden. Beim Einlaß hat man also keine rein viskose Gasströmung. Neben diesem Masseneffekt gibt es noch kleinere *systematische Fehler*, die in den Tabellen nicht angegeben sind. Z.B. kann der Signalnullpunkt im Bereich einiger 10^{-15} A langsam schwanken, wie man am Xenonspektrum in Abb. 4.3 sieht. Außerdem werden alle Peaks zwischen zwei hohen Peaks ein wenig angehoben, weil die „Ausläufer“ dieser hohen Spitzen rund 1 u weit reichen. Das erkennt man z.B. bei den Massenzahlen 83 ($^{83}\text{Kr}^+$) und 130 ($^{130}\text{Xe}^+$).

Die in Tabelle 4.2 angegebene Summe der Ströme von den Xe^+ -Ionen ist der *Bezugsstrom für die folgende Kalibrierung*. Aus den gemessenen Ionenströmen und der vom Gaslieferanten

⁸ Bei genügend starker Ausschnittvergrößerung (siehe Anhang D) ist diese Ablesung auf drei gültige Ziffern genau.

⁹ Alle zu dieser Auswertung benötigten Isotopenverteilungen wurden aus [KUC81] entnommen.

Ion	Ionenstrom [A]	Anteil [%]	
		gemessen	Literaturwert
$^{78}\text{Kr}^+$	$(3,3 \pm 0,2) \times 10^{-14}$	$0,41 \pm 0,03$	0,35
$^{80}\text{Kr}^+$	$(1,87 \pm 0,02) \times 10^{-13}$	$2,31 \pm 0,03$	2,3
$^{82}\text{Kr}^+$	$(9,45 \pm 0,02) \times 10^{-13}$	$11,65 \pm 0,04$	11,6
$^{83}\text{Kr}^+$	$(9,54 \pm 0,02) \times 10^{-13}$	$11,76 \pm 0,04$	11,5
$^{84}\text{Kr}^+$	$(4,61 \pm 0,01) \times 10^{-12}$	$56,84 \pm 0,19$	57,0
$^{86}\text{Kr}^+$	$(1,38 \pm 0,01) \times 10^{-12}$	$17,02 \pm 0,01$	17,3
Summe	$(8,11 \pm 0,02) \times 10^{-12}$	100	100

Tabelle 4.1: Isotopenverteilung von Krypton im Kalibriergasgemisch.

Ion	Ionenstrom [A]	Anteil [%]	
		gemessen	Literaturwert
$^{124}\text{Xe}^+$	$(1,6 \pm 0,2) \times 10^{-14}$	$0,14 \pm 0,02$	0,10
$^{126}\text{Xe}^+$	$(1,8 \pm 0,2) \times 10^{-14}$	$0,16 \pm 0,02$	0,09
$^{128}\text{Xe}^+$	$(2,44 \pm 0,02) \times 10^{-13}$	$2,13 \pm 0,02$	1,92
$^{129}\text{Xe}^+$	$(3,01 \pm 0,01) \times 10^{-12}$	$26,31 \pm 0,11$	26,4
$^{130}\text{Xe}^+$	$(4,87 \pm 0,02) \times 10^{-13}$	$4,26 \pm 0,02$	4,0
$^{131}\text{Xe}^+$	$(2,42 \pm 0,01) \times 10^{-12}$	$21,15 \pm 0,11$	21,2
$^{132}\text{Xe}^+$	$(3,04 \pm 0,01) \times 10^{-12}$	$26,57 \pm 0,12$	26,9
$^{134}\text{Xe}^+$	$(1,19 \pm 0,01) \times 10^{-12}$	$10,40 \pm 0,10$	10,5
$^{136}\text{Xe}^+$	$(1,01 \pm 0,01) \times 10^{-12}$	$8,83 \pm 0,09$	8,9
Summe	$(1,144 \pm 0,003) \times 10^{-11}$	100	100

Tabelle 4.2: Isotopenverteilung von Xenon im Kalibriergasgemisch.

Ion	Massenzahl m	Ionenstrom $I_{m,X}$ [A]	Anteil am Gemisch p_X [Vol.-%]	Kalibrierfaktor
				$k_{m,X}$
CO_2^{++}	22	$(1,85 \pm 0,03) \times 10^{-13}$	$1,95 \pm 0,04$	$(1,62 \pm 0,06) \times 10^{-2}$
N_2^+	28	$(3,61 \pm 0,01) \times 10^{-10}$	$87,14 \pm 0,11$	$(7,06 \pm 0,15) \times 10^{-1}$
C_3H_3^+	39	$(1,40 \pm 0,02) \times 10^{-12}$	$1,96 \pm 0,04$	$(1,22 \pm 0,04) \times 10^{-1}$
Xe^+	124 bis 136	$(1,144 \pm 0,003) \times 10^{-11}$	$1,95 \pm 0,04$	1

Tabelle 4.3: Berechnung der Kalibrierfaktoren für Kohlendioxid, Stickstoff und Isobutan aus dem Massenspektrum des Kalibriergases.

angegebenen Zusammensetzung der Kalibrier Mischung erhält man mit der Gleichung 4.5 die *Kalibrierfaktoren* (siehe Tabelle 4.3).

Kohlendioxid wird bei der *Massenzahl* 22 (CO_2^{++}) gemessen, weil es bei der Zahl 44 (CO_2^+) einen zu großen Beitrag durch andere Ionen gibt. Das sind vor allem $^{13}\text{C}^{12}\text{C}_2\text{H}_7^+$ (ein Bruchstück des Isobutans), $^{131}\text{Xe}^{+++}$ und $^{132}\text{Xe}^{+++}$ ¹⁰. Diese Xenon-Ionen spielen im Kalibriergas keine wesentliche Rolle, wohl aber im Kammergas, das zu rund 90 Vol.-% aus Xenon besteht. Von dem bei der Massenzahl 22 gemessenen Ionenstrom ($I_{22} = (5,21 \pm 0,02) \times 10^{-13}$ A) muß man noch den Beitrag $I_{22,\text{Ne}}$, der von den $^{22}\text{Ne}^+$ -Ionen erzeugt wird, *abziehen*. Um diesen Beitrag zu berechnen, mißt man den Ionenstrom bei der Massenzahl 20 ($I_{20} = (3,31 \pm 0,01) \times 10^{-12}$ A), der praktisch nur von $^{20}\text{Ne}^+$ -Ionen erzeugt wird. Weil das Isotop Neon 20 im natürlichen Gemisch einen Anteil von 90,5 % hat und Neon 22 einen Anteil von 9,2 %, gilt

$$I_{22,\text{Ne}} = I_{20} \times \frac{9,2\%}{90,5\%} = (3,36 \pm 0,01) \times 10^{-13} \text{ A},$$

wenn man den geringen Masseneffekt beim Einlaß vernachlässigt. Das ergibt dann $I_{22,\text{CO}_2} = (1,85 \pm 0,03) \times 10^{-13}$ A, das ist der in der Tabelle 4.3 eingetragene Strom.

Die Untergrundbeiträge bei der *Massenzahl* 28 (vor allem durch CO^+) kann man beim Kalibriergemisch vernachlässigen, da dieses zu rund 88 Vol.-% aus Stickstoff besteht.

Von den vielen verschiedenen Bruchstückionen des Isobutans benutzt man C_3H_3^+ (*Massenzahl* 39) für die Messungen. Denn bei den häufigeren Bruchstücken mit den Massenzahlen 41 (C_3H_5^+), 42 (C_3H_6^+) und 43 (C_3H_7^+) gibt es zu große Untergrundbeiträge von Kr^{++} (im Kalibriergas) und Xe^{+++} (im Kammergas). Auch bei der Massenzahl 39 muß man einen Untergrundstrom abziehen, der durch die $^{78}\text{Kr}^{++}$ -Ionen entsteht. Dieser Strom $I_{39,\text{Kr}}$ ist sicher kleiner als der Strom durch die $^{78}\text{Kr}^+$ -Ionen ($I_{78,\text{Kr}} = (3,3 \pm 0,2) \times 10^{-14}$ A, siehe Tabelle 4.1) und kann daher mit $I_{39,\text{Kr}} = (1,6 \pm 1,6) \times 10^{-14}$ A abgeschätzt werden. Wenn man diesen kleinen Strom von dem bei der Massenzahl 39 gemessenen Strom ($I_{39} = (1,42 \pm 0,01) \times 10^{-12}$ A) abzieht, kommt man zum in der Tabelle 4.3 eingetragenen Wert.

Der in der untersten Zeile (Xe^+) der Tabelle 4.3 eingetragene Ionenstrom ist die Summe über alle stabilen Xenon-Isotope (siehe Tabelle 4.2). Man wählt diese Summe als Bezugsstrom I_{Xe} , weil sie einen viel kleineren relativen Fehler als die Einzelströme hat, wie man in Tabelle 4.2 sieht. Der zugehörige Kalibrierfaktor ist definitionsgemäß gleich eins (siehe Gleichung 4.5).

• Luft

Ion	Massenzahl <i>m</i>	Ionenstrom <i>I_{m,X}</i> [A]	Anteil am Gemisch <i>p_X</i> [Vol.-%]	Kalibrierfaktor <i>k_{m,X}</i>
N_2^+	28	$(3,32 \pm 0,01) \times 10^{-10}$	78,10	$(7,06 \pm 0,15) \times 10^{-1}$
O_2^+	32	$(5,72 \pm 0,01) \times 10^{-11}$	20,95	$(4,53 \pm 0,10) \times 10^{-1}$

Tabelle 4.4: Berechnung des Kalibrierfaktors für Sauerstoff aus dem Massenspektrum von Luft und dem vorher gemessenen Kalibrierfaktor für Stickstoff.

Das Spektrum von Luft (siehe Abb. 4.4) braucht man zur Kalibrierung des Spektrometers auf *Sauerstoff*, da dieser nicht im Kalibriergas enthalten ist¹¹. Wenn man die Gleichung 4.5

¹⁰Das Ion $^{131}\text{Xe}^{+++}$ erscheint bei der Massenzahl $43\frac{2}{3}$ und kann dadurch kaum von den Ionen bei der Massenzahl 44 getrennt werden.

¹¹Weil die Kalibriermischung auch das brennbare Isobutan enthält, wurde sicherheitshalber kein Sauerstoff beigelegt.

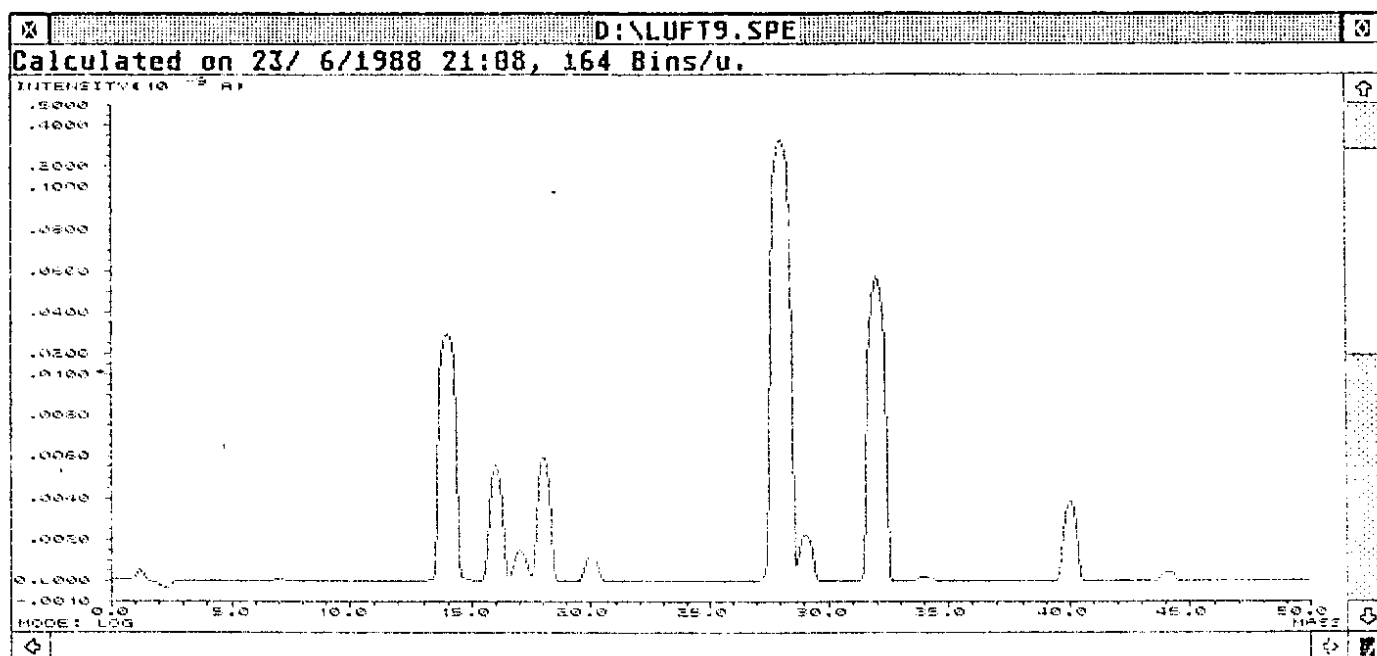


Abb. 4.4: Spektrum von Luft, bei dem das Restgas bereits abgezogen ist.

zweimal anwendet, nämlich mit $X = O_2$ und mit $X = N_2$, dann erhält man:

$$\frac{k_{32,O_2}}{k_{28,N_2}} = \frac{I_{32,O_2}}{p_{O_2}} \cdot \frac{I_{28,N_2}}{p_{N_2}}$$

Aus den bei den Massenzahlen 28 und 32 gemessenen Ionenströmen und der bekannten Zusammensetzung der Luft bekommt man damit den Kalibrierfaktor für Sauerstoff (siehe Tabelle 4.4).

• Kammergas

Mit dem Spektrum der fertigen Kammergas Mischung (siehe Abb. 4.5) prüft man die vorher ermittelten Kalibrierfaktoren für Isobutan und Kohlendioxid. Die Gleichung 4.6 gibt die Gasanteile im Verhältnis zum Anteil des Xenons an, wenn man die gemessenen Ionenströme (für Kohlendioxid bei der Massenzahl 22, für Isobutan bei der Massenzahl 39 und für Xenon bei den Massenzahlen 124 bis 136) und die Kalibrierfaktoren einsetzt (siehe Tabelle 4.5). Diese Verhältniszahlen p_X/p_{Xe} ergeben zusammen mit der Bedingung $p_{CO_2} + p_{C_4H_{10}} + p_{Xe} = 100$ Vol.-% die Volumenanteile p_X .

Gas X	Ionenstrom [A]	lt. Gaslieferant p_X [Vol.-%]	Anteil am Gemisch gemessen	
			p_X/p_{Xe}	p_X [Vol.-%]
CO ₂	$(3,56 \pm 0,02) \times 10^{-13}$	$8,2 \pm 0,2$	$(1,01 \pm 0,04) \times 10^{-1}$	$8,98 \pm 0,36$
iC ₄ H ₁₀	$(6,37 \pm 0,02) \times 10^{-13}$	$1,98 \pm 0,04$	$(2,40 \pm 0,08) \times 10^{-2}$	$2,13 \pm 0,07$
Xe	$(2,174 \pm 0,003) \times 10^{-10}$	$89,8 \pm 0,2$	1	$88,89 \pm 0,32$

Tabelle 4.5: Prüfung der Kalibrierfaktoren für Kohlendioxid und Isobutan mit dem Spektrum der Kammergas Mischung.

Wie die Tabelle 4.5 zeigt, sind die gemessenen Anteile von Kohlendioxid und Isobutan *etwa 10 % zu hoch*. Die leichten Ionen werden also stärker bevorzugt als bei der Kalibriermischung.

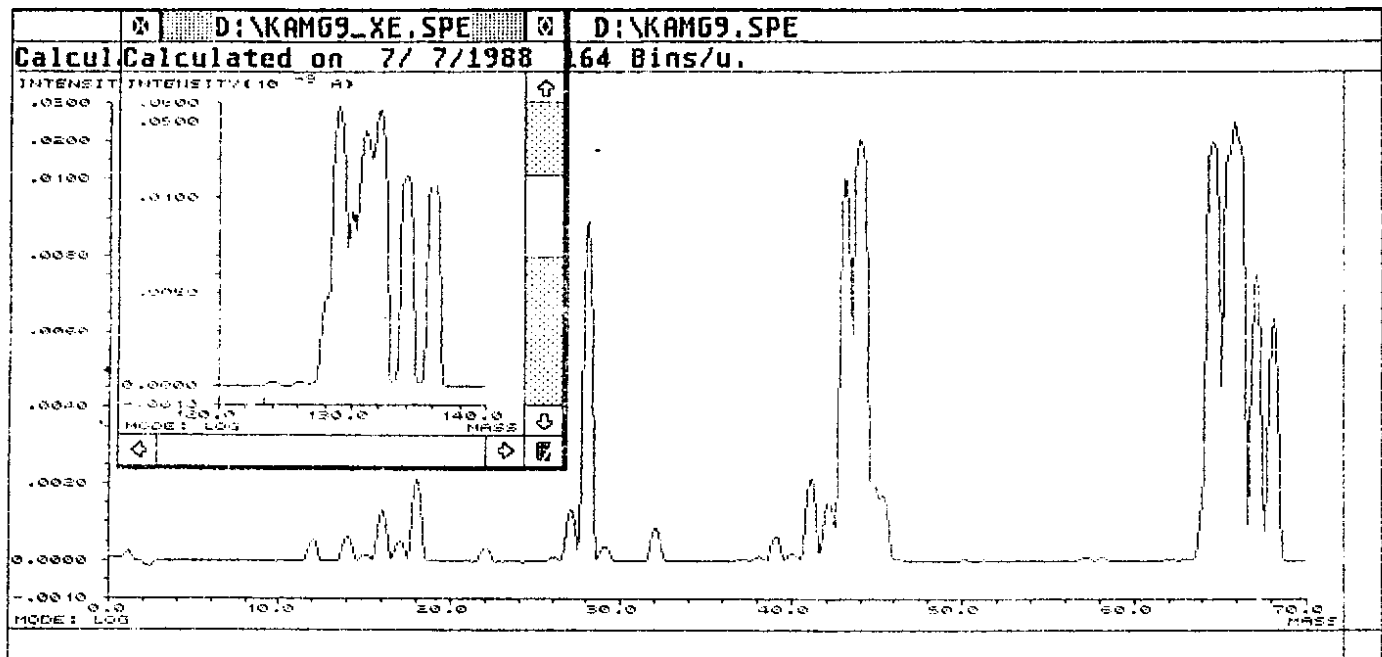


Abb. 4.5: Spektrum von Kammergas, bei dem das Restgas bereits abgezogen ist. Das kleine Fenster oben links zeigt das getrennt aufgenommene Spektrum im Massenbereich von Xenon.

Das zeigt sich auch bei der Isotopenverteilung von Xenon (siehe Tabelle 4.6). Zu diesem Ef-

Ion	Ionenstrom [A]	Anteil [%]	
		gemessen	Literaturwert
$^{124}\text{Xe}^+$	$(2,2 \pm 0,2) \times 10^{-13}$	$0,10 \pm 0,01$	0,10
$^{126}\text{Xe}^+$	$(2,3 \pm 0,2) \times 10^{-13}$	$0,11 \pm 0,01$	0,09
$^{128}\text{Xe}^+$	$(4,82 \pm 0,02) \times 10^{-12}$	$2,22 \pm 0,01$	1,92
$^{129}\text{Xe}^+$	$(5,87 \pm 0,01) \times 10^{-11}$	$27,00 \pm 0,06$	26,4
$^{130}\text{Xe}^+$	$(9,44 \pm 0,02) \times 10^{-12}$	$4,34 \pm 0,01$	4,0
$^{131}\text{Xe}^+$	$(4,64 \pm 0,01) \times 10^{-11}$	$21,34 \pm 0,06$	21,2
$^{132}\text{Xe}^+$	$(5,75 \pm 0,01) \times 10^{-11}$	$26,45 \pm 0,06$	26,9
$^{134}\text{Xe}^+$	$(2,18 \pm 0,01) \times 10^{-11}$	$10,03 \pm 0,05$	10,5
$^{136}\text{Xe}^+$	$(1,83 \pm 0,01) \times 10^{-11}$	$8,42 \pm 0,05$	8,9
Summe	$(2,174 \pm 0,003) \times 10^{-10}$	100	100

Tabelle 4.6: Isotopenverteilung von Xenon im Kammergasgemisch.

fekt kommt es, weil sich das Kammergas (überwiegend Xenon) leichter ionisieren läßt als das Kalibriergas (überwiegend Stickstoff). Daher wird das Feinstdosierventil zum Einlaß des Kammergases enger geschlossen als beim Kalibriergas, denn die BAYARD-ALPERT-Röhre zur Steuerung des Reglers mißt den Ionenstrom. Durch diese engere Öffnung wird die Eingangsströmung noch mehr zu einer Molekularströmung¹², d.h. die leichten Ionen werden noch mehr bevorzugt als beim Kalibriergas. Die Kalibrierfaktoren $k_{m,X}$ beim Kammergas sind also andere als beim Kalibriergas. Diesen Fehler kann man ausgleichen, indem man die Anlage direkt

¹² Bedingung für eine reine Molekularströmung ist, daß die Durchgänge verglichen mit der freien Weglänge der Gasteilchen klein sind. Diese freie Weglänge liegt am Gaseinlaß, d.h. bei Atmosphärendruck, bei einigen 10 nm. Der Spalt, den das Dosierventil zum Hochvakuum hin öffnet, hat eine Breite der Größenordnung 1 μm . So entsteht eine nahezu viskose Mischströmung, die der Molekularströmung um so ähnlicher wird, je enger dieser Spalt ist.

mit einer Standard-Kammergasmischung kalibriert.

Die *Nachweisgrenze für Sauerstoff im Kammergas*, erhält man aus der Gleichung 4.6, wenn dort den Kalibrierfaktor für Sauerstoff, den Ionenstrom des Xenons, den Anteil des Xenons im Kammergas und die Rauschgrenze 2×10^{-15} A als Sauerstoff-Ionenstrom einsetzt. Das ergibt dann:

$$p_{O_2, \text{minimal}} \approx 2 \times 10^{-5}.$$

Bei der Spurenmessung von Sauerstoff muß man den Beitrag der Xe^{4+} -Ionen beachten, der bei 10^{-14} A liegt.

4.3 Übersicht der Meßergebnisse

Die Resultate der Messungen kann man in vier Punkten zusammenfassen:

- Zeitverhalten

Zwischen zwei Spektren von verschiedenen Gasen braucht man etwa 20 Minuten Wartezeit bei geschlossenem Gaseinlaßventil, um die Reste des zuerst untersuchten Gases weitgehend aus der Hochvakuumkammer zu entfernen. Weil die Hochvakuumglocke ständig rund 100° C warm gehalten wird, ist diese Zeit so kurz.

- Wasserdampf

Der Wassergehalt eines Gases kann mit dem Spektrometer nicht gemessen werden, weil das Restgas in der Vakuumkammer einen zu stark schwankenden Wasseranteil enthält.

- Sauerstoff

Sauerstoff kann man ab einem Volumenanteil von etwa 20 ppm im Kammergas nachweisen. Diese Grenze wird vor allem durch den Meßverstärker gesetzt, da es bei der Massenzahl 32 keinen nennenswerten Restgasuntergrund gibt.

- Kalibrierfaktoren

Die Kalibrierfaktoren sind die Empfindlichkeiten des Massenspektrometers für die einzelnen Gase. Es sind relative Zahlen, die auf die Empfindlichkeit für Xenon normiert sind (siehe Gleichung 4.5 und Tabelle 4.7).

Gas X	Massenzahl m	Kalibrierfaktor $k_{m,X}$
CO ₂	22	$(1,62 \pm 0,06) \times 10^{-2}$
N ₂	28	$(7,06 \pm 0,15) \times 10^{-1}$
iC ₄ H ₁₀	39	$(1,22 \pm 0,04) \times 10^{-1}$
O ₂	32	$(4,53 \pm 0,10) \times 10^{-1}$

Tabelle 4.7: Übersicht der Kalibrierfaktoren. Die Massenzahlen geben die Masse des Ions an, bei dem gemessen wird.

Der relative Fehler dieser Faktoren beträgt einige Prozent. Das liegt vor allem an der Ungenauigkeit der Kalibriermischung selbst¹. Die Fehler der Strommessungen, die sich auf die Kalibrierfaktoren auswirken, liegen dagegen deutlich unter 1 %.

Die Kalibrierfaktoren hängen von der jeweiligen Gaszusammensetzung ab, wie der Vergleich zwischen der Kalibriermischung und dem Kammergas zeigt. Man benutzt daher am besten

ein Kalibriergemisch, das dem später zu prüfenden Gas möglichst ähnlich ist. Dann kann man die Gasanteile mit einem relativen Fehler unter 5 % messen.

Weil der Ionenstrom einer Gaskomponente proportional zu ihrem Anteil an der Mischung ist, kann man auch kleine Veränderungen der Gasmischung sehr leicht feststellen. Beim Kohlendioxid und Isobutan im Kammergas sind *relative* Änderungen $\Delta p_X/p_X$ ab etwa 0,5 % nachweisbar, weil die Ionenströme mit dieser Genauigkeit meßbar sind (siehe Tabelle 4.5).

Kapitel 5

Diskussion der Meßergebnisse

Das Massenspektrometer hat, wie schon im Abschnitt 1.3 gesagt, zwei Hauptaufgaben, nämlich einerseits die Kontrolle des Kammergases auf Verunreinigungen und andererseits die Überwachung des Mischungsverhältnisses zwischen Isobutan, Kohlendioxid und Xenon.

Für die erstgenannte Aufgabe ist das Massenspektrometer nur bedingt geeignet, da es den Wasserdampf nicht mit der nötigen Empfindlichkeit, d.h. bei einem Volumenanteil unter 10 ppm, nachweisen kann. Dieses Problem entsteht durch den großen und schwankenden Anteil von Wasser im Restgas des Hochvakuumraumes und kann daher nur mit einem *Zusatzgerät zur Feuchtemessung* gelöst werden. Die untere Nachweisgrenze für Sauerstoff von etwa 20 ppm Volumenanteil wird dagegen allein durch das Rauschen des Ionenstrom-Meßverstärkers bestimmt. Diese Rauschgrenze von etwa 2×10^{-15} A wird um den Faktor 50 kleiner, wenn man einen *Sekundärelektronenvervielfacher* anstelle des jetzigen Elektrometerverstärkers einbaut. Durch dieses verringerte Rauschen kann man außerdem alle Ionenströme genauer und schneller messen. Ein anderer Weg ist der Einsatz eines speziellen Sauerstoff-Meßgerätes. Vielleicht reicht die Sauerstoff-Nachweisgrenze von etwa 20 ppm Volumenanteil sogar aus, so daß kein weiteres Meßgerät nötig ist. Dieses läßt sich aber erst nach einer Testmessung an einer Übergangsstrahlungskammer entscheiden.

Die zweite Aufgabe (die Überwachung der Mischungsverhältnisse im Kammergas) kann vom Massenspektrometer gut erfüllt werden. Denn es zeigt Veränderungen in der Gaszusammensetzung durch proportionale Änderungen der entsprechenden Ionenströme an. Bei Isobutan und Kohlendioxid sind so noch *relative* Änderungen der Volumenanteile ab etwa 0,5 % nachweisbar. Diese Empfindlichkeit ist mehr als ausreichend. Mit Hilfe der Analyse durch das Massenspektrometer kann man das Kammergas auch selbst aus den Komponenten mischen, wenn man ein genügend genau eingestelltes Kammergas als Bezugspunkt hat¹.

¹Bei dieser Bezugsmischung sollten die Anteile der Komponenten mit einem relativen Fehler unter 0,1 % bekannt sein.

Kapitel 6

Zusammenfassung und Ausblick

Die vorliegenden Messungen zeigen, daß das Massenspektrometer das Mischungsverhältnis der drei Kammergaskomponenten ausreichend genau überwachen kann. Zum Nachweis der elektronegativen Verunreinigungen Wasserdampf und Sauerstoff ist es nicht so gut geeignet, so daß man für Wasser in jedem Fall ein Zusatzmeßgerät braucht. Zum Sauerstoffnachweis ist entweder ein Zusatzmeßgerät sinnvoll oder ein Sekundärelektronenvervielfacher als Ionenstromverstärker. Mit diesen Erweiterungen kann man alle an die Kammergaskontrolle gestellten Forderungen (siehe Abschnitt 1.3) erfüllen.

Die wichtigste Aufgabe in der näheren Zukunft ist der Ausbau der Anlage zum *vollautomatischen Betrieb*. Hierzu gehört der Einbau einer automatischen Pumpstandsteuerung und die Umrüstung der jetzt noch handbedienten Ventile auf elektromagnetische Betätigung. Außerdem müssen neue Programme zur Steuerung des Massenspektrometers durch einen VME-Rechner entwickelt werden, damit man die Gasanalyseanlage in die Datenverarbeitung des ZEUS-Detektors eingliedern kann. Denn das in dieser Arbeit beschriebene Programm ermöglicht nur Einzelmessungen, aber keine ständige Gasüberwachung.

Anhang A

Technische Daten des Massenspektrometers QMG 112

Das Meßsystem besteht aus vier Hauptteilen, das sind die Meßröhre QMA 120 mit der Versorgungselektronik QME 112 und dem Vorverstärker EP 112, sowie das Steuergerät QMS 112. Die wichtigsten Daten dieser vier Komponenten sind in Abb. A.1 enthalten.

Das eigentliche Spektrometer, d.h. der Analysator QMA 120, wird von der Elektronik QME 112 mit den erforderlichen Betriebsspannungen versorgt. Diese Elektronik versorgt auch den Vorverstärker EP 112, der über ein kurzes BNC-Kabel den Ionenstrom direkt vom FARADAYbecher aufnimmt. QME 112 und EP 112 sind dicht am Analysator befestigt. Ein Sekundärelektronenvervielfacher (SEV), der anstelle des FARADAYbeckers eingesetzt wird und als Vor-Vorverstärker des Ionenstroms wirkt, ist hier nicht eingebaut.

Alle Bedienungselemente des Spektrometers liegen am Steuergerät QMS 112, das über ein Kabel den Strom für die Versorgungselektronik liefert und das Ausgangssignal vom Vorverstärker empfängt. Das Steuergerät kann man weit entfernt von der eigentlichen Meßstelle aufstellen.

Gesamtsystem

Massenbereich	1 + 100 1 + 200
Grösster zul. Totaldruck ohne SEV mit SEV	10 ⁻⁴ mbar 10 ⁻⁵ mbar
Empfindlichkeit	> 2 · 10 ⁻⁴ A/mbar für Argon, ohne SEV bei I _e = 1 mA. Einheitsauflösung
Auflösungsvermögen Masse 100, 10% Tal. Def. Masse 200, 10% Tal. Def.	> 100 > 200
Kleinster nachweisbarer Partialdruck ohne SEV mit SEV mit 90° SEV	< 1 · 10 ⁻¹¹ mbar ¹⁾ < 2 · 10 ⁻¹³ mbar < 5 · 10 ⁻¹⁴ mbar

Quadrupol-Steuergerät QMS 112

Digitalanzeige	2 1/2 Digits
Auflösung	0.1 amu für Massenzahlen 0.001 f.s. für Elektrometersignal 0.01 mA für Emission
Elektrometermessbereiche LIN AUTO	10 ⁻⁵ A f.s. + 10 ⁻¹³ A f.s. 1 Dekade 0 + ± 10 V 3 Dekaden 0 + ± 10 V, geknickter Geradenzug
Elektrometerfilter	Gekoppelt mit "Scan Speed" Zeitkonstante = 0,025 x SPEED.
First Mass	10-Gang Präz. Potentiometer mit Feststeller
Scan Width	10-Gang Präz. Potentiometer mit Feststeller
SEM Voltage	10-Gang Präz. Potentiometer mit Feststeller
Analogausgänge	"Electrometer" und "Scan" 0 + 10 V, 1 mA max.
Digitalausgang Digitaleingang	"Scan in progress L", TTL, Low true "Reset scan H", TTL, High true
QDP-Anschluss	Siehe separate Spezifikation. analoge/digitale Signale zur vollständigen Steuerung resp. Datenerfassung sind zugänglich.
Netzanschluss	115/208/220/240 V, 50 ... 50 Hz, 210 VA
Gewicht, ca.	10 kg

Quadrupol-Elektronik QME 112

Stromversorgung	Vom QMS 112; ± 24 V DC
Emissionsstrom I _e	70 µA + 2 mA
Stabilität von I _e	0.1% bei 1 mA
Degas	5 mA/500 V
Filamentversorgung	4,5 V/4,5 A max.
Elektronenenergie	100 eV
Katodenpotential	47 V
Feldachsendifferenz	0 + -15 V gegen Elektronenauffänger
Umlenkspannung	0 + -300 V gegen Erde
HF-Frequenz	2.37 MHz 2 MHz
HF-Amplitude	500 V pp 820 V pp
SEV-Hochspannung	0 + 3 kV nom. 3.5 kV typ.
Innenwiderstand	1 MΩ
Blastung	> 15 MΩ
Begrenzung	< 1 mA
Kabellänge QME - QMS	3 m normal, bis 20 m direkt bis 200 m mit Zusatznetzteil
Gewicht, ca.	2,5 kg

Elektrometer-Vorverstärker EP 112

Bereiche	10 ⁻⁵ / 10 ⁻⁷ / 10 ⁻⁹ / 10 ⁻¹¹ A f.s.
Anstiegszeiten 10 ... 90%	40 µs / 100 µs / 1,5 ms / 60 ms
Ausgangssignal	0 + +/- 10 V
Eingang	BNC-Buchse, geschützt bis 250 V
Gewicht, ca.	100 g

Analysatoren QMA 120

Stabsystem Länge	100 mm
Stabdurchmesser	6 mm
Feldradius	2,6 mm
Material	Rostfreier Stahl/Glaskeramik
Einbauöffnung, ca.	30 mm Ø
Ionenquellen	Axial- Gitter- Gasdichte-
Emissionsstrom	0.1 + 1 mA 0.1 + 2 mA 0.1 + 1 mA
Katoden	1 2 1
Katodenmaterial	Rhenium, Wolfram, Thor, Iridium
Elektronenenergie	100 eV 100 eV 100 eV
SEV	
Stufenzahl	17
Dynodenmaterial	Cu/Be
Spannungsteiler	1 MΩ/Stufe, beide Enden herausgeführt
Verstärkung, typ.	> 10 ⁶ bei 2,5 kV
Grösster zulässiger Druck	10 ⁻⁴ mbar ohne/10 ⁻⁵ mbar mit SEV

Abb. A.1: Technische Daten der Hauptkomponenten des Massenspektrometers QMG 112 von BALZERS, entnommen aus [BAL86].

Anhang B

Datenformate der Schnittstelle QMI 112

Vor jeder Signalausgabe empfängt das Massenspektrometer sieben Bytes über den IEC 625-Bus. Die genauen Formate dieser Bytes stehen in der Tabelle Abb. B.1.

Die ersten beiden Bytes geben als 16 bit-Zahl die Masse an, bei der gemessen wird. Diese Zahl ergibt nach der Formel $m = 200 \text{ u} \times (16 \text{ bit-Zahl}) / 32768$ die Masse.

Erlaubt sind also nur *diskrete Werte* im Abstand $200 \text{ u} / 32768$. Die beiden nächsten Bytes sind Null, weil ein Sekundärelektronenvervielfacher (SEV) hier nicht eingebaut ist. Mit dem 5. Byte werden die Zeitkonstante des Verstärkerfilters (FILTER), die Nachverstärkung im Steuergerät (GAIN) und der Meßbereich des Vorverstärkers (RANGE) eingestellt. Die Filterzeitkonstante soll dabei etwa der Geschwindigkeit des Massendurchlaufs entsprechen. (Die Aufnahme eines Intensitätswertes braucht etwa 70 ms.) Das 6. Byte legt die Betriebsart des Spektrometers (MODE) und die Art des von ihm zu sendenden Signals (DISPLAY und SELECT) fest. In den Stellungen STANDBY (Glühkathode ausgeschaltet) und DEGAS (großer Emissionsstrom zum Entgasen der Ionenquelle) wird kein Spektrum erfaßt. Mit SPECTRUM bekommt man die normalen Massenspektren, und im INTEGRAL-Modus werden die Ionen in einem sehr großen Intervall um die eingestellte Masse erfaßt. (Beim INTEGRAL-Spektrum ist zwischen den Quadrupolstäben nur die Wechselspannung eingeschaltet.) Das 7. Byte ist ebenfalls immer Null, weil die acht in der Schnittstelle eingebauten Schaltrelais im Moment nicht benutzt werden.

Unmittelbar nach dem Empfang dieser sieben Bytes sendet das Massenspektrometer seine beiden Signalbytes. Welches Signal gesendet wird, hängt vom zuvor empfangenen 6. Steuerbyte ab (siehe oben). Die Datenformate dieser beiden Bytes stehen in der Tabelle Abb. B.2.

Das am häufigsten gelesene Signal ist der Ionenstrom, der wie der aktuelle Massenwert als 16 bit-Zahl ausgegeben wird. Ein Strom an der oberen Grenze des jeweils eingestellten Meßbereichs ergibt eine Spannung von 10 Volt. Die 16 bit-Skala ist je nach der gewählten Nachverstärkung entweder linear oder quasilogarithmisch (siehe Abb. 2.3). Während der Erfassung eines Spektrums liest man regelmäßig die beiden Statusbits zur Kontrolle des Emissionsstroms. Die Stärke des Emissionsstroms (ebenfalls als 16 bit-Zahl ausgegeben) wird nicht gemessen, auch nicht die Zustände der acht TTL-Hilfseingänge. Denn diese Eingänge werden im Moment nicht benutzt.

[illegible]

W. , Abhängig von der verwendeten H₂-Stufe beziehen sich die Werte auf die Masse-Ereichte 100 oder 200 .

[illegible]

3. Die Leistungsleistung ist Display Emulsion und SELECT Emulsion.

Abb. B.1: Datenformate der vom Massenspektrometer BALZERS QMG 112 zu empfangenden ersten sechs Bytes, entnommen aus [BAI84]. Die acht Bits des 7. Bytes entsprechen den Stellungen der acht eingebauten Schaltrelais.

SELECT = 0; Einlesen des Elektrometersignales

[illegible]

Dies ist Zweierkomplementdarstellung mit 16 bits, die hintersten 2 bits sind immer 0.

EMISSION

SELECT = 1; Einlesen des Emissionsignales,
10 V entspricht 3 mA.

[illegible]

Dies ist Zweierkomplementdarstellung mit 16 bits, die hintersten 2 bits sind immer 0.

040-55470

SELECT = 2; Einlesen der Statusbits

```

      1           2           3           4           5           6           7           8           9           10
-----+-----+-----+-----+-----+-----+-----+-----+-----+-----+-----+
7  6  5  4  3  2  1  0  7  6  5  4  3  2  1  0  1      data
-----+-----+-----+-----+-----+-----+-----+-----+-----+-----+-----+
                                     . +-- DISPLAY Emission
                                     +--- EMISSION S.K.

```

DISPLAY-Emission zeigt an, dass das Gerat auf Entenlonenmessung eingestellt ist, entweder mit Handschalter oder mit MOSFET-SPALT.

EMITTERION : x. anteprelo de LED "EM18" de 0,12.

AUXILIARY INPUT

SELECT = 3; Einlesen der Hilfeeingänge.

1								2								3								Byte - No.
7	6	5	4	3	2	1	0	7	6	5	4	3	2	1	0	data								
																IN0								
																IN1								
																IN2								
																IN3								
																IN4								
																IN5								
																IN6								
																IN7								

Abb. B.2: Datenformate der vom Massenspektrometer BALZERS QMG 112 gesendeten zwei Bytes, entnommen aus [BAI84].

Anhang C

Die Dialogbox zur Aufnahme eines neuen Massenspektrums

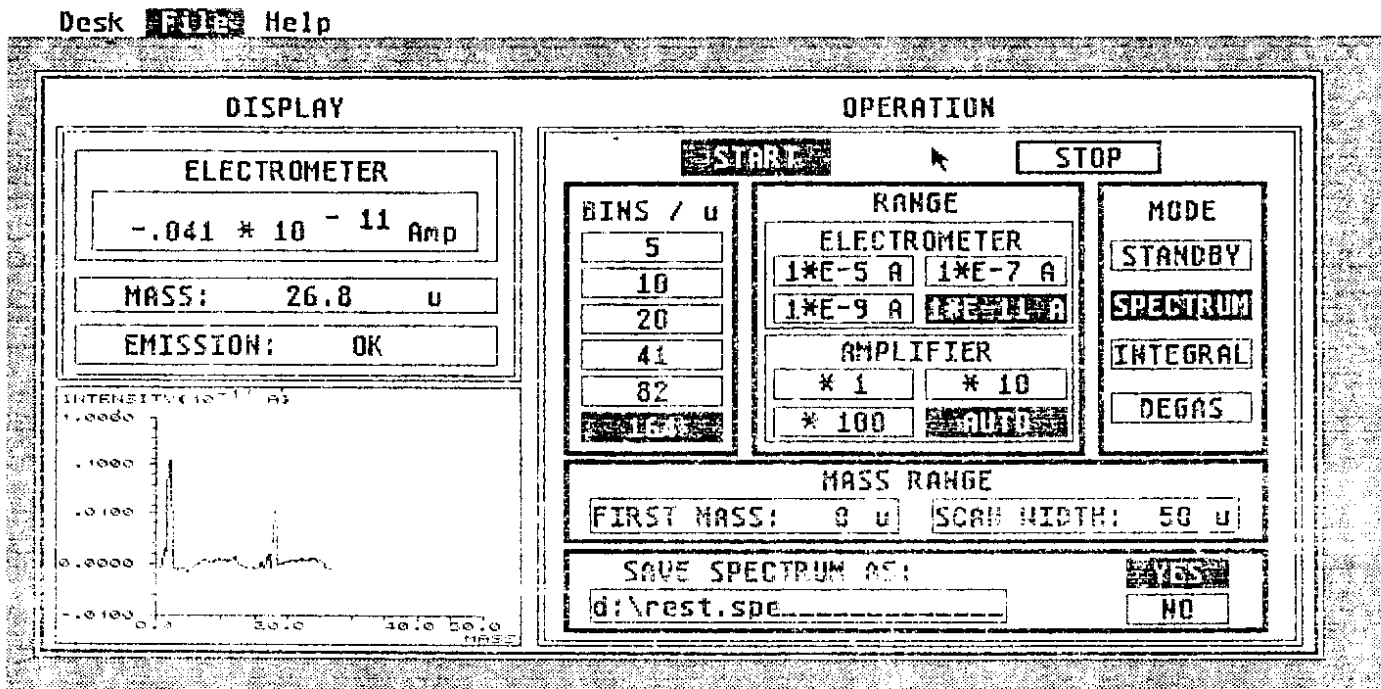


Abb. C.1: Dialogbox zur Aufnahme eines Massenspektrums. Der Menütitel **File** am oberen Bildrand ist hervorgehoben, da man von diesem Titel aus zu der Dialogbox gelangt.

Die oben abgebildete Dialogbox erscheint nach der Wahl des Menüpunktes **Take Spectra ...** unter dem Titel **File** auf dem Bildschirm und bleibt dann bis zum Ende der Spektrum-Messung sichtbar.

Im rechten Teil der Box unter der Überschrift **OPERATION** kann man alle Parameter des neu zu messenden Massenspektrums wählen. Dabei werden die jeweils „gedrückten“ Knöpfe (siehe Abschnitt 3.1) auf dem Bildschirm hervorgehoben. Die Knöpfe **ELECTROMETER** für den Meßbereich des Vorverstärkers, **AMPLIFIER** für die Nachverstärkung im Steuergerät und **MODE** für die Betriebsart (siehe Anhang B) entsprechen den möglichen Schalterstellungen am Steuergerät QMS 112. Die Spektren kann man im **SPECTRUM**- oder **INTEGRAL**-Modus aufnehmen. Dabei bevorzugt man die Elektrometer-Meßbereiche 10^{-9} A oder 10^{-11} A (siehe Abschnitt 2.1) und die quasilogarithmische Nachverstärkung **AUTO**. Denn diese Nachverstärkung vergrößert besonders die kleinen Ionenströme (siehe Abb. 2.3).

In die beiden Textzeilen **FIRST MASS** und **SCAN WIDTH** tippt man den Massenbereich des Spektrums ein, der natürlich im Bereich des Instrumentes, also zwischen 0 u und 200 u, liegen muß. Der Ionenstrom kann nur bei *diskreten Massenwerten* (siehe Anhang B) aufgenommen werden. Alle erlaubten Werte sind nämlich durch die Gleichung

$$m_{\text{erlaubt}} = i \times 200 \text{ u} / 32768 \quad \text{mit} \quad i \in \{0, 1, 2, 3, \dots, 32767\}$$

gegeben. Das bedeutet, sie liegen zwischen 0 u und $200 \text{ u} \times 32767 / 32768 \approx 199,99 \text{ u}$, und der Abstand zwischen je zwei benachbarten Werten beträgt $200 \text{ u} / 32768 \approx 1/164 \text{ u}$. Ein Spektrum

besteht nun aus vielen aufeinander folgenden Ionenstromwerten. Wie dicht diese Einzelwerte auf der Skala der erlaubten Massen liegen, bestimmt man mit den Knöpfen **BINS** / u. Bei der größten Dichte wird der Ionenstrom an jedem erlaubten Wert im gewählten Massenbereich aufgenommen, das ergibt etwa 164 Meßpunkte/u. Bei 82 Meßpunkten/u wird nur an jedem 2. erlaubten Wert gemessen, bei 41 Bins/u nur an jedem 4. Wert ..., und bei 5 Bins/u nur an jedem 32. Wert.

Unmittelbar nach „Drücken“ des **START**-Knopfes beginnt die Messung, die man durch „Drücken“ von **STOP** jederzeit beenden kann. Während der Messung wird regelmäßig, d.h. etwa alle 0,2 u, die aktuelle Masse, der Ionenstrom und der Zustand der Emission im linken Teil der Dialogbox unter der Überschrift **DISPLAY** angezeigt. Unten links in der Box sieht man das Diagramm des gerade gemessenen Spektrums.

Wenn der **YES**-Knopf gewählt wurde, wird das neue Spektrum nach der Messung in einer Datei *gespeichert*. Diese Datei enthält die in der Dialogbox gewählten Parameter, Datum und Uhrzeit der Messung und vor allem die einzelnen Ionenstromwerte in der Reihenfolge der Massen. Die Intensitäten werden so gespeichert, wie sie das Massenspektrometer ausgegeben hat, d.h. als 16 bit-Zahl (siehe Anhang B).

Anhang D

Die Fenster zur grafischen Darstellung von Massenspektren

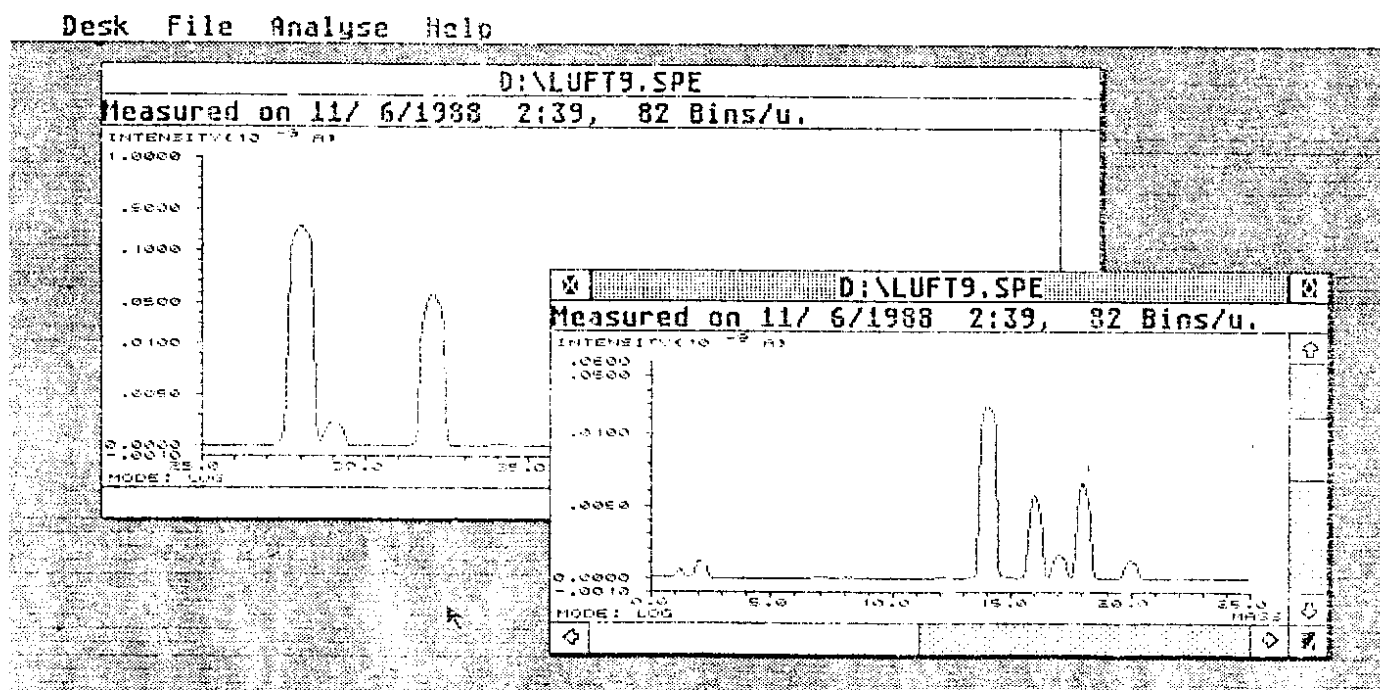


Abb. D.1: Zwei Fenster, die verschiedene Ausschnitte desselben Spektrums zeigen. Das Fenster unten rechts, das das andere Fenster teilweise überdeckt, ist aktiv.

Nach jeder Wahl der Option **Open Window ...** unter dem Menütitel **File** erscheint ein neues Fenster auf dem Bildschirm (siehe Abb. D.1). Unmittelbar nach dem Öffnen bedeckt ein Fenster den ganzen Bildschirm außer der Menüleiste am oberen Bildrand, und es zeigt das in der zugehörigen Datei gespeicherte Massenspektrum vollständig. Anschließend kann man das Fenster bewegen, verkleinern und einen beliebigen Ausschnitt des Massenspektrums wählen, so daß nur dieser im Fenster gezeichnet wird. Jedes Fenster besteht aus zwei Hauptteilen, nämlich dem *Fensterrahmen* mit den Bedienungselementen und der *Innenfläche*. Dabei wird der Rahmen von GEM auf den Bildschirm gebracht und verwaltet. Das jeweilige Benutzerprogramm bearbeitet nur die Innenfläche, d.h. es zeichnet hier die Spektren.

Unabhängig von der Größe und Lage des Fensters erscheint am unteren Rand der Innenfläche die Massenskala und am linken Rand die Intensitätsskala (siehe Abb. D.1). Die Intensitätswerte werden dann als Kurve in dieses Achsenkreuz eingezeichnet. Diese Kurve ist ein *Histogramm*: zu jedem Meßwert in der Datei wird die *x*-Koordinate (abhängig von der Masse) und die *y*-Koordinate (abhängig von der Intensität) auf dem Bildschirm berechnet. Dann wird zwischen je zwei auf der Massenskala benachbarten Meßpunkten eine gerade Linie gezogen. Falls mehrere Meßpunkte auf dem Bildschirm die gleiche *x*-Position haben, wird nur jeweils ein Punkt in Höhe des Intensitätsmittelwertes gezeichnet¹.

¹ Dieses kommt oft vor, weil der ATARI-Monitor in waagerechter Richtung nur 640 Bildpunkte hat, aber ein Massenspektrum meist mehrere Tausend Meßwerte enthält.

Am oberen Rand des Fensterrahmens befindet sich die Titelzeile, die den Dateinamen des gezeigten Spektrums enthält². Die Informationszeile darunter gibt Datum und Uhrzeit der Erzeugung des Spektrums und dessen Dichte (Meßpunkte je Masseneinheit) an. Die Rollbalken am unteren und rechten Fensterrand zeigen an, welcher Teil des Spektrums jetzt im Fenster sichtbar ist: die weiße Fläche entspricht dem sichtbaren Teil und die graue Fläche dem außerhalb des Fensters liegenden Rest (siehe Abb. D.1). Dabei betrifft der untere Balken die Massenskala und der rechte die Intensitätsskala.

Der weiße Teil der Rollbalken läßt sich mit Hilfe der Maus auf einfache Weise bewegen, wobei man Standardfunktionen von GEM benutzt (siehe [STE86]). So kann man den sichtbaren Ausschnitt des Spektrums verschieben. Ebenfalls mit der Maus und Standardfunktionen von GEM kann man die Fenster auf dem Bildschirm bewegen, vergrößern oder verkleinern. Dabei bleibt der im Fenster gezeigte Spektrumteil unverändert. Man kann mit der Maus die Ränder der weißen Rollbalken auch einzeln bewegen. Verschiebt man z.B. den linken Rand des unteren Balkens, dann ändert sich die untere Grenze des im Fenster sichtbaren Massenbereichs. Die Intensitätsskala im Fenster läßt sich zwischen ‚linear‘ und ‚quasilogarithmisch‘ umschalten. Diese beiden zuletzt genannten Funktionen sind in GEM nicht enthalten, sondern wurden als Teil dieses Programms neu geschrieben.

Falls mehrere Fenster zugleich auf dem Bildschirm sind, dann ist immer nur eines für den Benutzer direkt bedienbar. Dieses aktive Fenster erkennt man daran, daß seine Bedienungselemente im Rahmen vollständig gezeichnet sind (siehe Abb. D.1). Bei den übrigen Fenstern sind davon nur die Umrisse zu sehen. Um ein solches „passives“ Fenster zu aktivieren, fährt man den Mauszeiger auf dieses Fenster und drückt den linken Knopf. Dieses wird dann vollständig sichtbar und verdeckt die Fenster, die vorher über ihm lagen. Die Fenster sind wie ein Stapel von Zetteln organisiert: ein neu geöffnetes Fenster kommt zuoberst auf diesen Stapel, und ein „passives“ Fenster, das wieder aktiviert wird, zieht man aus dem Stapel hervor und legt es nach oben. Durch diese Fenstertechnik kann man problemlos mehrere (bis zu sieben) Spektren zugleich ansehen und die jeweils interessanten Ausschnitte wählen.

²Falls das Spektrum durch eine der in Abschnitt 3.4 beschriebenen Analysefunktionen neu berechnet und noch nicht in einer Datei gespeichert wurde, steht `UNSAVED` in der Titelzeile.

Literaturverzeichnis

- [ZEU85] ZEUS Collaboration *The ZEUS Detector, Letter of Intent*
- [ZEU86] ZEUS Collaboration *The ZEUS Detector, Technical Proposal*
- [APP87] R. Appuhn *Nachweis von Übergangsstrahlung durch Analyse von Ladungsclustern in einer Driftkammer* BONN-IR-87-17
- [ZEU87] ZEUS Collaboration *The ZEUS Detector, Status Report 1987*
- [PAU58] W. Paul, H.P. Reinhard, U. von Zahn *Das elektrische Massenfilter als Massenspektrometer und Isotopentrenner* Zeitschrift f. Physik 152, 143 – 182 (1958)
- [BAL84] BALZERS AG, Balzers, Liechtenstein *Betriebsanweisung Quadrupol-Massenspektrometer QMG 112* Bestell-Nr. BK 800 088 BD, 2. Ausgabe 7. 1984
- [WUT82] M. Wutz, H. Adam, W. Walcher *Theorie und Praxis der Vakuumtechnik* Friedr. Vieweg & Sohn, Braunschweig/Wiesbaden 1982
- [BAL86] BALZERS AG, Balzers, Liechtenstein *Katalog: Komponenten für die Vakuumtechnik, Ausgabe 86/88*
- [BAI84] BALZERS AG, Balzers, Liechtenstein *Betriebsanweisung IEC 625 (IEEE 488) Interface zu QMG 112, QMI 112* Bestell-Nr. BG 800 169 BD, 2. Ausgabe 10. 1984
- [STE86] Josef und Gerhard Steiner *GEM für den Atari 520 ST, 2. Auflage*, Markt & Technik-Verlag, Haar 1986
- [MEG86] *Megamax C-Compiler, Version 1.1* Application Systems, Heidelberg 1986
- [KUC81] Horst Kuchling *Taschenbuch der Physik* Verlag Harry Deutsch, Thun und Frankfurt/M. 1981