

Fortgeschrittenenpraktikum

Versuch 31: Vakuumtechnik II - Massenspektrometer

Ort: Physikgebäude / F-Praktikum, P 007

Bei der Massenspektrometrie werden aus Atomen oder Molekülen Ionen erzeugt, diese nach ihrem Masse-Ladungs-Verhältnis mit Hilfe elektrischer und magnetischer Felder getrennt und als Massenspektrum erfaßt. Anwendung finden massenspektrometrische Verfahren in der Strukturanalytik, der Umwelt- und chemischen Analytik aber auch bei der Diagnostik und Kontrolle von Vakuumbeschichtungsprozessen

Mess-/Arbeitsprogramm:

1. Registrieren Sie bei 70 eV Elektronenenergie (Standardwert) das Restgasspektrum des Aufbaus Quadrupol-Massenspektrometer (QMS)/Vakuumpumpstand und bestimmen Sie qualitativ die Zusammensetzung des Restgases.
2. Lassen Sie ein Edelgasgemisch mit He, Ne, Ar, Kr und Xe in das Spektrometer ein (angezeigter Druck ca. 10^{-3} Pa). Stellen Sie mit Hilfe der Routine *autotune* sicher, dass das QMS auf ein Auflösungsvermögen von $\Delta m = 0,6$ u (gemessen als Peakbreite bei 10% der Peakhöhe) eingestellt ist.
3. Nehmen Sie bei 70 eV Elektronenenergie ein Massenspektrum des Edelgasgemisches auf. Ermitteln Sie mithilfe der bekannten Zusammensetzung des Gasgemisches für He, Ne und Kr die Wirkungsquerschnitte zur Erzeugung einfach geladener Ionen durch Elektronenstoß, indem Sie vom bekannten Wert für Argon ausgehen: $\sigma_{\text{Ar}}(70 \text{ eV}) = 2,67 \cdot 10^{-16} \text{ cm}^2$.
4. Registrieren Sie den Zeitverlauf der Signale von H_2^+ (2 u), He^+ (4 u), H_2O^+ (18 u), N_2^+ (28 u), Ar^+ (40 u) und Kr^+ (84 u) beim Abpumpen des Edelgasgemisches (Messung starten, nach ca. einer Minute das Dosierventil schließen und weitere zehn Minuten messen). Diskutieren Sie auftretende Unterschiede in den Verläufen der Signale.
5. Lassen Sie Krypton ein (ca. 10^{-3} Pa) und bestimmen Sie die relative Häufigkeit der Isotope des Edelgases. Vergleichen Sie die Ergebnisse mit Literaturangaben.
6. Untersuchen Sie den Einfluss der Energie der Ionen beim Durchlaufen des Quadrupols auf Intensität und Breite des Massenpeaks von ^{86}Kr .
7. Bestimmen Sie das Appearance-Potential zweifach geladener Kryptonionen ($^{84}\text{Kr}^{2+}$) durch Variation der Elektronenenergie in der Ionenquelle des Massenspektrometers. Stellen Sie zur Auswertung den $^{84}\text{Kr}^{2+}$ -Ionenstrom als Funktion der Elektronenenergie grafisch dar.
8. Registrieren Sie das Elektronenstoß-Massenspektrum einer unbekannt Substanz bei 70 eV Elektronenenergie. Schlussfolgern Sie aus dem Fragmentierungsspektrum auf die mögliche Struktur der Substanz.

(Weitere Hinweise gibt der Betreuer)

Stichwortverzeichnis:

Massenzahl, Auflösungsvermögen, Elektronenstoßionisation, Fragment-Ion, Appearance-Potential, Partialdruckanalysator, Restgas, Quadrupol-Massenspektrometer, magnetisches Massenspektrometer, Flugzeitmassenspektrometer, Faraday-Auffänger, Sekundärelektronen-Vervielfacher (SEV), Kanalelektronenvervielfacher (engl.: channeltron), Mikrokanalplatte (engl.: micro-channel plate, MCP).

Literaturangaben:

- Fa. Balzers: "Partialdruckmessung in der Vakuumtechnik".
 - C. Edlmann: "Wissenspeicher Vakuumtechnik", Fachbuchverlag Leipzig, 1985.
- 📖 "Eight peak index of mass spectra", 2nd ed. Aldermaston, England: Mass Spectrometry Data Centre, 1974 (wird vom Betreuer zur Verfügung gestellt)

Liste der Geräte:

1. Ultrahochvakuumpumpstand mit Membranpumpe, Turbomolekularpumpe, Spektrometergehäuse und Ionisations-Vakuummessgerät,
2. Quadrupol-Massenspektrometer *LC-D100M* mit Ansterelektronik und PC,
3. Gaseinlasssystem mit UHV-Dosierventilen.

Ansicht des UHV-Pumpstands mit
Quadrupol-Massenspektrometer

