

Quadrupol-Massenfilter

Versuchsprotokoll von

**Annika Meyer, Isabell Suchy
und Sara Buhigas Torres**

Tutorin: Kati Hubmann

Fortgeschrittenenpraktikum, SoSe 2025

Freie Universität Berlin
Fachbereich Physik

1 Physikalische Grundlagen

1.1 Massenspektrometrie

Die Massenspektrometrie allgemein bezeichnet das Verfahren zum Messen der Masse von Atomen und Molekülen. Massenspektrometer bestehen stets aus einer Ionenquelle, einem Analytator und einem Detektor. Der zu untersuchende Stoff wird dabei durch die Verwendung von Hochvakuum in die gasförmige Phase gebracht und ionisiert. In dem elektrischen Feld werden die Ionen beschleunigt und treffen dann auf den Analysator, der die Ionen entsprechend ihres Masse-Ladung-Verhältnisses $\frac{m}{q}$ selektiert. In dem Detektor werden die Ionen anschließend erfasst und aus der Messung der Ladung folgt der direkte Rückschluss auf die Masse.

Der Einsatz der Massenspektrometrie erfolgt in den verschiedensten Bereichen, in denen die Charakterisierung von chemischen Verbindungen von Interesse sind. So finden sie beispielsweise Verwendung in der Biochemie, der Medizin oder der Umweltanalytik.

1.2 Quadrupol-Massenspektrometer

Der **Quadrupol-Massenspektrometer** nutzt als Analysatortyp einen Quadrupol-Massenfilter. Dieser besteht aus vier parallelen Stabelektroden, die mit der Schnittebene senkrecht zu ihrer Achse ein Quadrat bilden und zentral von den Ionen durchflogen werden. Ideal sind hyperbolisch geformte Elektroden, wie in Abbildung 1 gezeigt. Zumeist werden jedoch einfache, zylindrisch geformte Stabelektroden verwendet.

Die vier Elektroden erzeugen ein hyperbolisches, nicht-axialsymmetrisches Potential

$$\Phi(x, z) = \frac{\Phi_0}{2r_0^2}(x^2 - z^2) \quad (1)$$

wobei auf den jeweils gegenüberliegenden Elektroden das Potential $\frac{\Phi_0}{2}$ bzw. $-\frac{\Phi_0}{2}$ liegt.

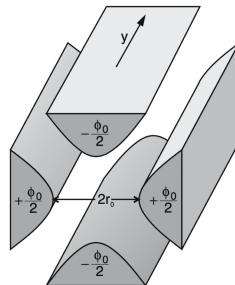


Abbildung 1: Hyperbolische Elektroden mit Potential 1

Die Ionen bewegen sich hier in y-Richtung und werden in x- und z-Richtung abgelenkt.

Die entsprechenden Äquipotentiallinien sind in Abbildung 2 dargestellt.

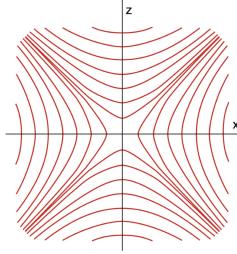


Abbildung 2: Äquipotentiallinien 1

1.3 Ionenbahnen

Die Ionen werden durch die Beschleunigungsspannung U_0 in y-Richtung in den Massefilter geleitet. Die Äquipotentiallinien des Potentials Φ verlaufen in der senkrecht zur Beschleunigungsrichtung liegenden x-z-Ebene. Für eine konstante Spannung $U = \Phi_0$ zwischen den Elektroden ergibt sich aus der Feldstärkekomponente $E_x = -\frac{\Phi_0 x}{r_0^2}$ eine rücktreibende Kraft $F_x = +qE_x$, durch welche die Bewegung der Ionen in dem Quadrupol zu einer harmonischen Schwingung in x-y-Ebene wird. Die Feldstärkekomponente $E_z = +\frac{\Phi_0 z}{r_0^2}$ treibt wiederum die Ionen aufgrund des entgegengesetzten Vorzeichens mit der Kraftkomponente F_z in z-Richtung von der Achse weg.

Daraus resultiert eine instabile Bahn der Ionen in der y-z-Ebene. Um die Ionenbahn zu stabilisieren, wird eine Wechselspannung zusätzlich zur Gleichspannung U angelegt und es ergibt sich

$$\Phi_0 = U + V \cdot \cos \omega t. \quad (2)$$

Durch das periodische Wechseln der Spannungspolarität werden die Ionen so abwechselnd erst in x- und z-Richtung stabilisiert und destabilisiert. Da dies jeweils für eine halbe Periode gilt, ist die Bewegungsbahn für bestimmten Ionenmassen im zeitlichen Mittel stabil.

Welche Massen stabilisiert und welche destabilisiert werden, wird durch die Frequenz ω sowie das Verhältnis $\frac{U}{V}$ von Gleich- und Wechselspannungsamplitude selektiert. 1

Es ergeben sich so die **Bewegungsgleichungen** für die Ionen in x- und z-Richtung:

$$\ddot{x} + \frac{q}{mr_0^2}(U + V \cdot \cos \omega t)x = 0 \quad (3)$$

$$\ddot{z} - \frac{q}{mr_0^2}(U + V \cdot \cos \omega t)x = 0 \quad (4)$$

Mithilfe dimensionsloser Parameter a, b und τ lassen sich diese Bewegungsgleichungen vereinfacht umformen.

Es gilt dabei

$$a = \frac{4qU}{mr_0^2\omega^2}, b = \frac{2qV}{mr_0^2\omega^2} \text{ und } \tau = \frac{1}{2}\omega t. \quad (5)$$

Daraus folgen nun die vorigen Bewegungsgleichungen in die sogenannten **Mathieuschen Differentialgleichungen**:

$$\frac{d^2x}{d\tau^2} + (a + 2b \cos 2\tau)x = 0 \quad (6)$$

$$\frac{d^2z}{d\tau^2} - (a + 2b \cos 2\tau)z = 0. \quad (7)$$

Diese liefern die verschiedenen Lösungen für die Ionenbewegung je nach Größe der Parameter a und b . Die stabilen Lösungen beschreiben die Ionen, die mit begrenzter Amplitude in x- und z-Richtung schwingen und so das Quadrupolfeld in y-Richtung durchqueren, ohne an die Elektroden zu stoßen. Die instabilen Lösungen beschreiben hingegen das exponentielle Wachstum der Schwingungsamplituden, das dazu führt, dass die Ionen an die Elektronen stoßen und somit den Analysator nicht passieren können. [1](#)

Die Bereiche, in denen es für bestimmte a und b zu stabilen Lösungen kommt, lassen sich in einem sogenannten **Stabilitätsdiagramm** darstellen. Da a und b von der Ionenmasse abhängen können durch Modifikation dieser Parameter gewünschte Massen gefiltert werden.

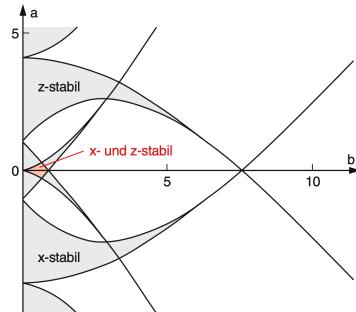


Abbildung 3: Stabilitätsdiagramm [1](#)

Das Verhältnis von a und b entspricht dem Verhältnis von Gleich- und Wechselstrom und es gilt

$$\frac{a}{b} = \frac{2U}{V} = \text{const}, \quad (8)$$

was eine sogenannte **Arbeitsgerade** für alle korrespondierenden Massen mit $m = \frac{4qU}{ar_0^2\omega^2}$ beschreibt. Für alle Massen, die sich auf der Geraden im stabilen Bereich befinden, können die Ionen den Quadrupol-Massefilter durchqueren. Das Massenauflösungsvermögen ergibt sich dann aus der Position der Geraden in Bezug auf den stabilen Bereich (in Abbildung 4 orange gekennzeichnet). Je näher die Gerade dem schmal zulaufenden stabilen Bereich kommt, desto weniger Ionenmassen werden durchgelassen und das Spektrum wird entsprechend spezifischer.

1

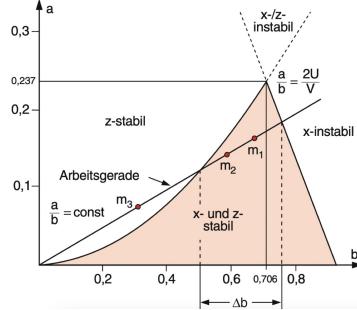


Abbildung 4: Arbeitsgerade 1

1.4 Fragmentierung und Zerfallsketten

Ist ein Molekül ionisiert, kann es in kleinere Teile zerfallen, die sogenannten Fragmente. Diese entstehen durch überschüssige Energie nach der Ionisierung, welche Molekülbindingen spalten kann. Die entstandenen Fragmente können erneut ionisiert und wieder fragmentiert werden, sodass eine Kettenreaktion entsteht. Die Massenspektroskopie teilt diese Fragmente nach ihren Ladungsmassen auf und misst diese. Die dabei erzeugten Massenspektren stellen die charakteristischen Zerfallsprodukte der Probe dar und erlauben Rückschlüsse auf das ursprüngliche Molekül.

2 Versuchsaufbau und Geräte

2.1 Ionenerzeugung

Die Ionen entstehen durch Elektronenstoßionisierung in der Ionenquelle. Die Energie, die aufgebracht werden muss, um ein Elektron aus seiner Atomhülle zu entfernen, nennt sich Ionisationsenergie. Sie hängt direkt von der Anziehungskraft zwischen Elektron und Atomkern ab. Von der Heizkathode (KA) werden Elektronen emittiert und anschließend durch die Wehnelt-Elektrode (W) fokussiert. Die Elektronen werden dann in den Formationsraum (FR) mit einer Spannung von etwa 100V beschleunigt und können dort durch ihre hohe kinetische Energie die darin befindlichen Gasmoleküle ionisieren. Anschließend werden die entstandenen Kationen in Richtung der Eintrittsblende (EB) des Quadrupols beschleunigt. Hier werden sie auf das Feldachsenpotential (FA) abgebremst, woraus eine effektive Beschleunigungsspannung der Ionen von etwa 11V resultiert.

Dies ist schematisch in Abbildung 5 dargestellt.

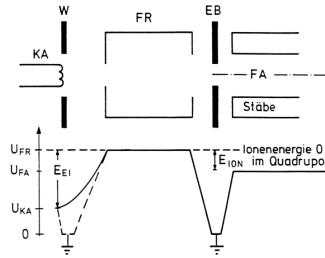


Abbildung 5: Schematische Darstellung der Ionenquelle, die Heizkathode (KA) emittiert Elektronen, die das Gas ionisieren können, anschließende Beschleunigung zur Eintrittsblende (EB), die zum Quadrupol-Stabsystem führt, dort Abbremsung auf Feldachsenpotential (FA).²

Bei den verwendeten Gasen handelt es sich um Argon, Aceton, Ethanol und Luft. Sie werden, wie in Abbildung 6 erkennbar, über ein Druckventil in den Formationsraum bzw. den Rezipienten geleitet und dort ionisiert.

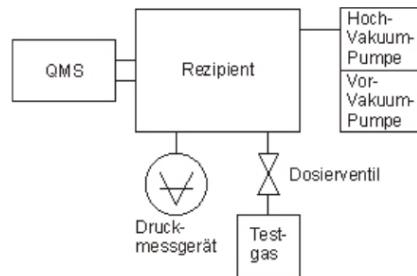


Abbildung 6: Schematische Darstellung des experimentellen Aufbaus. ²

2.2 Vakuumpumpen

Allgemein besteht der Aufbau aus einer Vakuum-Kammer mit angeschlossenem Quadrupol-Massenspektrometer und einem Pumpstand bestehend aus einer Turbomolekular-und Membranpumpe, siehe Abbildung 6. Damit die Turbomolekularpumpe eingesetzt werden kann, muss bereits ein mittleres bis hohes Vakuum vorhanden sein. Dieser wird in diesem Experiment durch eine Membranpumpe erzeugt.

Die Membranpumpe funktioniert wie ein Kompressor. Wenn die Membran schwingt, werden die Gase in der Kammer entweder angesaugt oder ausgestoßen. Bei der Einlassseite wird ein Vakuum erzeugt, während das komprimierte Gas beim Auslass ausgestoßen wird, wie in Abb. 7 dargestellt wird.⁵

Wenn das nötige Vorvakuum vorliegt, wird die Turbomolekularpumpe eingeschaltet. Die Turbomolekularpumpe gehört zu den kinetischen Vakuumpumpen, was bedeutet, dass das Gas durch Impulsübertragung gefördert wird.³

Eine Turbomolekularpumpe besteht aus einem Gehäuse mit einem Rotor. Auf einer Welle sind Rotorscheiben mit Schaufeln befestigt und dazwischen liegenden Statorscheiben übereinander

gestapelt, siehe Abb. 8. Der Rotor wird durch einen Motor angetrieben und in schnelle Rotation versetzt. Durch die Schaufeln des Rotors findet dann die Impulsübertragung auf die Gasmoleküle statt, welche durch den bestimmten Winkel der Schaufeln in eine bestimmte Richtung gelenkt werden. Damit dies erfolgreich ist, muss die freie Weglänge der Gasmoleküle größer als die Abstände der Schaufeln sein, was durch das Vorrakuum erreicht wird. Mit diesem Vakuumsystem wird ein Hochvakuum in der Rezipientenkammer erstellt 4.

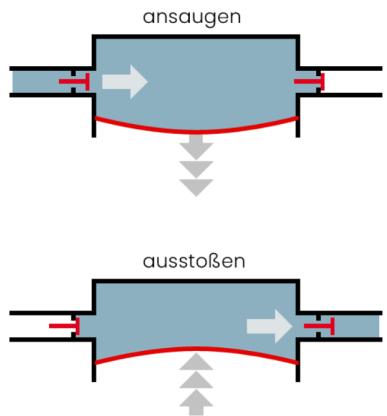


Abbildung 7: Schema Membranpumpe 6

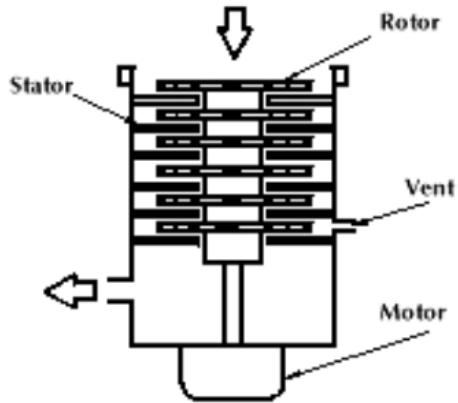


Abbildung 8: Schema Turbomolekarpumpe 7

Das zu testende Gas befindet sich in einem separaten Druckbehälter, welcher über ein Feinregelventil mit dem Rezipienten verbunden ist 2. Um die Zuleitung des Gases bis zum Dosierventil abzupumpen, wird eine Drehschieberpumpe verwendet. Sie besteht aus einem Gehäuse mit einem exzentrisch gelagertem Rotor, welcher tangential an der Innenwand des Stators vorbeigleitet, indem die Schieber durch die Zentrifugalkraft ans Gehäuse gedrückt werden. Ein schematischer Aufbau ist in Abb. 9 zu sehen. Durch diesen Vorgang wird die Pumpkammer in Räume aufgeteilt mit sich verändernden Volumen. Durch die Vergroßerung des Raumes durch die Drehung entsteht die Saugwirkung, welche das Gas in den Raum saugt. Erreicht das Volumen ein Maximum, wird die komprimierte Luft zum Auslass geschoben und es beginnt ein neuer Verdichtungszyklus 8.

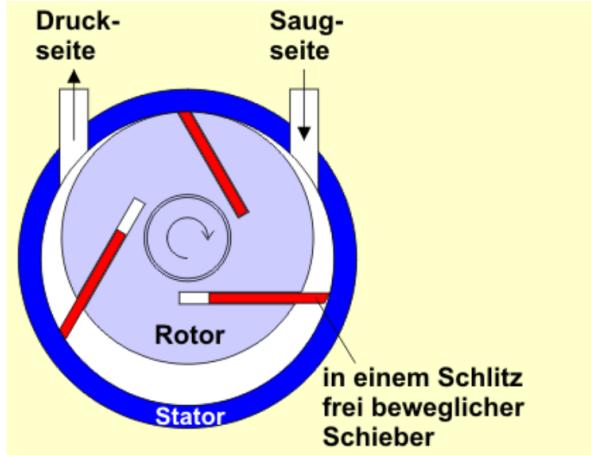


Abbildung 9: Schema Drehschieberpumpe 9

2.3 Druck-Messung

Das Druckmessgerät für den Quadrupol-Massenspektrometer besteht aus einem Vollbereichmesskopf mit Kaltkathode. Diese Elektronenröhre enthält zwei nicht-beheizte Elektroden, meist in Form von einer Kathodenplatte und einem Anodering. Diese werden durch eine Gleichspannung miteinander verbunden. Durch ein angelegtes Magnetfeld bewegen die sich durch die Zündung entstandenen Elektronen auf einer Spiralbahn. Durch die verlängerte Bahnform steigt die Stoßwahrscheinlichkeit entscheidend. Der durch die Ionisationsstöße entstehende Entladungsstrom ist abhängig von der Teilchendichte und somit vom Druck, welcher damit messbar wird. 10

2.4 Detektor

In dem Detektor werden letztendlich die durchgelassenen Ionen, nach Masse gefiltert, erfasst und die Daten in einem Massenspektrum in Form von einem Histogramm visualisiert.

Die x-Achse beschreibt dabei zumeist das Masse-Ladungsverhältnis $\frac{m}{q}$ und die y-Achse die Signalintensität. Durch Analyse des Spektrums in seiner Gesamtheit lassen sich dann Rückschlüsse auf Ladung und Masse der Ionen ziehen und es kann Kenntnis über die chemische Verbindung gewonnen werden.

Eine detaillierte Darstellung des gesamten Versuchsaufbaus ist in Abbildung 10 zu finden. Hier sind die einzelnen Komponenten des Quadrupol-Massenspektrometers, sowie die zu bedienenden Geräte angegeben.

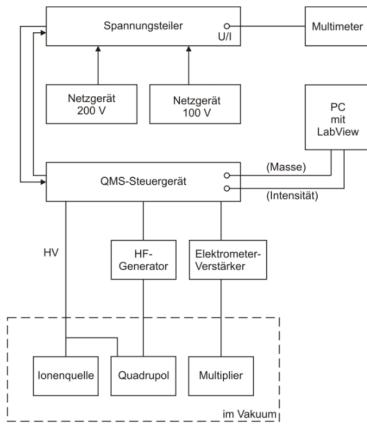


Abbildung 10: Genauere Darstellung des experimentellen Aufbaus mit den verschiedenen verwendeten Geräten [2](#)

3 Auswertung der Massenspektren

3.1 Durchführung

Die Versuchsdurchführung geschieht für die Aufnahme der Massenspektren für alle Gase gleich. Zu Beginn des Experiments werden die Membran-, die Turbomolekular- und die Drehschieberpumpe eingeschaltet, damit der Druck im Rezipienten einen Wert von kleiner als $5 \cdot 10^{-5}$ mbar erreicht. Die dann folgenden Schritte sind genau in der genannten Reihenfolge durchzuführen. Zunächst wird das QMS-Steuergerät eingeschaltet, während die Emission auf **OFF** steht. Anschließend werden die externen Spannungsquellen auf 200V und 100V gestellt. Außerdem werden die Spannungen von Formationsraum, Kathode und Feldachse auf $U_{FR} = 113V$, $U_{KA} = 0V$ und $U_{FA} = 106V$ eingestellt.

Das Ausschalten erfolgt später in umgekehrter Reihenfolge.

Die Gase aus den Gasflaschen werden durch das Drehventil in den Rezipienten gelassen. Vor jeder Messung muss die Leitung mit dem Testgas gespült werden, um sie von anderen Gasrückständen zu befreien. Dafür wird das Ventil des entsprechenden Testgases für etwa fünf Sekunden geöffnet und das Gas so in die Leitung gelassen. Nach dem Schließen des Ventils wird das Ventil zur Drehschieberpumpe geöffnet und etwa zehn Sekunden gewartet, während das Gas abgepumpt wird. Anschließend wird auch dieses Ventil wieder geschlossen.

Dies wird für jeden Spülvorgang dreimal wiederholt.

Dann wird das Testgas wieder eingelassen und das Ventil zum Rezipienten geöffnet. Es muss gewartet werden, bis sich der Druck auf dem Druckmessgerät auf einen konstanten Wert einpendelt. Die Emission wird dann auf **ON** geschaltet und nach kurzem Warten langsam auf 0,2 hochgeregelt.

Zur Messung werden die Massenspektren mit dem LabView-Programm auf dem PC aufgenommen, wobei der QMS auf kalibriert werden muss (Resolution auf CAL). Das gemessene Spektrum muss anschließend noch normiert, und der Partialdruck ausgerechnet werden. Die Intensität auf der y-Achse ist proportional zur Anzahl der Ionen pro Massenverhältnis $\frac{m}{e}$ und

somit proportional zu einem Partialdruck. Dieser lässt sich wie folgt bestimmen:

$$\text{Partialdruck} = \frac{y - \text{Wert} \cdot \text{Geasamtdruck}}{\text{Summe der } y - \text{Werte der Peaks}} \quad (9)$$

Die sichtbare Peaks der verschiedenen Massenspektren werden mithilfe von 11 und 12 den Fragmenten zugeordnet. 2

3.2 Argon

Das Massenspektrum von Argon wurde bei einem Druck von $1,3 \cdot 10^{-5} \text{ mbar}$ und mit einer Messgeschwindigkeit von $10 \frac{\text{s}}{\text{amu}}$ durchgeführt. (siehe Abb. 11)

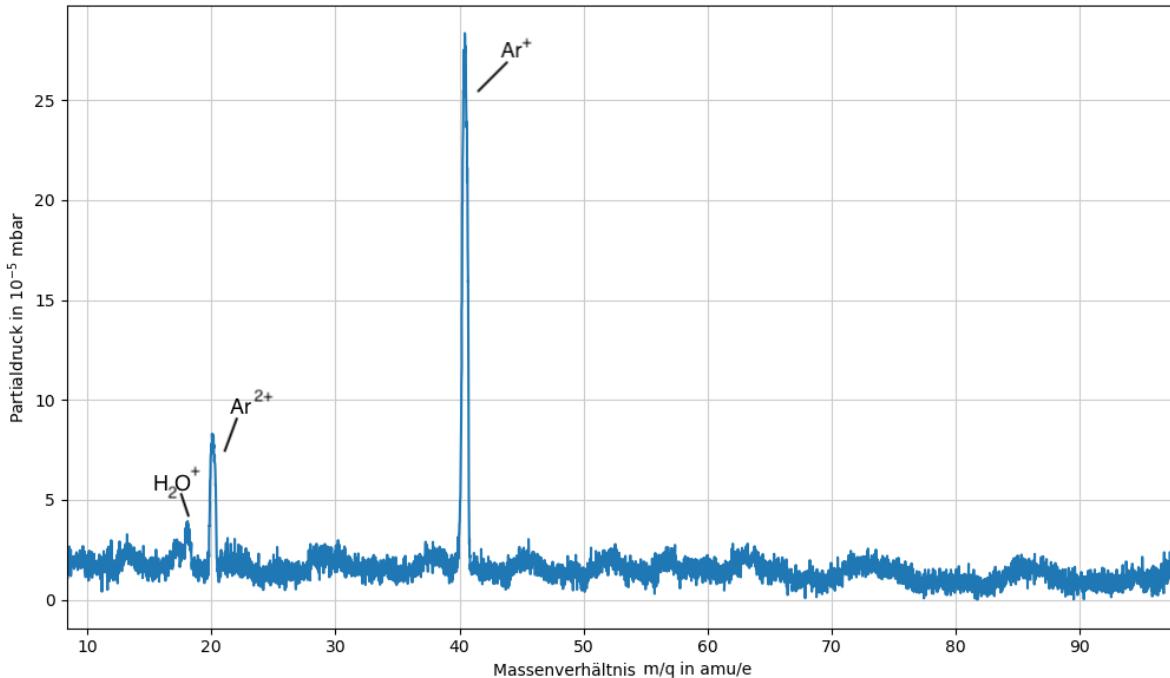


Abbildung 11: Massenspektrum von Argon

Das Spektrum von Argon ist sehr gut erkennbar, mit nur wenig Rauschen. Da Argon ein Edelgas ist, sind wie zu erwarten vor allem zwei Argonionenfragmente deutlich zu erkennen. Dabei dominiert der einfach positiv geladene Argonfragment bei $40 \frac{\text{amu}}{e}$, wobei das kleinere einfach geladene Argonfragment bei $20 \frac{\text{amu}}{e}$ liegt. Eine kleine Verunreinigung mit H_2O^+ -Ionen ist auch vorhanden. Diese kommt wahrscheinlich durch unzureichendes Spülen zustande.

3.3 Aceton

Das Massenspektrum von Aceton wurde bei einem Druck von $1,4 \cdot 10^{-5} \text{ mbar}$ und mit einer Messgeschwindigkeit von $10 \frac{\text{s}}{\text{amu}}$ durchgeführt. (siehe Abb. 12)

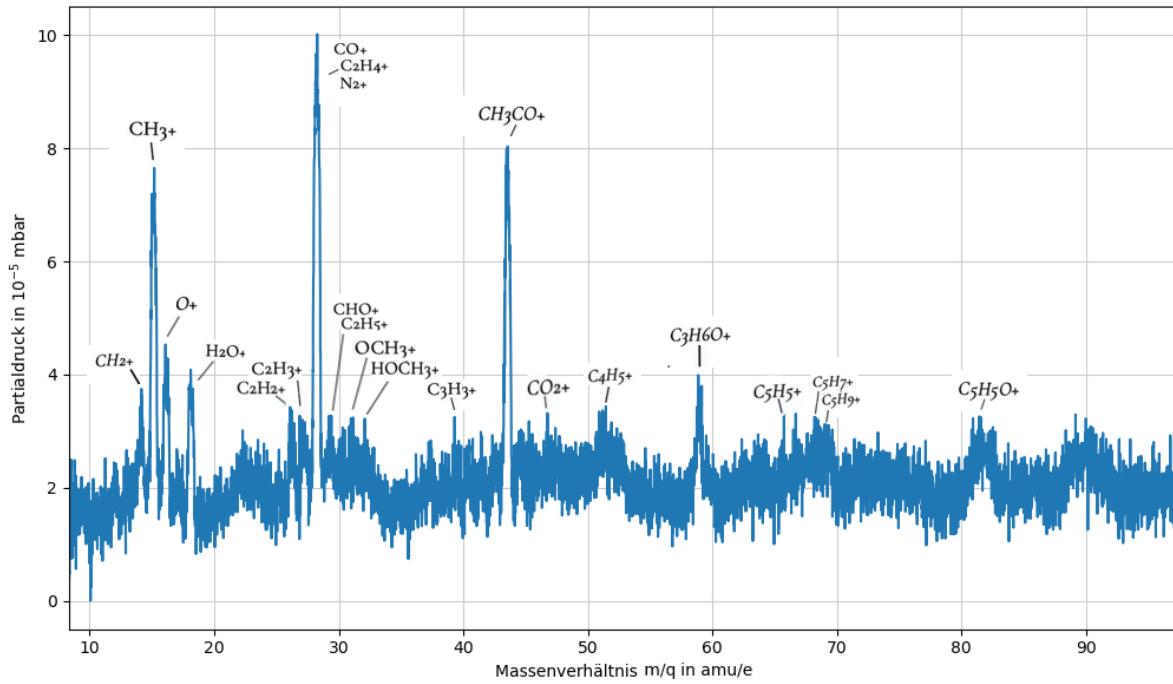


Abbildung 12: Massenspektrum von Aceton

Anders als bei Argon, liegen beim Aceton deutlich mehr Fragmente vor. Dies ist zu erwarten da Aceton eine größeres Molekül ist. Im Spektrum sind dennoch einige Verunreinigungen die wahrscheinlich auf übrig gebliebener Luft in der Kammer zurückzuführen sind. Dadurch, dass die Peaks sehr nahe beieinander liegen ist das genaue Identifizieren der Fragmente schwer, was einen größeren Fehler beim Auswerten erzeugt.

3.4 Ethanol

Das Massenspektrum von Ethanol wurde bei einem Druck von $1,2 \cdot 10^{-5}$ mbar und mit einer Messgeschwindigkeit von $10 \frac{\text{s}}{\text{amu}}$ durchgeführt. (siehe Abb. 13) Ähnlich wie beim Aceton sind auch beim Ethanol viele Fragmente vorhanden. Hier sind einige Fragmente vom Aceton wieder zu erkennen und eine höhere Verunreinigung durch Wasserfragmente wie H_2O^+ -Ionen. Wie bei Aceton ist auch hier das Identifizieren der Fragmente schwer und mit einem großen Fehler zu betrachten.

3.5 Luft

Das Massenspektrum von Luft wurde bei einem Druck von $1,1 \cdot 10^{-5}$ mbar und mit einer Messgeschwindigkeit von $10 \frac{\text{s}}{\text{amu}}$ durchgeführt. (siehe Abb. 14)

Wie erwartet zeigen sich in Abbildung 14 primär Fragmente von Stickstoff, Sauerstoff und Wasserstoff. Dabei ist der dominanteste Peak der von N_2^+ bei etwa $28 \frac{\text{amu}}{e}$. Dies lässt sich auf die Tatsache zurückführen, dass Stickstoff mit rund 78% den größten Anteil von atmosphärischer Luft ausmacht. Knapp 21% besteht Luft aus Sauerstoff, welcher sich auch in diesem Massenspektrum in verschiedenen Fragmenten zeigt. Der Peak von Argon bei etwa $20 \frac{\text{amu}}{e}$ in

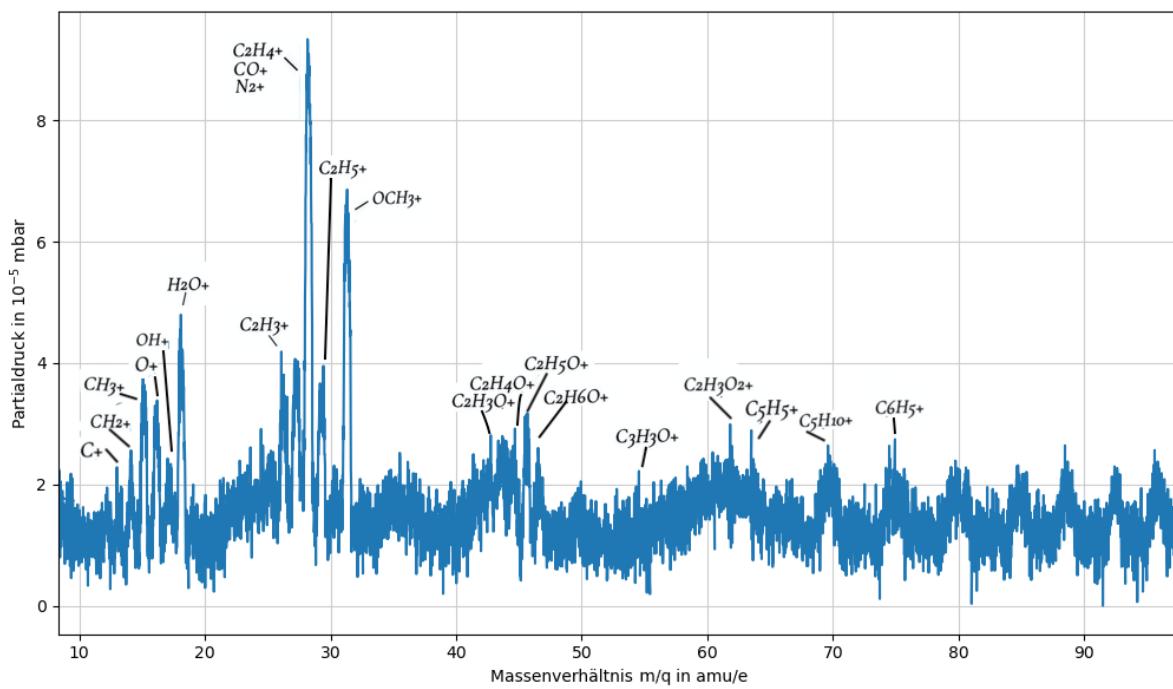


Abbildung 13: Massenspektrum von Ethanol

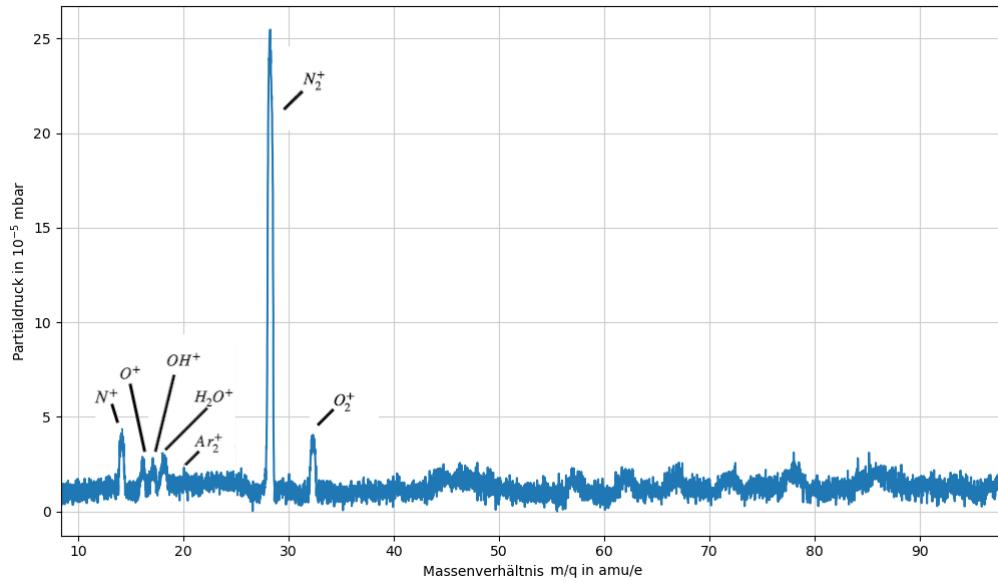


Abbildung 14: Massenspektrum von Luft

Form von A_2^+ ist sehr schwach, wurde aber dennoch markiert, da er an dieser Stelle erwartbar ist. Der eigentlich stärkere Peak von Argon sollte bei $40 \frac{amu}{e}$ liegen, ist jedoch auf diesem Spektrum nicht zu erkennen.

4 Auflösung des Spektrometers

4.1 Herleitung des konstanten Auflösungsvermögen

Zunächst soll bewiesen werden, dass für das Auflösungsvermögen gilt $\frac{m}{\Delta m} \approx const.$, dazu wird Glg. 1.3 nach m umgestellt.

$$m = \frac{2qV}{br_0^2\omega^2} \quad (10)$$

Für zwei Parameter b_1 und b_2 passieren alle Teilchen den Massenfilter solange b zwischen diesen liegt. Für die Linienbreite gilt:

$$\Delta m = m_2 - m_1 = \frac{2qV}{r_0^2\omega^2} \left(\frac{1}{b_2} - \frac{1}{b_1} \right) \quad (11)$$

Somit gilt für die Auflösung:

$$\frac{m}{\Delta m} = \frac{\frac{2qV}{r_0^2\omega^2}}{\frac{2qV}{r_0^2\omega^2} \cdot \left(\frac{1}{b_2} - \frac{1}{b_1} \right)} = \frac{b}{\left(\frac{1}{b_2} - \frac{1}{b_1} \right)} \approx const. \quad (12)$$

Die Auflösung ist also von den Parametern b abhängig, welche sich aus der Lage der Arbeitsgerade beziehen lassen. Somit muss gelten $\frac{m}{\Delta m} \approx const..$

4.2 Untersuchung der Auflösung

Das diskutierte konstante Verhältnis der Auflösung und dessen Abhängigkeit von der Arbeitsgerade wird anhand des Luftspektrums untersucht. Das Spektrum von Luft wurde bei einem Druck von $1,2 \cdot 10^{-5} mbar$ und verschiedenen Auflösungen aufgenommen, wie in Abb. 15 dargestellt.

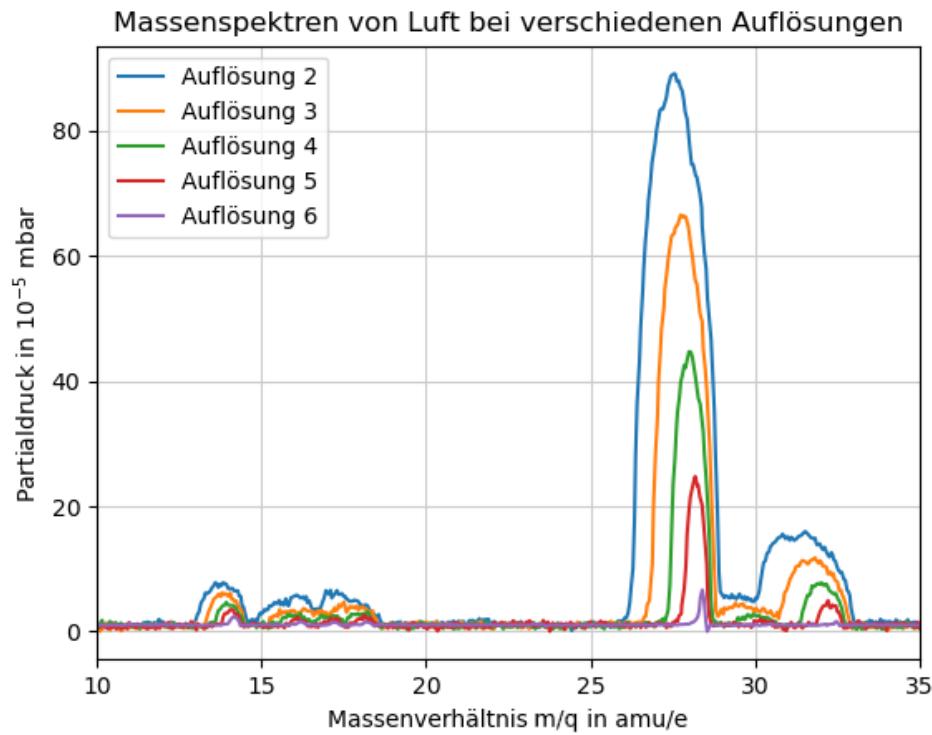


Abbildung 15: Massenspektrum von Luft bei verschiedenen Auflösungen. Je höher die Auflösung desto kleiner wird die Intensität und die Linienbreite und desto mehr verschieben sich die Peaks.

Aus der Abbildung wird sehr deutlich, dass bei kleineren Auflösungen die Intensität sehr viel größer wird. Auch die Linienbreite der Peaks nimmt zu. Außerdem ist eine Verschiebung der Peaks zu erkennen; je höher die Auflösung, desto mehr verschiebt sich das Massenverhältnis nach rechts.

Mithilfe der Abb. 15 wird die Linienbreite Δm über die Halbwertsbreite (full width at half maximum (FWHM)) bestimmt und mit der Masse aufgetragen.

FWHM der Luftmassenspektren bei verschiedenen Auflösungen

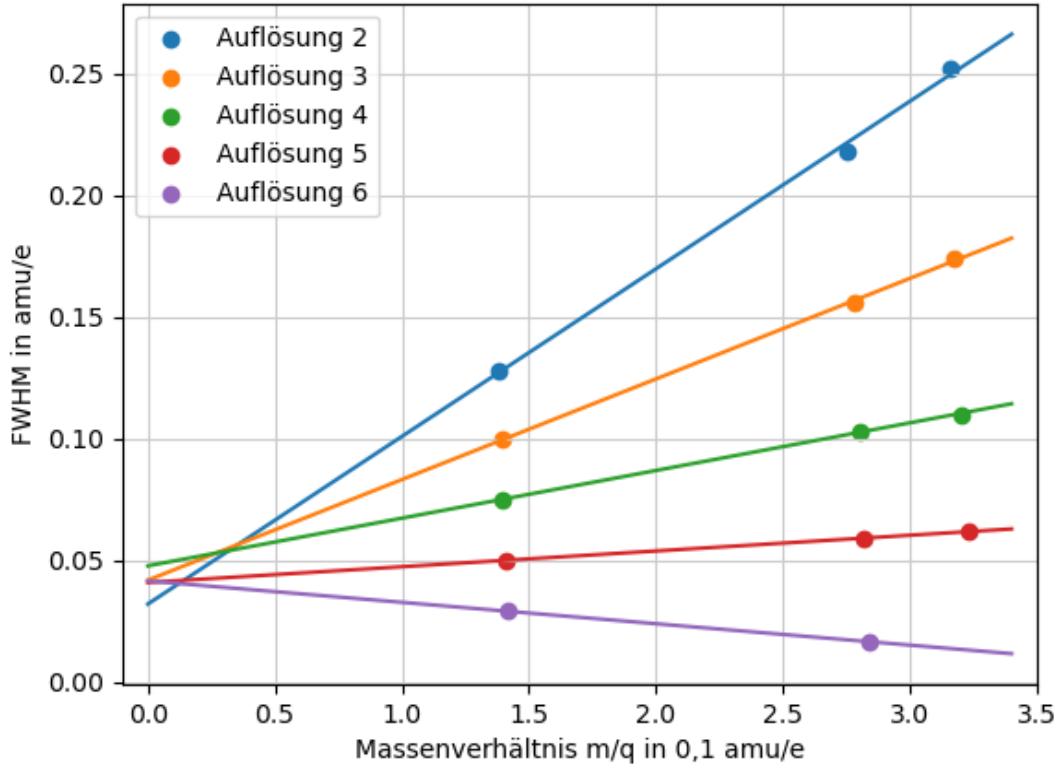


Abbildung 16: Linienbreite (FWHM) der Luftmassenspektren bei verschiedenen Auflösungen. Ein linearer Zusammenhang zwischen Δm und m ist deutlich erkennbar.

Wie aus den Überlegungen in Glg. 12 erwartet gibt es ein lineares Verhältnis zwischen Δm und m . Dennoch gehen die Geraden nicht durch den Ursprung. Diese Verschiebung lässt sich darauf zurückführen, dass Teilchen auch auf instabile Bahnen den Massenfilter passieren könnten, wenn diese sich schnell genug bewegen.

4.3 Abhängigkeit von der Beschleunigungsspannung

Stark beschleunigte Teilchen können den Massenfilter passieren, obwohl sie sich auf instabilen Bahnen bewegen. Dies lässt sich darauf zurückführen, dass die Ablenkung im Filter nicht lang genug auf ein sehr schnelles Teilchen wirken kann um dieses zu Filtern. Dies wurde experimentell an dem Massenspektrum von Luft untersucht. Dabei wurde die Spannung der Feldachse U_{FA} und mit $U_B = U_{FR} - U_{FA}$ auch die Beschleunigungsspannung U_B variiert. In Abb. 17 sind die entstandenen Massenspektren dargestellt.

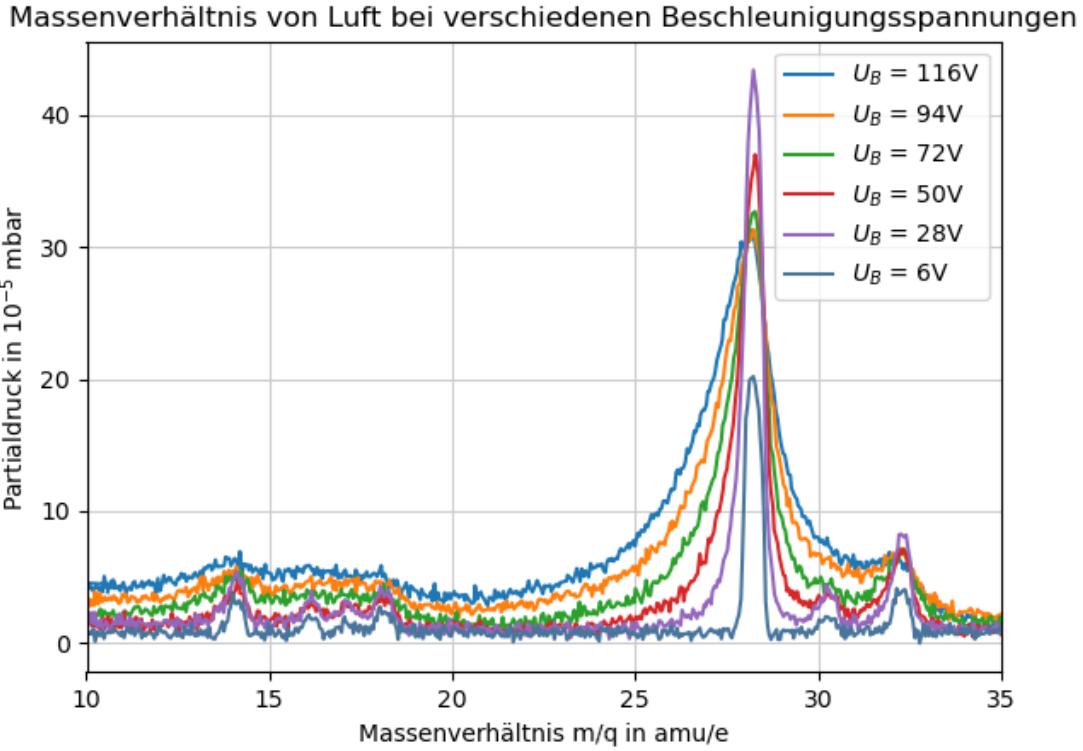


Abbildung 17: Messenspektren von Luft bei verschiedenen Beschleunigungsspannungen. Es ist zu erkennen, dass bei höheren Spannungen breitere, kleinere Peaks entstehen. Der Peak bei $U_B = 6V$ ist ein Ausreißer

Wie deutlich in der Abbildung zu sehen ist, sind bei höheren Beschleunigungsspannungen kleinere, breitere Peaks zu erkennen. Dies deckt sich mit der Erwartung, dass mehr Teilchen auf instabile Bahnen den Massenfilter passieren können. Bei $U_B = 6V$ ist diese, bei den anderen Spektren deutliche Abhängigkeit jedoch nicht gegeben. Die Linienbreite ist zwar deutlich schmäler als die der anderen, mehr beschleunigten Spektren, aber der Peak weicht stark von den Erwartungen ab. Obwohl eigentlich anzunehmen ist, dass dieser Peak das größte Maximum im Spektrum ist, ist es der kleinste. Dies deutet auf eine Druckänderung beim Experimentieren hin, da die Fläche unter dem Spektrum kleiner ist als bei den anderen. Dieser Druckabfall wurde beim Experimentieren jedoch nicht gemerkt.

Ein deutlicheres Bild der Auswirkung der Beschleunigungsspannung auf die Spektren kann durch betrachten der im Massenfilter durchlaufenen Oszillationen N erlangt werden. Dabei gilt für N :

$$N = t \cdot \nu = \nu \cdot \frac{l}{v} \quad (13)$$

Wobei t die Zeit ist, die benötigt wird um den Quadrupolfilter zu durchqueren, $\nu = 2,5 MHz$ die Frequenz der Wechselspannung und $l = 0,1m$ die Länge des Massenfilters ist. Durch Energiebetrachtung:

$$qU_B = \frac{1}{2}mv^2 \rightarrow v = \sqrt{\frac{2qU_B}{m}} \quad (14)$$

Einsetzen:

$$N = \nu l \sqrt{\frac{m}{2qU_B}} \quad (15)$$

Für das Stickstoffmolekülion und das Sauerstoffmolekülion wurde die Anzahl der Oszillationen bestimmt und graphisch gegenüber der Linienbreite aufgetragen (siehe Abb. 18).

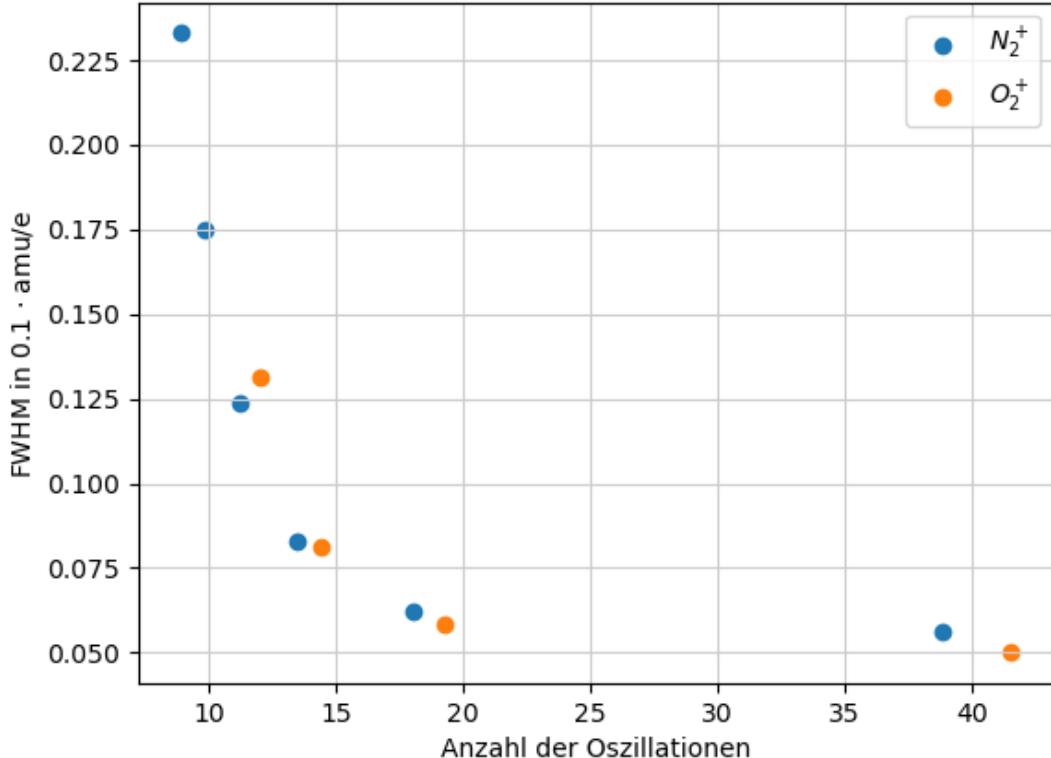


Abbildung 18: Die Linienbreite der Peaks von N_2^+ und O_2^+ wird über die Anzahl der Oszillationen im Massenfilter dargestellt. Je mehr Oszillationen passieren, desto dünner, bzw. desto genauer ist der Peak

Wie zu erwarten sinkt für beide Ionen die Peakbreite und somit die Massenungenauigkeit, je mehr Oszillationen im Massenfilter durchlaufen werden. Durch das deutliche Rauschen im Spektrum konnte für das Sauerstoffion die Halbwertsbreite nicht für alle Spannungen bestimmt werden.

5 Diskussion

Das Auswerten der Massenspektren im Versuch wurde erheblich durch das Rauschen eingeschränkt. Trotz dem Rauschen war es möglich Fragmente deutlich zu erkennen und durch Literaturvergleich einzuordnen. Dennoch fehlten einige erwartete Fragmente, welche mutmaßlich

durch das Rauschen überdeckt wurden, insbesondere z.B. das Ar^+ Fragment im Luftspektrum. Insbesondere bei den Spektren für Aceton und Ethanol häufen sich die Verunreinigungen. Dies lässt sich auf ungenügendes, bzw. zu kurzes Waschen der Rohre zurückführen. Nach diesen zwei Gasen wurde für die Waschung mehr Zeit genommen, welches sich auch im sehr sauberen Luftspektrum widerspiegelt. Eine höhere Präzision in der Peakbestimmung könnte durch algorithmische Methoden um die Peaks zu bestimmen, statt einfachem ablesen, erreicht werden.

Durch das Rauschen der Spektren erschwerte sich insbesondere die Auswertung der Halbwertsbreite, welche teilweise schwierig abzulesen war. Glättungsfunktionen könnten diesen Schritt vereinfachen.

6 Zusammenfassung

Mithilfe eines Quadrupol-Massenfilters wurden die Massenspektren von Argon, Ethanol, Aceton und Luft aufgenommen und die Fragmente mithilfe von Literaturwerten bestimmt. Zudem wurde die Auflösung, dessen Abhängigkeit der Arbeitsgeraden und der Beschleunigungsspannung diskutiert und untersucht.

Literatur

- [1] Wolfgang Demtröder, Experimentalphysik 3, Springer, 3. Auflage, S. 54 ff. https://wiki.physik.fu-berlin.de/fp/_media/private:demtroeder_-_band_3_-atome_molekuele_und_festkoerper_2005_abschnitt_qms.pdf
- [2] Ba 7: Das Quadrupol-Massenspektrometer, https://wiki.physik.fu-berlin.de/fp/_media/private:ba7qms_anleitung_dez24.pdf
- [3] Mass spectrometry, https://wiki.physik.fu-berlin.de/fp/_media/private:ba7_mass_spectrometry_englisch_qms_k.pdf
- [4] Turbomolekularpumpe, https://wiki.physik.fu-berlin.de/fp/_media/private:ba7_handbuch_vakuumtechnik_kapitel_molekular_und_turbomolekularpumpen_seite24ff.pdf
- [5] Membranpumpe, https://www.bcp.fu-berlin.de/chemie/chemie/studium/oepraktikum/ressourcen/laborpraxis/laborpraxis_webinfos/vakuum/membranpumpe/pumpe_funktion.html
- [6] Schema Membranpumpe, <https://www.schwarzer.com/downloads/glossar/membranpumpe>
- [7] Schema Turbomolekularpumpe, <https://www.repairfaq.org/sam/vacuum/tmpnotes.htm>
- [8] Drehschieberpumpe, https://wiki.physik.fu-berlin.de/fp/_media/private:ba7_handbuch_vakuumtechnik_kapitel_rotationsverdraengerpumpen_seite14ff.pdf
- [9] Schema Drehschieberpumpe, <https://gutmbh.de/Vakuumpumpen.htm>
- [10] Partialdruckmessung, https://wiki.physik.fu-berlin.de/fp/_media/private:ba7_handbuch_vakuumtechnik_kapitel_partialdruckmessung_massenspektrometer.pdf
- [11] Strukturanalytik organischer und anorganischer Verbindungen, https://wiki.physik.fu-berlin.de/fp/_media/private:ba7_strukturanalytik_organischer_und_anorganischer_verbindungen_m._reichenbaecher_j._popp_teubner_studienbuecher_chemie07_anhang_tebellen.pdf
- [12] Mass spectral fragments of common hydrocarbons, https://wiki.physik.fu-berlin.de/fp/_media/private:ba7_hydrocarbon.fragments.mass_spectral.fragments.of.common.hydrocarbons.hilden.analytical_16.pdf
- [13] Cluster Analysis of the organic peaks in bulk mass, https://wiki.physik.fu-berlin.de/fp/_media/private:ba7_cluster_analysis_of_the_organic_peaks_in_bulk_mass_06_s5650.pdf
- [14] Spectrometric identification of organic compounds, https://wiki.physik.fu-berlin.de/fp/_media/private:ba7_spectrometric_identification_of_organic_compounds_7th_ed_silversteinappenda_s47.pdf