

Interner Bericht
DESY F35D-92-04
November 1992

ist ausgelegt

Aufbau eines Gasanalysestems für den ZEUS-Detektor

von

K. Desler

| | | |
|-----------------------------|---------------|-----------------------|
| Eigentum der Property of | DESY | Bibliothek library |
| Zugang: Accession: | 20. NOV. 1992 | |
| Leihfrist: Loan period: | 7 | Tage days |

DESY behält sich alle Rechte für den Fall der Schutzrechtserteilung und für die wirtschaftliche Verwertung der in diesem Bericht enthaltenen Informationen vor.

DESY reserves all rights for commercial use of information included in this report, especially in case of filing application for or grant of patents.

**"Die Verantwortung für den Inhalt dieses
Internen Berichtes liegt ausschließlich beim Verfasser"**

Aufbau eines Gasanalysesystems für den ZEUS-Detektor

Diplomarbeit
am II. Physikalischen Institut
der Universität Hamburg

vorgelegt von
Kai Desler ✓

Oktober 1992

Inhaltsverzeichnis

| | |
|--|-----------|
| Einleitung | 1 |
| 1 Das ZEUS-Gassystem | 3 |
| 1.1 Der innere Detektorbereich | 3 |
| 1.1.1 Der Vertexdetektor | 5 |
| 1.1.2 Die zentrale Driftkammer | 6 |
| 1.1.3 Vorwärts- und Rückwärts-Spurkammern | 6 |
| 1.1.4 Der Übergangsstrahlungsdetektor | 6 |
| 1.2 Die Myonkammern | 7 |
| 1.3 Gassicherheit bei ZEUS | 7 |
| 1.3.1 Das Sicherheitsvolumen | 9 |
| 1.3.2 Überwachung mit einem Massenspektrometer | 10 |
| 2 Einführung in die Massenspektrometrie | 11 |
| 2.1 Gasanalyseysteme | 11 |
| 2.1.1 Gaschromatographen | 12 |
| 2.1.2 Infrarotspektrometer | 12 |
| 2.1.3 Massenspektrometer | 13 |
| 2.2 Theorie des Quadrupol-Massenspektrometers | 14 |
| 2.2.1 Das Quadrupolfeld | 14 |
| 2.2.2 Das Massenfilter | 17 |
| 2.2.3 Der Ionisationsprozeß | 20 |
| 2.3 Aufbau des Quadrupol-Massenspektrometers | 22 |
| 2.3.1 Die Ionenquelle | 22 |
| 2.3.2 Der Quadrupol | 23 |
| 2.3.3 Ionendetektoren | 23 |
| 2.4 Massenspektren | 24 |
| 2.5 Empfindlichkeit und Auflösung | 25 |
| 2.6 Quantitative Gasanalyse und Kalibrierung | 27 |
| 3 Überwachung des Gassystems im ZEUS-Detektor | 29 |
| 3.1 Das Quadrupol-Massenspektrometer | 29 |
| 3.1.1 Aufbau | 30 |
| 3.1.2 Steuerung der Komponenten | 31 |
| 3.1.3 Das Vakuumsystem | 31 |
| 3.2 Das Steuerprogramm | 32 |
| 3.2.1 Das Menüsystem | 32 |
| 3.2.2 Das Programm SpectraScan | 33 |
| 3.2.3 Das Programm Process.Soft | 33 |
| 3.2.4 Kalibrierung des Systems | 37 |

| | |
|---|-----------|
| 3.2.5 Quantitative Analyse von Gasgemischen | 37 |
| 3.3 Kommunikation über die serielle Schnittstelle | 38 |
| 4 Meßergebnisse | 41 |
| 4.1 Die Spektren der Kalibriergase | 41 |
| 4.2 Stabilität | 46 |
| 4.3 Analysendauer | 46 |
| 4.4 Einfluß der Kunststoff-Schläuche | 48 |
| 4.5 Simulation eines Lecks | 50 |
| 5 Einbindung in das ZEUS-Hardware-Kontrollsystem | 53 |
| 5.1 Rechnerkonfiguration | 54 |
| 5.2 Struktur der Slow Control Software | 55 |
| 5.2.1 VMS | 55 |
| 5.2.2 OS-9 | 57 |
| 5.3 Einbindung des Gasanalyseystems | 57 |
| 5.4 Der ZEUS Histogram Presenter | 58 |
| 5.4.1 Darstellung der Gaskonzentrationen | 58 |
| Zusammenfassung | 61 |
| Anhang | |
| A Bedienungsanleitung für das Quadrupol-Massenspektrometer | 63 |
| B Bedienungsanleitung für das Hardware-Kontrollsystem | 73 |

Kapitel 1

Das ZEUS-Gassystem

Im ersten Teil dieses Kapitels sollen die Spurkammern des ZEUS-Detektors vorgestellt werden, wobei besonderes Gewicht auf die verwendeten Gase und Gassysteme gelegt wird. Der zweite Teil befaßt sich mit den Überwachungssystemen, die wegen der Verwendung von zündfähigen Gasgemischen erforderlich sind.

1.1 Der innere Detektorbereich

Im inneren Bereich des ZEUS-Detektors befinden sich folgende Spurkammern (vgl. Bild 1.1):

- Vertexdetektor (VXD),
- Zentrale Driftkammer (Central Tracking Detector, CTD),
- Vorwärts-/Rückwärts Spurkammern (Forward-/Rear Tracking Detectors, FTD/RTD),
- und Übergangsstrahlungsdetektoren (Transition Radiation Detectors, TRD), bestehend aus Driftkammern und Radiatoren.

Diese Kammern sind von einer gemeinsamen zweiten Ummantelung, dem sogenannten Sicherheitsvolumen, umgeben. Dieses Volumen hat eine Größe von 1.3 m^3 und wird mit Stickstoff bei einem Überdruck von maximal 1 mbar gespült, um

1. zu verhindern, daß brennbare Gase, die durch Lecks aus den Kammern austreten, sich im Inneren des Detektor zu zündfähigen Konzentrationen anreichern und entzünden können,
2. Gasanalysen unter definierten Bedingungen durchführen zu können und Gase, die durch Lecks aus den Kammern entweichen, nachzuweisen. Stickstoff verhält sich inert gegenüber organischen Verbindungen und eignet sich daher gut als Trägergas.

Das Spülen mit Stickstoff hat außerdem den Vorteil, daß Feuchtigkeit aus dem Detektor verdrängt wird, die sonst in der Nähe der supraleitenden Spule kondensieren würde und die Elektronik stören könnte.

Tab. 1.1 gibt eine Übersicht über die verwendeten Gase im ZEUS-Detektor. Die Zusammensetzung des Gasgemisches einer Spurkammer ist durch ihre Geometrie, das Magnetfeld und die Betriebsparameter festgelegt. Es ist daher wichtig, daß sich dieses Gemisch während des Experimentierbetriebs nicht verändert. Es muß verhindert werden, daß Fremdgase aus der Umgebung in die Kammern eindringen und das Gasgemisch verunreinigen. Nur dann können die Signale, die geladene Teilchen in den Kammern hervorrufen, richtig interpretiert werden. Die Kammern werden daher so konstruiert, daß sie möglichst dicht gegen von außen eindringende Luft sind. Zusätzlich werden sie während der Experimente bei geringem Überdruck betrieben.

| Teilchen-Detektor | Gas-Volumen [m^3] | Spül-Volumen Zahl | Spül-Volumen [m^3] | Meßstellen | Leck-rate [cm^3/min] | Gas-gemisch | Konzentration [%] | Gas/ N_2 [‰] | |
|---------------------|------------------------------|-------------------|-------------------------------|------------|--|--|-------------------------|----------------------------------|---------------------|
| VXD | 0.08 | 1 | 1.3 | 2 | 8 | Dimethyl-Äther | 100 | 4.0 0.4 0.1 | |
| CTD | 4.2 | | | | 50 | Argon CO ₂ Äthan Äthanol | 90 8 2 (+0.84) | | |
| FTD | 1.5 | | | | 20 | Argon CO ₂ Äthan | 88 10 2 | | |
| RTD | 0.2 | | | | 5 | | | | |
| TRD: Driftkammer | 0.22 | | | | 15 | Xenon CO ₂ Isobutan | 90 8 2 | | 0.8 0.07 0.02 |
| Radiator | 0.69 | | | | | CO ₂ | 100 | | |
| BMUON | 16 | 18 | 0.3 bis 1.6 | 18 | 4 bis 12 | CO ₂ Isobutan Argon | 88 9 3 | | |
| RMUON | | 8 | 0.2 bis 0.8 | 8 | 14 bis 25 | CO ₂ Isobutan Argon | 88 9 3 | | |
| FMUON: DC | 10 | 32 | 0.02 bis 0.1 | 32 | 1 bis 4 | Argon CO ₂ Methan | 90 9 1 | | |
| LST | 5.5 | | | | | CO ₂ Isobutan Argon | 88 9 3 | | |

Tabelle 1.1: Überblick über die Gasgemische mit brennbaren Anteilen in den ZEUS-Spurkammern

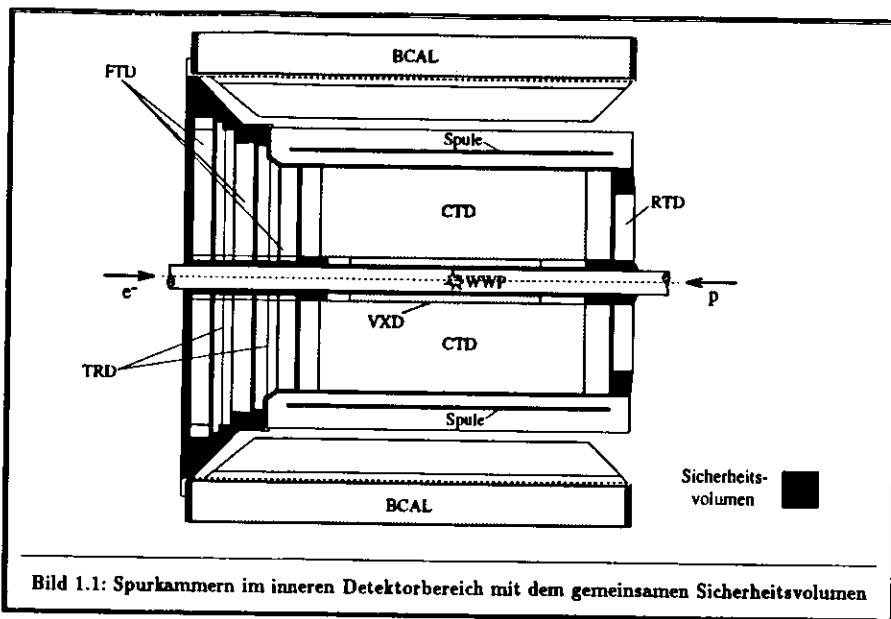


Bild 1.1: Spurkammern im inneren Detektorbereich mit dem gemeinsamen Sicherheitsvolumen

Die Kammern werden nicht nur einmal mit Gas gefüllt, sondern ständig von einem Gasgemisch durchspült. Dazu dienen aufwendige Gassysteme, die die Gase mischen, durch die Kammern in festgelegten Raten hindurchpumpen und wieder zurückführen. Man unterscheidet geschlossene und offene Gassysteme. Bei geschlossenen Systemen wird das Gemisch in einem Kreislauf durch die Kammer geführt, anschließend gefiltert und wieder in die Kammer zurückgeleitet. Offene Systeme dagegen geben das Gas, nachdem es die Kammer passiert hat, über Rohrleitungen an die Atmosphäre ab. In der Anfangsphase des Experiments werden bis auf die Übergangstrahlungsdetektoren für alle Kammern offene Gassysteme verwendet.

1.1.1 Der Vertexdetektor

Die Kammer, die sich am nächsten am Wechselwirkungspunkt befindet, ist der Vertexdetektor (VXD), eine 1.6 m lange zylindrische Driftkammer, die das Strahlrohr umgibt. Der Vertexdetektor ist hauptsächlich auf den Nachweis sehr kurzlebiger Teilchen ausgelegt, die am Wechselwirkungspunkt bei der Kollision zwischen Protonen und Elektronen entstehen und zerfallen, bevor sie die zentrale Driftkammer erreichen.

Außerdem liefert der Vertexdetektor Informationen, die eine präzise Impulsbestimmung und Winkelauflösung der Spuren aller geladener Teilchen, sowie eine genaue Bestimmung des Wechselwirkungspunktes ermöglichen.

Am Wechselwirkungspunkt entstehen bei einem Ereignis sehr viele Teilchen, die alle vom Vertexdetektor nachgewiesen werden sollen. Um eine hohe Ortsauflösung zu erreichen, ist der Abstand der Drähte besonders klein (ca. 2 mm). Da die Ausleseelektronik über eine begrenzte zeitliche Auflösung verfügt, ist es wichtig, daß die bei der Ionisation freiwerdenden Elektronen nicht zu schnell die Signaldrähte erreichen, wodurch Information verloren ginge. Es wird daher ein Gas benötigt, das über eine geringe Driftgeschwindigkeit verfügt. Man verwendet reinen Dimethyläther ($\text{CH}_3\text{-O-CH}_3$, DME).

Dieses Gas ist schwerer als Luft und ist bei Zimmertemperatur ab einer Konzentration von ca. 5% zündfähig. Der Vertexdetektor ist die einzige Spurkammer, die ausschließlich ein brennbares Gas verwendet. Die Überwachung der Konzentration von DME im Sicherheitsvolumen ist daher besonders wichtig.

1.1.2 Die zentrale Driftkammer

Der nächste Detektor, den die Teilchen auf dem Weg vom Wechselwirkungspunkt passieren, ist die zentrale Driftkammer. Sie ist zylindrisch und symmetrisch um das Strahlrohr aufgebaut und hat die Aufgabe, geladene Teilchen zu identifizieren und ihren Impuls möglichst genau zu bestimmen.

Die Geometrie und das Gasgemisch der zentralen Driftkammer wurden auf den Betrieb in starken Magnetfeldern bis zu 1.8 T optimiert. Die Kammer wird bei einer Temperatur von $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$ mit einem Überdruck von 5 mbar relativ zum Sicherheitsvolumen betrieben.

1.1.3 Vorwärts- und Rückwärts-Spurkammern

Zum Nachweis der geladenen Teilchen, die den Wechselwirkungspunkt unter so kleinen Winkeln verlassen, daß sie von der zentralen Driftkammer nicht gut nachgewiesen werden können, dienen die Vorwärts- und Rückwärts-Spurkammern (FTD und RTD).

Die Vorwärts-Spurkammer besteht aus drei ebenen Driftkammern (FTD1, FTD2, FTD3), die Rückwärts-Spurkammer ist vom gleichen Typ. Zur genaueren Bestimmung der Spuren sind die drei Kammern der Vorwärts-Spurkammer jeweils in einem Abstand von 21 cm voneinander angeordnet. In diese Lücken wurden zwei Übergangstrahlungsdetektoren (TRD) eingebaut. Die Rückwärts-Spurkammer soll in erster Linie gestreute Elektronen aus Ereignissen mit kleinem Q^2 nachweisen, die von der zentralen Driftkammer nicht erfaßt werden.

Das Gassystem dieser Kammern ist vom offenen Typ. Dies wird bevorzugt, da FTD und RTD zum Großteil aus laminierten Kunststoffen bestehen, die besonders in der Anfangsphase des Experimentes ausgasen werden, was die Gaszusammensetzung und damit das Ansprechverhalten der Kammern verändern würde. Nach einer längeren Anlaufzeit könnte auch hier ein geschlossenes System verwendet werden. Dies ist allerdings nur dann sinnvoll, wenn die Leckraten der Kammern nicht zu hoch sind, da die Gase sonst durch von außen eindringende Fremdgase so stark verunreinigt würden, daß die Reinigung zu aufwendig wäre.

1.1.4 Der Übergangstrahlungsdetektor

Zwischen den FTD-Modulen befinden sich die beiden Übergangstrahlungsdetektoren (TRD). Ihre Aufgabe ist es, Elektronen in einem Impulsbereich von 1–30 GeV/c in hadronischen Jets nachzuweisen und z.B. von Pionen zu unterscheiden. Dabei wird ausgenutzt, daß geladene Teilchen beim Durchgang einer Grenzfläche zweier Materialien mit unterschiedlichen Dielektrizitätskonstanten Strahlung emittieren, deren Intensität proportional zum Lorentz-Faktor $\gamma \approx 1/\sqrt{1-v^2/c^2}$ und zum Quadrat der Teilchenladung ist. Durch Messung der Übergangstrahlung, die im Bereich der Röntgenstrahlung liegt, kann man also Teilchen mit gleichem Impuls aber unterschiedlicher Masse voneinander unterscheiden. Für Elektronen erwartet man eine höhere Intensität als für alle anderen Teilchen [Kle87].

Die Wahrscheinlichkeit, daß ein Elektron bei einem Übergang ein Photon abstrahlt, ist etwa so groß wie die Feinstrukturkonstante $\alpha = 1/137$. Damit man eine möglichst hohe Ausbeute an Übergangstrahlung erhält, benötigt man einen Detektor, in dem jedes Elektron einige hundert Übergänge durchführt. Aus diesem Grund verwendet man als Radiator für die Übergangstrahlungsdetektoren ein 7 cm dickes Vlies aus Polypropylen-Fasern in reinem CO_2 . Die Röntgenstrahlung wird mit einer Driftkammer nachgewiesen, die mit Xenon, CO_2 und Isobutan gefüllt ist. Zwischen den Driftkammern und den Radiatoren befindet sich jeweils eine 36 μm starke Mylarfolie, die mit einer 0.5 μm dünnen Aluminiumschicht versehen ist, um ein elektrisches Feld in der Kammer aufzubauen. Ein Durchbiegen

dieser Folien, die zwischen 4.5 m^2 und 6 m^2 groß sind, infolge einer Druckdifferenz zwischen beiden Seiten, würde die Driftgeschwindigkeiten in der Kammer verändern. Daher wurde für die Übergangsstrahlungsdetektoren ein präzises Druckregelungssystem gebaut, das den Druck in den Driftkammern an den Druck im Sicherheitsvolumen anpaßt [Kue92].

Da Xenon ein sehr teures Gas ist, verwendet man ein geschlossenes Gassystem. Das Gas, welches die Kammern verläßt, wird aufwendig gereinigt, da bereits sehr geringe Verunreinigungen, s.B. durch Stickstoff aus dem Sicherheitsvolumen, das Verhalten der Driftkammern stark verändern würden. Das gereinigte Gas wird dann wieder in die Kammern zurückgeführt. Die Zusammensetzung des Kammergases wird mit einem Massenspektrometer überwacht [Alb89, Kap88].

1.2 Die Myonkammern

Das Myonkammersystem besteht aus drei getrennten Systemen. Die Barrel-Myon-Kammern (BMUON) und die Myonkammern in Rückwärtsrichtung (RMUON) decken den Winkelbereich von 34° – 135° ab. Für den Nachweis und die Impulsbestimmung der Myonen in Vorwärtsrichtung dient das Vorwärts-Myon-Spektrometer (FMUON).

Alle drei Systeme bestehen jeweils aus zwei Teilen, von denen sich einer an der Innenseite des Magnet-Jochs befindet und der zweite außerhalb. Das Joch wird durch Spulen azimuthal magnetisiert. Die Identifikation der Myonen geschieht durch Impulsbestimmung und Vergleich der Spuren, die von der zentralen Driftkammer registriert wurden. Der Impuls der Myonen kann durch die Ablenkung, die diese beim Passieren des magnetisierten Jochs erfahren, bestimmt werden. Als Detektoren werden Lagen von insgesamt 3446 Streamer-Rohrkammern (*Limited Streamer Tubes*, LST) verwendet, die mit einem Gasgemisch arbeiten, das über eine hohe Driftgeschwindigkeit verfügt (s. Tab. 1.1).

Die LSTs sind in Lagen zu Kammern zusammengefügt und von einer Aluminiumhülle umgeben. Die einzelnen LSTs und die Spurkammern wurden vor dem Einbau in das Experiment mit präzisen Flußmessern auf ihre Gasdichtigkeit hin überprüft. Das Volumen zwischen den LSTs und der Aluminiumhülle soll mit Stickstoff gespült werden, der auf die Kammergase hin untersucht wird, wenn brennbare Gase verwendet werden. Zur Zeit werden die Myonkammern bis auf weiteres mit unbrennbaren Gasgemischen betrieben.

Für die Physik mit HERA ist der Nachweis von Myonen, die den Wechselwirkungspunkt unter sehr kleinen Winkeln zur Strahlachse verlassen, sehr wichtig. Nur so können bestimmte physikalische Ereignisse, die z.B. zur Produktion von theoretisch vorhergesagten Leptoquarks führen könnten, beobachtet werden. Daher wurde das FMUON als unabhängiges Instrument zum Nachweis von Myonen mit Impulsen von $> 100\text{ GeV}/c$ konzipiert. Es soll ermöglichen, Untergrund s.B. aus Strahlgasreaktionen, π - oder K -Zerfällen, Halo usw. zu identifizieren und zurückzuweisen. Dazu dient eine toroidförmige magnetisierte Eisenkonstruktion, die schichtweise von Detektoren umgeben ist. Es werden Driftkammern (DC, 32 Stück) und LSTs verwendet.

1.3 Gassicherheit bei ZEUS

Damit im ZEUS-Detektor brennbare Gase verwendet werden dürfen, müssen eine Reihe von Sicherheitsauflagen erfüllt sein.

Die Gasgemische werden aus Gasflaschen und Tanks über Rohrleitungen in den Detektor geführt. An den Verbindungsstellen können Lecks auftreten, oder es können Rohrleitungen beschädigt werden. Eventuell in die Hallenluft entweichende Gase werden über die Ventilation an die Atmosphäre abgegeben. Um sicherzustellen, daß sich die Gase nicht zu zündfähigen Konzentrationen anreichern können, überwachen Gassensoren ständig die Konzentrationen der Kammergase in der Hallenluft. Übersteigen die gemessenen Werte bestimmte Schwellen, können je nach Höhe der Konzentration verschiedene Maßnahmen eingeleitet werden.

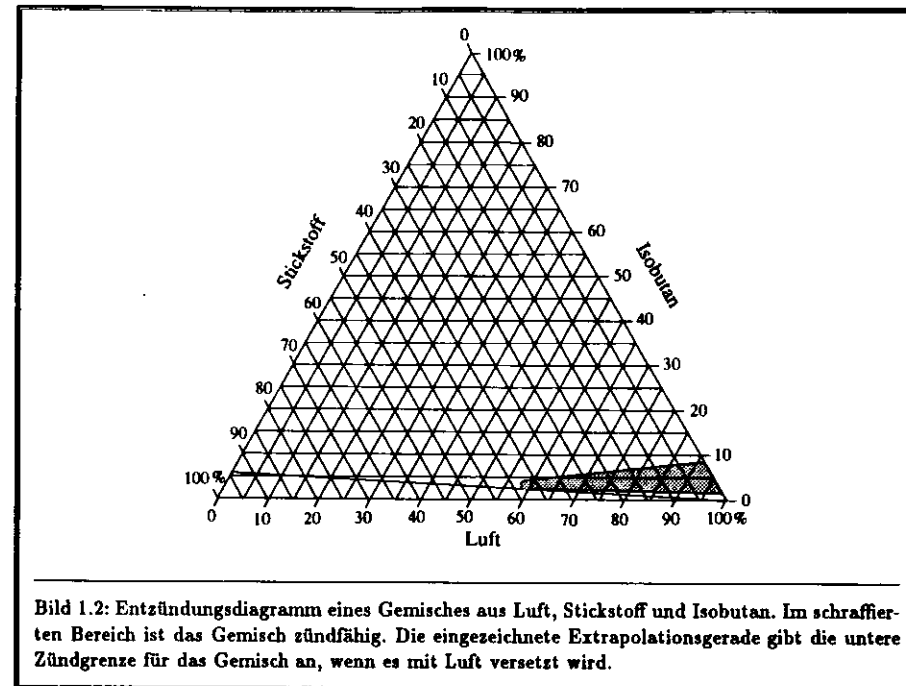


Bild 1.2: Entzündungsdiagramm eines Gemisches aus Luft, Stickstoff und Isobutan. Im schraffierten Bereich ist das Gemisch zündfähig. Die eingezeichnete Extrapolationsgerade gibt die untere Zündgrenze für das Gemisch an, wenn es mit Luft versetzt wird.

Bild 1.2 zeigt, bei welchen Konzentrationen eine Mischung aus Luft, Stickstoff und Isobutan zündfähig ist. Für Gasgemische aus Luft, Stickstoff und anderen brennbaren Anteilen sehen die Diagramme ähnlich aus, teilweise liegt die untere Zündgrenze höher. Erreicht die gemessene Konzentration 20 % dieses Wertes, wird ein Voralarm ausgelöst. Dieser hat zur Folge, daß die Ventilation erhöht wird. Der Hauptalarm wird ausgelöst, falls die Konzentration einen Wert von 40 % der unteren Explosionsgrenze übersteigt. In diesem Fall werden alle Gasversorgungen abgestellt, und die Zuleitungen können zusätzlich mit einem unbrennbaren Gas gefüllt werden. Außerdem werden dann alle elektrischen Anlagen abgeschaltet und die Halle muß geräumt werden.

Beim Fluten muß beachtet werden, daß die Kammern sehr empfindlich auf zu hohen Innendruck und starke Druckschwankungen reagieren. Teilchen, die eine Spurkammer passieren, sollen möglichst wenig Energie an die Kammerwände und andere Hindernisse abgeben. Daher verwendet man für die Konstruktion so wenig Material wie möglich. Ein zu hoher Druck bei der Gaszufuhr kann leicht zur Zerstörung der Kammern führen. Aus diesem Grund verfügt z.B. die zentrale Driftkammer über automatische Ventile, die sich öffnen, sobald der Überdruck in der Kammer 50 mbar übersteigt.

Um die Menge brennbarer Gase in der ZEUS-Halle so gering wie möglich zu halten, befindet sich das Gaslager außerhalb, und die Gase werden über Rohrleitungen zum Detektor geleitet. Sämtliche Verbindungen werden durch sogenannte *Svageelok*-Verbindungen hergestellt, die sonst für Hochdruckgasleitungen verwendet werden. Bei ZEUS treten in den meisten Fällen Überdrücke von weniger als 100 mbar auf.

| Detektor | Felddrähte | Signaldrähte | Winkelbereich |
|----------|------------|--------------|---------------|
| VXD | 1440 | 1440 | |
| CTD | 19584 | 4608 | 15°-164° |
| FTD | 5292 | 4536 | 7.5°-28° |
| RTD | 1176 | 1008 | 160°-170° |
| TRD | 1236 | 1236 | 7°-26° |
| Summe | 28728 | 12828 | |

Tabelle 1.2: Parameter der Spurkammern im inneren Detektorbereich (Winkel zur Strahlachse in Vorwärtsrichtung gesehen)

Die Rohrleitungen werden ständig mit präzisen Druck- und Flußmessern überwacht. So lassen sich Druckabfälle, die durch Lecks entstehen würden, registrieren.

Ein weiteres Problem stellen die Gasgemische in den Spurkammern dar. Insgesamt befinden sich im Detektor etwa 38 m^3 brennbare Gase (s. nebenstehende Tabelle 1.3). Wie Tab. 1.2 zeigt, führen allein im inneren Bereich rund 40000 Signal- und Felddrähte in die Spurkammern hinein. Durch diese hohe Anzahl von Durchführungen ist so eine Kammer niemals vollkommen gasdicht, und es wird immer zu einem, wenn auch geringen, Gasaustausch mit der Umgebung kommen. Weiter lassen sich Lecks beim Zusammenfügen der Kammerwände, z.B. beim Verkleben von Nahtstellen, nie ganz vermeiden. Eine konstante Gaszusammensetzung in den Detektoren ist für deren Funktionstüchtigkeit entscheidend. Damit von außen keine Luft in die Kammern eindringt, werden sie daher mit geringen Überdrücken zwischen 1 und 10 mbar betrieben. Dadurch werden aber immer geringe Mengen Gas aus den Kammern austreten, und es besteht die Gefahr, daß sich innerhalb des Detektors zündfähige Gemische bilden.

Zur Überwachung der Leckraten der Kammern verfügen die einzelnen Gassysteme über Differenzflußmesser, die den Fluß der in die Kammern einströmenden Gase mit den wieder herausströmenden vergleichen. Da die Leckraten der einzelnen Kammern vor dem Einbau in den Detektor bestimmt wurden, können aus diesen Daten zusätzliche Lecks erkannt werden.

1.3.1 Das Sicherheitsvolumen

Damit sich die aus den Spurkammern austretenden Gase nicht innerhalb des Detektors zu rüdnfähigen Gemischen anreichern können, sind alle Kammern, die mit brennbaren Gasen betrieben werden sollen, von einem Sicherheitsvolumen umgeben, das nach außen hin abgedichtet ist. Dieses wird mit gasförmigem Stickstoff gespült, um zum einen entwichene Kammergase aus dem Sicherheitsvolumen hinauszuspülen und über Ventilationsleitungen nach außen abzuführen. Zum anderen kann man mit einem Gasanalyseystem die Konzentrationen der Kammergase im Stickstoff bestimmen und so Lecks feststellen. Beim Überschreiten einer bestimmten Konzentration kann ein Alarm ausgelöst werden, der die Abschaltung der Gaszufuhr zur Folge hat.

Das Sicherheitsvolumen ist über Rohrleitungen mit großem Querschnitt an die Atmosphäre angebunden und befindet sich daher immer auf einem geringen Überdruck, der mit dem Atmosphärendruck schwankt. Es benötigt daher kein eigenes Druckregelungssystem. Der Fluß des Stickstoffs, mit dem das Sicherheitsvolumen gespült wird, kann dagegen genau geregelt werden.

Im Sicherheitsvolumen des inneren Detektorbereiches befinden sich Drucksensoren, die Druck-

schwankungen registrieren. Der Innendruck der Spurkammern kann dann mit Druckregelungssystemen entsprechend nachgeregelt werden.

1.3.2 Überwachung mit einem Massenspektrometer

Aus Sicherheitsgründen werden alle Spurkammern, die Gasgemische mit brennbaren Anteilen verwenden, mit einem Massenspektrometer auf austretende Gase hin überwacht. Bis heute sind dies die Kammern des inneren Detektorbereichs, bestehend aus VXD, CTD, FTD, RTD und TRD. Bild 1.1 zeigt die Position dieser Kammern mit dem sie umgebenden Sicherheitsvolumen, das den Bereich innerhalb der Spule zwischen Vorwärts- und Rückwärtskalorimeter ausfüllt. An vier Punkten werden über Polyurethanschläuche Gasproben entnommen und mit einem Massenspektrometer, das über 64 Kanäle verfügt, analysiert (s. Kap. 4). Es wird angestrebt, diese Überwachung in der Zukunft noch auszudehnen, um so auch Lecks in den Myonkammern feststellen zu können.

Dieses System kann auch dazu verwendet werden, die Gasgemische in den Spurkammern zu analysieren, um deren Betriebstüchtigkeit zu überwachen. Zur Kontrolle der Gassensoren in der ZEUS-Halle kann außerdem die Hallenluft analysiert werden.

| Teilchendetektor | Volumen |
|------------------|--------------------|
| Innerer Bereich | 6.2 m^3 |
| BMUON u. R MUON | 16.0 m^3 |
| FMUON | 15.5 m^3 |

Tabelle 1.3: Gas-Volumina im ZEUS-Detektor

Kapitel 2

Einführung in die Massenspektrometrie

In diesem Kapitel werden zunächst kurz verschiedene Methoden zur Analyse von Gasgemischen vorgestellt. Die Vor- und Nachteile der einzelnen Systeme im Hinblick auf die Anforderungen bei ZEUS werden diskutiert. Es folgt dann eine genauere Beschreibung der Theorie der Massenspektrometrie und deren praktische Umsetzung mit einem Quadrupolmassenspektrometer, wie es auch für das Gasanalyse-System bei ZEUS Verwendung findet.

Der Begriff Massenspektrometrie bezeichnet die Trennung von Ionen mit einem unterschiedlichen Verhältnis Masse zu Ladung m/e und die Bestimmung derer Häufigkeiten. Der Begriff *Masse* wird also eigentlich nicht ganz korrekt verwendet. Wenn im folgenden Begriffe wie *Massenfilter* oder *Massenspektrum* benutzt werden, ist mit *Masse* immer das Verhältnis m/e gemeint. Diese Bezeichnung ist in der Literatur üblich.

2.1 Gasanalyse-Systeme

Das Problem, die Zusammensetzung eines Gasgemisches sowohl qualitativ als auch quantitativ zu bestimmen, kann durch verschiedene Methoden gelöst werden. Man nutzt aus, daß verschiedenartige Moleküle unterschiedliche physikalische und chemische Eigenschaften aufweisen, die es ermöglichen, sie zu sortieren und die einzelnen Häufigkeiten zu bestimmen.

Eine der ältesten Methoden, die Parabelmethode von THOMSON (1913), nutzt das Verhältnis von Masse zu Ladung m/e von ionisierten Molekülen aus. Ein Ionenstrahl durchläuft ein elektrisches Feld E (Energiefilter) und danach ein parallel dazu angeordnetes Magnetfeld B (Impulsfilter). Ionen gleicher Masse und Ladung werden aufgrund ihrer unterschiedlichen Geschwindigkeiten auf eine Parabel verteilt, die photographisch aufgenommen werden kann. Für Ionen mit verschiedenem m/e erhält man verschiedene Parabeln, deren Intensität ein Maß für die relative Häufigkeit des entsprechenden Moleküls ist. Auf diese Weise wurde zuerst entdeckt, daß viele Elemente über Isotope verfügen [BS81, Kie68].

Es wurden später viele Verbesserungen an dieser Methode vorgenommen mit dem Ziel, sowohl die Intensität als auch die Auflösung $m/\Delta m$, das ist das Verhältnis zwischen Masse und kleinster trennbarer Massendifferenz Δm , zu erhöhen. Je höher die Intensität ist, desto niedriger ist die untere Nachweisgrenze für geringe Konzentrationen. Dabei ist aber zu beachten, daß eine Erhöhung der Intensität, bei ansonsten gleichen Parametern, i.a. eine Verschlechterung der Auflösung bewirkt und umgekehrt.

Ein Gasanalyse-System für ZEUS sollte folgende Anforderungen erfüllen:

Langzeitstabilität Das System soll als Teil eines Sicherheitssystems über Monate im Dauerbetrieb eingesetzt werden. Die Wartungsintervalle sollten dementsprechend lang und die Wartung einfach durchzuführen sein.

Flexibilität Das System muß in der Lage sein, beliebige Gasgemische zu messen. Es muß möglich sein, das System problemlos auf neue Gasgemische umzustellen.

Großer Meßbereich Die nachzuweisenden Gaskonzentrationen¹ reichen von nahezu 100 % bis zu wenigen ppm (parts per million, 10^{-6}).

Überwachung mehrerer Meßstellen Bei ZEUS sollen ca. 60 Meßstellen überwacht werden. Es wird daher ein Multiplex-Ventilsystem benötigt, das dem Gasanalysator Gasproben von verschiedenen Punkten im Detektor zuführt. Dieses muß schnell umschaltbar sein und soll über eine hohe Lebensdauer verfügen.

Schnelle Analyse Aus Sicherheitsgründen soll jede Meßstelle mindestens alle 15 min einmal gemessen werden. Bei einer Überwachung von 60 Meßstellen darf eine Analyse also nicht länger als 15 sec dauern. Das Ventilsystem muß auf mindestens $2 \cdot 10^6$ Schaltvorgänge pro Jahr ausgelegt sein.

Eingliederung in das ZEUS-DAQ-System Die Meßergebnisse sollen auf einen Rechner übertragen werden, der in das DESY-Netzwerk eingebunden ist. Außerdem soll das Gasanalyse-System von diesem Rechner gesteuert werden können.

Im folgenden werden die drei Systeme, die heute in der Gasanalyse am weitesten verbreitet sind, vorgestellt und es wird diskutiert, in wie weit sie diesen Anforderungen genügen.

2.1.1 Gaschromatographen

Bei der Gaschromatographie wird das zu analysierende Gasgemisch mit einem geeigneten inerten Trägergas versetzt und durch eine sogenannte chromatographische Säule geleitet. Dies kann z.B. eine lange Kapillare sein, deren Wandung mit einem Flüssigkeitsfilm benetzt ist. Diese zerlegt ein Gasgemisch aufgrund der unterschiedlichen Adsorption in seine Einzelkomponenten, die nacheinander aus der Säule abgesogen werden. Jedes Gas ist eindeutig durch die Zeit charakterisiert, die es braucht, um durch die Kapillare zu gelangen. Nachgewiesen werden die Gase z.B. durch die Messung ihrer Wärmeleitfähigkeit.

Der Vorteil dieser Methode ist, daß die Moleküle nicht ionisiert oder aufgespalten werden, was besonders für die Anwendungen in der Biologie oft entscheidend ist. Durch den Nachweis ganzer Moleküle ist eine eindeutige Zuordnung der Gase möglich. Ein Nachteil ist die Trägheit solcher Systeme. Sich schnell ändernde Konzentrationen werden erst mit einer gewissen Verzögerung erkannt, da eine Analyse mehrere Minuten dauert. Außerdem verwenden Gaschromatographen Ventilsysteme, die nur auf etwa 500000 Schaltvorgänge ausgelegt sind und sich daher nicht für hohe Meßraten über lange Zeiträume eignen.

2.1.2 Infrarotspektrometer

Die Absorption von Infrarotstrahlung einer bestimmten Wellenlänge durch Anregung der Moleküle zu Vibrationen und Rotationen ist charakteristisch für eine Gasart. Diesen Effekt nutzt das Infrarotspektrometer aus.

¹ Gaskonzentrationen werden hier immer auf Mol-Konzentrationen bezogen.

Das zu untersuchende Gas wird bestrahlt und die Intensität der durchtretenden Infrarotstrahlung gemessen. Aus der Differenz zwischen eingestrahelter und durchtretender Intensität wird die Absorption bestimmt. Je mehr Strahlung absorbiert wird, desto höher ist die Konzentration des Gases, das Strahlung der verwendeten Wellenlänge absorbieren kann.

Man benötigt für jede Gasart ein eigenes Meßgerät, das Infrarotstrahlung in einem schmalen Wellenlängenbereich emittiert und die Absorption durch das Gas mißt. Diese Art der Analyse eignet sich nur für Anwendungen, bei denen die Zusammensetzung genau bekannt ist. Bei organischen Verbindungen kann es außerdem zu Querempfindlichkeiten zwischen verschiedenen Gasen kommen, was die Meßergebnisse verfälschen kann.

2.1.3 Massenspektrometer

Die Analyse mit einem Massenspektrometer unterscheidet sich grundsätzlich von den anderen vorgestellten Methoden dadurch, daß die Gasmoleküle ionisiert werden. Bei der Ionisation entsteht je nach Molekülart eine Vielzahl von unterschiedlichen Ionen. Das Molekül kann einfach oder mehrfach ionisiert werden und kann in verschiedene Bruchstücke zerfallen. Deren Häufigkeitsverteilung ist charakteristisch für das jeweilige Molekül. Es wird für verschiedene Massenzahlen ein Ionenstrom gemessen, der proportional zum Partialdruck des zugehörigen Gases ist.

Massenspektrometer verwenden entweder magnetische oder elektrische Felder zur Trennung der ionisierten Moleküle. Magnet-Massenspektrometer werden bevorzugt eingesetzt, wenn ein sehr hohes Trennvermögen zwischen ähnlichen Molekülen verlangt wird. Elektrische Quadrupol-Massenspektrometer haben den Vorteil, daß sie kompakter zu konstruieren und preiswerter sind.

Der Nachweisbereich eines Quadrupol-Massenspektrometers reicht von Konzentrationen von 100 % bis zu weniger als 1 ppm. Es wird bevorzugt in der Ultrahochvakuum-Technik (Restgasanalyse) verwendet.

Quadrupolmassenspektrometer zeichnen sich im allgemeinen durch eine hohe Langzeitstabilität aus. Die Funktionsweise ist einfach, die technische Umsetzung dagegen recht aufwendig. Es ist ein erheblicher Rechenaufwand notwendig, um aus den gemessenen Ionenströmen die Gaskonzentrationen zu bestimmen. Daher ist es sinnvoll, ein solches System mit einem eigenen Computer zu versehen, der für die Steuerung und Auswertung der Meßergebnisse verwendet wird. Dieser kann auch dazu benutzt werden, die Daten zur Weiterverarbeitung und Archivierung auf andere Rechner zu übertragen.

Quadrupol-Massenspektrometer müssen durch Messen von Gasgemischen mit bekannter Zusammensetzung kalibriert werden. Die eigentliche Analyse dauert nur einige Sekunden. Auch sich schnell ändernde Zusammensetzungen können daher erkannt werden. Werden verschiedene Meßstellen analysiert, wird die Dauer einer Analyse durch das Umschalten zwischen diesen dominiert, da man warten muß, bis das Gas im Meßvolumen und den Zuleitungen vollständig ausgewechselt wurde. Um diese Zeit so kurz wie möglich zu halten, ist ein möglichst geringes Volumen zwischen den Ventilen und dem Quadrupol anzustreben.

Vergleicht man die Spezifikationen der vorgestellten Systeme in Hinblick auf die Anforderungen an ein Gasanalyssystem bei ZEUS, kommt man zu folgendem Ergebnis: Gaschromatographen sind relativ träge und eignen sich nicht für Anwendungen, bei denen über lange Zeiträume in sehr kurzen Intervallen unterschiedliche Gasgemische analysiert werden sollen. Sie scheiden daher aus.

Infrarotspektrometer können jeweils nur eine einzige Gasart nachweisen. Man möchte im ZEUS-Detektor alle verwendeten Gase messen, unter denen sich auch mehrere organische Verbindungen befinden (s. Tab. 1.1). Man bräuhete also sehr viele Meßgeräte. Wenn sich die verwendeten Gasgemische ändern, müßten die Meßgeräte neu konfiguriert werden oder neue Geräte dazukommen.

Einzig das Quadrupol-Massenspektrometer erfüllt alle Anforderungen hinreichend gut, und es wird daher bei ZEUS eingesetzt.

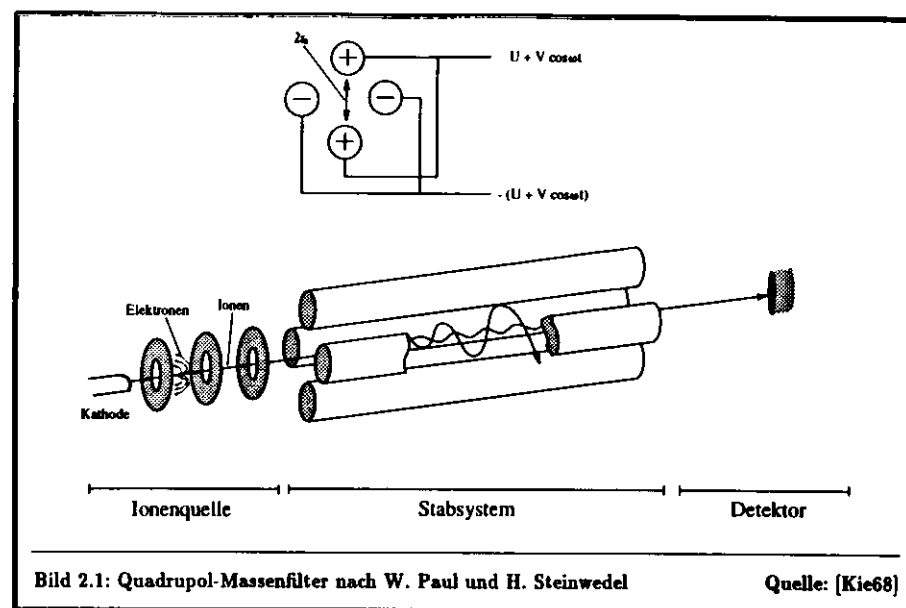


Bild 2.1: Quadrupol-Massensfilter nach W. Paul und H. Steinwedel

Quelle: [Kie68]

Im folgenden soll zunächst auf die Theorie, die das Quadrupol-Massenspektrometer beschreibt, eingegangen werden. Anschließend werden die zum Aufbau benötigten Komponenten beschrieben. Eine gute Einführung in die Theorie und die Praxis findet man bei [Daw76, Rob68].

2.2 Theorie des Quadrupol-Massenspektrometers

Dieser Abschnitt gliedert sich in drei Teile. Im ersten werden die Eigenschaften des elektrischen Quadrupolfeldes beschrieben und die Bewegungsgleichungen der Ionen in diesem Feld aufgestellt. Diese führen auf die MATHEUSsche Differentialgleichung. Deren Lösungen werden angegeben und ihre Eigenschaften diskutiert. Der zweite Teil behandelt die Eigenschaften des Massensfilters und der dritte den Ionisationsprozeß der Gasmoleküle.

2.2.1 Das Quadrupolfeld

Ein elektrisches Feld, das linear von den Ortskoordinaten x , y und z abhängt, hat die allgemeine Form

$$E = E_0(\lambda x + \sigma y + \gamma z)$$

mit den Parametern λ , σ und γ . E_0 ist unabhängig vom Ort, kann aber von der Zeit abhängig sein. Ist die Annahme erfüllt, daß keine Raumladungen vorhanden sind, gilt die Laplace-Gleichung:

$$\nabla E = 0.$$

Da weiter

$$-\nabla\phi = E$$

gilt, erhält man das zugehörige Potential Φ durch einfache Integration:

$$\Phi = -\frac{1}{2} E_0 (\lambda x^2 + \sigma y^2 + \gamma z^2).$$

Damit die Laplace-Gleichung erfüllt ist, muß

$$\lambda + \sigma + \gamma = 0$$

gelten. Für ein Quadrupolfeld, das unabhängig von z ist, bedeutet dies

$$\lambda = -\sigma, \gamma = 0$$

und man erhält das Potential

$$\Phi = -\frac{1}{2} E_0 \lambda (x^2 - y^2).$$

Die zugehörigen Äquipotentiallinien sind in dem nebenstehenden Bild dargestellt. Dieses Potential kann durch vier zylindrisch hyperbolische Elektroden erzeugt werden, wobei benachbarte Elektroden entgegengesetzt geladen sind (s. Bild 2.3). Bezeichnet $2r_0$ den Abstand gegenüberliegender Elektroden und Φ_0 die Potentialdifferenz zweier benachbarter Elektroden, so erhält man mit $\lambda = \frac{\Phi_0}{E_0 r_0^2}$ für das Potential

$$\Phi = \frac{\Phi_0 (x^2 - y^2)}{2r_0^2}. \tag{2.1}$$

Für ein Ion, das sich parallel zur z -Achse durch dieses Potential bewegen möge, sollen nun die Bewegungsgleichungen aufgestellt und die Bahnen der Ionen untersucht werden.

Allgemein gelten die Bewegungsgleichungen:

$$\begin{aligned} m\ddot{x} &= eE_x, \\ m\ddot{y} &= eE_y, \\ m\ddot{z} &= 0. \end{aligned}$$

Im Falle eines Quadrupolfeldes erhält man mit dem Potential aus Gleichung (2.1):

$$\begin{aligned} \ddot{x} + \left(\frac{e}{mr_0^2}\right)\Phi_0 x &= 0 \\ \ddot{y} - \left(\frac{e}{mr_0^2}\right)\Phi_0 y &= 0 \\ m\ddot{z} &= 0. \end{aligned}$$

Ein Ion, das sich durch ein Quadrupolfeld bewegt, wird also seine Anfangsgeschwindigkeit in z -Richtung beibehalten. In der x - und y -Richtung wird es sich, je nachdem welche Eigenschaften Φ_0 hat, unterschiedlich verhalten. Man unterscheidet die folgenden Fälle:

1. $\Phi_0 = \text{const}, \Phi_0 > 0$

Das Ion wird in der x - z -Ebene harmonische Schwingungen ausführen. Die Bewegung ist stabil, d.h. die Schwingungsamplitude bleibt für alle Zeiten endlich. In der y - z -Ebene wirkt diese Anordnung defokussierend, und die Ionen treffen nach endlicher Zeit auf die Elektroden und gehen verloren.

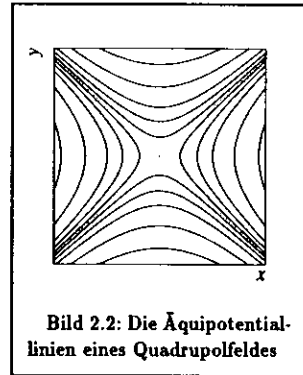


Bild 2.2: Die Äquipotentiallinien eines Quadrupolfeldes

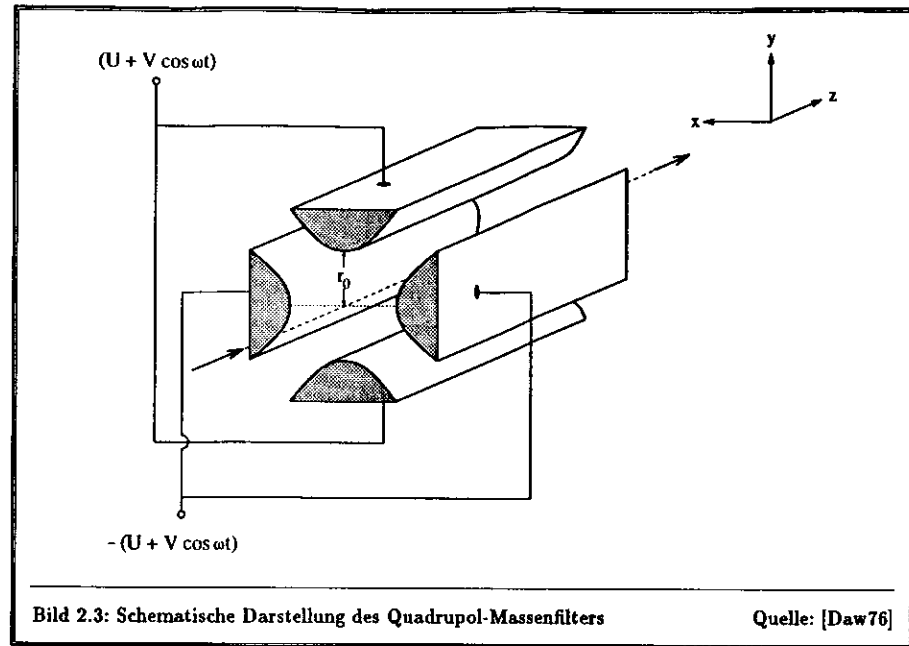


Bild 2.3: Schematische Darstellung des Quadrupol-Massensfilters

Quelle: [Daw76]

2. $\Phi_0 = V \cos \omega t$

Die Bewegung ist für bestimmte Frequenzen sowohl in der x - z - als auch in der y - z -Ebene stabil. Bei welchen Frequenzen die Bewegung stabil ist, hängt bei festem Φ_0 vom Verhältnis zwischen Masse und Ladung m/e des Ions ab.

3. $\Phi_0 = U - V \cos \omega t$

Der Quadrupol wirkt in der x -Richtung wie ein Hochpaß- und in der y -Richtung wie ein Tiefpaß-Massensfilter. Beide Richtungen zusammen ergeben einen Bandpaß-Massensfilter. Diese Anordnung stellt die Grundlage für das Quadrupol-Massenspektrometer dar und soll im folgenden näher erläutert werden.

Einer konstanten Gleichspannung wird eine Wechselspannung überlagert. Die Bewegungsgleichungen lauten

$$\begin{aligned} \ddot{x} + \frac{e}{mr_0^2} (U - V \cos \omega t) x &= 0 \\ \ddot{y} - \frac{e}{mr_0^2} (U - V \cos \omega t) y &= 0. \end{aligned}$$

Mit den Abkürzungen

$$a = a_x = -a_y = \frac{4eU}{m\omega^2 r_0^2}, \quad q = q_x = -q_y = \frac{2eV}{m\omega^2 r_0^2}, \quad \xi = \frac{\omega t}{2} \tag{2.2}$$

erhält man die MATHIEUSche Differentialgleichung

$$\frac{d^2 u}{d\xi^2} + (a - 2q \cos 2\xi) u = 0, \quad u \in \{x, y\}. \tag{2.3}$$

Diese homogene lineare Differentialgleichung mit periodischen Koeffizienten ist eine spezielle HILLSche Differentialgleichung. Sie wurde von É. MATHIEU im Jahre 1868 formuliert, als er die Eigenschwingungen einer homogenen, gleichmäßig gespannten elliptischen Membran untersuchte [Mat68].

Die Lösungen können nur numerisch aus geeigneten Reihenentwicklungen gewonnen werden. Es gelang MATHIEU, die Eigenwerte a und die 2π -periodischen Lösungen von Gleichung (2.3) durch Potenzreihen in a darzustellen und ihre ersten Entwicklungskoeffizienten zu berechnen. Anwendung findet die MATHIEUSche Differentialgleichung bei vielen physikalischen Problemstellungen mit periodisch veränderlichen Parametern.

Die Lösungen dieser Differentialgleichung haben die allgemeine Form

$$u = a' e^{i\mu\xi} \sum_{n=-\infty}^{\infty} C_{2n} e^{2in\xi} + a'' e^{-i\mu\xi} \sum_{n=-\infty}^{\infty} C_{2n} e^{-2in\xi}, \quad (2.4)$$

mit den Integrationskonstanten a' und a'' . Diese sind abhängig von den Anfangsbedingungen u_0 , \dot{u}_0 und ξ_0 . Die Konstanten C_{2n} und μ hängen dagegen nur von a und q ab und nicht von den Anfangsbedingungen. Für ein Ion mit bestimmter Ladung und Masse, das einen Quadrupol mit Elektrodenabstand $2r_0$ und konstanter Frequenz ω passiert, sind die Konstanten a und q proportional zu U und V . Die Größe u ist die z - bzw. y -Komponente des Abstandes der Ionenbahn vom Mittelpunkt des Quadrupolfeldes.

Da das Feld durch die Elektroden begrenzt wird, muß für Ionen, die den Quadrupol passieren sollen, stets $u < r_0$ sein. Man spricht in diesem Falle von stabilen Bahnen. Wird jedoch $u \geq r_0$, so trifft das Ion auf die Elektroden und geht verloren. Diese Bahnen werden als instabil bezeichnet. Wie man an Gleichung (2.4) sieht, ist der Faktor $e^{i\mu\xi}$ ausschlaggebend dafür, ob eine Bahn stabil oder instabil ist. Bei stabilen Bahnen bleibt u für $\xi \rightarrow \infty$ endlich und $u < r_0$. Bei instabilen Bahnen wächst u für $\xi \rightarrow \infty$ über alle Grenzen, und das Ion geht verloren.

Für μ gibt es die folgenden Fälle:

1. μ ist reell und nicht 0. Die Bewegung ist instabil, da einer der Faktoren $e^{i\mu\xi}$ und $e^{-i\mu\xi}$ für $\xi \rightarrow \infty$ u über alle Grenzen wachsen läßt.
2. $\mu = \alpha + i\beta$ mit von 0 verschiedenem Real- und Imaginärteil. Diese Lösungen sind alle instabil.
3. $\mu = i\beta$ ist rein imaginär und β ganzzahlig. Diese Lösungen sind zwar periodisch aber instabil. Im Stabilitätsdiagramm (s. Bild 2.4) bilden sie die Grenzen zwischen stabilen und instabilen Bereichen.
4. $\mu = i\beta$ ist rein imaginär und β keine ganze Zahl. Nur diese Bewegungen sind periodisch und stabil in z - und y -Richtung.

Für den Betrieb eines Massenspektrometers kommt nur der 4. Fall in Frage. Nur hier gibt es die Möglichkeit, daß sich Ionen mit bestimmtem m/e auf stabilen Bahnen durch das Quadrupolfeld hindurch bewegen. Da μ von den Größen a und q (und damit von den Spannungen U und V) abhängt, kann man mit den Bedingungen aus Fall 4 ein Massenfilter konstruieren.

2.2.2 Das Massenfilter

Da die Stabilität der Bewegung nur von a und q abhängt, kann man Gleichung (2.3) für Wertepaare (a, q) auswerten und untersuchen, ob Gleichung (2.4) stabil ist oder nicht. Man erhält so in der a - q -Ebene das in Bild 2.4 dargestellte Stabilitätsdiagramm, das für die z - und y -Richtung ermittelt wurde. An den Punkten (a, q) , an denen sich Stabilitätsbereiche in z - und y -Richtung überlappen, ist die Bewegung durch den Quadrupol stabil. Für den Betrieb eines Massenfilters ist nur die erste Stabilitätszone interessant, die in Bild 2.5 vergrößert dargestellt ist.

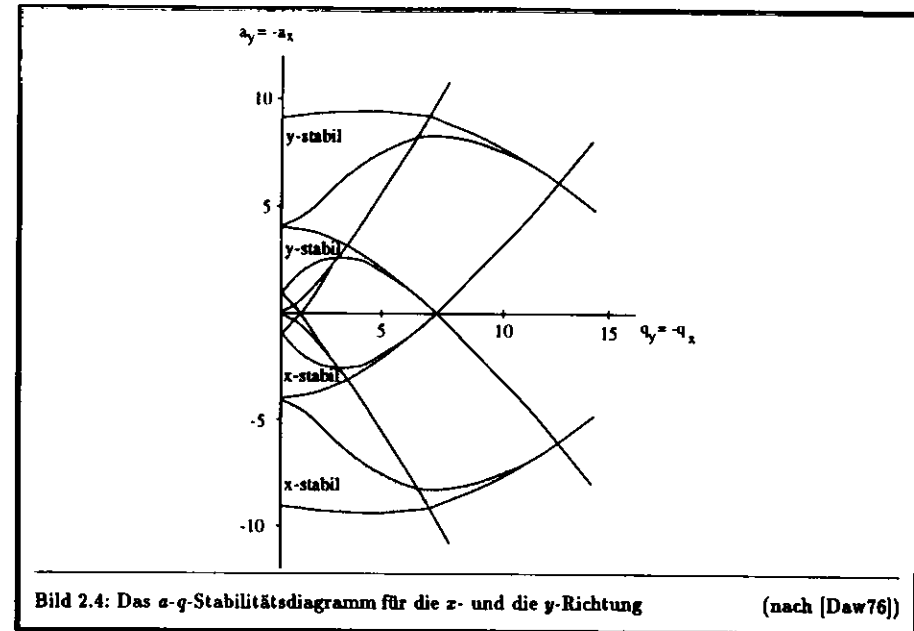


Bild 2.4: Das a - q -Stabilitätsdiagramm für die z - und die y -Richtung

(nach [Daw76])

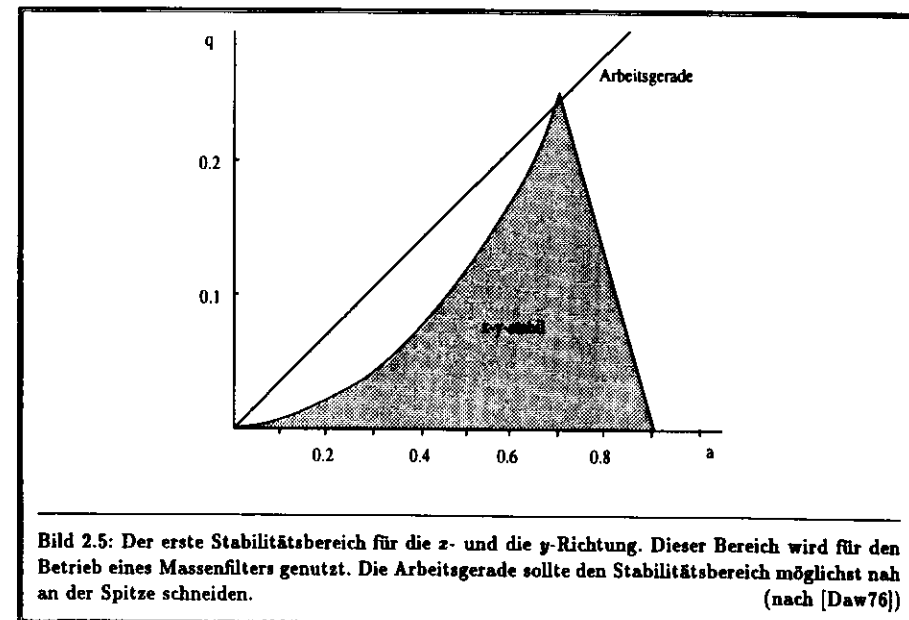


Bild 2.5: Der erste Stabilitätsbereich für die z - und die y -Richtung. Dieser Bereich wird für den Betrieb eines Massenfilters genutzt. Die Arbeitsgerade sollte den Stabilitätsbereich möglichst nah an der Spitze schneiden.

(nach [Daw76])

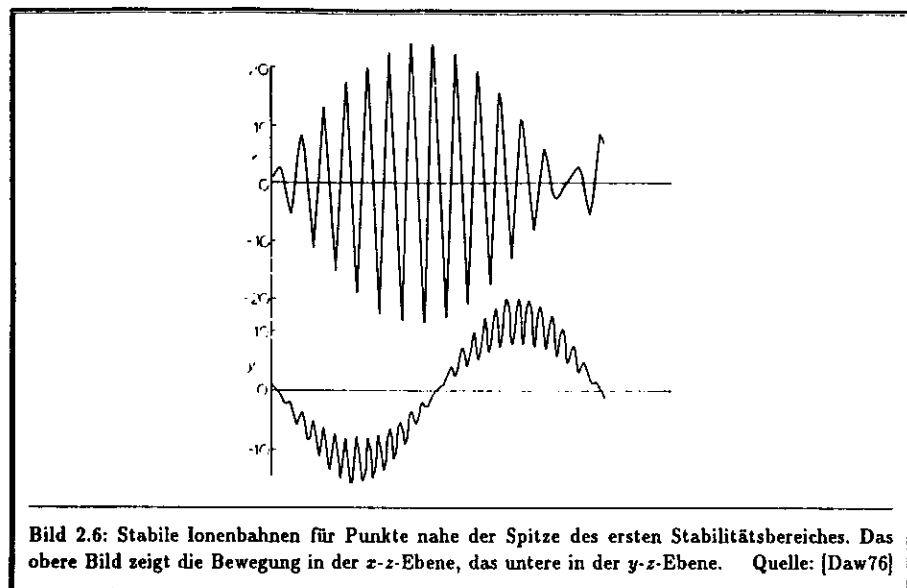


Bild 2.6: Stabile Ionenbahnen für Punkte nahe der Spitze des ersten Stabilitätsbereiches. Das obere Bild zeigt die Bewegung in der x-z-Ebene, das untere in der y-z-Ebene. Quelle: [Daw76]

Alle Ionen mit gleichem m/e liegen bei konstantem r_0 , ω , U und V am gleichen Arbeitspunkt (a, q) im Stabilitätsdiagramm. Weil

$$\frac{a}{q} = 2 \frac{U}{V} \quad (2.5)$$

unabhängig von $\frac{m}{e}$ ist, liegen die Arbeitspunkte für Ionen mit verschiedenen Massen auf einer Geraden durch den Ursprung. Nur Ionen, deren Arbeitspunkt (a, q) innerhalb eines Stabilitätsbereiches liegt, können den Quadrupol passieren.

Um eine hohe Auflösung zu erzielen, versucht man, den stabilen m/e -Bereich so klein wie möglich zu machen. Die Arbeitsgerade sollte daher so steil wie möglich verlaufen, wobei sie den Stabilitätsbereich aber noch durchqueren muß, wie es in Bild 2.5 dargestellt ist. Die Steigung der Arbeitsgeraden und damit die Auflösung verändert man, indem man das Verhältnis U/V variiert. Stabile Bahnen für unterschiedliche Massen erhält man durch Variation von U und V bei konstantem Verhältnis U/V . Verändert man U und V kontinuierlich über große Bereiche, kann man mit dem Massenfilter sog. Massenspektren aufnehmen.

Eine theoretisch unendliche Auflösung erhält man für einen beliebig langen Quadrupol am Punkt $(a, q) = (0.23699 \dots, 0.70600 \dots)$. Da ein realer Quadrupol aber stets eine endliche Länge hat, wird die Auflösung eingeschränkt. Der Quadrupol muß aber mindestens so lang sein, daß man Bahnen, wie sie in Bild 2.6 dargestellt sind, von denen in Bild 2.7 unterscheiden kann.

Wie man an den Gleichungen (2.2) sieht, wäre es auch möglich, ein Quadrupol-Massenspektrometer mit konstanten Spannungen U und V und veränderlicher Hochfrequenz ω zu betreiben. Da es jedoch technisch sehr aufwendig ist, eine Hochfrequenz über große Bereiche in kurzen Zeiten zu variieren, verwendet man diese Methode praktisch nicht.

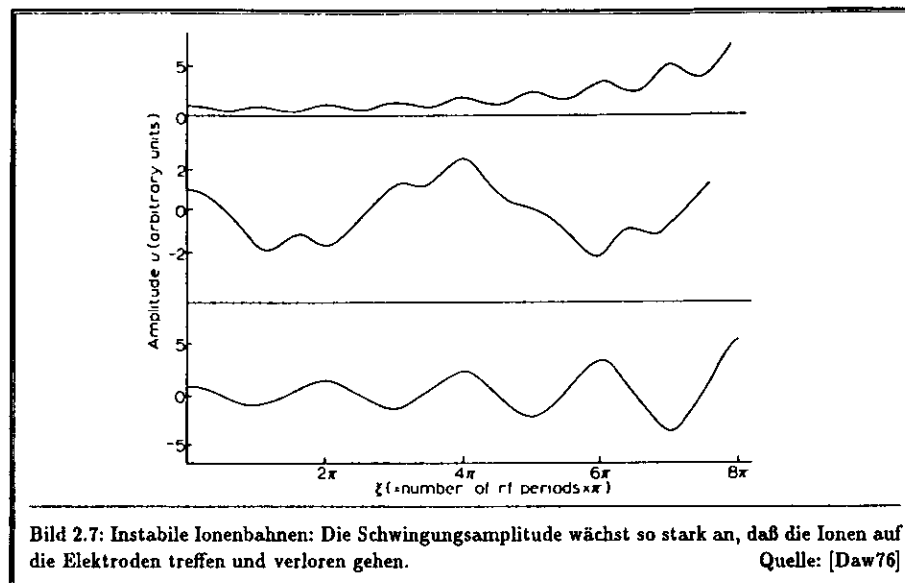


Bild 2.7: Instabile Ionenbahnen: Die Schwingungsamplitude wächst so stark an, daß die Ionen auf die Elektroden treffen und verloren gehen. Quelle: [Daw76]

2.2.3 Der Ionisationsprozeß

Damit verschiedene Moleküle mit dem Massenfilter getrennt werden können, müssen sie zunächst ionisiert werden. Dazu dienen Ionenquellen, die im wesentlichen auf drei physikalischen Prinzipien beruhen:

Stoßionisation Neutrale Gasmoleküle werden mit Elektronen, Ionen oder Photonen beschossen und dadurch ionisiert.

Thermische Oberflächenionisation Gasmoleküle können von einer Metalloberfläche absorbiert werden. Wird diese beheizt, werden die Moleküle zum Großteil als Ionen wieder abgegeben.

Feldionisation Starke inhomogene elektrische Felder können Elektronen aus Molekülen herauslösen.

Ionenquellen für Quadrupol-Massenspektrometer verwenden meist die Elektronenstoß-Ionisation. Die Gasmoleküle werden in einem Hochvakuum durch Beschuß mit niederenergetischen Elektronen zu einem geringen Anteil ionisiert. Dabei können verschiedene Ionen gebildet werden.

Die zur Ionisation benötigten Elektronen werden durch thermische Emission aus einem stromdurchflossenen Filament gewonnen. Ihre Energie unterliegt daher einer Maxwell-Verteilung. Für die Anzahl dN der Elektronen mit einer Energie zwischen U und $U \pm dU$, die pro Sekunde und Flächeneinheit vom Filament emittiert werden, gilt:

$$dN(U) = \left(\frac{4\pi m_e A}{h^3} \right) U e^{-\frac{(W+U)}{kT}} dU,$$

wobei m_e die Elektronenmasse bezeichnet, T die Temperatur in K , W die Austrittsarbeit der Elektronen aus dem Filament der Fläche A , h das Plancksche Wirkungsquantum und k die Boltzmannkonstante. Die Streuung der Elektronenenergie wird durch die Austrittsarbeit dominiert. Sie beträgt z.B. für Rhenium bei einer Temperatur von 2000 K $0.2\text{--}0.5\text{ eV}$.

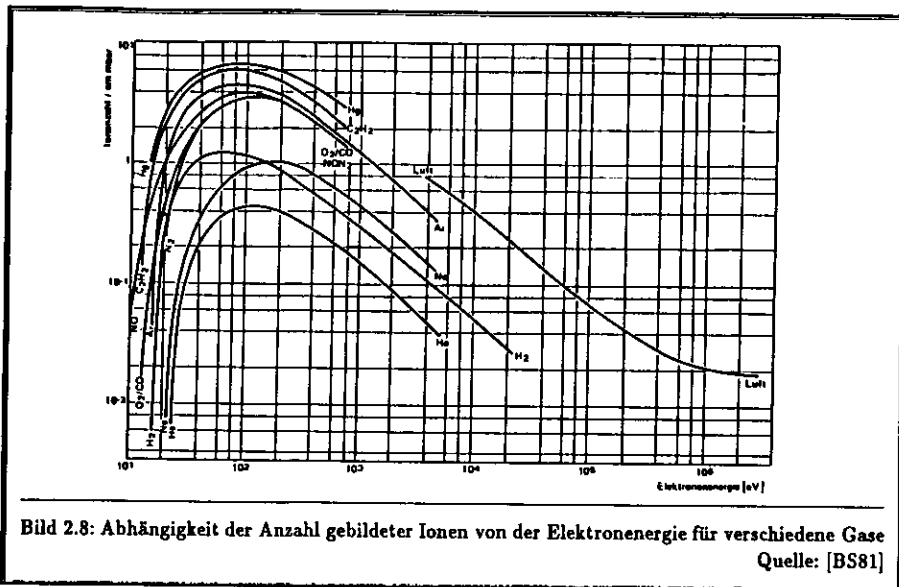


Bild 2.8: Abhängigkeit der Anzahl gebildeter Ionen von der Elektronenenergie für verschiedene Gase
Quelle: [BS81]

Im Energiebereich $E_{\text{Elektron}} \approx 100 \text{ eV}$ führt nur etwa jeder 100. Elektronenstoß zur Ionisation. Die Energie, die die Elektronen dazu mindestens übertragen müssen, ist die Energie, die man aufbringen muß, um ein Valenzelektron vom niedrigsten besetzten Zustand beliebig weit aus einem Atom oder Molekül zu entfernen. Diese Energie wird als *Ionisationspotential* I bezeichnet. Die Mindestenergie, die für das Auftreten eines bestimmten Ions benötigt wird, bezeichnet man als sein *appearance potential* A .

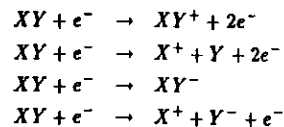
Das Ionisationspotential liegt für die meisten Atome zwischen 5 und 15 eV. Die Dissoziationsenergie für Moleküle liegt zwischen 1.5 und 3.5 eV. Bild 2.8 zeigt die relative Anzahl der gebildeten Ionen in Abhängigkeit von der Energie E der Elektronen. Die Maxima dieser Kurven liegen für die meisten Gase im Bereich zwischen 50 und 90 eV. Da man für ein Massenspektrometer eine möglichst hohe Ionenausbeute haben möchte, verwendet man meist Ionenquellen mit einer Energie von $E_{\text{Elektron}} = 70 \text{ eV}$.

Der theoretisch erreichbare Strom $I^+ [A]$ positiver Ionen ist gegeben durch

$$I^+ = \beta Q_i S_e I^- \mu. \quad (2.6)$$

Hierbei bezeichnet β die Effektivität der Ionenbildung, Q_i die differentielle Ionisation in $\text{cm}^{-1} \text{mbar}^{-1}$, S_e die effektive Weglänge der Elektronen in der Ionenquelle in cm , I^- den ionisierenden Elektronenstrom in A und μ den Partialdruck des zu messenden Gases in mbar .

Wird ein zweiatomiges Molekül XY mit Elektronen beschossen, finden hauptsächlich folgende Prozesse statt:



Es entstehen also für eine Molekularart mehrere verschiedene Ionen mit unterschiedlichen Häufigkeiten, die sogenannte *Bruchstückverteilung*. Bei den letzten beiden Prozessen werden auch negative Ionen gebildet. Diese Prozesse finden jedoch bei einer Energie von $E_{\text{Elektron}} = 70 \text{ eV}$ nur selten statt, so daß für die Massenspektrometrie nur positive Ionen verwendet werden.

Nach Gleichung (2.6) ist die Anzahl der gebildeten Ionen proportional zum Partialdruck des Gases. Die Messung von Gaskonzentrationen kann also auf das Messen von Ionenströmen zurückgeführt werden. Dazu müssen die Spannungen U und V am Quadrupol so gewählt werden, daß nur die der Bruchstückverteilung entsprechenden Ionen transmittieren können.

2.3 Aufbau des Quadrupol-Massenspektrometers

Im folgenden wird beschrieben, wie die Komponenten eines Quadrupol-Massenspektrometers in der Praxis aufgebaut werden.

2.3.1 Die Ionenquelle

Da die Stabilitätsbedingungen im Quadrupol nicht von der Geschwindigkeit der Ionen abhängen, reicht eine einfache Elektronenstoß-Ionisationsquelle, die Ionen mit einer vergleichsweise breiten Energieverteilung liefert, völlig aus. Die Ionenquelle (s. Bild 2.9) sollte so dicht wie möglich gegen von außen eindringende Gase sein, da sie direkt mit dem Quadrupol verbunden ist und dieser bei einem Druck von 10^{-7} – 10^{-8} mbar betrieben wird. In diesem Hochvakuum befinden sich noch etwa $3 \cdot 10^8$ Moleküle pro cm^3 . Das Vakuum ist aus zwei Gründen nötig: Zum einen sollen die Ionen untereinander möglichst wenige Stöße ausführen damit die Stabilitätsbedingungen der Theorie gelten. Zum anderen soll der Anteil von unerwünschten Fremdgasen, die z.B. von den Innenflächen des Gerätes und vom Filament abgegeben werden und Meßergebnisse verfälschen können, so gering wie möglich sein.

Wenn ein Ion so dicht an einem Molekül vorbeifliegt, daß der Abstand zwischen beiden mit atomaren Dimensionen vergleichbar wird, kommt es zwischen ihnen zu einer Wechselwirkung und das Ion wird gestreut. Im Massenspektrometer werden dadurch die Stabilitätsbedingungen gestört, und Ionen können von ihrer theoretischen Bahn abweichen. Es kann dann vorkommen, daß Ionen, die unter idealen Bedingungen zum Analysator gelangen würden, verloren gingen. Die Grenze zwischen Stabilität und Instabilität würde durch ein schlechtes Vakuum gewissermaßen aufgeweicht und die Auflösung der Apparatur dadurch verschlechtert werden. Beim angegebenen Druck beträgt die mittlere freie Weglänge für die meisten Ionen etwa 500 m. Da die heute verwendeten Quadrupole meist nicht länger als 30 cm sind, kann einer Wechselwirkung zwischen den Ionen sehr gut vorgebeugt werden. Um solche Störungen zu vermeiden, ist auch darauf zu achten, daß der Einlaßdruck des zu untersuchenden Gasgemisches nicht zu hoch ist.

Restgase in der Ionenquelle werden auch ionisiert und erzeugen im Massenfilter ein Untergrundspektrum. Dieses muß gegebenenfalls durch Vergleich mit dem Spektrum eines inerten Gases (z.B. Helium) ermittelt und vom Spektrum des zu analysierenden Gasgemisches abgezogen werden.

Eine wichtige Komponente der Ionenquelle ist die Elektronenkanone, die einen möglichst gut definierten Elektronenstrom bekannter Energie liefern soll. Die Elektronen werden durch thermische Ionisation aus einem stromdurchflossenen Filament gewonnen. Der Strom, der das Filament beheizt, wird als *Filamentstrom* bezeichnet. Die Höhe dieses Stromes läßt Rückschlüsse auf den Zustand des Filamentes zu. Der Strom, der zwischen dem Filament und der Blende S_2 fließt, ist der *Emissionsstrom*. Seine Größe ist ein Maß für die Anzahl der emittierten Elektronen. Die wichtigste Größe, die die Ionenquelle beschreibt, ist der *Ionisationsstrom*, der angibt, wie viele Elektronen die Anode erreichen. Er ist ein Maß dafür, wieviele Elektronen für die Erzeugung von Ionen zur Verfügung stehen und ist direkt proportional zur Anzahl der erzeugten positiv geladenen Ionen. Ein Regelkreis, der den Ionisationsstrom möglichst konstant hält, ist daher gut geeignet, für eine zeitlich konstante Ionenbildung zu sorgen.

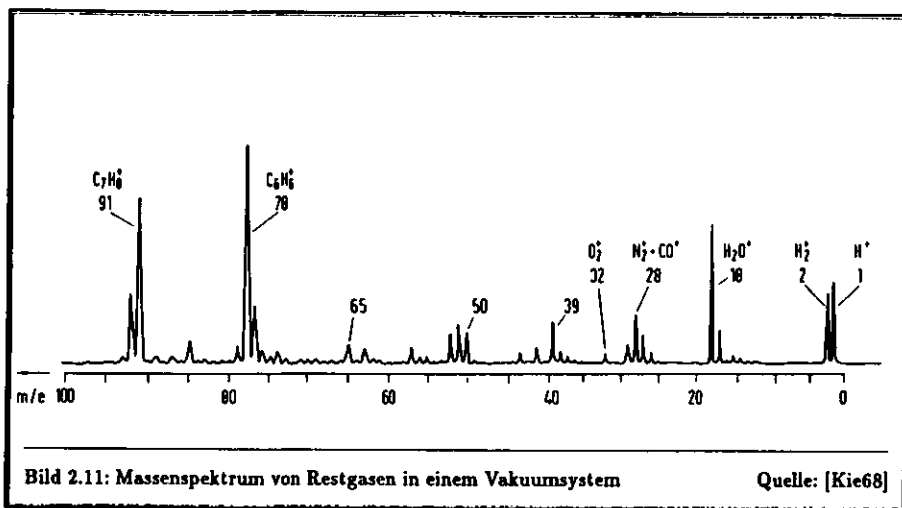


Bild 2.11: Massenspektrum von Restgasen in einem Vakuumsystem

Quelle: [Kie68]

Massenspektren werden aufgenommen, indem die Spannungen U und V bei konstantem Verhältnis U/V und konstanter Hochfrequenz ω verändert werden, so daß ein bestimmter Massenbereich abgetastet wird. Bild 2.11 zeigt ein typisches Massenspektrum, wie man es in der Literatur findet [Daw76].

2.5 Empfindlichkeit und Auflösung

Unter der Empfindlichkeit eines Meßgerätes versteht man allgemein das Verhältnis einer am Meßgerät beobachteten Änderung seiner Anzeige zu der sie verursachenden Änderung der Meßgröße. Beim Massenspektrometer gibt die Empfindlichkeit an, welcher Ionenstrom bei einer bestimmten Konzentration eines Gases gemessen wird. Zum Nachweis geringer Konzentrationen wird eine hohe Empfindlichkeit benötigt.

Die Auflösung R eines Massenspektrometers ist definiert als

$$R = \frac{M}{\Delta M},$$

wobei M die Masse bezeichnet, bei der R bestimmt wird und ΔM den kleinsten Abstand zweier Massen, bei dem diese noch getrennt nachzuweisen sind.

Wie im Abschnitt 2.2.2 beschrieben wurde, hat der stabile m/e -Bereich in der Praxis immer eine endliche Breite. Bei der Aufnahme eines Spektrums entstehen also keine scharfen Linien bei den vorhandenen Massenzahlen, sondern gaußförmige Verteilungen mit einer gewissen Breite $\Delta(m/e)$. Solche Verteilungen werden i.a. als *Peaks* bezeichnet.

Um ein hohe Auflösung zu erhalten, sollten diese Peaks so schmal wie möglich sein, denn nur dann lassen sich benachbarte Massen, wie sie z.B. in Gasmischungen mit mehreren Isotopen vorkommen, gut trennen. Hierbei muß aber berücksichtigt werden, daß mit abnehmender Peakbreite die Intensität und damit die Empfindlichkeit des Instruments schlechter wird. Bei der Konstruktion eines Massenspektrometers werden die Geometrie der Ionenquelle, des Quadrupols und des Analysators so optimiert, daß sowohl die Auflösung als auch die Empfindlichkeit möglichst hoch wird. Das Vakuum im System muß daher auch so gut sein, daß die Ionen nicht untereinander elastisch gestreut werden.

Für die Auflösung und die Empfindlichkeit sind zwei weitere Größen von Bedeutung, die Peakbreite ΔM und die sogenannte *abundance sensitivity* S_{ab} . Die Peakbreite ist die Breite der Verteilung in 5 % ihrer Maximalhöhe, ein typischer Wert ist $\Delta M_{5\%} \leq 1.0 \text{ amu}$. Dies bedeutet, daß ein Peak bei der Masse M immer auch einen kleinen Anteil bei den benachbarten Massen $M \pm 1$ haben wird. Dies ist eine Quelle für Meßfehler, besonders dann, wenn ein Spektrum benachbarte Peaks mit sehr unterschiedlichen Höhen aufweist. Dieser Effekt ist abhängig von der Masse M ; mit zunehmender Masse nehmen auch die Beiträge zu den benachbarten Peaks zu.

Der Begriff *abundance sensitivity*, für den es keine sinnvolle deutsche Bezeichnung gibt, bezeichnet das Verhältnis zwischen den Ionenströmen bei Masse $M \pm 1$ und der benachbarten Masse M , wenn nur Ionen der Masse M vorhanden sind:

$$S_{ab} = \frac{I_{gem}^+(M \pm 1)}{I_{gem}^+(M)}.$$

Um extrem unterschiedliche Intensitäten benachbarter Massen nachweisen zu können, ist eine möglichst kleine *abundance sensitivity* nötig. In der Literatur findet man gelegentlich auch die reziproke Definition, die bei hohem Trennvermögen eine hohe *abundance sensitivity* erfordert.

Die höchste nachweisbare Masse $M_m [\text{amu}]$ ist festgelegt durch

$$M_m = \frac{7 \cdot 10^6 V_m}{f^2 r_0^2}, \quad (2.9)$$

mit der Hochspannung $V_m [V]$, der Frequenz $f [Hz]$ und dem halben Abstand $r_0 [m]$ zweier gegenüberliegender Elektroden.

Die Auflösung wird u.a. durch die endliche Länge der Elektroden begrenzt, da nach Gleichung (2.4) die Grenze zwischen Stabilität und Instabilität nur für $\xi \rightarrow \infty$ scharf definiert ist ($\xi = \frac{m}{L}$). Der entscheidende Faktor, der die Auflösung begrenzt, ist die endliche Anzahl der Schwingungen, die die Ionen auf ihrem Weg durch das Massenfilter ausführen, und es gilt die empirische Formel

$$\frac{M}{\Delta M} = \frac{1}{K} N^n \text{ mit } n \approx 2, \quad (2.10)$$

wobei N die Anzahl der Schwingungen eines Ions der Masse M beim Passieren des Quadrupoles bezeichnet und ΔM die Breite des Peaks. K ist eine Konstante, die in der Literatur mit 20 angegeben wird [Daw76]. Gleichung (2.10) kann mit den das Instrument beschreibenden Größen umgeschrieben werden zu

$$\frac{m}{\Delta m} = \frac{1}{K} f L \sqrt{\frac{m}{2e E_{Ion}}}, \quad (2.11)$$

mit der Länge L der Elektroden, der Injektionsenergie der Ionen E_{Ion} und der Elementarladung e . Die Größen m und Δm werden hier in kg gemessen.

Für die Peakbreite $\Delta M [\text{amu}]$ erhält man

$$\Delta M = \frac{4 \cdot 10^9 E_{Ion}}{f^2 L^2}. \quad (2.12)$$

Für ein Massenspektrometer, das eine konstante Hochfrequenz verwendet, erhält man aus den Gleichungen (2.9) und (2.12) für die maximale Auflösung

$$\frac{M_m}{\Delta M} \approx \frac{1}{570} \frac{V_m L^2}{E_{Ion} r_0^2}. \quad (2.13)$$

Mit typischen Werten für einen Quadrupol, wie er auch bei ZEUS zum Einsatz kommt, $L = 0.3 \text{ m}$, $f = 2.0 \text{ MHz}$, $E_{\text{Ion}} = 5 \text{ eV}$, $r_0 = 6 \text{ mm}$ und einer maximalen Spannung $V_m = 6000 \text{ V}$, erhält man folgende Zahlenwerte:

$$M_m = 300,$$

$$\Delta M = 0.06 \text{ amu} \text{ und}$$

$$\frac{M_m}{\Delta M} = 5300.$$

Ein reales Massenspektrometer wird immer eine etwas schlechtere Auflösung haben. Faktoren, die die Auflösung verschlechtern, sind Fehler bei der Justierung der Elektroden, Feldfehler an den Enden des Quadrupols und die Verwendung zylindrischer statt hyperbolischer Elektroden.

Nach längerem Gebrauch kann sich die Auflösung des Systems verschlechtern. Die Ursache dafür ist die Bildung dünner Molekülschichten auf den Elektroden des Quadrupols durch die Anlagerung von Ionen, deren Bahn instabil ist. Es gibt Systeme, die daher einen zweiten Quadrupol vorschalten, der die Aufgabe hat, diese Ionen aufzufangen, bevor sie in den Hauptquadrupol eintreten.

2.6 Quantitative Gasanalyse und Kalibrierung

Bei der Analyse von Gasgemischen werden nur die Intensitäten der für die einzelnen Gase charakteristischen Peaks bestimmt. Im einfachsten Fall findet man in jedem Spektrum einen Peak, der in keinem anderen Spektrum vorkommt. Meist benötigt man jedoch zwei oder mehr Peaks, deren Intensitätsverhältnis charakteristisch für das Gas ist (s. Kap. 4).

Im folgenden wird vereinfachend vorausgesetzt, daß sich in jedem Massenspektrum der zu messenden Gase ein Peak findet, durch den das Gas eindeutig charakterisiert ist.

Ein wichtiger Begriff im Zusammenhang mit Gasanalysen ist der Partialdruck μ . Darunter versteht man den Druck, den jede einzelne Komponente in einem Gasgemisch haben würde, wenn sie bei gleicher Teilchenzahl als einzige im untersuchten Volumen vorhanden wäre. Die Summe der Partialdrücke aller Komponenten ist der Totaldruck p des Gemisches (Gesetz von Dalton):

$$\sum_i \mu_i = p.$$

Dieses Gesetz gilt immer dann, wenn die einzelnen Komponenten des Gemisches chemisch nicht miteinander reagieren. Tragen verschiedene Gase zum gleichen Massenpeak bei, addieren sich die Intensitäten.

Nach Gleichung (2.6) ist der Ionenstrom I^+ proportional zum Partialdruck μ des zugehörigen Gases. Hierbei ist zu berücksichtigen, daß der gemessene Ionenstrom I_{exp}^+ immer geringer ist als der theoretische Wert I^+ , da niemals alle Ionen mit der passenden Masse den Quadrupol passieren werden. Die Ursache hierfür sind Feldfehler, hervorgerufen durch nicht ganz perfekt ausgerichtete Elektroden und Raumladungseffekte der Ionen oder Stöße zwischen Ionen. Diesen Effekt beschreibt die Transmission T , die das Verhältnis zwischen gemessenen und theoretischem Ionenstrom angibt:

$$T = \frac{I_{\text{exp}}^+}{I_{\text{theor}}^+}.$$

Man kann also abgekürzt schreiben:

$$I^+ = E\mu \quad \text{mit } E = \beta Q_s I^- T.$$

Der Faktor E wird als Empfindlichkeit des Massenspektrometers für ein Gas bezeichnet.

Eine einfache Methode, Gaskonzentrationen näherungsweise zu bestimmen, ist die Totaldruckanalyse: Man bestimmt aus den gemessenen Ionenströmen I_{exp}^+ die Partialdrücke der einzelnen Komponenten unter Vernachlässigung der unterschiedlichen Ionisierungswahrscheinlichkeiten Q_i . Meist setzt man dabei alle Ionisierungswahrscheinlichkeiten gleich der von Stickstoff, das bei vielen Anwendungen zum Großteil vorhanden ist. Die nebenstehende Tabelle 2.1 zeigt die auf den Wert von Stickstoff normierten Ionisierungswahrscheinlichkeiten Q_i für einige Gase bei einer Elektronenenergie von $E_{\text{Elektron}} \approx 100 \text{ eV}$. Diese unterscheiden sich bis zu einem Faktor 5 von der von Stickstoff. Da die Ionisierungswahrscheinlichkeit linear in den Partialdruck eingeht, macht man hierbei einen Fehler, der bei einer hohen Anforderung an die Genauigkeit der Meßergebnisse nicht hinzunehmen ist.

Die bessere Methode ist daher die Partialdruckanalyse, die die unterschiedlichen Ionisierungswahrscheinlichkeiten berücksichtigt. Während einer Kalibrierung wird zunächst für jedes zu messende Gas die Empfindlichkeit E des Systems bestimmt. Diese ist abhängig von folgenden Größen:

- Effektivität der Ionenbildung in der Ionenquelle
- Energie der zur Ionisation verwendeten Elektronen
- effektive Weglänge der Elektronen in der Quelle
- Ionisationsstrom I^-
- Transmission durch den Quadrupol

Diese Größen müssen nicht alle einzeln bestimmt werden, nur ihr Produkt ist hier interessant.

Unter dem Begriff Kalibrierung versteht man allgemein, die Bestimmung der Parameter eines Meßgerätes durch die Messung bekannter Größen. Zur Kalibrierung des Massenspektrometers werden Testgase bekannter Zusammensetzung verwendet. Für jedes Gas, das gemessen werden soll, wird der Ionenstrom, der durch den Quadrupol gelangt, bei der charakteristischen Masse m/e gemessen. Da die Zusammensetzung und damit die Partialdrücke des Gasgemisches bekannt sind, lassen sich die Empfindlichkeiten E bestimmen.

Die Gleichung (2.6), die den linearen Zusammenhang zwischen dem Ionenstrom I^+ und dem Partialdruck μ beschreibt, gilt nur für nicht zu große Ionenströme. Bei größeren Ionenströmen kann sich durch Raumladungseffekte der Ionen die Transmission und damit auch die Empfindlichkeit ändern. Die Empfindlichkeit ist daher bei sehr unterschiedlichen Konzentrationen keine Konstante mehr. Daher sollten für die Kalibrierung Gasgemische verwendet werden, deren prozentuale Zusammensetzung denen der später zu messenden möglichst nahe kommt.

Ist zu erwarten, daß sehr unterschiedliche Konzentrationen eines Gases gemessen werden sollen, kann dies durch die Einführung zweier zusätzlicher Kalibrationskonstanten C_a und C_b berücksichtigt werden. Für die Empfindlichkeit $E_a(x)$ gilt dann bei der Konzentration x

$$E_a(x) = E(C_a + C_b x).$$

C_a und C_b können gegebenenfalls durch die Verwendung entsprechender Kalibriergase bestimmt werden. Ändern sich die Konzentrationen nicht zu stark, gilt $C_a = 1$ und $C_b = 0$, d.h. die Empfindlichkeit ist von der Konzentration unabhängig.

| Molekül | Q_i |
|---------------------------|-------|
| N_2 | 1.0 |
| O_2 | 1.0 |
| Ar | 1.2 |
| CO_2 | 1.4 |
| Xe | 2.4 |
| C_2H_6 | 2.6 |
| C_4H_{10} | 4.9 |

Tabelle 2.1:
Ionisierungswahrscheinlichkeiten
einiger Gase

Kapitel 3

Überwachung des Gassystems im ZEUS-Detektor

3.1 Das Quadrupol-Massenspektrometer

Für die Gasmessungen am ZEUS-Detektor wird ein Quadrupol-Massenspektrometer des britischen Herstellers *VG Gas Analysis Systems Ltd.* mit der Typenbezeichnung *Pegasus SXP 300* verwendet. Tab. 3.1 zeigt die wichtigsten technischen Daten. Es befindet sich in der süd-östlichen Ecke der ZEUS-Halle (N/O-Bereich). Das Massenspektrometer ist mit allen zur Steuerung erforderlichen Komponenten einschließlich eines PC in einem Stahlschrank mit Einschüben untergebracht. Die Gasproben werden dem Analysator über ein Multiplex-Ventil, das über 64 Kanäle verfügt, zugeführt. Als Zuleitungen dienen flexible Kunststoffschläuche, die an verschiedenen Punkten im Detektor Proben entnehmen. Sechs Kanäle werden für den Anschluß von Gasflaschen verwendet, die Kalibriergase enthalten, so daß für Messungen am Detektor 58 Kanäle zur Verfügung stehen.

Momentan werden vier Meßstellen überwacht, es können aber jederzeit neue Leitungen angeschlossen und in das Meßprogramm eingebunden werden.

| | |
|--------------------------------------|---------------------------------------|
| Massenbereich | 1-300 amu |
| Hochfrequenz | 2 MHz |
| Auflösung ¹ | $\Delta M_{1\%} \leq 1.0 \text{ amu}$ |
| Stabilität der Peaklage ² | 0.15 amu/8h |
| Stabilität der Peakhöhe | $\leq 5\%/8h$ |
| Abundance Sensitivity (28 amu) | 10 ppm |
| Länge des Quadrupoles | 300 mm |
| Durchmesser der Stäbe | 12.0 mm |
| Steuerung des Systems | PC, Intel 80386SX |

Tabelle 3.1: Technische Daten des Quadrupol-Massenspektrometers

¹ $\Delta M_{1\%}$ bezeichnet die Breite eines Peaks in 5% seiner Höhe.

² Angaben über die Stabilität wurden vom Hersteller übernommen, eigene Ergebnisse sind in Kapitel 4 zu finden.

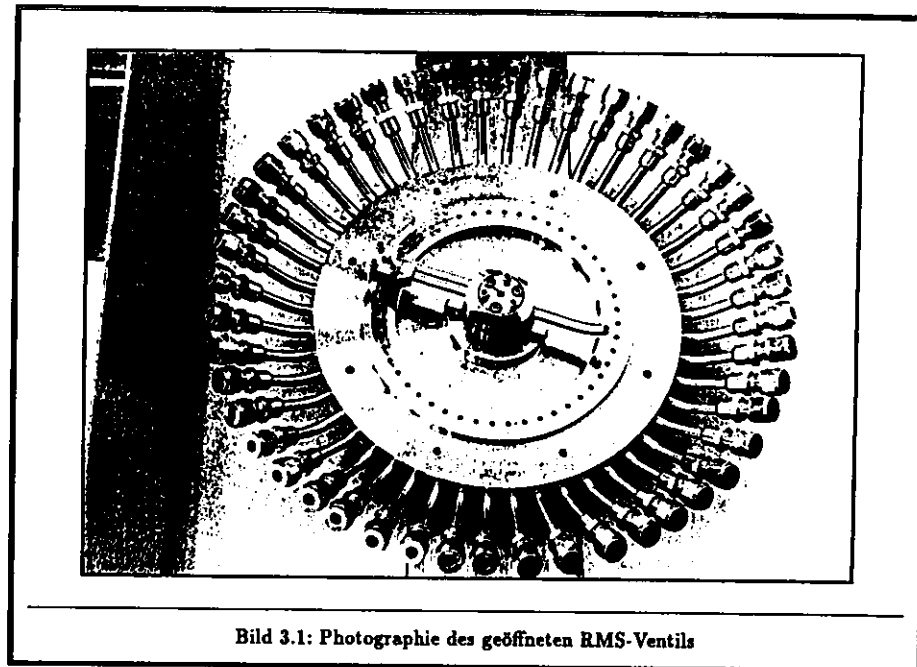


Bild 3.1: Photographie des geöffneten RMS-Ventils

3.1.1 Aufbau

Der gesamte Aufbau wurde als eine Einheit zusammen mit einem Wartungsvertrag von dem britischen Unternehmen *VG Gas Analysis Systems Ltd.* gekauft.

Die Hauptkomponenten des Systems sind die folgenden:

- Der Quadrupol mit angeschlossener Ionenquelle und zwei Analysatoren (Faraday-Detektor und Sekundärelektronen-Vervielfacher);
- Hochfrequenzgenerator zur Steuerung des Quadrupols;
- Steuerelektronik zur Festlegung des Massenbereichs, Korrektur von Feldfehlern, etc;
- Multiplex-Ventil (*Rapid Multistream Sampler, RMS*), an das bis zu 64 Gasleitungen angeschlossen werden können;
- Penning-Drucksonde zur Überwachung des Hochvakuums;
- Computer zur Steuerung und zur Auswertung der Meßergebnisse. Es wird ein PC verwendet, der mit einem Mikroprozessor 80386SX von Intel und einer Festplatte mit 40 Megabyte Speicherkapazität ausgestattet ist. Die Verbindung zum Massenspektrometer wird mit einer speziellen Interfacekarte hergestellt.

Die gesamte Steuerung des Systems kann über einfache Funktionen mit dem PC vorgenommen werden. Die Bedienung wird durch ein benutzerfreundliches Menüsystem unterstützt.

Der gesamte Bildschirminhalt kann jederzeit mit der PRINT SCREEN-Taste ausgedruckt werden.

3.2.2 Das Programm SpectraScan

Das Programm SpectraScan dient dazu, Massenspektren aufzunehmen und darzustellen, um qualitative Gasanalysen durchzuführen. Unbekannte Gasgemische können hiermit untersucht werden. Das Massenspektrum wird auf dem PC-Bildschirm dargestellt, und man kann sich so ein Bild von der Bruchstückverteilung des Gemisches machen. Dies ist für die Kalibrierung des Gerätes besonders wichtig. Man ist so in der Lage, die charakteristischen Peaks für jede Gasart durch Vergleichen der Spektren zu bestimmen.

Außerdem können die für die Funktionstüchtigkeit relevanten Daten des Massenspektrometers kontrolliert und zum Teil reguliert werden.

Das Programm bietet folgende Möglichkeiten (vergl. Bild 3.3):

- Analoge Darstellung

Der Benutzer kann einen Massen-Bereich vorgeben, der abgetastet werden soll. Die gemessenen Ionenströme werden ihrer Intensität entsprechend als verschieden hohe Peaks dargestellt. Man bekommt so ein Massenspektrum der Gase, die in einem Gemisch vorhanden sind. Außerdem lassen sich die Leistungsmerkmale der Maschine kontrollieren, z.B. die Form der Peaks, die Auflösung und die Skalierung der m/e -Achse.

- Histogramme

Histogramme dienen dazu, statistisch verteilte Meßwerte (x_1, \dots, x_n) so darzustellen, daß man eine Vorstellung von der Verteilung erhält. Dazu wird die x -Achse in gleichgroße Intervalle (sog. bins) eingeteilt, und es wird abgezählt, wieviele Meßwerte in jedem Intervall enthalten sind. Entsprechend dieser Anzahl wird in jedes Intervall ein Rechteck mit einer bestimmten Höhe eingezeichnet. Man erhält so ein Histogramm der Messung.

Massenspektren werden hier auch als Histogramme über einen frei wählbaren Bereich dargestellt. Jeder Masse entspricht ein Intervall des Histogramms. Die Höhe des Eintrages gibt jeweils die Intensität des Ionenstromes an.

Diese Histogramme können gespeichert und zur Identifikation der Gasgemische mit einer Bibliothek von 200 Referenzspektren verglichen werden.

- Messung mehrerer Ionen

In dieser Betriebsart können bis zu 16 Massen gleichzeitig gemessen werden. Es wird kein bestimmter Bereich abgetastet, sondern nur an einzelnen frei wählbaren Punkten gemessen. Die Meßergebnisse können entweder numerisch oder graphisch dargestellt werden.

- Einrichten einer Massentabelle

Es kann eine Massentabelle erstellt werden, die für jede Masse den entsprechenden DAC-Wert, mit dem der Quadrupol angesteuert wird, enthält. Diese Werte werden u.a. für die Kalibrierung des Sekundärelektronenvervielfachers benötigt.

- Starten des Programms Process_Soft.

3.2.3 Das Programm Process_Soft

Mit dem Programm Process_Soft können quantitative Analysen von Gasgemischen durchgeführt werden. Die Ionenströme werden bei festen, vom Anwender frei wählbaren Massen gemessen. Ein Rechenalgorithmus, der weiter unten beschrieben wird, berechnet aus den Strömen die Konzentrationen der einzelnen Komponenten. Der Anwender kann Algorithmen definieren, mit denen die Meßwerte weiterverarbeitet werden können. Die Ergebnisse können numerisch oder graphisch dargestellt und über

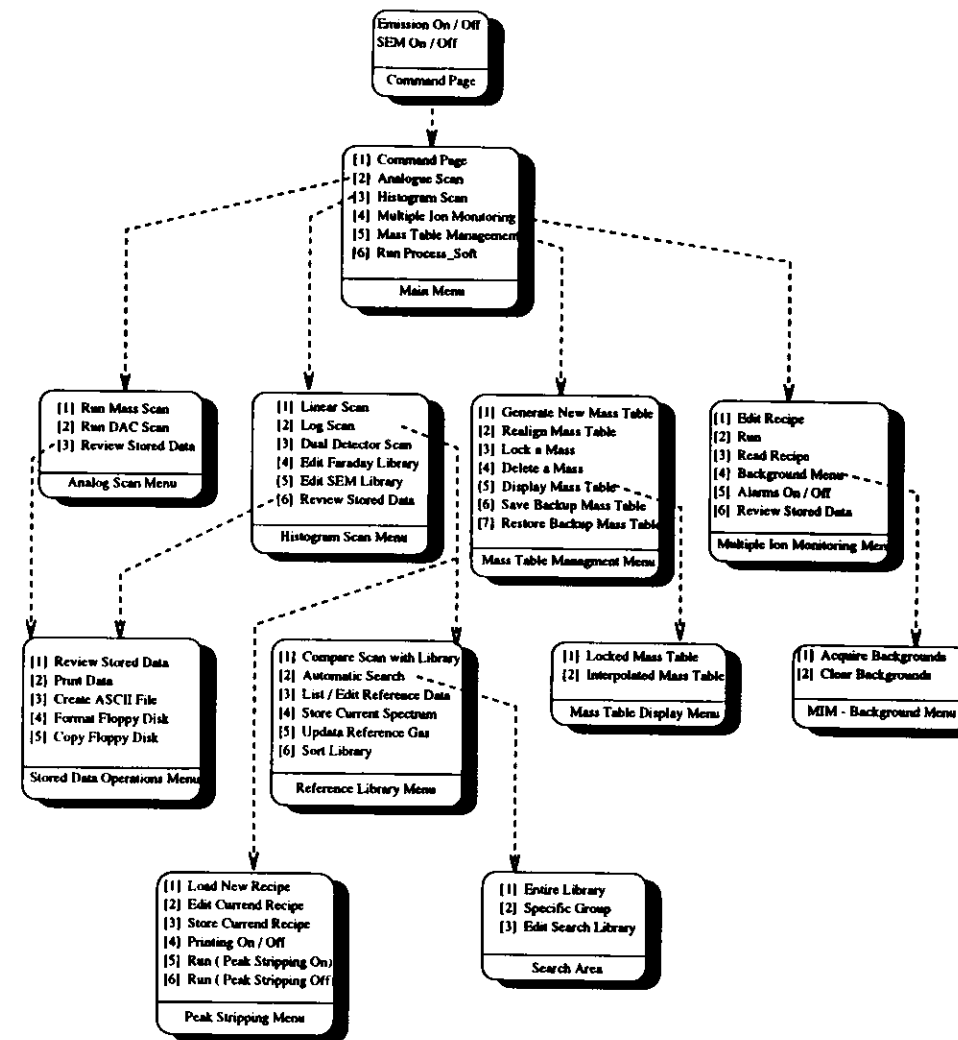


Bild 3.3: SpectraScan: Das Menüsystem

eine serielle Schnittstelle auf einen anderen Rechner übertragen werden. Das Program *Process_Soft* steuert außerdem das bereits erwähnte RMS-Ventil.

Der Benutzer kann vorgeben,

- welche Meßstellen gemessen werden sollen,
- wie oft die einzelne Meßstelle gemessen werden soll,
- welche Gase bei welcher Meßstelle gemessen werden sollen.

Die Bedienung erfolgt über ein Menüsystem, das ähnlich aufgebaut ist, wie das bei *SpectraScan* verwendete (s. Bild 3.4).

Im folgenden wird die vorhandene Konfiguration beschrieben und was zu tun ist, falls Veränderungen, z.B. die Überwachung anderer Gase, vorgenommen werden sollen.

Wird *Process_Soft* gestartet, erscheint das Hauptmenü (*Main Menu*) mit den Auswahlmöglichkeiten

- **Single-Point Analysis**
Es wird das Gasgemisch an einer frei wählbaren Position des RMS-Ventils gemessen.
- **Multi-Point Analysis**
Eine frei wählbare Menge von Meßstellen wird zyklisch gemessen.
- **Run-time Parameters**
Hier wird ausgewählt, an welchen Meßstellen gemessen werden soll. Die Zusammensetzungen der Kalibriergase werden in Tabellen eingetragen. Außerdem wird festgelegt, welche Gase an welcher Meßstelle gemessen werden sollen. Für die einzelnen Konzentrationen können Schwellen gesetzt werden, deren Überschreiten einen Alarm auslöst.
- **System Configuration**
Mit diesem Menüpunkt wird das Massenspektrometer für die Analysen konfiguriert. Die einzelnen Unterpunkte werden weiter unten beschrieben.
- **Stored Data Operations**
Die Meßdaten können auf der Festplatte des PC in Dateien gespeichert werden. Mit diesem Menüpunkt können diese Dateien geladen und die Meßwerte numerisch oder graphisch dargestellt werden.
- **Run SpectraScan**
Diese Option beendet *Process_Soft* und startet *SpectraScan*.
- **Remote Control Mode**
Diese Option wird nicht im Menü angezeigt. Durch Betätigen von **SHIFT R** wird die Steuerung über die serielle Schnittstelle aktiviert. Eingaben über die Tastatur können dann nicht mehr vorgenommen werden. Das System kann dann mit einem anderen Rechner gesteuert werden (s. Kap. 5).

Bild 3.4 zeigt eine Übersicht über die Hierarchie dieser Menüseiten.

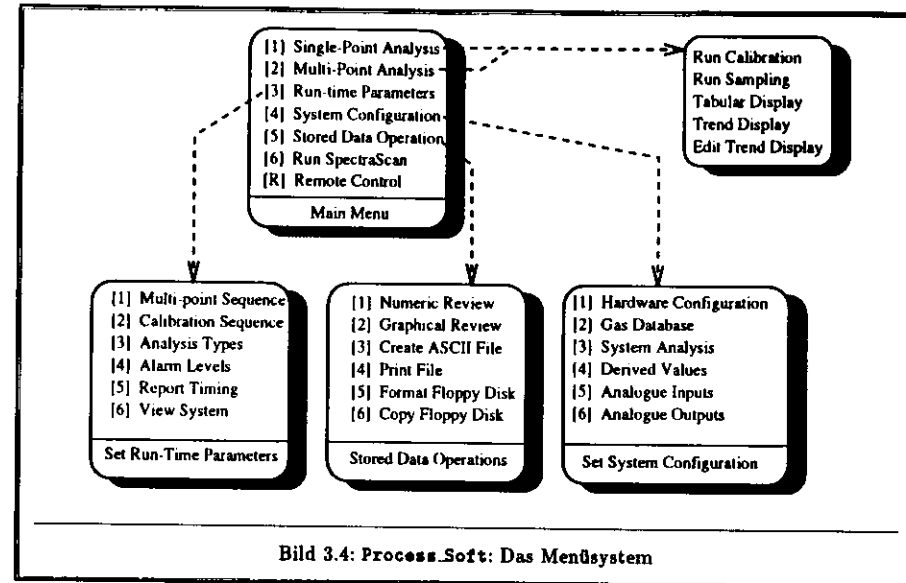


Bild 3.4: *Process_Soft*: Das Menüsystem

Um Analysen von Gasgemischen durchführen zu können, müssen die einzelnen Gase mit den zugehörigen charakteristischen Massenzahlen in eine Tabelle eingetragen werden. Dazu dient die Menüseite *Set System Configuration* mit folgenden Möglichkeiten:

- **Hardware Configuration**
Auf dieser Seite werden die Größen gesetzt, die die Hardware des Gerätes beschreiben, z.B. die Anzahl der vorhandenen Gasanschlüsse, der vorhandene Druckertyp, ob gedruckt werden soll und ob die serielle Schnittstelle benutzt wird. Man kann hier vorgeben, daß sämtliche Meßwerte auf der Festplatte des PC gespeichert werden.
- **Gas Database**
Auf der Festplatte befindet sich die Datei *GASDBASE.BIN*, die die notwendigen Informationen über die zu messenden Gase enthält. Benutzt man diese Möglichkeit, erscheint eine Tabelle der bereits eingetragenen Gase. Die erste Spalte zeigt die fortlaufende Nummer, die zweite den Namen und die dritte den Detektor, der für die Analyse verwendet werden soll. Mit den Pfeiltasten \uparrow, \downarrow kann der Cursor auf und ab bewegt werden. Wird die Taste **F10** gedrückt, erscheint ein Fenster mit den Einträgen des ausgewählten Gases. Hier können der Name, der Detektortyp (Faraday oder SEM), die Peaks, die gemessen werden sollen, ihre Intensität und die Kalibrationskonstanten (*CB*, *CS*, *Rel. Sensitivity*) eingetragen werden. Die Liste kann bis zu 400 Gase aufnehmen. Bei einem neuen Eintrag sollte ein noch nicht in der Liste vorhandener Name gewählt und die Massenzahlen der Peaks eingetragen werden. Die Intensität muß dann für alle Peaks auf einen von Null verschiedenen Wert gesetzt werden. Die tatsächlichen Werte für Intensität, *CB*, *CS* und *Rel. Sensitivity* werden später durch eine Kalibrierung ermittelt.
- **System Analysis**
Dieser Punkt muß immer benutzt werden, nachdem die Option *Gas Database* ausgeführt wurde. Hier wird festgelegt, welche Gase der oben beschriebenen Liste gemessen werden sollen. Es können zwischen einer und maximal 16 Komponenten gleichzeitig überwacht werden. In eine

Tabelle werden die Namen, die den Namen in der *Gas Database* entsprechen müssen, der Detektortyp und die Einheit (% , ppm , ppb), in der das Ergebnis angezeigt werden soll, eingetragen.

• Derived Values

An diesem Punkt können Algorithmen eingeführt werden, die die Meßergebnisse weiterverarbeiten, um zusätzliche Informationen zu gewinnen. Die Syntax wird im Benutzerhandbuch beschrieben [VG90].

Die beiden Punkte *Analogue Inputs* und *Analogue Outputs* sind für das bei ZEUS eingesetzte Massenspektrometer nicht von Bedeutung.

3.2.4 Kalibrierung des Systems

Die Kalibrierung erfolgt durch die Analyse von Gasgemischen bekannter Zusammensetzung. So können die Empfindlichkeiten E der zu überwachenden Gase bestimmt werden. Bei der Wahl der Kalibriergase sollte man beachten, welche Konzentrationen die Einzelkomponenten später bei den Messungen etwa haben werden. Die Konzentrationen der Kalibriergase sollten möglichst in der gleichen Größenordnung gewählt werden. Ist damit zu rechnen, daß die Konzentrationen über große Bereiche variieren werden, sollte man verschiedene prozentuale Zusammensetzungen der gleichen Komponenten zur Kalibrierung verwenden. Das Computerprogramm zur Kalibrierung wird dann die Abhängigkeit der Empfindlichkeiten von der Konzentration berücksichtigen.

3.2.5 Quantitative Analyse von Gasgemischen

Bei der quantitativen Analyse von Gasgemischen mit mehreren organischen Verbindungen ist es in der Regel nicht möglich, für jedes Gas einen einzelnen Massenpeak zu finden, der für eine Analyse geeignet ist, da sich die Massenspektren der Komponenten überlappen. Verschiedene Gase tragen dann zur Intensität der gleichen Peaks bei.

In so einem Fall müssen mehrere Massenpeaks für die Analyse gemessen werden, deren Intensitätsverhältnis das Gas charakterisieren. Mit *Process_Soft* können bis zu 16 Peaks pro Gas gemessen werden. Es sollte allerdings unbedingt darauf geachtet werden, daß nicht mehr Peaks als nötig verwendet werden, da die Analysendauer mit steigender Anzahl rapide zunimmt. Für jeden Peak müssen die Spannungen am Quadrupol entsprechend den Stabilitätsbedingungen neu geregelt werden (s. Kap. 2.2), und der Ionenstrom muß gemessen werden. Entscheidend wird die Analysendauer bei höherer Anzahl der Peaks durch die Berechnung der Konzentrationen aus den Ionenströmen verlängert, wie im folgenden gezeigt wird.

Ein Gasgemisch möge n Komponenten mit den Konzentrationen x_k enthalten. Durch eine Kalibrierung wurden die Kalibrationskonstanten C_{ik} für die Bruckstücke der einzelnen Gase bestimmt. Die Spektren überlappen sich, und zur Analyse sollen die Intensitäten d_i von N Peaks gemessen werden ($N > n$).

Mathematisch führt dieses Problem auf das Lösen eines überbestimmten linearen Gleichungssystems mit N linearen Gleichungen und n Unbekannten:

$$\sum_{k=1}^n C_{ik} x_k - d_i = r_i, \quad (i = 1, 2, \dots, N, \quad n < N). \quad (3.1)$$

Jede dieser linearen Gleichungen beschreibt die Tatsache, daß mehrere Gase zum gleichen Peak beitragen können. So ein System ist im allgemeinen nicht exakt lösbar. Man kann aber verlangen, daß die in den einzelnen Gleichungen auftretenden Residuen (Abweichungen) r_i minimal werden. Die Ursache dieser Abweichungen sind die Meßfehler, die bei der Bestimmung der Intensitäten der Peaks auftreten. Da diese statistisch normalverteilt sind, wird hier die *Methode der kleinsten Fehlerquadrate* von GAUSS angewendet.

Verwendet man die Matrixschreibweise, bekommen die Fehlergleichungen (3.1) die folgende Gestalt:

$$C\mathbf{x} - \mathbf{d} = \mathbf{r} \quad \text{mit } C \in \mathbb{R}^{N \times n} \quad \mathbf{x} \in \mathbb{R}^n, \quad \mathbf{d}, \mathbf{r} \in \mathbb{R}^N. \quad (3.2)$$

Im folgenden wird angenommen, daß die Matrix C stets vom Rang n ist, die Spaltenvektoren also linear unabhängig sind. Die Unbekannten x_k der Fehlergleichungen sollen so bestimmt werden, daß die Summe der Quadrate der Residuen r_i minimal ist, was gleichbedeutend mit der Forderung ist, daß die euklidische Norm des Residuenvektors \mathbf{r} minimal wird. Es ergibt sich

$$\begin{aligned} \mathbf{r}^T \mathbf{r} &= (C\mathbf{x} - \mathbf{d})^T (C\mathbf{x} - \mathbf{d}) \\ &= \mathbf{x}^T C^T C \mathbf{x} - 2(C^T \mathbf{d})^T \mathbf{x} + \mathbf{d}^T \mathbf{d}. \end{aligned} \quad (3.3)$$

Mit den Abkürzungen

$$\mathbf{A} := C^T C, \quad \mathbf{b} := -C^T \mathbf{d}, \quad \mathbf{A} \in \mathbb{R}^{n \times n}, \quad \mathbf{b} \in \mathbb{R}^n$$

erhält man die quadratische Funktion

$$F(\mathbf{x}) := \mathbf{r}^T \mathbf{r} = \mathbf{x}^T \mathbf{A} \mathbf{x} + 2\mathbf{b}^T \mathbf{x} + \mathbf{d}^T \mathbf{d} \stackrel{!}{=} \min. \quad (3.5)$$

Die notwendige Bedingung dafür, daß die Funktion $F(\mathbf{x})$ ihr Minimum annimmt, ist, daß ihr Gradient verschwindet:

$$\nabla F(\mathbf{x}) = 0.$$

Für die i -te Komponente von $\nabla F(\mathbf{x})$ gilt nach Gleichung (3.5)

$$\frac{\partial F(\mathbf{x})}{\partial x_i} = \sum_{k=1}^n a_{ik} x_k + 2b_i, \quad (i = 1, \dots, n)$$

und man erhält schließlich als notwendige Bedingung für ein Minimum von $F(\mathbf{x})$ das lineare Gleichungssystem

$$\mathbf{A} \mathbf{x} + \mathbf{b} = \mathbf{0}. \quad (3.6)$$

Diese Gleichungen werden als die *Normalgleichungen* zu den Fehlergleichungen (3.2) bezeichnet. Dieses lineare Gleichungssystem kann nun z.B. mit dem *Cholesky*-Verfahren gelöst werden.

Es gibt auch Verfahren, die die gesuchten Lösungen direkt aus den Fehlergleichungen (3.2) mit der Methode der kleinsten Quadrate bestimmen und numerisch sicherer sind, d.h. Rundungsfehler haben einen geringeren Einfluß auf die Lösungen. Die wichtigsten sind die *Givens*-Transformation und die *Householder*-Transformation. Auf diese Verfahren soll hier nicht eingegangen werden, eine gut Einführung findet man bei [Sch86].

3.3 Kommunikation über die serielle Schnittstelle

Das Programm *Process_Soft* unterstützt auch die Steuerung des Massenspektrometers über einen zweiten externen Computer. Dies ist erforderlich, um das System in das ZEUS-Datennahmesystem einbinden zu können. Der externe Computer muß mit dem PC des Massenspektrometers über serielle Schnittstellen verbunden sein. Über spezielle Kommandos können sämtliche Funktionen des Programmes auch mit diesem externen Computer genutzt werden. Eine graphische Ausgabe wird dann allerdings nicht unterstützt, es können nur ASCII-Zeichen ausgetauscht werden. Das hat den Vorteil, daß diese Steuerung mit jedem Terminal oder Rechner möglich ist, der diesen Standard verwendet.

Um die Kommunikation zu testen, wurde ein Programm mit dem Namen *optotest* geschrieben, mit dem die einzelnen Kommandos ausprobiert werden können. Dabei hat es sich gezeigt, daß nicht

alle Kommandos richtig funktionierten. Diese Fehler in dem Steuerprogramm mußten vom Hersteller beseitigt werden, da nur das ausführbare Programm, nicht aber der Quellcode vorlag.

Sowohl die Kommandos als auch die vom System zurückgeschickten Datenstrings haben das folgende Format:

```
C;###;DATA<lf><cr>
```

Das **C** bezeichnet den Code des Kommandos oder der Antwort und **###** einen weiteren optionalen Code, der aus ein bis drei Zeichen besteht. **DATA** steht für die Daten, die bei bestimmten Kommandos von dem System zurückgegeben werden. **<lf>** und **<cr>** sind die Sonderzeichen *line feed* (ASCII 0A) und *carriage return* (ASCII 0D). Sie dienen als Endzeichen für jeden ausgetauschten Datensatz. Mit dem Programm **optotest** können die Kommandos in dieser Form an einem Terminal, das mit dem externen Computer verbunden ist, eingegeben werden. Die empfangenen Daten werden dann auf diesem Terminal ausgegeben.

Um z.B. die Verbindung zwischen dem externen Computer und dem PC zu testen, gibt man den Befehl

```
P;100;234;<lf><cr>
```

Funktioniert die Verbindung, erscheint die Meldung

```
OK<lf><cr>
```

Man kann so auch Analysen starten und Meßergebnisse abrufen. Die vollständige Liste der Kommandos findet man im Handbuch [VG90].

Es wurden Programme geschrieben, die diese Kommandos verwenden und die Meßergebnisse weiterverarbeiten (s. Kap. 5).

Kapitel 4

Meßergebnisse

In diesem Kapitel sollen erste Messungen mit dem Massenspektrometer vorgestellt werden. Es wird erläutert, wie vorgegangen wurde, um das System optimal für die bei ZEUS verwendeten Gasgemische zu konfigurieren. Außerdem werden Probleme beschrieben, die die Stabilität des Systems betreffen und bis zur Fertigstellung dieser Arbeit vom Hersteller nicht beseitigt werden konnten.

Die vorliegenden Meßergebnisse haben daher nur einen vorläufigen Charakter. Abschließende Aussagen über die Stabilität und Verlässlichkeit der Anlage können nicht gemacht werden.

4.1 Die Spektren der Kalibriergase

Wird ein Gas durch den Beschuß mit niederenergetischen Elektronen ionisiert, entsteht eine Vielzahl von verschiedenen Ionen. Diese sogenannte Bruchstückverteilung ist — vergleichbar mit einem Fingerabdruck — charakteristisch für die jeweilige Gassorte.

Mit dem Massenspektrometer werden die Ionenströme über einen m/e -Bereich kontinuierlich gemessen. Man erhält so ein Spektrum, dessen unterschiedliche Peakhöhen ein Maß für die Häufigkeit der zugehörigen Ionen darstellen. Hierbei muß berücksichtigt werden, daß bei Gasgemischen auch verschiedene Ionen über das gleiche Masse/Ladungs-Verhältnis verfügen können und dann zum gleichen Peak beitragen. Für die Analyse ist es nicht erforderlich, bei jeder einzelnen Messung das gesamte Spektrum aufzunehmen. Es werden vielmehr nur die Intensitäten der charakteristischen Peaks gemessen.

Für den Betrieb des Massenspektrometers müssen zunächst folgende Fragen geklärt werden:

1. Welche Gase (Art und ungefähr zu erwartende Konzentration) sollen gemessen werden?
2. Wie sehen deren Bruchstückverteilungen aus?
3. Welche Ionen sind für die einzelnen Gase charakteristisch?

Das Massenspektrometer wird kalibriert, indem man mit Gasgemischen bekannter Zusammensetzungen (Kalibriergase) die Ionenströme der charakteristischen Peaks mißt und so die Empfindlichkeiten für die zu messenden Gase bestimmt.

Während des Betriebes von ZEUS sollen die in der Tabelle 4.2 enthaltenen Gase überwacht werden (vergl. auch Tabelle 1.1). Damit man das Massenspektrometer für diese Gase kalibrieren kann, muß man zunächst die Massenspektren der Kalibriergase aufnehmen und auswerten.

Man verwendet Gasgemische, deren Konzentrationen den später zu messenden möglichst ähnlich sind. Um die einzelnen Peaks den jeweiligen Gasen eindeutig zuordnen zu können, sollte ein Kalibriergemisch nicht zu viele Gasarten enthalten.

Im Idealfall erwartet man in den Sicherheitsvolumina reinen Stickstoff. Da die Spurkammern jedoch über bekannte Leckraten verfügen, gibt es geringe Beimischungen von Kammergasen in Größenordnungen von $< 1\%$. Außerdem ist es nicht gelungen, die Sicherheitsvolumina völlig gegen von außen eindringende Luft abzudichten. Als Kalibriergase werden daher die Gemische aus Tabelle 4.2 verwendet.

Zur Bestimmung der charakteristischen Peaks ist folgende Vorüberlegung nötig:

Welche Ionen können aufgrund der chemischen und physikalischen Eigenschaften der Moleküle überhaupt gebildet werden?

Der einfachste Fall ist jeweils das vollständige einfach positiv geladene Molekül, das entsteht, wenn ein Elektron durch Stoßionisation aus dem Molekül entfernt wird. Diesen Peak beobachtet man auch in allen Spektren, es ist aber meist nicht der größte Peak. Gibt es von einem Atom des Moleküls verschiedene Isotope, treten weitere Peaks auf. Bei organischen Verbindungen, die aus Kohlen-Wasserstoff-Ketten bestehen, werden bei der Ionisation meist ein oder mehrere Wasserstoff-Atome abgespalten, und man erhält auch mehrfach positiv geladene Ionen. Je länger die Kohlen-Wasserstoff-Ketten sind, desto größer ist die Wahrscheinlichkeit, daß diese auseinanderbrechen.

Man erhält also eine Vielzahl von Peaks. Je komplizierter ein Molekül aufgebaut ist, desto mehr Peaks enthält das zugehörige m/e -Spektrum.

Tabelle 4.3 zeigt die möglichen Peaks der verwendeten Gase. Bei den Isotopen muß deren Häufigkeit, die aus Tabelle 4.4 ersichtlich ist, berücksichtigt werden, denn je seltener ein Isotop ist, desto kleiner wird auch der zugehörige Peak sein.

Zur Bestimmung der charakteristischen Peaks wurden die Spektren der Kalibriergase aufgenommen und ausgewertet (s. Bild 4.1 und 4.2). Die Ionenströme wurde mit dem Faraday-Detektor gemessen,

| Gas | Peaks ($\frac{m}{e}$) | |
|-----------------|-------------------------|------------|
| | Faraday-Detektor | Multiplier |
| Stickstoff | 28 | 7 |
| Luft | 34, 28 | 34, 7 |
| Argon | 20 | 20 |
| CO ₂ | 44 | 44 |
| Ethan | 26 | 26 |
| DME | 45, 44 | 46, 44 |
| Isobutan | 44, 43, 26 | 44, 39, 26 |
| Xenon | 131 | 132 |

Tabelle 4.1: Charakteristische Peaks für die bei ZEUS verwendeten Kammergase und Beimischungen von Luft in den Sicherheitsvolumina

| Inlet | Gasgemisch |
|-------|---|
| 1 | 100% N ₂ |
| 3 | 99.5% N ₂ , 0.5% Isobutan |
| 4 | 99.5% N ₂ , 0.3% Argon, 0.2% Xenon |
| 5 | 99.5% N ₂ , 0.5% Ethan |
| 6 | 99.8% N ₂ , 0.2% Dimethylether |
| 54 | 100% Luft |

Tabelle 4.2: Zusammensetzungen der Kalibriergase. Xenon und Argon können aufgrund des großen Massenunterschiedes in einer gemeinsamen Mischung enthalten sein.

Zusammensetzung von Luft: 78.08 % Stickstoff, 20.95 % Sauerstoff, 0.94 % Argon, 0.03 % Kohlendioxid.

Die Inlet-Nummern sind mit den Positionen des RMS-Ventils identisch.

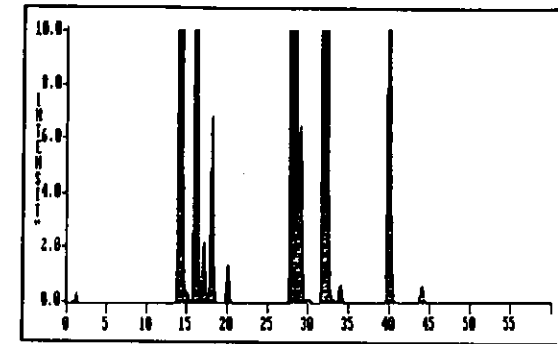
| Gas | Ion | m/e |
|-----------------------------------|--|-----|
| N ₂ | N ⁺ | 14 |
| | N ₂ ⁺ | 28 |
| CO ₂ | CO ₂ ⁺ | 44 |
| | CO ⁺ | 28 |
| | O ₂ ⁺ | 32 |
| | C ⁺ | 12 |
| Ar | Ar ⁺ | 40 |
| | Ar ⁺⁺ | 20 |
| C ₂ H ₆ | C ₂ H ₆ ⁺ | 30 |
| | ⋮ | ⋮ |
| | C ₂ H ₁ ⁺ | 25 |
| | C ₂ ⁺ | 24 |
| O ₂ | O ₂ ⁺ | 32 |
| | O ⁺ | 16 |
| (CH ₃) ₂ O | (CH ₃) ₂ O ⁺ | 46 |
| | CH ₃ OCH ₂ ⁺ | 45 |
| | CH ₃ OCH ⁺ | 44 |
| | CH ₃ OC ⁺ | 43 |
| | CH ₃ O ⁺ | 31 |
| | CH ₃ ⁺ | 14 |
| C ₄ H ₁₀ | C ₄ H ₁₀ ⁺ | 58 |
| | ⋮ | ⋮ |
| | C ₄ H ⁺ | 49 |
| | C ₃ H ₇ ⁺ | 37 |
| Xe | C ₃ ⁺ | 36 |
| | Xe ⁺ | 129 |

Tabelle 4.3: Die wichtigsten Ionen der bei ZEUS verwendeten Kammergase; die m/e-Werte, die aufgrund unterschiedlicher Isotope entstehen, sind nicht berücksichtigt.

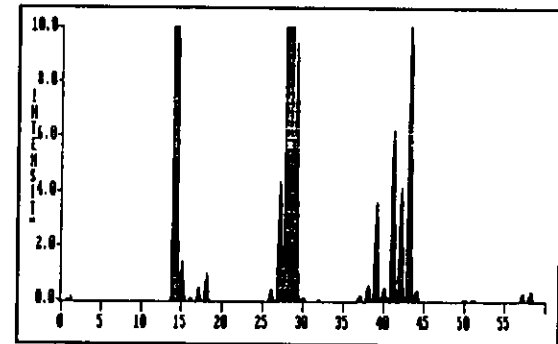
dabei wurde der Meßbereich von $1.0 \cdot 10^{-9}$ bis $1.0 \cdot 10^{-8}$ A verwendet. Deutlich dominieren in allen Spektren die Peaks von Stickstoff. Teilweise überlagern sich auch Peaks anderer Ionen, s.B. $m/e(N_2) = m/e(C_2H_4) = 28$. Diese Peaks sind für die Analyse nicht geeignet.

Durch einen Vergleich der Spektren untereinander findet man unter Zuhilfenahme von Tabelle 4.3 die charakteristischen Peaks, die in Tabelle 4.2 gezeigt sind. Im einfachsten Fall genügt pro Gas ein Peak (s.B. $m/e(Ar) = 20$), wenn dieser in keinem anderen Spektrum auftritt. Xenon ist aufgrund seiner hohen Massenzahl gut zu identifizieren. Bei den organischen Verbindungen benötigt man zwei oder drei Peaks, deren Intensitätsverhältnis möglichst charakteristisch für das jeweilige Gas ist.

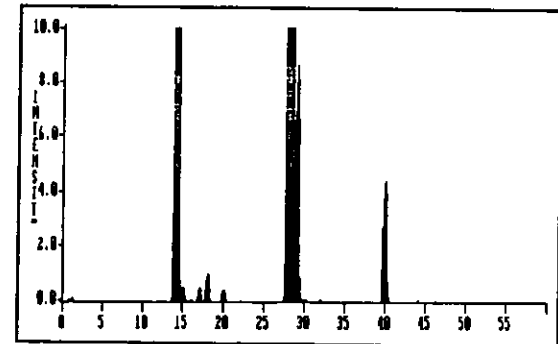
Bei der Auswahl der Peaks muß berücksichtigt werden, welcher Detektor zum Nachweis der Ionen benutzt wird. Der SEV sollte nicht Strömen, die größer als $5 \cdot 10^{-9}$ A sind, ausgesetzt werden.



(a) Spektrum von Luft (78.08 % N₂, 20.95 % O₂, 0.94 % Ar, 0.03 % CO₂)

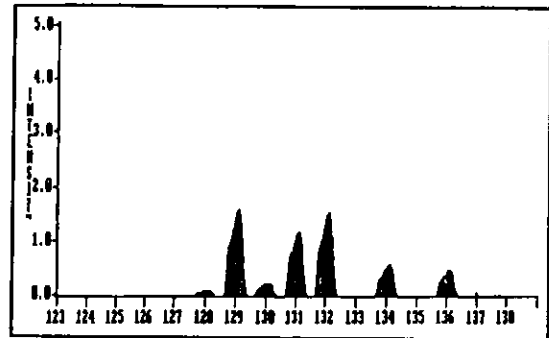


(b) Stickstoff und Isobutan (99.5 % N₂, 0.5 % C₄H₁₀)



(c) Stickstoff, Argon und Xenon (99.5 % N₂, 0.3 % Ar, 0.2 % Xe)

Bild 4.1: Die Spektren der Kalibriergase (Teil 1)



(a) Xenon, oberer Massenbereich

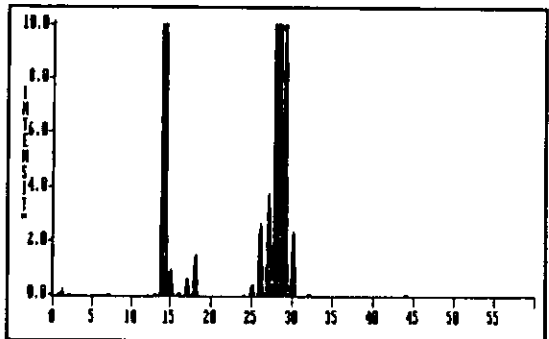
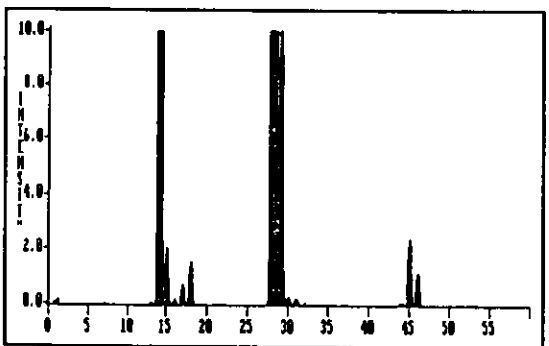
(b) Stickstoff und Ethan (99.5 % N₂, 0.5 % C₂H₆)(c) Stickstoff und Dimethylether (99.8 % N₂, 0.2 % DME)

Bild 4.2: Die Spektren der Kalibriergase (Teil 2)

| Ordnungszahl | Element | Masse | Häufigkeit [%] |
|--------------|----------------|-------|----------------|
| 1 | H ₁ | 1 | 99.985 |
| 6 | C ₁ | 12 | 98.888 |
| | | 13 | 1.112 |
| 7 | N ₁ | 14 | 99.633 |
| | | 15 | 0.367 |
| 8 | O ₁ | 16 | 99.759 |
| | | 17 | 0.00374 |
| | | 18 | 0.2039 |
| 8 | O ₂ | 32 | 99.51 |
| | | 34 | 0.4068 |
| 18 | Ar | 36 | 0.337 |
| | | 40 | 99.600 |
| 54 | Xe | 128 | 1.919 |
| | | 129 | 26.44 |
| | | 130 | 4.08 |
| | | 131 | 21.18 |
| | | 132 | 26.89 |
| | | 134 | 10.44 |
| | | 136 | 8.87 |

Tabelle 4.4: Isotopenhäufigkeiten der wichtigsten Elemente. Häufigkeiten, die < 0.1 % sind, sind nicht aufgeführt.

4.2 Stabilität

Mit diesen Peaks wurde das Massenspektrometer, wie in Kapitel 3 beschrieben, kalibriert. Man erhält so die in Tabelle 4.5 angegebenen Kalibrationskonstanten.

Die Konzentrationen c von Einzelkomponenten in Gasgemischen können dann mit der Beziehung

$$c = \frac{I^+}{S_{ab}}$$

aus den gemessenen Ionenströmen I^+ bestimmt werden.

Um die Kalibrierung zu überprüfen, wurden als erster Test Messungen an den Kalibriergasen selbst vorgenommen. Tabelle 4.2 zeigt ein typisches Beispiel solch einer Messung. Schon zu Beginn weichen die Meßwerte von den Konzentrationen in den Kalibriergasen bis zu 12 % ab. Auffällig ist das Verhalten am Ende der Meßdauer von 18 h. Jetzt liegen alle Meßwerte deutlich über den richtigen Werten, sie sind teilweise bis zu einem Faktor 2 zu hoch. Diese Abweichung sind für den Betrieb eines Sicherheitssystems viel zu groß. Das Problem kann nur von Seiten des Herstellers beseitigt werden. Es ist bisher allerdings nur gelungen, das Verhalten für kurze Zeiten zu verbessern. Nachdem das Gerät mehrere Tage im Einsatz war, ist das Problem immer wieder aufgetreten.

Trotz der erwähnten Probleme konnten einige weitere Tests durchgeführt werden.

4.3 Analysendauer

Eine wichtige Größe ist die Dauer einer Analyse. Als das Sicherheitssystem für ZEUS konzipiert wurde, wurde u.a. festgelegt, daß die Messungen der Gaskonzentrationen in den Sicherheitsvolumina

| Gas | $S_{abs}[A]$ | S_{rel} |
|-----------------|----------------------|-----------|
| Stickstoff | $2.4 \cdot 10^{-13}$ | 1.0 |
| Luft | $3.0 \cdot 10^{-13}$ | 12.8 |
| Argon | $5.2 \cdot 10^{-10}$ | 2184.5 |
| CO ₂ | $6.6 \cdot 10^{-9}$ | 27809.9 |
| Ethan | $1.3 \cdot 10^{-9}$ | 5652.2 |
| DME | $1.2 \cdot 10^{-9}$ | 5021.4 |
| Isobutan | $1.7 \cdot 10^{-9}$ | 7024.2 |
| Xenon | $1.2 \cdot 10^{-9}$ | 4982.7 |

Tabelle 4.5: Die Konstanten S_{abs} und S_{rel} , die eine Kalibrierung mit den Gasgemischen aus Tabelle 4.2 ergeben hat. Die absolute Empfindlichkeit S_{abs} für ein Gas ist der gemessene Ionenstrom des größten Peaks dividiert durch die Konzentration des Gases. Die relative Empfindlichkeit S_{rel} bezeichnet das Verhältnis zwischen der absoluten Empfindlichkeit für ein beliebiges Gas und der für Stickstoff.

| Inlet | Gas | ppm | ppm(t_0) | $E(t_0)[\%]$ | ppm(t_1) | $E(t_1)[\%]$ |
|-------|----------|------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| 3 | Isobutan | 5000 | 5456 | -8 | 8772 | +61 |
| 4 | Argon | 3000 | 2900 | -3 | 5463 | +88 |
| 4 | Xenon | 2000 | 2002 | +0.1 | 3061 | +53 |
| 5 | Ethan | 5000 | 4483 | -12 | 7405 | +65 |

Tabelle 4.6: Stabilität des Massenspektrometers: Gemessen wurde in der Zeit von $t_0 = 0$ h bis $t_1 = 18$ h. Die Werte in der Spalte ppm entsprechen den Konzentrationen in den Kalibriergasen, die Werte $E(t_0)$ und $E(t_1)$ sind die Abweichungen von diesen Konzentrationen.

mindestens alle 15 min wiederholt werden sollten. Bei einer zyklischen Überwachung von 60 Meßstellen muß eine Analyse also nach 15 s beendet sein.

Folgende Faktoren beeinflussen maßgeblich die Analysendauer:

1. Die Zeit, die man warten muß, bis nach dem Umschalten zur nächsten Meßstelle das Gas im Meßvolumen vollständig ausgetauscht ist.
2. Die Messung der Ionenströme bei den charakteristischen m/e -Werten,
3. Welcher Detektor — Faraday oder SEV — zur Messung der Ionenströme verwendet wird.
4. Die Berechnung der Konzentrationen aus den Ionenströmen.

Die eigentliche Messung der Ionenströme hängt nur von der Anzahl der gemessenen Peaks pro Gas ab, aber nicht von deren Intensitäten. Die mathematische Analyse der Rohdaten zur Bestimmung der prozentualen Zusammensetzung der Gemische hängt davon ab, wie viele Peaks insgesamt gemessen werden (s. Kap. 3). Die Zeit, die man nach dem Umschalten zu einer anderen Meßstelle wartet, wird fest vorgegeben und beträgt 10 s. Damit das Gemisch in dieser Zeit ausgetauscht wird, ist es erforderlich, daß der Fluß des zu messenden Gasgemisches hinreichend hoch ist. Um eine Meßdauer von höchstens 15 sec zu erreichen, dürfen die Punkte 2, 3 und 4 zusammen also nicht länger als 5 sec dauern.

Tabelle 4.7 zeigt die Meßergebnisse. Man sieht, daß die Überwachung aller Gase an 58 Meßstellen in der geforderten Zeit von 15 min nur unter Verwendung des SEV einzuhalten ist. Diese Zeit läßt sich noch optimieren, wenn nur die Gase gemessen werden, die in dem jeweiligen Bereich auch vorkommen

| N ₂ | Luft | Ar | CO ₂ | Ethan | DME | Isobutan | Xenon | $t_M[s]$ | $t_F[s]$ |
|----------------|------|----|-----------------|-------|-----|----------|-------|----------|----------|
| * | * | * | * | * | * | * | * | 6 | 21 |
| * | * | * | * | * | * | * | * | 4 | 13 |
| * | * | * | * | * | * | * | * | 4 | 16 |
| * | * | * | * | * | * | * | * | 5 | 15 |
| * | * | * | * | * | * | * | * | 4 | 16 |
| | | | | * | * | * | * | 4 | 14 |
| | | | | * | * | * | * | 2 | 6 |
| | | | | * | * | * | * | 2 | 7 |
| | | | | * | * | * | * | 3 | 8 |
| | | | | * | * | * | * | 2 | 6 |

Tabelle 4.7: Meßdauer der Analysen: Die Gase einer Zeile, die mit einem (*) markiert sind, wurden gleichzeitig gemessen. t_M und t_F bezeichnen die Meßdauern mit dem Multiplier bzw. Faraday-Detektor. Die Zeiten wurden ohne Umschalten des RMS-Ventils gemessen.

können, also z.B. Xenon nur im inneren Detektorbereich, da es nur in der TRD verwendet wird. Bei der Überwachung des inneren Detektorbereiches müssen aber auf jeden Fall alle Gase aus Tabelle 4.7 gemessen werden.

4.4 Einfluß der Kunststoff-Schläuche

Es wurde untersucht, welchen Einfluß die Kunststoff-Schläuche, mit denen die Gasproben zum Massenspektrometer geleitet werden, auf die Meßergebnisse haben.

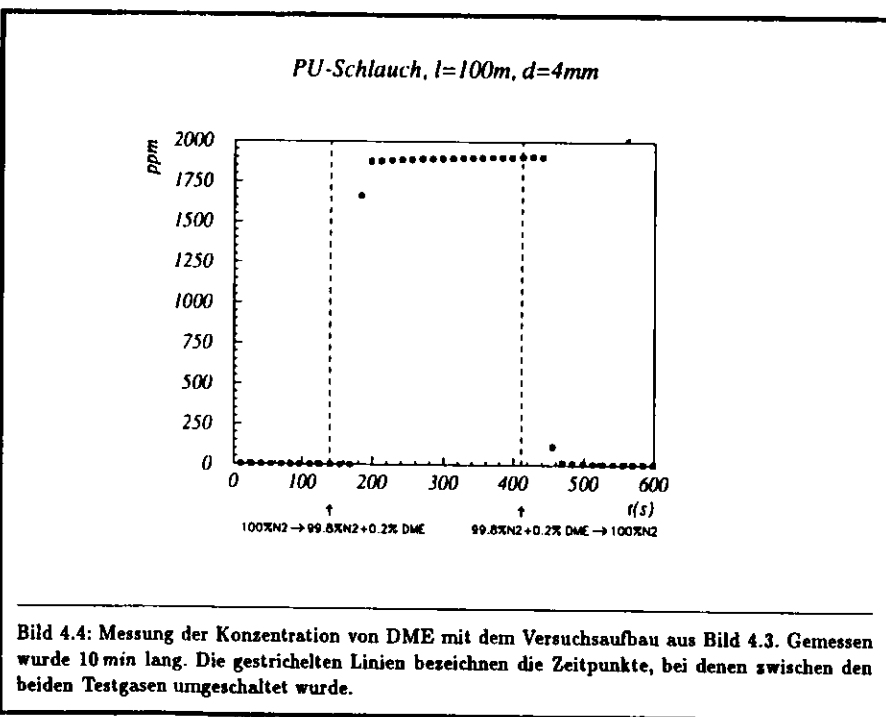
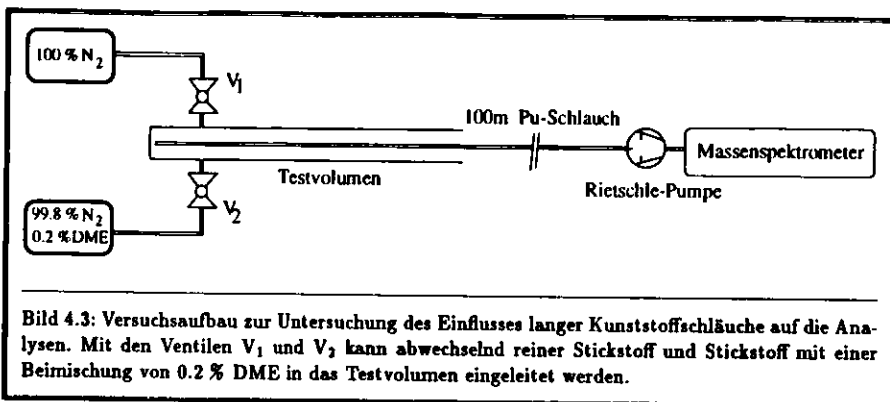
Kunststoff-Schläuche, die bei ZEUS verwendet werden, müssen halogenfrei sein, und es dürfen bei einer Verbrennung keine toxischen Gase (SO₂, HCl, NO_x, HCN) gebildet werden. Außerdem müssen sie beständig gegen Lösungsmittel wie Alkohol, Aceton oder Benzin sein. Um einer vorzeitigen Alterung vorzubeugen, dürfen nur Schläuche verwendet werden, die keine Weichmacher enthalten. Sie sollten möglichst flexibel sein, und der Innendurchmesser sollte sich auch bei kleinen Biegeradien nicht nennenswert verändern. Schließlich sollten diese Schläuche eine gute mechanische Beständigkeit in einem Temperaturbereich von 0 - 70°C aufweisen.

Alle genannten Anforderungen werden von Polyurethan-Schläuchen (PU) am besten erfüllt. Die Schläuche, mit denen Gasproben aus dem Detektor entnommen werden, haben einen Innendurchmesser von 4 mm und sind bis zu 50 m lang. Es sind zwei Effekte zu berücksichtigen, die sich nachteilig auf die Gasanalysen auswirken könnten:

1. Beim Durchfluß der zu analysierenden Gase könnten sich von den Innenflächen Moleküle ablösen, die die Meßergebnisse verfälschen. Die Massenspektren müßten dann Peaks aufweisen, die nicht von den Probegasen stammen.
2. Durch den Strömungswiderstand durch die langen Schläuche könnten sich schnell ändernde Konzentrationen nur mit einer zeitlichen Verzögerung erkannt werden. Gasmoleküle können sich durch Adsorption an den Innenflächen festsetzen und erst allmählich wieder abgegeben werden.

Ein Ausgasen von Fremdmolekülen aus den Schläuchen konnte durch einen Vergleich zweier Spektren, von denen das eine direkt mit reinem Stickstoff aus dem Kalibriergas und das zweite durch einen 100 m langen Schlauch angesogen wurde, nicht nachgewiesen werden.

Das zeitliche Verhalten wurde mit dem in Bild 4.3 gezeigten Versuchsaufbau untersucht. Als Testvolumen diente ein 1 m langes Stahlrohr, das auf einer Seite gasdicht verschlossen war. Über zwei



Kugelhähne V_1 und V_2 konnten aus Gasflaschen wahlweise reiner Stickstoff oder Stickstoff mit einer Beimischung von 0.2 % DME eingeleitet werden. Aus diesem Volumen wurde mit Hilfe der eingebauten Rietschle-Pumpe (Fluß = $1l/min$) Gasproben durch einen 100 m langen PU-Schlauch zum Massenspektrometer geleitet.

Zunächst wurde das Testvolumen etwa 1 min mit Stickstoff geflutet, um die Luft zu verdrängen. Dann wurde mit dem Aufnehmen der Meßwerte begonnen. Nach 2 min wurde das Ventil V_1 geschlossen und gleichzeitig das Ventil V_2 geöffnet. Nachdem sich die Meßwerte für die DME-Konzentration auf Werte um 1900 ppm stabilisiert hatten, wurde V_2 wieder geschlossen und V_1 geöffnet. Alle 15 sec wurde eine Analyse durchgeführt.

Die Meßwerte, die in Bild 4.4 dargestellt sind, zeigen folgendes Ergebnis: Bereits 50 sec nach dem Umschalten wird eine Konzentration von etwa 1900 ppm nachgewiesen. Sobald das Gasgemisch durch den 100 m langen Schlauch das Massenspektrometer erreicht, erfolgt ein sprunghafter Anstieg innerhalb zweier Meßzyklen. Nach dem Umschalten auf reinen Stickstoff sinkt die nachgewiesene DME-Konzentration innerhalb von 50 sec wieder auf den ursprünglichen Wert ab, dieser war kleiner als 10 ppm.

Daraus lassen sich folgende Schlüsse ziehen: Eine nennenswerte Kontaminierung der Schläuche durch DME konnte nicht nachgewiesen werden. Es ist daher auszuschließen, daß sich die Nachweisdauer einer sich ändernden Konzentration durch einen solchen Effekt maßgeblich verlängert wird. Die Zeit, die es dauert, bis eine Konzentrationsänderung nachgewiesen werden kann, hängt nahezu ausschließlich von der Fließgeschwindigkeit des Gasgemisches durch den PU-Schlauch ab. Sie betrug bei einer Pumpleistung von $1l/min$ ca. $2m/s$.

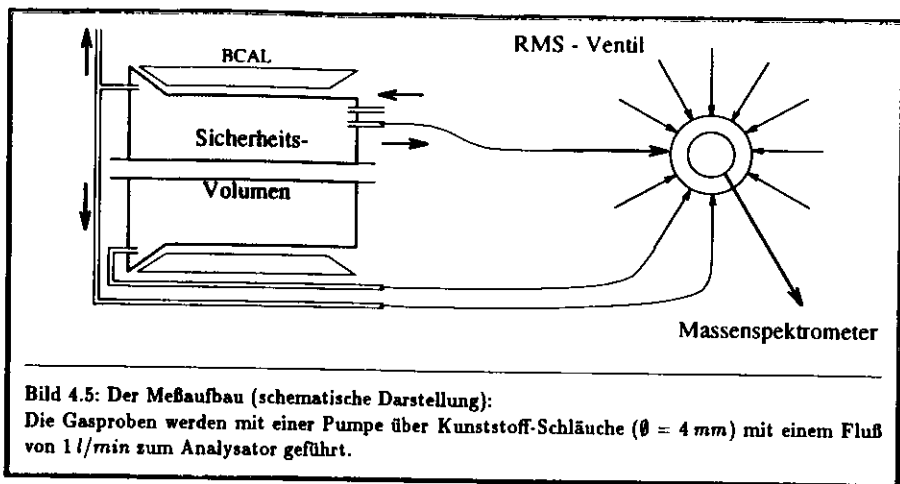
4.5 Simulation eines Lecks

Das Gasanalyse-System dient in erster Linie der Erkennung von Lecks, die in den Spurkammer auftreten können. Daher wurde untersucht, wie sich eine geringe Gasmenge im Sicherheitsvolumen des inneren Detektorbereiches ausbreitet und wie lange es dauert, bis sie von dem Massenspektrometer nachgewiesen wird.

Das Sicherheitsvolumen, das eine Größe von 1300 l hat, wurde mit einem Fluß von $12l/min$ mit Stickstoff gespült. Wird der Vertexdetektor mit reinem DME betrieben, erwartet dann bei einer bekannten Leckrate von $7ml/min$ eine DME-Konzentration von ungefähr 0.1 %. Dieser Wert kann aber lokal sehr verschieden sein, da das Sicherheitsvolumen recht verwinkelt ist. Außerdem ist DME schwerer als Stickstoff, und es kann sich daher in Senken anreichern. Das bedeutet, daß das Massenspektrometer in der Lage sein muß, Konzentrationschwankungen von einigen 100 ppm im Sicherheitsvolumen nachzuweisen.

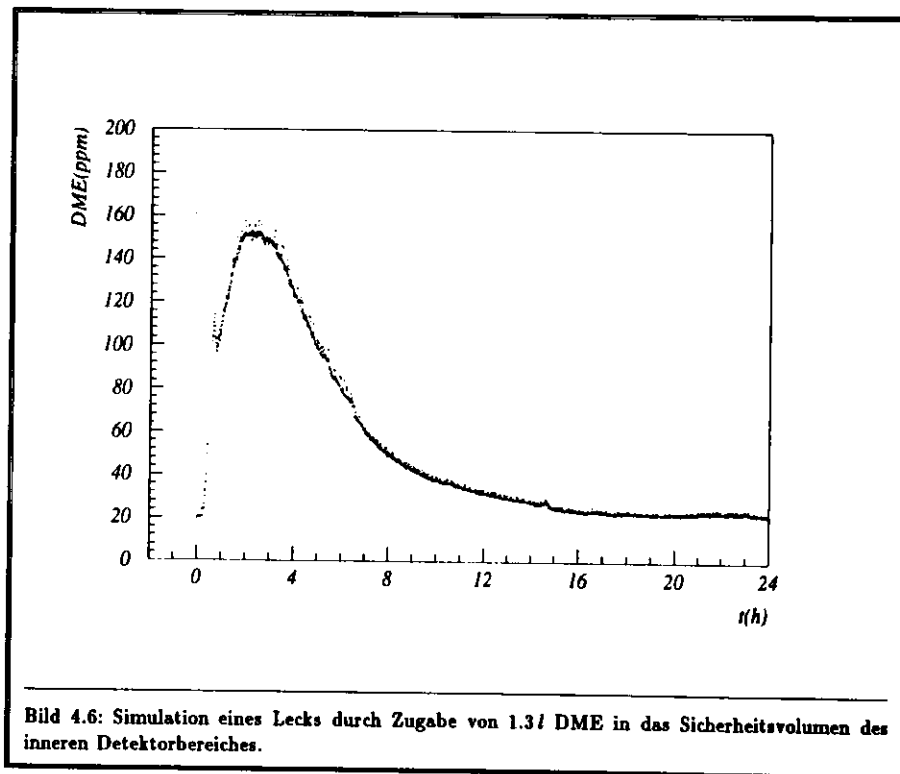
Es wurde in das Sicherheitsvolumen eine Menge von 1.3 l DME gegeben. Bild 4.5 zeigt, wo das Gas eingeleitet und wo gemessen wurde. Mit Hilfe der Rietschle-Pumpe wurden Gasproben mit einem Fluß von $1l/min$ entnommen. Die eingegebene Menge von 1.3 l entspräche einer Konzentration von 1000 ppm, würde sich das Gas sofort homogen im gesamten Volumen verteilen. Dies ist aber nicht der Fall. Da man auf entgegengesetzten Seiten des Volumens das Gas einläßt und die Proben entnimmt, wird es eine Zeit dauern, bis DME nachgewiesen wird.

Während der Messung wird durch das Spülen mit Stickstoff DME aus dem Sicherheitsvolumen herausgespült, d.h. die Konzentration wird auch im Maximum deutlich unter 1000 ppm liegen. Bild 4.6 zeigt das Ergebnis der Messung. Zum Zeitpunkt $t = 0$ wurden 1.3 l DME eingeleitet. Nach wenigen Minuten beginnt die Konzentration stark anzusteigen, und nach 2 Stunden wird das Maximum von 155 ppm erreicht. In diesem Bereich schwanken die Meßwerte um nicht mehr als ± 10 ppm. Diese Abweichungen erreichen bei geringeren Konzentrationen Werte von einigen ppm. Eine Abschätzung der Meßfehler bei höheren Konzentrationen ist aus dieser Messung nicht möglich. Nach Erreichen der maximalen Konzentration dauert es etwa 16 Stunden, bis der ursprüngliche Werte wieder erreicht wird.



Die zugegebene Menge ruft im Sicherheitsvolumen eine Konzentration hervor, die unter der Konzentration von 1000 ppm liegt, die man beim normalen Betrieb des Vertexdetektors erwartet. Konzentrationsunterschiede von 20 ppm können bereits in diesem Bereich gut nachgewiesen werden.

Die untere Zündgrenze für DME liegt bei $5\% = 50000 \text{ ppm}$. Daher wurde als Grenzwert für die Auslösung eines Voralarms eine DME-Konzentration von 5000 ppm festgelegt. Konzentrationen in dieser Größenordnung können nachgewiesen werden, die Meßfehler der Einzelmessungen können allerdings nur grob abgeschätzt werden, sie sind kleiner als 50 ppm .



Kapitel 5

Einbindung in das ZEUS-Hardware-Kontrollsystem

Da das Massenspektrometer einen Teil des Sicherheitssystems darstellt, ist es erforderlich, daß die Meßdaten von dem PC des Analysystems auf andere Rechner übertragen werden, so daß man diese jederzeit von Terminals, z.B. im ZEUS-Kontrollraum, überwachen kann. Dazu wurde das Gasanalyse-System in das ZEUS-Hardware-Kontrollsystem, das auch als *Slow Control* bezeichnet wird, eingebunden. Der Name *Slow Control* soll andeuten, daß mit diesem System nicht die Ereignisdaten von Kollisionen zwischen Protonen und Elektronen in HERA verarbeitet werden, die im Abstand von 96 ns auftreten, sondern die Größen, die den Detektor selbst beschreiben und sich vergleichsweise sehr langsam ändern. Neben der Datennahme dient dieses System auch zur Steuerung von verschiedenen Komponenten des Detektors.

Die Aufgaben der Steuerung und Überwachung der verschiedenen Komponenten sind auf mehrere Microcomputer verteilt, die in das DESY-Netzwerk eingebunden sind. Alle Meßdaten werden zur Auswertung auf einen VAX-Rechner übertragen, wo sie mit Sollwerten verglichen werden. Sie können graphisch dargestellt werden, so daß man sich jederzeit einen Überblick über den Zustand des Detektors verschaffen kann. Zur Archivierung werden die Meßdaten schließlich auf einen IBM-Großrechner übertragen und zusammen mit den Ereignisdaten des Experiments auf Magnetbändern gespeichert.

Das nachfolgend beschriebene Programmpaket wurde eigens für das ZEUS-Experiment von J. Kehres und R. Loveless entwickelt [KL91]. Dabei wurde besonderes Gewicht auf größtmögliche Flexibilität im Hinblick auf die Eingliederung unterschiedlicher Hardware-Komponenten gelegt.

Einige der in dieses System eingegliederten Komponenten sind die folgenden:

Yoke Sensoren registrieren die Position des Jochs und die auf bestimmte Punkte wirkenden Drücke.

Crates Zur Verhinderung von Überhitzungen befinden sich bei den Elektronik-Überrahmen im Rucksack und im Terminalraum (201) Temperaturfühler und Lüfter. Die gemessenen Temperaturen und der Zustand der Lüfter wird überwacht.

BCAL Die Hochspannungen der Photomultiplier im Barrel-Kalorimeter werden überwacht.

Veto Die Hochspannung für die Photomultiplier in der Vetowand wird überwacht und geregelt.

Lumi Auslese des Luminositätsmonitors.

CTD Regelung des Gassystems der zentralen Spurkammer und der an den Felddrähten anliegenden Hochspannungen.

SAMOS ¹ Hierzu gehören Temperaturfühler in den Kabelschächten, die Gassensoren in der Halle und das Gasanalyse-System, das die Gaskonzentrationen in den Sicherheitsvolumina überwacht.

Die Überwachung der Hardware-Komponenten ist für den Betrieb von ZEUS aus zwei Gründen sehr wichtig. Zum einen muß gewährleistet sein, daß alle Komponenten jederzeit mit den korrekten Parametern arbeiten, damit die ausgelesenen Signale des Detektors richtig interpretiert werden. Dies ist für die Physik bei ZEUS sehr wichtig.

Der andere wichtige Aspekt ist die Sicherheit des Experiments. Fehlerhafte Komponenten können große Schäden am Detektor hervorrufen oder im schlimmsten Fall Menschenleben gefährden. Besonders hervorzuheben ist hierbei die Überwachung der Gaskonzentrationen in den Sicherheitsvolumina. Ein Brand im Detektor muß unter allen Umständen durch unabhängig voneinander arbeitende Sicherheitssysteme verhindert werden (vergl. Kap 1).

5.1 Rechnerkonfiguration

Für das ZEUS-Hardware-Kontrollsystem werden Rechner verwendet, die nach dem VME-Konzept aufgebaut sind. VME-Rechner haben eine Reihe von Vorteilen gegenüber anderen Systemen. Sie verwenden ein genormtes Bussystem, das Steckkarten im genormten Europa-Format aufnehmen kann. Eine Vielzahl verschiedener Hersteller bietet solche Karten an, so daß man sich einen Mikrocomputer zusammenstellen kann, der genau auf die jeweilige Anwendung zugeschnitten ist. Diese Rechner sind daher besonders gut für die Überwachung und Steuerung der verschiedenen Hardware-Komponenten des Detektors geeignet.

An einem VME-Rechner können gleichzeitig mehrere Benutzer arbeiten und mehrere Programme laufen. Man bezeichnet solche Systeme als *Multituser/Multitasking*-Rechner. Es ist daher möglich, mehrere Hardware-Komponenten mit einem Rechner zu überwachen. Trotz der positiven Merkmale sind diese Rechner vergleichsweise billig, eine Einheit kostet rund 10 kDM.

Der VME-Rechner, der das Gasanalyse-System steuert und kontrolliert, ist mit einem Mikroprozessor vom Typ 68030 (32-bit-Architektur, 20 MHz Taktfrequenz) von Motorola ausgestattet und verwendet das Betriebssystem OS-9. Er ist mit einer Rechenleistung von etwa 10 Mips² hinreichend leistungsstark. Zur Programmierung der VME-Rechner wird in der ZEUS-Kollaboration standardmäßig die Programmiersprache C benutzt.

Zur Zeit sind 17 VME-Rechner bei ZEUS im Einsatz und speisen Daten in das Hardware-Kontrollsystem ein. Sie sind über Ethernetkarten in das DESY-Netzwerk eingebunden. Auf diesem Weg werden die Daten von den verschiedenen VME-Rechnern auf einen VAX-Rechner weitergeleitet.

Der VAX-Rechner benutzt das weitverbreitete Betriebssystem VMS, das sehr gut die Zusammenfassung mehrerer Rechner (Knoten) zu sogenannten *Clustern* und die Kommunikation zwischen ihnen unterstützt. Die Programme des ZEUS-Hardware-Kontrollsystems auf der VAX wurden in FORTRAN geschrieben.

Zur Übertragung der Meßdaten vom PC, der das Massenspektrometer steuert, auf den VME-Rechner wird eine serielle Verbindung, die mit dem RS232-Standard arbeitet, verwendet. Diese Art der Übertragung hat den Vorteil, daß sie einfach zu realisieren und relativ sicher ist. Man benötigt für eine Verbindung nur drei Leitungen: Je eine Datenleitung pro Richtung und eine Erdleitung. Sowohl VME-Rechner als auch PCs sind standardmäßig mit solchen Schnittstellen ausgestattet.

Ein Nachteil dieser Methode ist die begrenzte Reichweite: RS232 ist nur für Datenleitungen bis zu einer Länge von etwa 10 m geeignet. Um Daten vom Massenspektrometer zum ca. 50 m entfernten VME-Rechner im ZEUS-Kontrollraum zu übertragen, wurden zwei zusätzliche Schnittstellen in die Übertragungsleitung eingebaut, die den RS422-Standard verwenden, mit dem Entfernungen bis zu 1500 m überbrückt werden können. Dazu dienen zwei Module des amerikanischen Herstellers Opto-22. An die serielle Schnittstelle des PC ist ein programmierbares Interface (AC31) angeschlossen, das über einen Speicher verfügt, in dem die ausgelesenen Daten gepuffert werden. Die Daten bleiben solange in diesem Puffer, bis das Interface vom VME-Rechner den Befehl erhält, Daten zu senden. Liegen

²Million Instructions per Second

¹Safety Monitor System

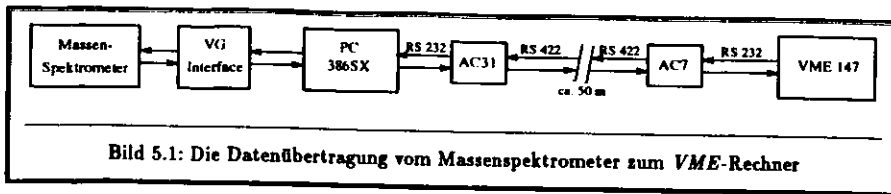


Bild 5.1: Die Datenübertragung vom Massenspektrometer zum VME-Rechner

keine Daten vor, wird stattdessen eine Fehlermeldung gesendet. Zur weiteren Übertragung wird dann der RS/22-Standard benutzt. Anschließend sorgt eine Adapterkarte (AC7) für die Anpassung an die serielle Schnittstelle des VME-Rechners. Mit dieser in Bild 5.1 dargestellten Verbindung ist es möglich, vom VME-Rechner Steuerbefehle an den PC zu senden und Meßdaten zu empfangen.

5.2 Struktur der Slow Control Software

Bild 5.2 gibt einen Überblick über die Struktur des Hardware-Kontrollsystems. Im folgenden werden die einzelnen Prozesse kurz beschrieben. Näheres findet man bei [KL91].

Das besondere an diesem System ist die Tatsache, daß die Prozesse auf zwei verschiedenen Rechnern ausgeführt werden, die sich grundlegend voneinander unterscheiden und unterschiedliche Betriebssysteme verwenden. Die Verwendung spezieller Routinen ermöglicht, daß ein Rechner auf dem anderen Prozesse startet und daß Daten ausgetauscht werden können.

Zur Überwachung einer Hardware-Komponente muß diese zunächst in eindeutiger Weise definiert werden. Dazu erhält der zuständige VME-Rechner eine Adresse, über die die Kommunikation mit der VAX ermöglicht wird. Es muß festgelegt werden, wie viele Kanäle ausgelesen werden sollen. Beim Gasanalysestystem entsprechen diese Kanäle den Meßpositionen des RMS-Ventils. Für jeden Kanal muß außerdem angegeben werden, wie viele Gase analysiert werden und in welchen Bereichen die Konzentrationen liegen sollen. Ein Über- oder Unterschreiten von Schwellwerten bewirkt Fehlermeldungen. Diese Informationen werden in einer Datenbank abgelegt, die auf der VAX installiert ist.

Auf dem VME-Rechner befinden sich zwei Prozesse, die speziell an das Gasanalysestystem angepaßt werden mußten. Der eine dient zur Steuerung des Massenspektrometers (setdata) und der andere zur Auslese der Meßwerte (getdata). Die anderen Prozesse sind für alle Hardware-Komponenten nahezu identisch.

Bedient wird das Programm mit einer Menüsteuerung. Diese ist so aufgebaut, daß ein Benutzer keine detaillierten Kenntnisse über die einzelnen Prozesse benötigt. Das System kann einfach durch Auswählen von Menüpunkten gesteuert werden.

Zur Kommunikation zwischen VME- und VAX-Rechnern wird das Remote Procedure Call-Protokoll (RPC) benutzt. Hiermit können Prozesse, die auf dem VME-Rechner laufen, von dem VAX-Rechner gestartet werden, und es können Daten ausgetauscht werden. Voraussetzung dafür ist, daß beide Rechner in ein gemeinsames Netzwerk eingebunden sind. Bei DESY dienen dazu Ethernet-Verbindungen.

5.2.1 VMS

Im oberen Teil von Bild 5.2 sind die Prozesse und Dateien dargestellt, die sich auf dem VAX-Rechner befinden. Das hier verwendete Betriebssystem ist VMS.

Als Datenbank zur Verwaltung der Daten, die eine Hardware-Komponente beschreiben, dient ADAMO³. Dieses Programmpaket wurde am CERN für das Aleph-Experiment entwickelt. ADAMO ist eine relationale Datenbank, die Daten in Form von Tabellen speichert, zwischen denen sich Beziehungen definieren lassen, siehe hierzu [FP90].

³Aleph Data Model

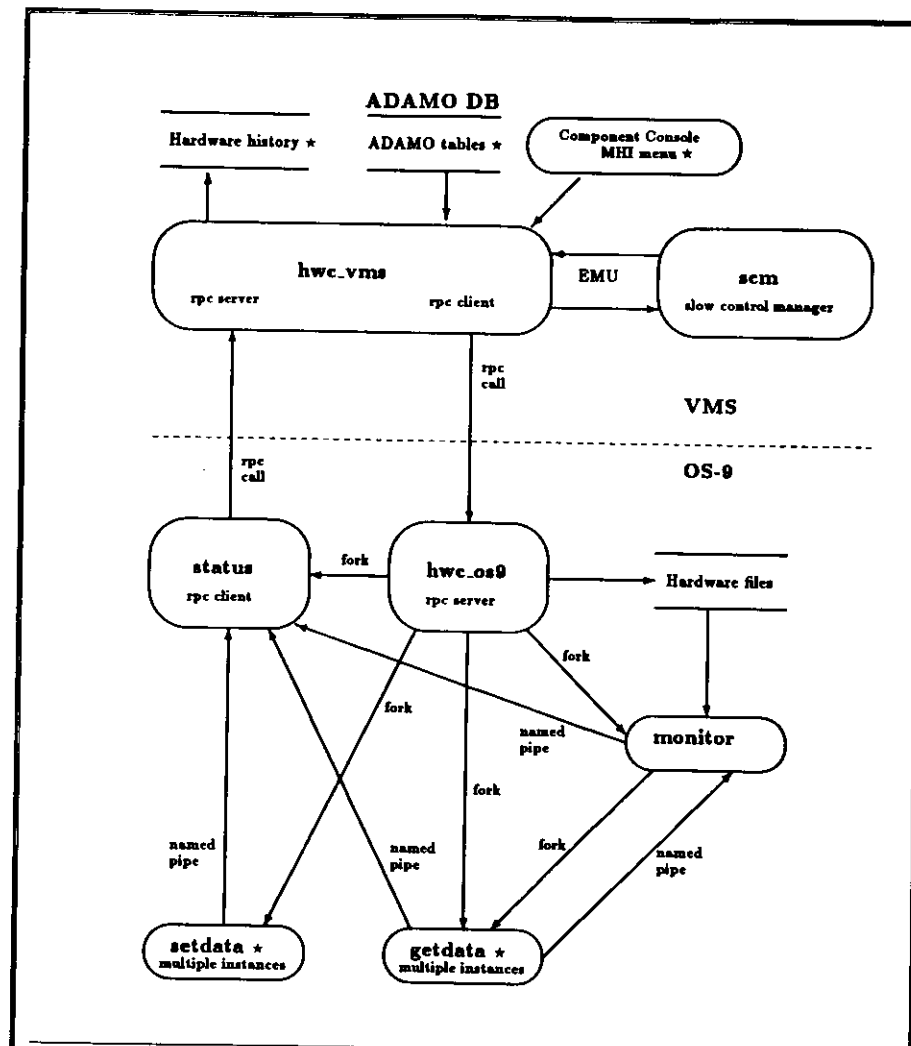


Bild 5.2: Struktur des ZEUS Hardware-Kontrollsystems

Ovale stehen für Prozesse, Dateien werden durch zwei parallele Linien repräsentiert. Pfeile kennzeichnen die Kommunikation und den Datenfluß (named pipe) zwischen Prozessen bzw. Dateien. Das Erzeugen von Prozessen auf dem OS-9-Knoten ist ebenfalls durch Pfeile (fork) dargestellt. Oberhalb der gestrichelten Linie sind die Prozesse und Dateien auf dem VMS-Knoten, unterhalb die auf dem OS-9-Knoten dargestellt.

Nur die mit einem (*) gekennzeichneten Prozesse und Dateien unterscheiden sich für die verschiedenen Hardwarekomponenten.

(Quelle: [KL91])

Zur Bedienung des Kontrollsystems dient das *MODEL Human Interface* (MHI), das ebenfalls am CERN entwickelt wurde. Mit diesem Programmpaket lassen sich Menüsysteme mit primitiver graphischer Ausgabe erstellen, die den Vorteil haben, daß sie sowohl auf Workstations als auch auf einfachen VT100-Terminals zu verwenden sind. Der Benutzer kann mit den Cursortasten die einzelnen Punkte auswählen und ausführen.

Die Meßwerte, die vom Massenspektrometer über den VME-Rechner auf die VAX gelangen, werden dort in Dateien (*Hardware History*) zur späteren Auswertung gespeichert.

Zum Starten des Systems wird auf der VAX der Prozeß *hwc.vms* gestartet. Dieser erfüllt mehrere Aufgaben. Er startet das Menü zur Steuerung des Kontrollsystems und initialisiert die Datenbank, damit die darin enthaltenen Daten dem System zur Verfügung stehen. Diese werden dann auf den VME-Rechner überspielt (*hardware files*). Nach dem Starten des RPC-Protokolls ist das System bereit, Eingaben über das Menü entgegenzunehmen und diese an den VME-Rechner zu übergeben.

Werden Meßwerte empfangen, so werden diese mit den Sollwerten verglichen, und es wird entschieden, ob die Komponente richtig arbeitet oder nicht. Danach wird eine entsprechende Meldung an den *Slow Control Manager* (SCM) geschickt. Dieses Programm erhält Meldungen von allen Hardware-Komponenten. Auf einem Terminal im ZEUS-Kontrollraum wird der Zustand aller Komponenten angezeigt.

5.2.2 OS-9

Der untere Teil von Bild 5.2 zeigt die Prozesse, die auf dem VME-Rechner vorhanden sind. Der Prozeß *hwc.os9* ist dafür zuständig, Kommandos von der VAX zu empfangen. Zur Ausführung werden diese Kommandos an andere Prozesse weitergereicht.

Gibt ein Benutzer über das Menü auf der VAX die Anweisung, eine Analyse zu starten, bewirkt dieser Befehl, daß auf dem VME-Rechner ein Prozeß *setdata* gestartet wird. Dieser kann Steueranweisungen an die Hardware-Komponente übergeben, aber keine Daten auslesen. Ist dies geschehen terminiert der Prozeß. Wurde die Analyse gestartet, muß der Benutzer mit dem Menü einen Monitorprozeß starten. Dadurch wird der Prozeß *hwc.os9* veranlaßt, den Prozeß *monitor* zu starten. Dieser liest zunächst die Informationen über die Hardware-Komponente aus den *hardware files*. *monitor* hat die Aufgabe, zyklisch alle Kanäle auszulesen. Dazu wird für jeden Kanal ein Prozeß *getdata* gestartet, der diese Aufgabe erledigt und die Ergebnisse an *monitor* übergibt. Danach terminiert der Prozeß *getdata*. Sie werden dann über den Prozeß *status*, der Daten zur VAX senden kann, übergeben. Dort werden die Meßwerte schließlich analysiert, und es wird eine Meldung zum *Slow Control Manager* geschickt.

5.3 Einbindung des Gasanalysestystems

Um das Gasanalysestystem in das ZEUS-Hardwarestystem einzubinden, mußten im wesentlichen die folgenden Aufgaben erledigt werden:

- Entwerfen des Prozesses *getdata.gas*. Dieser Prozeß hat die Aufgabe, Meßergebnisse des Gasanalysestystems abzufragen. Dazu wurden die Kommandos, die von der Software des PC bereitgestellt werden, in entsprechende Routinen integriert. Die Meßwerte werden über den Prozeß *status* in Dateien auf dem VAX-Rechner gespeichert.
- Entwerfen des Prozesses *setdata.gas*. Mit diesem Prozeß wird das Gasanalysestystem gesteuert. Es kann z.B. das Programm *Process.Soft* gestartet und gestoppt werden.
- In ADAMO-Tabellen werden alle Informationen eingetragen, die das Gasanalysestystem beschreiben. Dazu gehören die Telnet-Adresse des OS-9-Rechners, der das System steuert, die Anzahl der zu überwachenden Kanäle, welche Gase gemessen werden sollen und die zugehörigen Alarmschwellen.

- Aufbau eines Menüsystems zur Bedienung des Hardware-Kontrollsystems.

Das Gasanalysestystem unterscheidet sich von anderen Hardware-Komponenten grundsätzlich dadurch, daß die einzelnen Kanäle nicht beliebig abgefragt werden können. Die Reihenfolge dieser Abfragen wird nämlich auf dem PC einmal fest vorgewählt. Das Programm *Process.Soft* führt dann automatisch zyklisch Messungen an diesen Kanälen durch. Diese Reihenfolge muß von dem Prozeß *getdata.gas* entsprechend durchgeführt werden, damit die Kanäle auf dem PC und dem OS-9-Rechner zueinander passen und die Meßdaten korrekt interpretiert werden.

Die Grenzwerte der Gaskonzentrationen wurden folgendermaßen festgelegt: Übersteigt die Konzentration einer brennbaren Komponente an irgendeinem Meßpunkt einen Wert von 5000 ppm, wird eine Meldung zum *Slow Control Manager* geschickt und der Voralarm ausgelöst. Dieser Wert entspricht 10 % der unteren Zündgrenze. Er wurde bewußt so niedrig angesetzt, da im normalen Betrieb eine wesentlich geringere Konzentration zu erwarten ist. Erreicht die Konzentration eines brennbaren Gases einen Wert von 10000 ppm, wird der Hauptalarm ausgelöst. Der *Slow Control Manager* zeigt dann an, daß eine zu hohe Konzentration gemessen wurde und um welches Gas es sich dabei handelt.

5.4 Der ZEUS Histogram Presenter

Für die Online-Darstellung von Daten in Form von Histogrammen wurde von P. Erhard und M. Nakahata ein sehr komfortabel zu bedienendes Programm entwickelt, der *ZEUS Histogram Presenter*. Es eignet sich sehr gut dazu, auch die Meßdaten der Hardware-Komponenten graphisch darzustellen.

Dieses Programm läuft auf dem VAX-Knoten ZEUS02 und kann von Terminals oder Workstations bedient werden, die über eine sogenannte *X-Window*-Oberfläche verfügen.

Zur Darstellung werden die Daten in Histogramme gefüllt. Die einzelnen *bins* entsprechen verschiedenen Zeitpunkten. Die Höhe der Balken entspricht der Größe des Meßwertes. Man erhält so Histogramme, die den zeitlichen Verlauf der Daten darstellen.

Die Histogramme werden von Routinen, die den HBOOK-Routinen der CERN-Library entsprechen, auf den VME-Rechnern erstellt. Die Histogramme werden dann in einem sogenannten *Datenmodul* abgelegt. Datenmodule sind spezielle Speicherbereiche, auf die mehrere Prozesse gleichzeitig zugreifen können. Normalerweise kann immer nur ein Prozeß zur Zeit auf einen Speicherbereich zugreifen.

Auch das Betriebssystem der VAX stellt Speicherbereiche bereit, die den Datenmodulen von VME-Rechnern sehr ähnlich sind, die sog. *global sections*.

Die Histogramme werden von einer Routine im Prozeß *monitor* auf dem VME-Rechner gefüllt und auf eine *global section* der VAX übertragen. Der *Histogram Presenter* liest diese Histogramme ein und stellt sie auf dem Bildschirm dar.

5.4.1 Darstellung der Gaskonzentrationen

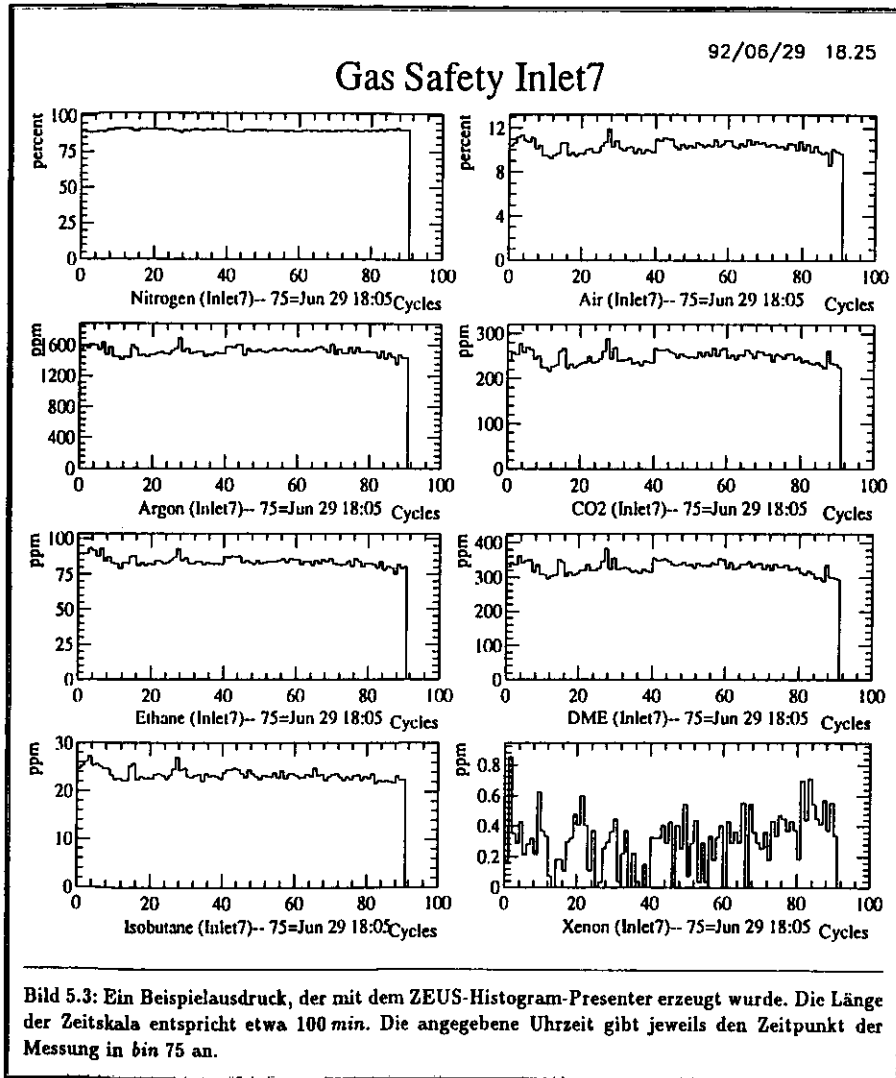
Die Meßwerte des Gasanalysestystems werden so dargestellt, daß nicht nur die momentanen Werte, sondern auch die vorhergehenden angezeigt werden. Dies ist besonders wichtig, um Schwankungen, insbesondere Zunahmen der Konzentration von brennbaren Gasen, schnell zu erkennen. Die Darstellung in Form von Histogrammen bietet sich daher an.

Für jede Gasart wurde für jede Meßstelle ein eigenes Histogramm gebucht, in das die entsprechenden Meßwerte gefüllt werden. Ein *bin* faßt dabei jeweils einen Meßwert, die Höhe des eingetragenen Balkens ist proportional zur Höhe der Gaskonzentration.

Die Histogramme verfügen jeweils über 100 *bins*. Die zeitliche Differenz zweier Messungen hängt von der Gesamtzahl *N* der überwachten Meßstellen ab, da diese zyklisch gemessen werden. Die Zeitachse eines Histogrammes ist also ebenfalls von dieser Anzahl *N* abhängig. Legt man eine Meßdauer von 15 sec pro Analyse zugrunde, erhält man für die Länge der Zeitachse:

$$T = 100 \cdot N \cdot 15 \text{ sec.}$$

Werden vier Meßstellen überwacht entspricht die Zeitskala der Histogramme 100 min.
 Bild 5.3 zeigt ein Beispiel solcher Histogramme. Der *Histogram Presenter* verfügt über eine print-Option, so daß die dargestellten Histogramme jederzeit ausgedruckt werden können (s. Anhang B)



Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein Gasanalyzesystem für das ZEUS-Experiment aufgebaut. Dazu wurde ein Quadrupol-Massenspektrometer des britischen Herstellers *VG Gas Analysis Systems Ltd.* getestet und zur Messung der Gase konfiguriert, die in den Spurräumen des Detektors verwendet werden.

Es wurden Testmessungen durchgeführt, um die Zuverlässigkeit des Systems zu überprüfen. Dabei hat es sich gezeigt, daß große Probleme mit der Langzeit-Stabilität des Massenspektrometers bestehen, die vom Hersteller noch beseitigt werden müssen. Davon abgesehen wurde gezeigt, daß sich die in den Sicherheitsvolumina zu erwartenden Konzentrationen der brennbaren Kammergase gut nachweisen lassen.

Es wurde weiter dafür gesorgt, daß die Meßergebnisse von dem Gasanalyzesystem in das ZEUS-Datennahmesystem eingebunden werden können. Dazu wurde eine Hardware-Verbindung zwischen dem PC des Massenspektrometers und einem *VME*-Rechner im ZEUS-Kontrollraum hergestellt. Zunächst wurde mit Testprogrammen die Kommunikation zwischen dem Gasanalyzesystem und einem externen Computer getestet, wobei Fehler in dem Steuerprogramm entdeckt wurden, die nur vom Hersteller des Systems beseitigt werden konnten, da der Quellcode des Programmes nicht vorlag.

Zur Verarbeitung der Daten wurden Programme entwickelt, mit denen das Gasanalyzesystem in das ZEUS-Hardware-Kontrollsystem eingebunden werden konnte. Die aktuellen Meßergebnisse können auf einem beliebigen X-Window-Terminal in Form von Histogrammen angezeigt werden, so daß man den zeitlichen Verlauf der Gaskonzentrationen beurteilen kann. Die Meßwerte werden innerhalb des Hardware-Kontrollsystems mit Schwellwerten verglichen, bei deren Überschreiten eine Alarmmeldung zum *Slow Control Manager* gesendet wird. Der Zustand des Gassicherheitsystems kann so jederzeit auf einem Bildschirm im ZEUS-Kontrollraum abgelesen werden.

Anhang A

Bedienungsanleitung für das Quadrupol-Massenspektrometer

Im folgenden wird beschrieben, wie die beiden Programme bedient werden, die das Quadrupol-Massenspektrometer steuern. Es soll dabei nur auf die wichtigsten Kommandos eingegangen werden. Eine komplette Dokumentation beider Programme findet man im Benutzerhandbuch [VG90].

Zur Aufnahme von Massenspektren dient das Programm **SpectraScan**. Der abgetastete Massenbereich kann variiert werden, und die Verstärkerbereiche können den jeweiligen Intensitäten der Ionenströme angepaßt werden. Man kann so z.B. die Form einzelner Massenpeaks beurteilen, die Rückschlüsse auf den Zustand des Gerätes zuläßt.

Mit dem Programm **Process_Soft** können quantitative Analysen von Gasgemischen durchgeführt werden. Dabei werden die Ionenströme der charakteristischen Massen für die einzelnen Komponenten bestimmt. Als Ergebnis einer Auswertung dieser Meßdaten erhält man die prozentuale Zusammensetzung des Gemisches. Dazu ist es erforderlich, daß das System mit geeigneten Gasgemischen bekannter Zusammensetzung in regelmäßigen Abständen kalibriert wird.

Das Programm SpectraScan

Nach dem Einschalten des Rechners wird automatisch das Programm **SpectraScan** gestartet. Dies kann auch durch einen sogenannten **Warmstart** erreichen werden, der durch das gleichzeitige Drücken der Tasten **ALT**, **CTRL** und **DEL** durchgeführt wird.

In beiden Fällen erscheint nach einigen Sekunden die sog. **Kommandoseite**. Am unteren Bildrand befinden sich drei Kontrollkästen. Diese können mit den Pfeiltasten \leftarrow und \rightarrow angesteuert werden. Sie funktionieren wie Ein-/Aus-Schalter, die durch Drücken der **SPACE**-Taste betätigt werden können. Diese Art der Steuerung findet sich auch auf anderen Menüseiten. Variable Parameter in den Kontrollkästen können mit den Pfeiltasten \downarrow und \uparrow verändert werden.

Um Massenspektren aufzunehmen, muß zunächst das Filament der Ionenquelle mit dem Kontrollkasten **EMISSION** eingeschaltet werden. Ist dies geschehen, erscheint nach einigen Sekunden am oberen linken Bildrand die Meldung **SPECTRASCAN PC OK** und im Kontrollkasten **EMISSION ON**.

Kalibrierung des Sekundärelektronenvervielfachers

Zur Aufnahme der Spektren kann ein Faraday-Detektor oder ein Sekundärelektronenvervielfacher (SEM¹) benutzt werden. Dieser sollte nur zur Messung kleiner Ionenströme benutzt werden, die mit dem Faraday-Detektor nicht gut genug bestimmt werden können. Dies ist i.a. für Ionenströme, die kleiner als $1 \cdot 10^{-9}$ A sind, der Fall.

¹ von engl. Secondary Emission Multiplier

Der SEM liefert ein Ausgangssignal, das neben dem zu messenden Ionenstrom auch von der anliegenden Hochspannung und seinem Alter abhängt. Er muß daher vor der Benutzung kalibriert werden, damit das Signal korrekt interpretiert werden kann. Dazu wird bei einer bestimmten Masse das Signal mit dem Faraday-Detektor gemessen. Dann wird auf den SEM umgeschaltet, und die Hochspannung wird so geregelt, daß man das gleiche Ausgangssignal erhält.

Zur automatischen Kalibrierung dient der Kontrollkasten **SEM**. Wird dieser durch Betätigen von **ENTER** aktiviert, erscheint die Seite **SEM Calibration Edit Page**. Hier kann die Hochspannung für den SEM vorgegeben werden. In das Feld **SEM Calibration Pass** wird die Masse eingetragen, bei der der SEM relativ zum Faraday-Detektor kalibriert wird. Es muß eine Masse gewählt werden, deren Intensität in einem mittleren Bereich liegt. Wird mit Luft kalibriert, eignet sich die Masse **34** besonders gut. Es kann außerdem ein Verstärkungsfaktor (10^0 , 10^1 oder 10^2) gewählt werden, der das Verhältnis zwischen dem Signal des Faraday-Detektors und dem des SEM angibt. Gestartet wird die Kalibrierung mit der Taste **F10**.

Ist die Kalibrierung beendet, zeigt der Kontrollkasten auf der Kommandoseite **SEM ON**, und der SEM kann für die Analysen verwendet werden. Abgeschaltet werden kann der SEM durch ein erneutes Betätigen von **ENTER** beim Kontrollkasten **SEM**. Die Kommandoseite kann durch Drücken der **Esc**-Taste wieder verlassen werden.

Aufnahme von Massenspektren

Es erscheint dann die Seite **Main Menu**. Die einzelnen Punkte werden hier und auch auf den anderen Seiten durch Eingeben der entsprechenden Nummer ausgewählt. Zum Abtasten von Massenbereichen und zur Darstellung von Spektren dient der Punkt **Analogue Scan**.

Auf der Seite **Analogue Scan Menu** wird der Punkt **Run Mass Scan** ausgewählt. Es erscheint eine Graphik, in der die Intensitäten der Ionenströme über einem wählbaren Massenbereich aufgetragen werden (s. Bild A.1). Die angezeigten Intensitäten sind mit den gemessenen Ionenströmen identisch, z.B. bezeichnet eine Intensität von **1.0 F-10** einen Strom von $1.0 \cdot 10^{-10}$ A.

Die Massen werden in atomaren Masseneinheiten (*amu*) dividiert durch die Ladung des Ions in Vielfachen der Elementarladung angegeben. Ein einfach positiv geladenes Ion der Masse **14** liefert daher an der gleichen Position im Spektrum einen Beitrag wie ein zweifach geladenes Ion der Masse **28**.

Die Anzahl der Bildpunkte vom linken zum rechten Bildrand beträgt **500**, d.h. bei einer Skala über **10 amu** erhält man eine Auflösung in Intervalle von **0.02 amu**. Sobald der Punkt **Run Mass Scan** gestartet wird, wird der dargestellte Massenbereich kontinuierlich von kleinen zu großen Massen abgetastet. Ist das obere Ende der Skala erreicht, beginnt ein neuer Lauf bei der kleinsten Masse.

Am unteren Bildrand befinden sich Kontrollkästen zur Steuerung des Programms. Sie haben die folgenden Funktionen:

RANGE zeigt den verwendeten Detektor und den Verstärkerbereich (*Gain*) an. Dabei steht **F** für den Faraday-Detektor und **M** für den Multiplier. Die angezeigte Zahl gibt den Verstärkerbereich an. Die Anzeige **F-10** bedeutet, daß ein Meßbereich von $1.0 \cdot 10^{-10}$ A bis $1.0 \cdot 10^{-9}$ A zur Verfügung steht.

Der Verstärkerbereich muß an die Intensitäten der Peaks im ausgewählten Massenbereich angepaßt werden. Wird der SEM verwendet, ist darauf zu achten, daß er nur Ionenströmen ausgesetzt wird, die kleiner als $5 \cdot 10^{-9}$ A sind, um einer vorzeitigen Alterung vorzubeugen.

MAGNIFY Die Spektren können vergrößert dargestellt werden. Die Höhe der Peaks kann so an den zur Verfügung stehenden Bildschirmbereich angepaßt werden. Der jeweilige Verstärkerbereich wird dadurch nicht verändert.

AVERAGE Um die besonders bei kleinen Signalen auftretenden Störsignale zu unterdrücken, kann mit dieser Option vorgegeben werden, wie oft an einem Meßpunkt gemessen wird. Es wird dann

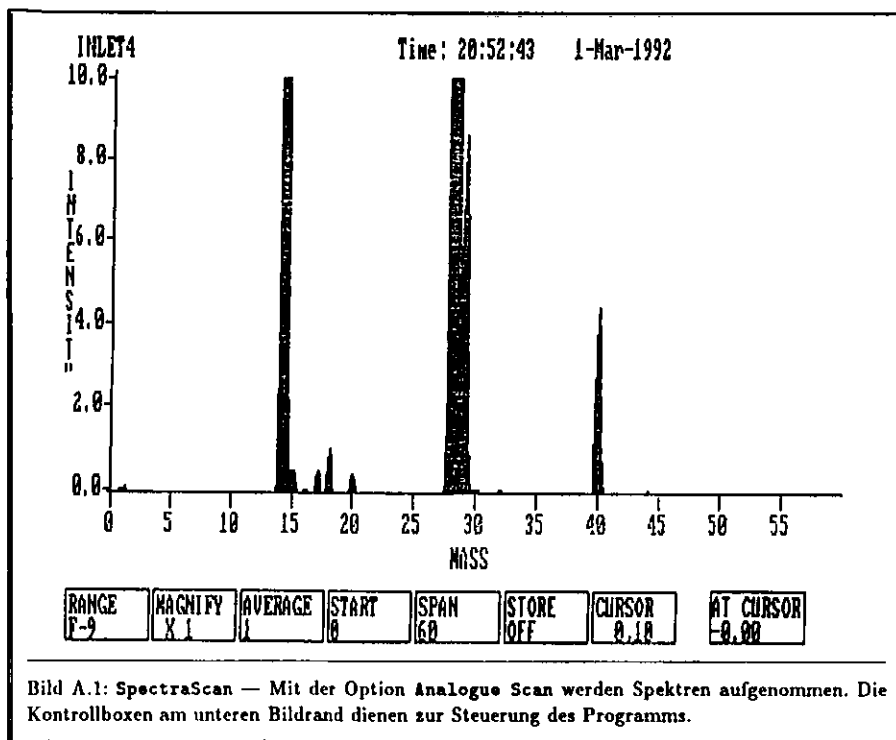


Bild A.1: SpectraScan — Mit der Option Analogue Scan werden Spektren aufgenommen. Die Kontrollboxen am unteren Bildrand dienen zur Steuerung des Programms.

jeweils der Mittelwert dieser Meßwerte angezeigt, so daß sich statistisch auftretende Störsignale gegenseitig aufheben.

START/SPAN Hiermit kann die niedrigste Masse und der Bereich ausgewählt werden, der abgetastet werden soll. Betätigt man danach **RETURN**, wird die Graphik mit dem veränderten Massenbereich neu aufgebaut. Es steht ein Meßbereich von 1–300 amu zur Verfügung.

STORE Zur späteren Analyse können die aufgenommenen Spektren entweder auf der Festplatte des Rechners oder auf Disketten gespeichert werden.

CURSOR Im Spektrum kann eine Marke gesetzt werden. Der genaue Meßwert dieser Position wird in dem Feld **AT CURSOR** angezeigt. So können die einzelnen Peakhöhen genauer ermittelt werden. Die Marke kann mit den Cursortasten \leftarrow und \rightarrow verschoben werden.

Durch Betätigen der Esc-Taste wird die Messung abgebrochen.

Das Programm Process_Soft

Dieses Programm wird gestartet, indem auf der Seite **Main Menu** die Option **Run Process_Soft** ausgeführt wird. Der Benutzer wird daraufhin aufgefordert, eine Nummer einzugeben (**Recipe Number**). Es können bis zu neun Vorschriften definiert werden, die festlegen, welche Massen an welchen Meßstellen gemessen werden sollen und wie oft eine Kalibrierung des Systems erfolgen soll.

Konfigurierung des Systems zur Analyse von Gasgemischen

Wird das Programm gestartet, wird die Seite **Main Menu** angezeigt. Mit dem Punkt **Set System Configuration** kann das System zur Messung von Gasgemischen konfiguriert werden. Die charakteristischen Massen von bis zu 400 Gasen werden mit dem Punkt **Gas Database** in eine Tabelle eingetragen (s. Bild A.2).

Es ist wichtig, daß die zugehörigen Werte **Intensity** auf einen von Null verschiedenen Wert gesetzt werden. Der genaue Wert wird anschließend durch eine Kalibrierung ermittelt und vom System in diese Tabelle eingetragen. Es muß außerdem angegeben werden, welcher Detektor verwendet werden soll (**Faraday** oder **Multiplier**). Die Werte **CB Coefficient**, **CS Coefficient** und **Rel. Sensitivity** sollten nicht verändert werden, da sie ebenfalls durch die Kalibrierung des Systems ermittelt werden. In das Feld **Name** sollte der Name des Gases eingetragen werden; er wird bei den späteren Analysen angezeigt. Durch zweimaliges Betätigen der Esc-Taste kann diese Seite wieder verlassen werden.

Der nächste wichtige Punkt auf der Seite **Set System Configuration** ist **System Analysis**. Hier werden aus den Gasen der **Gas Database** bis zu 16 Gase ausgewählt, die gemessen werden sollen. Dieser Punkt muß ausgeführt werden, wenn Einträge in der **Gas Database** verändert wurden.

Zuerst erfolgt eine Aufforderung, die Anzahl der zu messenden Gase einzugeben. Einträge von 1 bis 16 sind zulässig. Darauf erscheint eine Liste, deren Elemente verändert werden können. In drei Spalten werden die Namen der Gase, der verwendete Detektortyp und die Maßeinheit (**%**, **ppm** oder **ppb**) eingetragen. Die verwendeten Namen müssen mit den in der **Gas Database** eingetragenen übereinstimmen. Durch Betätigen der Taste **F10** wird dieser Schritt abgeschlossen. Das Programm überprüft daraufhin die Korrektheit der Eingaben und gibt gegebenenfalls eine Fehlermeldung aus.

Um festzulegen, an welchen Meßstellen des RMS-Ventils Messungen durchgeführt werden sollen, wird von der Seite **Main Menu** der Punkt **Run-time Parameters** ausgewählt. Es ist nicht immer erforderlich und würde den Meßprozeß unnötig verlangsamen, alle Gase an allen Meßstellen zu analysieren. Daher können mit dem Punkt **Analysis Types** bestimmte Gase ausgewählt werden. In einer Liste wird jedes Gas mit einem **Yes/No** versehen, je nachdem, ob es analysiert werden soll oder nicht. Auf diese Weise können bis zu acht verschiedene Gruppen zusammengestellt werden. Jeder Meßstelle wird später eine dieser Gruppen zugeordnet.

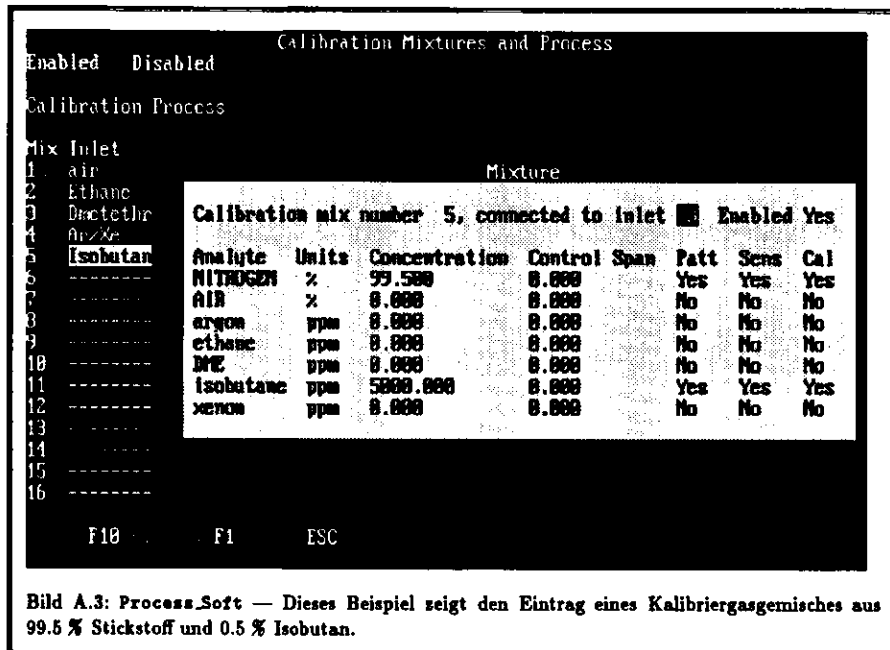


Bild A.3: Process_Soft — Dieses Beispiel zeigt den Eintrag eines Kalibriergasgemisches aus 99.5 % Stickstoff und 0.5 % Isobutan.

Inlet Name Die Meßstelle kann mit einem Namen versehen werden, der bei der späteren Darstellung der Meßwerte verwendet wird.

Settling Time Diese Größe gibt an, wie lange gewartet wird, wenn das RMS-Ventil eine neue Position anfährt, bis das Gas im Totvolumen vollständig ausgetauscht wurde. Diese Zeit sollte nicht kürzer als 10 sec sein, um die Meßergebnisse nicht zu verfälschen.

Inlet Frequency Wird diese Größe auf 1 gesetzt, wird die Meßstelle bei jedem Durchlauf analysiert, wird sie auf 2 gesetzt, nur jedes zweite Mal, u.s.w.

Analysis Type Hier wird festgelegt, welche der oben definierten Gruppen von Gasen an dieser Meßstelle analysiert werden soll.

Nach Ausführen dieser Schritte ist der eigentliche Meßablauf festgelegt.

Starten der Analysen

Es stehen zwei Betriebsarten zur Verfügung: Entweder wird das System manuell über die Tastatur des PC bedient, oder es wird von einem OS-9-Rechner gesteuert.

Im manuellen Modus wird eine Messung an den ausgewählten Meßstellen mit dem Punkt Multi-Point Analysis des Main Menu gestartet. Zunächst muß der Benutzer entscheiden, ob eine Kalibrierung durchgeführt werden soll oder nicht. Sie ist immer dann erforderlich, wenn das System zur Analyse neuer Gasgemische konfiguriert wurde. Bei Messungen über längere Zeiträume sollte außerdem alle 12 Stunden eine Kalibrierung erfolgen.

Die Meßergebnisse können entweder alphanumerisch oder graphisch dargestellt werden, zum Umschalten zwischen diesen Darstellungen dient die Taste F3.

Die Analyse wird beendet, sobald die Esc-Taste betätigt wird.

Soll das System vom OS-9-Rechner gesteuert werden, muß durch Eingeben von SHIFT R auf diesen Modus umgeschaltet werden. Der PC zeigt dann die Meldung:

Remote Control Mode
Keyboard Disabled
Please Wait

Es können dann keine Befehle mehr über die Tastatur des PC eingegeben werden. Die Analysen können nun s.B. mit dem ZEUS-Hardware-Kontrollsystem durchgeführt werden (s. Anhang B).

Anhang B

Bedienungsanleitung für das Hardware-Kontrollsystem

Diese Anleitung beschreibt, welche Schritte nötig sind, um das Slow Control System für die Überwachung des Gassicherheitssystems zu bedienen. Es wird vorausgesetzt, daß die benötigten Programme auf dem VAX-Knoten ZEUS02 einerseits und dem OS-9-Knoten os9slow andererseits installiert sind.

Achtung: Die beschriebene Konfiguration wird sich in Zukunft sicher noch ändern.

Es wird beschrieben, wie man

- sich unter dem Benutzernamen SLOWCM in die ZEUS02 einloggt.
- das System auf dem OS-9-Knoten os9slow startet.
- das System auf dem VMS-Knoten ZEUS02 startet und bedient.
- den ZEUS Histogram Presenter startet und benutzt.

Es wird ferner beschrieben, was zu tun ist, wenn Fehler auftreten.

Einloggen in die ZEUS02 mit dem Benutzernamen SLOWCM

Da man zwei Prozesse auf verschiedenen Rechnern starten muß, bietet es sich an, ein X-Window-fähiges Terminal zu benutzen. Es ist aber auch möglich, falls ein solches Terminal nicht zur Verfügung stehen sollte, ein Falco- oder WYSE-Terminal zu benutzen, notfalls erfüllt auch jedes beliebige andere VT100-Terminal den Zweck.

Zuerst muß man sich von dem Rechner, auf dem man normalerweise arbeitet, über TCP/IP in die ZEUS02 einloggen. Dazu benutzt man das Kommando `telnet zeus02` und loggt sich unter dem Benutzernamen SLOWCM ein. Dann wechselt man das Verzeichnis mit `SET DEF [.HWC_VMS]` und gibt das Kommando `@SLOWCM` ein, um den verfügbaren Speicherbereich anzuzeigen. Das Prompt erscheint dann als `>slowcm`.

Starten des Systems auf dem OS-9-Knoten os9slow

Bevor auf der ZEUS02 der Prozeß `hwc_vms_gas.exe` gestartet wird, muß auf dem OS-9-Knoten der Prozeß `hwc.os9` gestartet werden. Dazu geht man wie folgt vor:

- Zuerst loggt man sich über TCP/IP in den OS-9-Knoten os9slow ein, indem man `telnet os9slow` eingibt und den Benutzernamen `super` mit dem korrekten Passwort verwendet.

- Es erscheint nach dem Einloggen das Prompt `[]/h0$>`. Nun muß man mit dem Kommando `procs -o` die zur Zeit aktiven Prozesse auflisten. Wenn Prozesse mit den Namen `hwc.os9`, `status`, `getdata_gas`, `setdata_gas` oder `monitor` in der Liste erscheinen, ist Vorsicht geboten. Wenn `hwc.os9` erscheint, braucht er nicht noch einmal gestartet zu werden. Noch existierende `getdata_gas`- und `setdata_gas`-Prozesse deuten darauf hin, daß der vorangegangene Run nicht ordnungsgemäß beendet wurde.
- Wenn `hwc.os9` nicht erscheint, aber `status`, `getdata_gas`, `setdata_gas` oder `monitor`, so müssen diese Prozesse mit dem Kommando `kill Id` gestoppt werden. Dabei ist `Id` durch die entsprechende Prozeßnummer aus der ersten Spalte der Liste zu ersetzen.
- Falls `procs -o` ergibt, daß keiner der Prozesse `hwc.os9`, `getdata_gas`, `setdata_gas` oder `monitor` existiert, kann das System mit dem Kommando

```
run_hwc_from_zeus02>>>/nil &
```

gestartet werden. Durch die Eingabe des `&` wird der Prozeß `hwc.os9` im Hintergrund gestartet, und durch `>>>/nil` wird die Ausgabe nicht auf dem Bildschirm angezeigt. Zu Testzwecken kann man auch `run_hwc_from_zeus02` verwenden, um die Ergebnisse sofort beurteilen zu können. Man darf sich aber dann nicht ausloggen, da dadurch `hwc.os9` sofort abgebrochen würde.

- `procs -o` sollte jetzt einen aktiven Prozeß `hwc.os9` anzeigen.
- Wenn `hwc.os9` im Hintergrund läuft, kann man sich mit `logout` wieder ausloggen.

Starten des Systems auf dem VMS-Knoten ZEUS02

Nachdem das System auf dem OS-9-Knoten os9slow erfolgreich gestartet wurde, kehrt man wieder auf die ZEUS02 in das Verzeichnis `[slowcm.hwc_vms]` zurück. Jetzt sind folgende Schritte notwendig:

- Eingabe des Kommandos `@RUN_GAS`
- Wenn man auf dem OS-9-Knoten alle Schritte korrekt ausgeführt hat, kann man bei dem Prompt `Y` eingeben.
- Es erscheint ein Menü. Mit den Cursor-Tasten `↑` und `↓` kann man die Kommandos auswählen und mit `RETURN` ausführen.
- Als erstes wählt man `Select ADAMO GAF` und gibt den Namen `gas.gaf` ein.
- Dadurch wird eine ADAMO-Tabelle aus dem GAF-file extrahiert. Auf dem OS-9-Knoten wird der Prozeß `status` gestartet.
- Nun wählt man `Open Control Menu` und auf dem dann erscheinenden Menü `Control Gas Analysis System`.
- Nun startet man das Gasanalysessystem, indem man `RESET multi-point analysis` aktiviert. Dazu ist es unbedingt erforderlich, daß sich der PC im richtigen Recipe im Remote Control Modus befindet.
- Nach ca. 45 sec wählt man zweimal hintereinander `return to main menu` und kehrt so in die oberste Ebene zurück.
- Schließlich wählt man `Open Monitor Menu` und startet `monitor`.

- Das System wird gestoppt, indem man **Stop Monitor Process** ausführt. Es kann mehrere Minuten dauern, bis das Programm auf dem OS-9-Knoten abbricht, da **monitor** erst eine Schleife über alle Inlets beenden muß.

Starten des Histogram Presenters

Der ZEUS Histogram Presenter dient zur graphischen Darstellung von Meßergebnissen in der Form von Histogrammen. Auch die Ergebnisse der Gasanalysen können so sehr komfortabel dargestellt werden. Bedient wird das Programm durch Anklicken von Knöpfen mit einer Maus. Der Benutzer benötigt keinerlei Kenntnisse über die zugrundeliegenden Programmstrukturen.

Dieses Programm muß von einem Terminal oder einer Workstation gestartet werden, die über eine *X-Window*-Oberfläche verfügt. Das Programm selbst läuft auf dem VMS-Knoten ZEUS02. Der Benutzer des Histogram Presenters muß sich daher zunächst auf diesen Rechner einloggen. Damit die Graphik auf das gewünschte Terminal geleitet wird, muß dieses mit folgendem Befehl initialisiert werden:

```
set display/create/node=tcip-addr./transport=tcip
```

wobei *tcip-addr.* durch die Telnet-Adresse des Terminals zu ersetzen ist.

Um das Programm zu starten, muß sich der Benutzer auf dem VMS-Knoten ZEUS02 einloggen. Mit der Zeile

```
@disk$online:[online.dqm]pres_setup
```

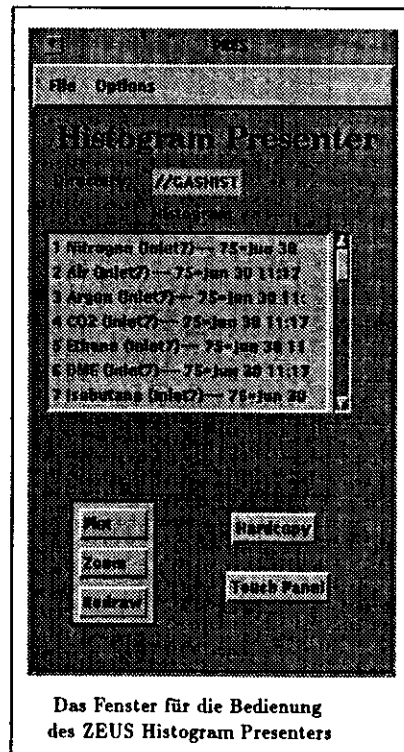
wird das Programm initialisiert. Gestartet wird der Histogram Presenter mit dem Befehl **pres**.

Darauf öffnen sich zwei Fenster. Das nebenstehende Bild zeigt das Fenster, das zur Bedienung des Histogram Presenters dient. In dem zweiten Fenster werden die Histogramme dargestellt.

Um die Histogramme des Gasanalyseystems anzuzeigen, geht man wie folgt vor: Mit der Maus wird in der Menüleiste **File** angeklickt. In dem dann erscheinenden Menü wird **Map** -> **Panel** ausgewählt. Das Panel für die Gasanalysen trägt die Bezeichnung **OS9SLOW::GASHIST**. Darauf erscheint ein Bedienfeld, mit dem verschiedene Gruppen von Histogramme ausgewählt werden können. Mit der Option **select** können einzelne Histogramme dann vergrößert dargestellt werden. **zoom** dient zum Erstellen von Ausschnittsvergrößerungen auf der Zeit-Achse. Werden vier Inlets überwacht, entspricht die Zeitskala der Histogramme **100 min**. Die Anzahl der Inlets, die überwacht werden, ist in einem Hardwarefile auf der *VAX* abgelegt. Außerdem kann sie am PC des Massenspektrometers abgefragt werden.

Wird der Knopf **print** betätigt, werden die augenblicklich angezeigten Histogramme z.B. auf dem Postscript-Drucker im ZEUS-Kontrollraum (Raum 101) ausgedruckt. Bild 5.3 zeigt so einen Ausdruck.

Die Option **close** schließt das Panel wieder. Man hat nun die Möglichkeit, sich andere Hardware-Komponenten anzusehen oder mit **exit** im Menüpunkt **File** das Programm zu beenden.



Das Fenster für die Bedienung des ZEUS Histogram Presenters

Fehlermeldungen

Probleme können auftreten, wenn versucht wird, **hwc_os9** zu starten, obwohl dieser Prozeß bereits läuft. Wenn die Ausgabe nicht wie oben beschrieben durch **>>>/nil** unterdrückt wurde, wird in diesem Fall die Fehlermeldung

```
Unknown error code: hex 855b86a
```

ausgegeben. Sollte man sich nicht sicher ist, ob **hwc_os9** bereits gestartet wurde, kann man das Kommando **run_hwc_from_zeus02** eingeben und auf diese Fehlermeldung achten. Mit **procs -o** listet man dann die laufenden Prozesse auf und stoppt mit **kill** alle alten **hwc_os9**-Prozesse. Dann müssen auch alle **status**, **getdata_gas**, **setdata_gas** und **monitor**-Prozesse gestoppt werden.

Wenn **hwc_os9** nicht vor **hwc_vms_gas.exe** gestartet wurde, bricht das Programm mit folgender Fehlermeldung ab:

```
XINET-E-CONNRESET, Connection reset by peer.
```

Nach einem nicht ordnungsgemäßen Abbruch des Systems, kann es vorkommen, daß **hwc_os9** sich nicht starten läßt. In diesem Fall wird ebenfalls die Fehlermeldung

```
Unknown error code: hex 855b86a
```

ausgegeben, obwohl kein weiterer Prozeß **hwc_os9** existiert. Die Ursache dafür ist eine vom vorherigen Prozeß nicht freigegebene *socket*, das sind Verbindungen, die das Betriebssystem bereitstellt, und über die Rechner, die durch ein Netzwerk verbunden sind, kommunizieren können. Der Fehler wird behoben, indem man auf dem VMS-Knoten das Kommando **EIIT** eingibt und etwa 2.5 min wartet, bis man auf dem OS-9-Knoten den Prozeß **hwc_os9** erneut startet.

Literaturverzeichnis

- [Alb89] F. Albus,
Untersuchungen zum Gasanalysesystem des ZEUS-Übergangsstrahlungsdetektors,
BONN-IR-89-33
- [Bal84] Balsers Hochvakuum GmbH,
Partialdruckmessung in der Vakuumtechnik,
Best. Nr. BG 800 169 PD (8304),
A. Pfeiffer GmbH, Asslar, 1984
- [BS81] H. Gobrecht (Hrsg.),
Bergmann-Schaefer, Lehrbuch der Experimentalphysik, Band IV, Teil 2, Aufbau der Materie,
Walter de Gruyter, Berlin-New York, 1981
- [Daw76] P. H. Dawson (Hrsg.),
Quadrupole Mass Spectrometry and its Applications,
Elsevier Scientific Publishing Company,
Amsterdam-Oxford-New York, 1976
- [Dib88] P. Dibble,
OS-9 Insights, An Advanced Programmers Guide to OS-9/68000,
Microware Systems Corporation,
Des Moines-Santa Clara-Tokyo-Southampton (U.K.), 1988
- [FP90] S. M. Fisher, P. Palazzi,
The ADAMO Data System, Programmers Manual - Version 3.1,
CERN, Rutherford Appleton Laboratory, UK, Nov 1990
- [Jay66] R. Jayaram,
Mass Spectrometry, Theory and Applications,
Plenum Press, New York, 1966
- [Kap88] U. Kapp,
Eine Gasüberwachungsanlage mit einem Quadrupol-Massenspektrometer für die ZEUS-Übergangsstrahlungskammern,
BONN-IR-88-35
- [Kie68] H. Kienitz (Hrsg.),
Massenspektrometrie,
Verlag Chemie, GmbH, Weinheim/Bergstr. 1968
- [KL91] J. Kehres, R. Loveless,
User Manual for the ZEUS Hardware Control System, Version 1.0,
ZEUS-Note 91-118
- [Kle87] K. Kleinknecht,
Detektoren für Teilchenstrahlung,
B. G. Teubner, Stuttgart 1987
- [Krü91] J. Krüger,
The Uranium Scintillator Calorimeter for the ZEUS Detector at the Electron-Proton Collider HERA, The Heart of ZEUS,
DESY F35-92-02
- [Kue92] M. Kueckes,
The Transition Radiation Detector for ZEUS,
ZEUS-Note 92-030, 10. 03. 1992
- [Mat68] É. Mathieu,
Mémoire sur le mouvement vibratoire d'une membrane de forme elliptique,
J. Math. pures appl. 13, 137-203 (1868)
- [McD63] C. A. McDowell,
Mass Spectrometry,
Mc Graw-Hill Book Company, Inc.,
New York-San Francisco-Toronto-London, 1963
- [MS54] J. Meixner, F. W. Schäfer,
Mathieu'sche Funktionen und Sphäroidfunktionen,
Springer Verlag,
Berlin-Göttingen-Heidelberg, 1954
- [Pau89] W. Paul,
Elektromagnetische Käfige für geladene und neutrale Teilchen,
Nobel-Vortrag von Wolfgang Paul, Stockholm 1989
Phys. Bl. 46 (1990) Nr. 7
- [Rob68] J. Roboz,
Introduction to Mass Spectrometry, Instrumentation and Techniques,
Interscience Publishers, 1968
- [Sch86] H. R. Schwarz,
Numerische Mathematik,
B. G. Teubner, Stuttgart 1986
- [VG90] P. Traynor, C. Waterhouse,
PC Systems Software Manual,
VG Gas Analysis Systems Ltd., 1990
- [ZEU89] E. Ros (Hrsg.),
The ZEUS Detector, Status Report 1989
ZEUS-Kollaboration, 1989
- [ZEU90] ZEUS Collaboration,
The ZEUS Detector, Progress Report 1990
ZEUS-Note 90-087

Danksagung

An dieser Stelle sei all denen gedankt, die zum Entstehen meiner Diplomarbeit beigetragen haben.
Herrn Prof. Dr. E. Lohrmann danke ich für die Möglichkeit, diese Arbeit in der interessanten Atmosphäre der ZEUS-Kollaboration am DESY durchführen zu können.
Meinem Betreuer Dr. G. Poelz möchte ich für die zahlreichen Diskussionen, für die er jederzeit zur Verfügung stand, danken.
Viel gelernt habe ich außerdem von John Kehres, Richard Loveless und Masayuki Nakahata, die mit mir viel Zeit beim Erstellen der Computerprogramme verbracht haben.
Für die angenehme Arbeitsatmosphäre möchte ich mich bei meinen Mitdiplomanden Stefan Brühl, Thomas Janke, Ralf Kaiser, Bernd Micheel und Dirk Westphal besonders bedanken.
Danken möchte ich außerdem meinen Eltern, die mich während meines Studiums finanziell und — was oft noch viel wichtiger war — in schwierigen Situationen moralisch unterstützt haben.
Mein ganz besonderer Dank gilt schließlich Gina, die mit viel Geduld und Interesse meine Arbeit verfolgt hat.

Erklärung

Hiermit erkläre ich, daß ich die vorliegende Arbeit nur unter Verwendung der angegebenen Hilfsmittel und Quellen selbständig ausgeführt habe.

Hamburg, im Oktober 1992

(Kai Desler)

