

Physikalisches F-Praktikum

Versuch II-3

Massenspektrometrie am Ionenbeschleuniger

Praktikanten: Nils Kanning
Steffen Klemer
`fprak@noch-mehr-davon.de`

Durchgeführt am: 11.12.2007

Gruppe: II-6

Assistent: Hayo Zutz

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	4
2	Theorie	4
2.1	Verschiedene Massenspektrometer-Typen	4
2.2	Ionenquellen	6
2.3	Ionenoptik	7
2.4	Ionendetektion	8
2.5	Auflösungsvermögen eines Massenspektrometers	8
3	Aufbau und Durchführung	9
4	Auswertung	10
4.1	Adonis	10
4.2	Mr. Stringer	14
5	Einordnung der Ergebnisse	17
5.1	Massenkalibrierung und Identifikation von Ionen	17
5.2	Isotopenhäufigkeiten	18
5.3	Auflösungsvermögen	18

1 Einleitung

Die in diesem Versuch verwendete Massenspektrometrie ist ein Verfahren zur Bestimmung der spezifischen Ladung q/m von Ionen. Bei bekannter Ladung kann somit die Masse von Ionen untersucht werden. Außerdem lassen sich Isotopenverhältnisse bestimmen. Die so gewonnenen Informationen sind auch über die Physik hinaus von großem Interesse, so kommt die Massenspektrometrie z.B. in der Chemie, Biologie oder der Geologie zur Anwendung.

2 Theorie

Bei einem Massenspektrometer werden zuvor beschleunigte Ionen in Abhängigkeit von ihrer spezifischen Ladung q/m räumlich so selektiert, dass sich nach dem Verlassen des Spektrometers nur noch Teilchen mit einer bestimmten spezifischen Ladung im Ionenstrahl befinden. Der durch diesen Strahl erzeugte Ladungsstrom ist dann ein Maß für die Anzahl der Ionen mit dieser spezifischen Ladung.

2.1 Verschiedene Massenspektrometer-Typen

Der entscheidende Schritt – die Selektion der Teilchen auf Grund der spezifischen Ladung – kann auf verschiedene Arten erfolgen. Die wichtigsten werden im Folgenden vorgestellt. Alle Aufbauten sind in einer Vakuumkammer realisiert, um unerwünschte Wechselwirkungen zu minimieren. Die Ionen bewegen sich also von der Erzeugung bis zur Detektion in einem Vakuum.

2.1.1 Flugzeit-Massenspektrometer

Wir gehen hier zunächst davon aus, dass alle Ionen mit einer festen Spannung U beschleunigt wurden. Nach dieser Beschleunigung bewegen sie sich nun entlang einer Strecke s kräftefrei und erreichen so nach einer Flugzeit t einen Detektor. Die Ermittlung der Flugzeit ermöglicht dann die Bestimmung der spezifischen Ladung.

Zunächst erhalten wir auf Grund der Energieerhaltung:

$$qU = \frac{m}{2} \left(\frac{s}{t} \right)^2$$

Halten wir U und s konstant, so sehen wir die gewünschte Proportionalität:

$$\frac{m}{q} \propto t^2$$

D.h. auf Grund der Flugzeit können wir die spezifische Ladung messen.

2.1.2 Wien-Filter

Auch hier nehmen wir an, dass die Ionen mit einer Spannung U beschleunigt wurden. Wir wählen ein Koordinatensystem so, dass die Ionen nach der Beschleunigung lediglich eine Geschwindigkeit v_z in z -Richtung haben. Dies bedeutet:

$$qU = \frac{m}{2} v_z^2 \tag{1}$$

Dann durchqueren die Ionen ein Gebiet mit einem elektrischen Feld E in x -Richtung und einem Magnetfeld B in y -Richtung. Wir betrachten die in diesem Gebiet auf die Ionen wirkende Lorentzkraft. Diese hat lediglich eine Komponente in x -Richtung. Nun interessieren wir uns unter welchen Bedingungen die Ionen keine Kraft erfahren, also nicht abgelenkt werden. Aus der x -Komponente der Lorentzkraft erhalten wir hierfür:

$$qE - qv_z B = 0$$

D.h.:

$$v_z = \frac{E}{B}$$

Mit Gl. 1 schreiben wir somit:

$$\frac{E}{B} = \sqrt{2U \frac{q}{m}}$$

Wir haben also in diesem Fall für festes U die Proportionalität:

$$\frac{m}{q} \propto \left(\frac{B}{E}\right)^2$$

Folglich können wir durch das elektrische und das magnetische Feld eine spezifische Ladung so festlegen, dass lediglich Ionen mit eben dieser spezifischen Ladung nicht abgelenkt werden.

2.1.3 Quadrupol-Massenspektrometer

Beim Quadrupol-Massenspektrometer bewegen sich die Ionen nach der Beschleunigung mit einer Spannung U mittig durch vier parallel ausgerichtete Metallstäbe. An zwei gegenüberliegenden Stäben liegt eine, mit einem Gleichspannungsanteil überlagerte, Wechselspannung der Form $V_1 + V_2 \cos(\omega t)$ an. An den beiden anderen Stäben liegt die entgegengesetzte Spannung $-V_1 - V_2 \cos(\omega t)$ an. Eine genaue Betrachtung zeigt nun, dass nur Ionen mit einer bestimmten spezifischen Ladung diese Anordnung auf einer stabilen Bahn durchlaufen. Ionen mit anderen spezifischen Ladungen erfahren einen stets zunehmenden Transversalimpuls und verlassen daher den Bereich zwischen den Stäben bzw. entladen sich an diesen. Daher selektiert diese Anordnung aus dem einlaufenden Ionenstrahl solche Ionen mit einer bestimmten spezifischen Ladung.

2.1.4 Sektormagnet-Massenspektrometer

In einem Sektormagnet-Massenspektrometer durchqueren die beschleunigten Ionen einen Bereich in dem ein Magnetfeld B senkrecht zur Bewegungsrichtung der Ionen herrscht (siehe Abb. 1). Die Ablenkung in diesem Magnetfeld hängt nun wieder von der spezifischen Ladung ab und somit findet eine Aufspaltung des Strahls nach der spezifischen Ladung statt. Um dies quantitativ zu untersuchen, schreiben wir auf Grund der Orthogonalität von der Geschwindigkeit v und dem Magnetfeld B für die Lorentzkraft:

$$\frac{mv^2}{r} = qvB$$

Dabei ist r der Bahnradius des Ions im Bereich mit Magnetfeld. Wir erinnern uns nun, dass wir auch hier die Geschwindigkeit durch die Beschleunigungsspannung ausdrücken können:

$$qU = \frac{m}{2}v^2$$

Zusammen erhalten wir so:

$$\frac{m}{q} = \frac{r^2}{2U}B^2 \quad (2)$$

Nun wählen wir erneut eine feste Spannung U . Außerdem fixieren wir den Radius r durch Blenden am Eintritt der Ionen und am Austritt dieser aus dem Magnetfeld. Hierdurch erreichen wir, dass nur Ionen mit einer bestimmten spezifischen Ladung die Anordnung passieren können. Es ergibt sich:

$$\frac{m}{q} \propto B^2$$

Damit kann die spezifische Ladung der passierenden Teilchen durch die Stärke des Magnetfeldes B variiert werden.

Wir haben somit ein Verfahren gefunden um die Zusammensetzung eines Ionenstrahls zu untersuchen. Dazu variieren wir das Magnetfeld und beobachten bei welchen Feldstärken Ionen die Anordnung passieren. Eben dieses Verfahren für das Sektormagnet-Massenspektrometer werden wir auch in diesem Versuch verwenden.

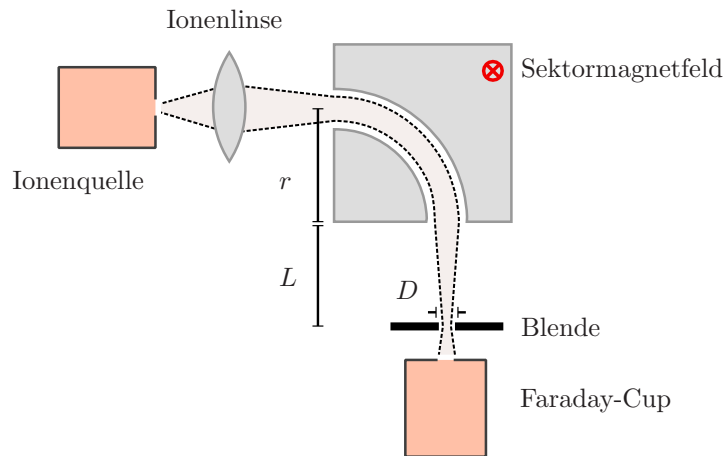


Abbildung 1: Schematischer Aufbau eines Sektormagnet-Massenspektrometers

2.2 Ionenquellen

Nachdem wir nun einen groben Eindruck davon haben, was die Aufgabe eines Massenspektrometers ist und auf welche Arten diese umgesetzt werden kann, wollen wir uns an dieser Stelle mit der Erzeugung der benötigten Ionen beschäftigen.

2.2.1 Hohlkathoden-Heißfilament-Ionenquelle

Die Hohlkathoden-Heißfilament-Ionenquelle besteht aus einem zylinderförmigen Gefäß, das mit einem Trägergas gefüllt ist (siehe Abb. 2). Hierin befindet sich ein geheiztes

Wolfram-Filament. Von diesem werden durch die Heizung Elektronen abgedampft, die durch eine Spannung von etwa 30 V beschleunigt werden. Durch Stöße dieser Elektronen mit den Gasatomen kommt es zur Stoßionisation und es bildet sich ein Plasma in dem freie Ionen auftreten. Diese freien Ionen werden durch eine Spannung U von etwa 30 kV aus dem Plasma extrahiert und, durch eine kleine Öffnung im zylinderförmigen Gefäß hindurch, auf die mit der Spannung U korrespondierenden Geschwindigkeit beschleunigt.

Die Anzahl der so extrahierten Ionen, also der Ionenstrom I , gehorcht dem LANGMUIR-CHILD-Gesetz. Somit gilt:

$$I \propto U^{\frac{3}{2}}$$

Das heißt eine Steigerung der Spannung liefert überproportional mehr extrahierte Ionen. Zur weiteren Optimierung des Ionenstroms kann zudem ein axiales Magnetfeld im Gefäß eingesetzt werden.

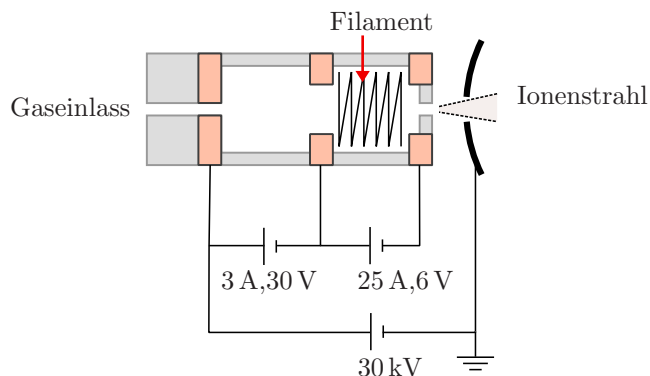


Abbildung 2: Schema einer Hohlkathoden-Heißfilament-Ionenquelle

2.2.2 Penning-Ionenquelle

Bei einer Penning-Ionenquelle ist kein geheiztes Filament vorhanden. Stattdessen wird das Plasma durch eine Spannungsdifferenz von ca. $1 - 3,5\text{ kV}$ im Gasgefäß gezündet (siehe Abb. 3). Die so erzeugten Ionen werden wie zuvor durch eine Beschleunigungsspannung U in der Größenordnung 30 kV extrahiert und auf die endgültige Geschwindigkeit gebracht.

Außerdem kann in dieser Versuchsanordnung ein sog. Sputtertarget in der Nähe des Trägergaseinlasses angebracht werden. Dies ist eine Probe von der einzelne Atome abgelöst werden. Die abgelösten Atome werden dann ebenfalls ionisiert und beeinflussen so die Zusammensetzung des entstehenden Ionenstrahls.

2.3 Ionenoptik

Ähnlich wie Licht kann man auch Ionenstrahlen mit geeigneten Linsen fokussieren. Da Ionen elektrisch geladen sind und somit in einem elektrischen Feld eine Kraft erfahren, kann man geeignet geformte elektrische Felder als Ionenlinsen verwenden.

Beim Sektormagnet-Massenspektrometer wird eine solche Linse verwendet um den von der Ionenquelle erzeugten Strahl auf die Ausgangsblende des Sektormagnetfeldes zu fokussieren.

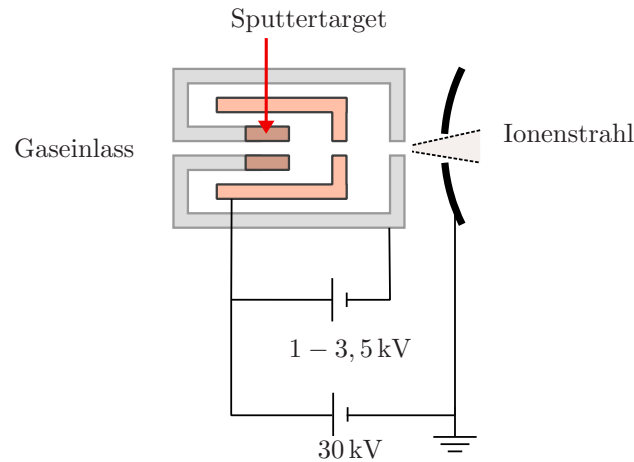


Abbildung 3: Schema einer Penning-Ionenquelle

2.4 Ionendetektion

Nachdem die Ionen das Sektormagnetfeld durchlaufen haben, müssen sie detektiert werden. Hierzu verwenden wir einen Faraday-Cup. Dieser besteht aus einem metallischen Becher in dessen Öffnung der Ionenstrahl eintrifft. Der Becher wird nun auf einem konstanten elektrischen Potential gehalten. Treffen dann die Ionen ein, so kommt es zu einem Ladungsfluss der über einen Spannungsabfall an einem zwischengeschalteten Widerstand gemessen werden kann. Die gemessene Spannung ist proportional zur Anzahl der eintreffenden Ionen. Durch die Becherform des Detektors wird verhindert, dass durch die einfallenden Ionen aus dem Metall herausgelöste Ladungsträger den Detektor verlassen und so die Messung verfälschen.

2.5 Auflösungsvermögen eines Massenspektrometers

Nach den bis hierhin diskutierten für die Massenspektrometrie benötigten Techniken wenden wir uns nun der Güte der erzielten Messungen zu. Wir definieren das Auflösungsvermögen R eines Massenspektrometers als:

$$R = \frac{m}{\Delta m}$$

Dabei sprechen wir von nun an stets von den Massen m der Ionen anstatt von den spezifischen Ladungen q/m , da wir annehmen, dass die Ladungen bekannt sind bzw. meist einer Elementarladung entsprechen. In der obigen Definition steht Δm für die Massendifferenz bei der zwei Ionensorten verschiedener Masse aber gleicher Intensität noch getrennt wahrgenommen werden. Es ist also auch notwendig zu definieren, was man unter "getrennt wahrnehmen" versteht. Wir verlangen dazu, dass das Intensitätsminimum zwischen den Peaks der beiden Masseverteilungen 10% der Gesamtintensität nicht überschreitet. Nimmt man an, dass es sich bei den Masseverteilungen um Gaußkurven handelt, so kann man einen Zusammenhang zwischen der Halbwertsbreite FWHM der Kurven und Δm herstellen:

$$\Delta m = 2,08 \text{ FWHM} \quad (3)$$

Bei dem von uns verwendeten Sektorfeld-Massenspektrometer ist das Auflösungsvermögen unabhängig von der Ionenmasse m . Jedoch hängt es von der Breite des in

das Sektormagnetfeld einfallenden Ionenstrahls ab. Aus diesem Grund verwenden wir die oben diskutierte Ionenlinse. Außerdem besteht eine Abhängigkeit zur Breite D des Spalts nach dem Sektormagnetfeld und dem Abstand L des Sektormagnetfelds vom diesem Spalt. Eine genauere Betrachtung liefert für den theoretischen Wert des Auflösungsvermögens:

$$R = \frac{m}{\Delta m} \approx \frac{L + r}{4D} \quad (4)$$

3 Aufbau und Durchführung

Im Versuch stehen zwei verschiedene Massenspektrometer zur Verfügung. Beide beruhen auf der Sektormagnetfeld-Methode. Jedoch kommen unterschiedliche Ionenquellen zum Einsatz. Im ersten Spektrometer *Adonis* kommt eine Hohlkathoden-Heißfilament-Ionenquelle mit dem Trägergas Argon zum Einsatz. Das zweite Spektrometer *Mr. Stringer* wird durch eine Penning-Ionenquelle gespeist. Hier ist das Trägergas Kohlenstoffdioxid und es ist zusätzlich ein Sputtertarget aus Kupfer installiert.

Vor den Messungen muss zunächst das Vakuum hergestellt werden. Dann wird die jeweilige Ionenquelle aktiviert und die Ionenlinse sowie die Blenden werden kalibriert.

Bei der eigentlichen Messung wird das Sektormagnetfeld variiert. Dadurch werden nur Ionen einer bestimmten spezifischen Ladung detektiert. Es wird dann zu den verschiedenen Magnetfeldstärken jeweils der Strom im Detektor bestimmt. Damit messen wir also wieviele Ionen einer bestimmten spezifischen Masse sich im von der jeweiligen Ionenquelle erzeugten Strahl befinden.

Da wir die Feldstärke des Sektormagnetfeldes nicht kennen, sondern lediglich eine Hallspannung U_{Hall} messen und auch die Beschleunigungsspannung U und den Bahnradius nicht sehr genau kennen, können wir nicht direkt gemäß Gl. 2 dem am Detektor gemessenen Strom I eine spezifische Ladung zuordnen.

Stattdessen müssen wir die Spektrometer zunächst kalibrieren. Für eine erste Kalibrierung regulieren wir das Sektormagnetfeld so, dass wir einen sehr großen Detektorstrom messen. Dabei handelt es sich dann um die Ionen des jeweiligen Trägergases – also Ar^+ bzw. CO_2^+ . Außerdem bestimmen wir die kleinste Hallspannung U_{Hall} bei der ein Maximum im Detektorstrom auftritt. Hierfür müssen wir eine sehr viel genauere Skala bei der Detektorstrommessung verwenden. Es handelt sich dann bei diesem Maximum um H^+ Ionen.

Mit dieser Kalibrierung können wir Hallspannungen U_{Hall} Massen m zuordnen. Wir nehmen nun beim *Adonis*-Aufbau mit einem xy -Schreiber ein Massenspektrum für den Bereich 0–45 amu auf, tragen also den Detektorstrom I gegen die Hallspannung U_{Hall} auf. Dies wiederholen wir für verschiedene Messbereiche des Detektorstroms. Für die *Mr. Stringer*-Anlage führen wir eine analoge Messung im Bereich 0–60 amu durch.

Da wir auch das Auflösungsvermögen der Spektrometers berechnen wollen, müssen wir die Halbwertsbreite einiger Linien bestimmen. Dazu regeln wir zunächst die Hallspannung U_{Hall} so, dass der Detektorstrom I das Maximum der jeweiligen Linie erreicht. Dann bestimmen wir die Spannungen unter- und oberhalb dieser Maximums-Hallspannung, bei der der Detektorstrom auf die Hälfte gesunken ist. Diese Messung führen wir bei beiden Quellen für Linien aus dem Massebereich 10 – 16 amu durch.

Abschließend nehmen wir am *Adonis*-Aufbau ein Massenspektrum für die Isotope einfach geladenen Wolframs W^+ auf und notieren die jeweiligen Hallspannungen. Bei der *Mr. Stringer*-Anlage machen wir selbiges für die Isotope von einfach geladenem Krypton Kr^+ .

4 Auswertung

4.1 Adonis

4.1.1 Erste Massenkalisierung

Für eine erste Kalibrierung der Massenskala greifen wir auf Gl. 3 zurück. Für eine feste Ionenladung q folgern wir hieraus die Proportionalität zwischen der Hallspannung U_{Hall} und der Wurzel der Masse \sqrt{m} . Wir lassen hier zusätzlich einen additiven Term zu:

$$U_{\text{Hall}} = a\sqrt{m} + b \quad (5)$$

Sind nun zwei Paare $(U_{\text{Hall},1}, m_1)$ und $(U_{\text{Hall},2}, m_2)$ bekannt, so können wir a und b bestimmen:

$$\begin{aligned} a &= \frac{U_{\text{Hall},1} - U_{\text{Hall},2}}{\sqrt{m_1} - \sqrt{m_2}} \\ b &= \frac{\sqrt{m_1} U_{\text{Hall},2} - \sqrt{m_2} U_{\text{Hall},1}}{\sqrt{m_1} - \sqrt{m_2}} \end{aligned}$$

Solche Wertepaare haben wir durch unsere erste Messung erhalten. Die Werte sind:

Ion	m [amu]	U_{Hall} [Skt]
H^+	1	179
Ar^{+}	40	882

Wir erhalten damit:

$$\begin{aligned} a &= 132,03 \text{ amu}^{-1/2} \\ b &= 46,97 \end{aligned}$$

Nun können wir also den Hallspannungen mit Gl. 5 Massen zuordnen.

4.1.2 Genauere Massenkalisierung

Mit dem so gewonnenen Wissen können wir nun einigen signifikanten Maxima im aufgenommenen Spektrum Ionen zuordnen. Somit erhalten wir einige Paare der Form (U_{Hall}, m) und können damit die Parameter a und b aus Gl. 5 durch eine lineare Regression über alle Wertepaare bestimmen. Dies ist in Abb. 4 gezeigt.

Die Regression liefert:

$$\begin{aligned} a &= 132,09 (14) \text{ amu}^{-1/2} \\ b &= 45,55 (95) \end{aligned}$$

Die in die Regression eingehenden Werte sowie die sich nach der Kalibrierung ergebenden Massen sind in Tab. 1 zu sehen.

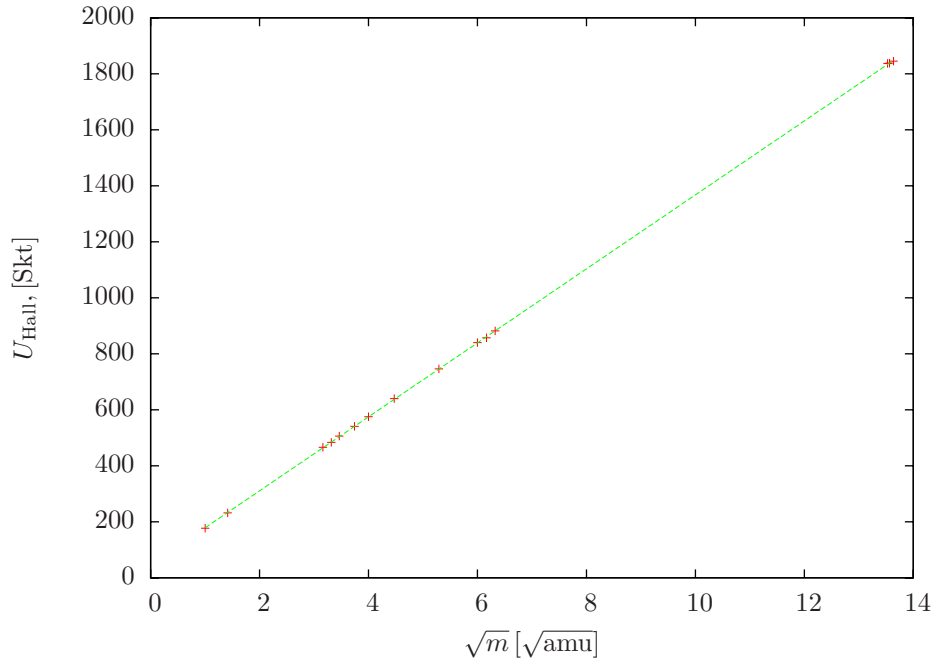


Abbildung 4: Lineare Regression zur genaueren Kalibrierung der Massenskala am *Adonis*-Aufbau

Ion	m [amu]	U_{Hall} [Skt]	U_{Hall} [Skt] (aus erster Kalibrierung)	m [amu] (aus erster Kalibrierung)	m [amu] (aus Regression)
$^1\text{H}^+$	1	177	179,00	0,97	0,96
$^2\text{H}_2^+$	2	232	233,69	1,96	1,97
$^{10}\text{B}^+$	10	466	464,49	10,07	10,08
$^{11}\text{B}^+$	11	484	484,86	10,96	10,97
$^{12}\text{C}^+$	12	506	506,33	12,09	12,10
$^{14}\text{N}^+$	14	541	540,98	14,00	14,01
$^{16}\text{O}^+$	16	575	575,09	15,99	16,00
$^{20}\text{Ar}^{2+}$	20	640	637,43	20,17	20,18
$^{28}\text{N}_2^+$	28	746	745,60	28,03	28,04
$^{36}\text{Ar}^+$	36	840	839,15	36,08	36,08
$^{38}\text{Ar}^+$	38	857	860,86	37,64	37,64
$^{40}\text{Ar}^+$	40	882	882,00	40,00	39,99
$^{183}\text{W}^+$	183	1837	1833,04	183,81	183,71
$^{184}\text{W}^+$	184	1838	1837,91	184,02	183,91
$^{186}\text{W}^+$	186	1845	1847,61	185,46	185,35

Tabelle 1: Eindeutig zugeordnete Ionen am *Adonis*-Aufbau

4.1.3 Identifizierung weiterer Ionen

Durch unsere aus der Regression bestimmten Massenskala können wir weiteren Detektorstrommaxima im aufgenommenen Massenspektrum Ionenmassen zuordnen. Anhand dieser Massen versuchen wir die Ionen zu identifizieren. Die sich aus den gemessenen Hallspannungen U_{Hall} durch die Kalibrierung ergebenden Massen und ein Vorschlag für das jeweilige Ion sind in Tab. 2 zusammengetragen.

U_{Hall} [Skt]	m [amu] (aus Regression)	mögliches Ion
370	5,99	$^{12}\text{C}^{2+}$
517	12,68	$^{13}\text{C}^+$
558	14,99	$^{15}\text{N}^+$
720	25,99	$^{26}({}^{10}\text{B}^{16}\text{O})^+$
733	27,00	$^{27}({}^{11}\text{B}^{16}\text{O})^+$

Tabelle 2: Identifizierung weiterer Ionen am *Adonis*-Aufbau

4.1.4 Isotopenhäufigkeiten

Aus Tab. 1 und Tab. 2 erkennen wir bereits, dass wir von einigen Ionen verschiedene Isotope vermessen haben. Da der Detektorstrom I proportional zur Anzahl der detektierten Ionen ist, stellt das Verhältnis der Detektorströme von verschiedenen Isotopen die Isotopenhäufigkeit dar. Hierbei müssen wir allerdings berücksichtigen, dass die Strommessung für einige Messbereiche durch einen Untergrundstrom verfälscht wird. Nach dieser Korrektur erhalten wir die in Tab. 3 zu findenden Isotopenverhältnisse. Ebenfalls in Tab. 3 sind zum Vergleich Literaturwerte der natürlichen Isotopenverhältnisse eingetragen.

4.1.5 Auflösungsvermögen

Wie in Abs. 3 beschrieben, haben wir in dem Massenbereich 10 – 16 amu genügend Daten gemessen, um hieraus das Auflösungsvermögen zu bestimmen. Wir bezeichnen im folgenden zu einem festen Ion den Wert der Hallspannung unterhalb des Peaks bei dem der Detektorstrom auf 50% des Strom beim Peak abgefallen ist mit $U_{\text{Hall},-}$. Den entsprechenden Wert oberhalb des Peaks nennen wir $U_{\text{Hall},+}$. Wir rechnen diese Werte gemäß Gl. 5 in Massen um und berechnen damit die Halbwertsbreite FWHM des Peaks im Massenspektrum zu:

$$\text{FWHM} = \left(\frac{U_{\text{Hall},+} - b}{a} \right)^2 - \left(\frac{U_{\text{Hall},-} - b}{a} \right)^2$$

Wir können so das Auflösungsvermögen R bestimmen. Dabei berechnen wir die Masse m erneut aus Gl. 5. Somit ergibt sich mit Gl. 3:

$$R = \frac{m}{\Delta m} = \frac{m}{2,08 \text{ FWHM}}$$

Die hiermit berechneten Werte finden sich in Tab. 4. Aus den drei in der Tabelle verzeichneten Werten für das Auflösungsvermögen R erhalten wir den Mittelwert:

$$\bar{R} = 21(5)$$

Ion	I [nA] (korrigiert)	Isotopen- häufigkeit [%] (berechnet)	Isotopen- häufigkeit [%] (Literaturwert)
$^{10}\text{B}^+$	450,0	21,43	19,90
$^{11}\text{B}^+$	1650,0	78,57	80,10
$^{12}\text{C}^+$	5360,0	98,84	98,90
$^{13}\text{C}^+$	63,0	1,16	1,10
$^{14}\text{N}^+$	5020,0	99,55	99,63
$^{15}\text{N}^+$	22,6	0,45	0,37
$^{26}({}^{10}\text{B}^{16}\text{O})^+$	382,0	19,88	19,90
$^{27}({}^{11}\text{B}^{16}\text{O})^+$	1540,0	80,12	80,10
$^{36}\text{Ar}^+$	245,0	0,39	0,337
$^{38}\text{Ar}^+$	104,0	0,17	0,063
$^{40}\text{Ar}^+$	62000,0	99,44	99,600
$^{182}\text{W}^+$	–	–	26,30
$^{183}\text{W}^+$	15,6	27,96	14,30
$^{184}\text{W}^+$	17,6	31,54	30,67
$^{186}\text{W}^+$	22,6	40,50	28,6

Tabelle 3: Isotopenverhältnisse am *Adonis*-Aufbau

Ion	$U_{\text{Hall},-}$ [Skt]	U_{Hall} [Skt]	$U_{\text{Hall},+}$ [Skt]	FWHM [amu]	R
$^{11}\text{B}^+$	483	486	489	0,30	17,61
$^{12}\text{C}^+$	500	502	504	0,21	27,37
$^{14}\text{N}^+$	538	541	544	0,34	19,81

Tabelle 4: Auflösungsvermögen am *Adonis*-Aufbau

Dabei geht in die Ungenauigkeit hier nur der statistische Fehler ein.

Alternativ können wir das Auflösungsvermögen auch mit Hilfe unserer Messungen der Wolfram-Ionen bestimmen. Auf dem mit dem xy -Schreiber erzeugten Massepektrum können wir die Linie von $^{184}\text{W}^+$ noch deutlich von jener von $^{186}\text{W}^+$ trennen. Aus Tab. 1 kennen wir die aus der Regression bestimmten Massen dieser Linien. Um das Auflösungsvermögen zu berechnen dividieren wir nun den Mittelwert der beiden Massen durch ihre Differenz. Dies ergibt:

$$R = 128,21$$

Mit Hilfe der im Theorieteil unter Gl. 4 vermerkten Näherungsformel für das Auflösungsvermögen können wir noch den theoretisch für diese Größe zu erwartenden Wert bestimmen. Beim *Adonis*-Aufbau war dabei $r = 0,49\text{ m}$, $L = 0,53\text{ m}$ und $D = 0,002\text{ m}$. Dies ergibt ein Auflösungsvermögen von:

$$R = 127,5$$

4.1.6 Magnetfeldstärke zur Analyse des $^{186}\text{W}^+$ Isotops

Wir stellen uns nun die Frage welche Feldstärke des Sektormagnetfeldes wir im Versuch verwenden mussten um das Wolfram-Isotop $^{184}\text{W}^+$ analysieren zu können.

Hierzu stellen wir GL. 2 nach B um. Was verbleibt ist die für den Versuch charakteristischen Werte einzusetzen. Die Beschleunigungsspannung war in unserem Fall $U = 30 \text{ kV}$. Der Bahnradius betrug $r = 0,49 \text{ m}$. Für die Masse des Isotops verwenden wir den aus der Regression erhaltenen Wert aus Tab. 1 und die Ladung ist gleich der Elementarladung $q = e$. Wir berechnen damit:

$$B = \sqrt{\frac{2mU}{qr^2}} = 692,86 \text{ mT}$$

4.2 Mr. Stringer

Die Auswertung der an der Anlage *Mr. Stringer* gesammelten Daten verläuft ähnlich wie die obige Analyse.

4.2.1 Erste Massenklibrierung

Wir führen auch hier zunächst eine erste Massenklibrierung durch. Da wir nun CO_2 als Trägergas verwenden führen wir die Kalibrierung hier mit CO_2^+ und H^+ durch. Die erforderlichen Messwerte sind in der folgenden Tabelle enthalten:

Ion	m [amu]	U_{Hall} [Skt]
H^+	1	684
Ar^{+}	44	4469

Damit ergeben sich mit der Argumentation aus Abs. 4.1.1 für dieses Spektrometer die Werte:

$$\begin{aligned} a &= 671,90 \text{ amu}^{-1/2} \\ b &= 12,10 \end{aligned}$$

4.2.2 Genauere Massenklibrierung

Wir führen auch hier eine genauere Massenklibrierung mit Hilfe mehrerer eindeutig identifizierter Linien durch. Der Ablauf ist analog zu dem beim *Adonis*-Aufbau. Die durch die lineare Regression erhaltene Ausgleichsgerade ist in Abb. 5 dargestellt.

Wir erhalten auf diese Weise die Konstanten:

$$\begin{aligned} a &= 679(2) \text{ amu}^{-1/2} \\ b &= -18(15) \end{aligned}$$

Die hierfür benötigten Werte sowie die sich ergebenden Massen der Ionen sind in Tab. 5 zusammengetragen.

4.2.3 Identifizierung weiterer Ionen

Wir benutzen auch hier die genauere Massenklibrierung um auftretenden Peaks im Massenspektrum Ionen zuzuordnen. Mögliche Zuordnungen finden sich in Tab. 6.

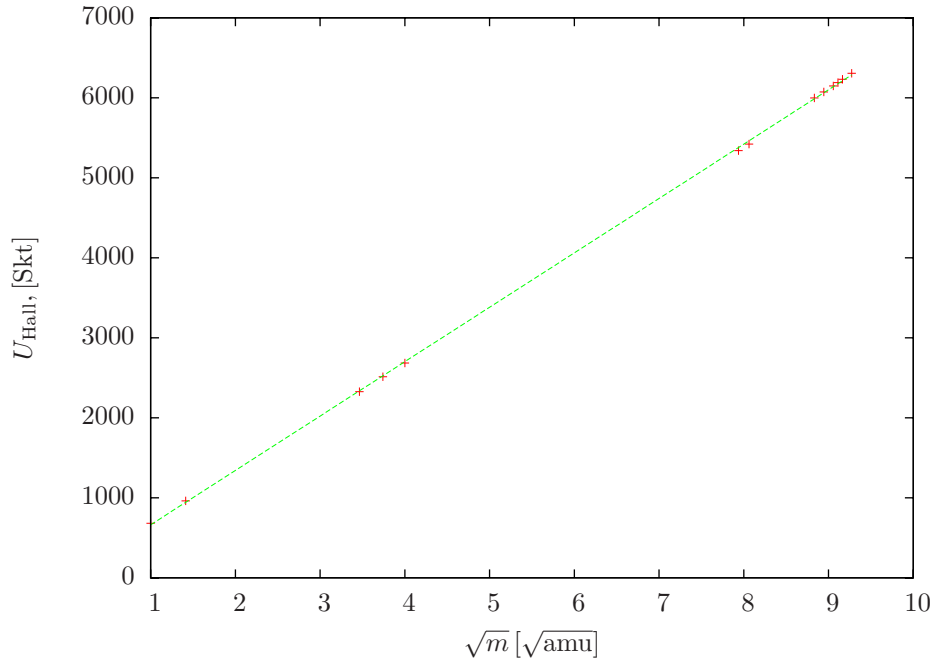


Abbildung 5: Lineare Regression zur genaueren Kalibrierung der Massenskala am *Mr. Stringer*-Aufbau

Ion	m [amu]	U_{Hall} [Skt]	U_{Hall} [Skt] (aus erster Kalibrierung)	m [amu] (aus erster Kalibrierung)	m [amu] (aus Regression)
$^1\text{H}^+$	1	682	684,00	0,99	1,06
$^2\text{H}_2^+$	2	962	962,31	1,99	2,08
$^{12}\text{C}^+$	12	2326	2339,63	11,86	11,88
$^{14}\text{N}^+$	14	2514	2526,13	13,87	13,87
$^{16}\text{O}^+$	16	2685	2699,71	15,83	15,80
$^{63}\text{Cu}^+$	63	5340	5345,17	62,88	62,10
$^{65}\text{Cu}^+$	65	5422	5429,16	64,83	64,02
$^{78}\text{Kr}^+$	78	5998	5946,19	79,39	78,29
$^{80}\text{Kr}^+$	80	6073	6021,78	81,37	80,26
$^{82}\text{Kr}^+$	82	6149	6069,44	83,42	82,27
$^{83}\text{Kr}^+$	83	6190	6133,42	84,54	83,37
$^{84}\text{Kr}^+$	84	6231	6170,19	85,67	84,47
$^{86}\text{Kr}^+$	86	6307	6243,07	87,77	86,54

Tabelle 5: Eindeutig zugeordnete Ionen am *Mr. Stringer*-Aufbau

4.2.4 Isotopenhäufigkeiten

Die Isotopenhäufigkeiten werden in Tab. 7 wieder mit den Literaturwerten der natürlichen Isotopenhäufigkeiten verglichen. Der Detektorstrom I wurde bei die-

U_{Hall} [Skt]	m [amu] (aus Regression)	mögliches Ion
1167	3,04	${}^3\text{H}^+$, ${}^3\text{He}^+$, ${}^{12}\text{C}^{4+}$
1348	4,04	${}^4\text{He}^+$, ${}^{12}\text{C}^{3+}$
1527	5,16	–
1648	6,00	${}^{12}\text{C}^{2+}$
1900	7,96	${}^{16}\text{O}^{2+}$
2032	9,09	${}^1\text{H}_2{}^{16}\text{O}^{2+}$
2422	12,88	${}^{13}\text{C}^+$
2770	16,81	${}^{16}\text{O}^1\text{H}^+$
2849	17,78	${}^1\text{H}_2{}^{16}\text{O}^+$
3148	21,68	${}^{44}({}^{12}\text{C}^{16}\text{O}_2)^{2+}$
3556	27,63	${}^{28}({}^{12}\text{C}^{16}\text{O})^+$
3801	31,55	${}^{16}\text{O}_2^+$
4017	35,22	–
4200	38,49	–
4463	43,44	${}^{44}({}^{12}\text{C}^{16}\text{O}_2)^+$

Tabelle 6: Identifizierung weiterer Ionen am *Mr. Stringer*-Aufbau

sen Berechnungen nicht um einen Untergrundstrom korrigiert.

Ion	I [nA]	Isotopen- häufigkeit [%] (berechnet)	Isotopen- häufigkeit [%] (Literaturwert)
${}^{12}\text{C}^+$	5900	99,26	99,90
${}^{13}\text{C}^+$	44	0,74	1,10
${}^{16}\text{O}^+$	12000	94,79	99,76
${}^{17}\text{O}^+$	110	0,87	0,04
${}^{63}\text{Cu}^+$	36	70,59	69,17
${}^{65}\text{Cu}^+$	15	29,41	30,83
${}^{78}\text{Kr}^+$	66	0,26	0,03
${}^{80}\text{Kr}^+$	510	2,03	2,25
${}^{82}\text{Kr}^+$	3000	11,91	11,60
${}^{83}\text{Kr}^+$	3600	14,29	11,50
${}^{84}\text{Kr}^+$	15000	59,58	57,00
${}^{86}\text{Kr}^+$	3000	11,91	17,30

Tabelle 7: Isotopenverhältnisse am *Mr. Stringer*-Aufbau

4.2.5 Auflösungsvermögen

Wie beim *Adonis*-Experiment haben wir auch für den *Mr. Stringer*-Aufbau für einen bestimmten Massenbereich die Halbwertsbreite der Peaks wie in Abs. 4.1.5 vermessen. Tab. 8 enthält die daraus berechneten Werte für das Auflösungsvermögen.

Mit dieser Methode und unter Berücksichtigung der statistischen Fehler ergibt dies einen Mittelwert von:

$$\bar{R} = 45(3)$$

Ion	$U_{\text{Hall,-}}$ [Skt]	U_{Hall} [Skt]	$U_{\text{Hall,+}}$ [Skt]	FWHM [amu]	R
$^{12}\text{C}^+$	2320	2326	2333	0,13	43,33
$^{13}\text{C}^+$	2417	2423	2429	0,13	48,89
$^{14}\text{N}^+$	2507	2514	2522	0,16	40,57
$^{16}\text{O}^+$	2678	2685	2692	0,16	46,41
$^{17}\text{O}^+$	2762	2770	2776	0,17	47,88
$^{18}\text{O}^+$	2843	2850	2859	0,20	43,07

Tabelle 8: Auflösungsvermögen am *Mr. Stringer*-Aufbau über FWHM

Auch beim *Adonis*-Experiment haben wir bereits das Auflösungsvermögen alternativ über den Abstand der Peaks von zwei benachbarten Isotopen bestimmt. Dieses Verfahren wenden wir in diesem Fall für benachbarte Krypton-Isotope mit einem Unterschied in der Masse von 2 [amu] an. Wir bilden also stets die Differenz der Massen Δm von benachbarten Krypton-Isotopen sowie den Mittelwert der beiden Massen m . Die sich so ergebenden Auflösungsvermögen $R = m/\Delta m$ finden sich in Tab. 9.

Isotope	m [amu]	Δm [amu]	R
$^{78}\text{Kr}^+, ^{80}\text{Kr}^+$	79,27	1,96	40,35
$^{80}\text{Kr}^+, ^{82}\text{Kr}^+$	81,26	2,02	40,32
$^{84}\text{Kr}^+, ^{86}\text{Kr}^+$	85,50	2,06	41,36

Tabelle 9: Auflösungsvermögen am *Mr. Stringer*-Aufbau über Krypton-Isotope

Auf diese Weise ergibt sich der Mittelwert:

$$\bar{R} = 40,7(6)$$

5 Einordnung der Ergebnisse

5.1 Massenkalisierung und Identifikation von Ionen

Zunächst ist anzumerken, dass bereits die Massenkalisierung mit lediglich zwei Referenzmassen erstaunlich gute Ergebnisse liefert. Die Koeffizienten a und b in Gl. 5 werden durch die lineare Regression nur um wenige Prozent verändert. Lediglich der Wert für b beim *Mr. Stringer*-Experiment weicht deutlich ab. Da dieser allerdings verglichen mit dem Wert von a sehr klein ist, beeinflusst dies die Massenkalisierung nicht wesentlich.

Auf Grund der guten Massenkalisierung konnten viele Ionen identifiziert werden. Beim *Mr. Stringer*-Aufbau konnten wir zu einigen der in Tab. 6 verzeichneten Massen keine Ionen angeben. Aus dem Diagramm des xy -Schreibers können wir allerdings entnehmen, dass diese Massen eine geringe Intensität aufweisen und so die Zusammensetzung des Ionenstrahls nicht wesentlich beeinflussen. Zu Tab. 6 ist außerdem anzumerken, dass die Isotope $^3\text{H}^+$ und $^3\text{He}^+$ in der Natur nur sehr selten auftreten. Daher ist nicht klar, ob es sich bei den gemessenen Massen tatsächlich um diese Isotope handelt.

5.2 Isotopenhäufigkeiten

Bei den meisten der betrachteten Isotope weicht die Häufigkeit nur um wenige Prozentpunkte vom Literaturwert ab. Bei beiden Versuchsaufbauten ist dies insbesondere dann der Fall, wenn die relative Isotopenhäufigkeit groß, d.h. größer als einige Prozentpunkte, ist.

Bei den in Tab. 7 aufgeführten Werten für den *Adonis*-Aufbau sind besonders zwei Einträge zu beachten. Zum einen weicht die Häufigkeit des Isotops $^{38}\text{Ar}^+$ um etwa eine Größenordnung vom Literaturwert ab. Da es sich hier um eine kleine Häufigkeit von unter 1% handelt, könnte man dies auf Ungenauigkeiten der Detektorstrommessung bei kleinen Messbereichen zurückführen. Zum anderen weichen die Werte für die Wolfram-Isotope deutlich von den Literaturwerten ab. Dies liegt daran, dass wir das Wolfram-Isotop $^{182}\text{W}^+$ aufgrund von oszillierenden Störungen in der Strommessung und einer etwas zu groben Magnetfeldregelung nicht messen konnten, es aber eine Häufigkeit von 26,30% haben sollte.

Die Messungen am *Mr. Stringer*-Aufbau stärken das Bild, dass die Messung kleiner Detektorströme ungenau ist. Auch hier weichen bei zu erwartenden Isotopenhäufigkeiten von unter 1% die gemessenen Werte zum Teil deutlich ab.

5.3 Auflösungsvermögen

Wir diskutieren zunächst das *Adonis*-Experiment. Es fällt auf, dass der über die Wolfram-Isotope bestimmte Wert in Gl. 6 mit dem theoretisch erwarteten Wert in Gl. 6 nahezu übereinstimmt. Allerdings ist der über die Halbwertsbreiten bestimmte Wert aus Gl. 6 um eine Größenordnung kleiner. Diese Diskrepanz lässt sich zum Teil dadurch erklären, dass bei der Bestimmung über die Wolfram-Isotope die verschiedenen Isotope zwar deutlich zu unterscheiden sind, aber dennoch das im Theorieteil geforderte 10%-Kriterium für das Detektorstromminimum zwischen zwei Isotopen nicht eingehalten wird.

In der Auswertung des *Mr. Stringer*-Experiments liefern beide verwendeten Verfahren Auflösungsvermögen die sich nur um wenige Prozent unterscheiden. Bei der Bestimmung über Krypton-Isotope wurden jeweils nur zwei Isotope betrachtet die sich um eine Masse von 2 amu unterscheiden. Zwar konnten auf dem mit dem *xy*-Schreiber aufgenommenen Massespektrum auch Isotope die sich lediglich um 1 amu unterscheiden identifiziert werden, diese Peaks erfüllten aber auf keinen Fall das oben genannte 10%-Kriterium. Damit wäre eine Einbeziehung dieser Linien inkompatibel zur Bestimmung des Auflösungsvermögens mit dem von uns ebenfalls verwendeten Kriterium für die Halbwertsbreite.