

Quadrupol-Massenspektrometer in den letzten 30 Jahren

Geschichte, Entwicklung, Zukunftstrends

Patrick Walther



Design, Ausstattung und Anwendungsbereiche: Viel getan hat sich bei den Quadrupol-Massenspektrometern in den letzten 30 Jahren. Sie wurden kompakter, langlebiger, vielfältiger und digitaler. Zunächst vor allem in der Forschung verwendet, kommen sie heute auch in der Halbleiterindustrie, bei der Gefrier-trocknung oder der Dichtheitsprüfung zum Einsatz.

Bei den ersten handelsüblichen Quadrupol-Massenspektrometern (QMS) war das Steuergerät in ein 19-Zoll-Rack eingebaut und über Kabel mit dem Analysator sowie weiteren Baugruppen wie einem Hochfrequenz-generator verbunden (Abb. 1). Ein solches Gerät lässt sich entweder mithilfe des vierzeiligen LCD-Displays und der Tastatur komplett über das Steuergerät oder über eine PC-Software bedienen. Zur Kommunikation mit dem Rech-

ner diente eine serielle Schnittstelle (RS-232-C), die Softkeys unter dem Display wurden kontextabhängig verwendet. Über Module war auch der Einsatz analoger und digitaler Ein- und Ausgänge möglich. Die Ausgabe der Messwerte geschah über einen Schreiber- oder Oszillographen-Kanal [2].

Die damals verfügbare Software bestand aus verschiedenen Unterprogrammen, mit denen sich Messungen durchführen und das QMS einstellen ließen. So half ein bestimmtes Unterprogramm bei der Messung. Wenn man sich die gespeicherten Messergebnisse später ansehen wollte, musste man in einen anderen Teil der Software wechseln [3].

Abgelöst wurden diese ersten Massenspektrometer Anfang der 90er Jahre durch Kompakt-QMS für Massenbereiche bis 300 amu (Abb. 2). Dabei befindet sich die Elektronik

direkt an der Vakuumdurchführung des Analysators. Dadurch ist zusätzliche, im Rack installierte Elektronik nicht mehr nötig. Die Elektronik eines kompakten QMS erfordert normalerweise nicht viel mehr Bauraum als der Analysator. Im Vergleich zu den QMS mit Rack-Elektronik waren die kompakten Versionen relativ preiswert, dafür aber in der Performance begrenzt, vor allem im Hinblick auf Empfindlichkeit, Nachweisgrenze und Messgeschwindigkeit. Solche Geräte eignen sich vor allem für einfachere Aufgaben wie Restgasanalyse, Lecksuche oder Überwachung bestimmter Massen über einen definierten Zeitraum. Um den Analysator für Anwendungen im UHV auszuheizen, muss die Elektronik jedoch abgenommen werden.

Die Mehrzahl der auf dem Markt erhältlichen QMS besaß noch bis Mitte der 2000er Jahre eine serielle



Abb. 1 In den 1980er Jahren war das Steuergerät QMS 420 gebräuchlich, das in einem Rack eingebaut war.



Abb. 2 Das Prisma von Pfeiffer Vacuum war eines der ersten Kompakt-Quadrupol-Massenspektrometer.

Schnittstelle. Der Betrieb von mehreren Geräten in einem Netzwerk und über eine Software – das „Multiplexing“ – ließ sich zum Beispiel über ArcNet und Lichtleiter-Kabel umsetzen [4]. Später gab es dafür Geräte mit RS-485-, USB- oder Ethernet-Schnittstelle. Ethernet ermöglicht die Integration vieler QMS in ein Büro oder Fertigungsnetzwerk. Die drahtlose Kommunikation über WLAN ist ebenso möglich.

Auch die Betriebssoftware der Geräte wurde kontinuierlich weiterentwickelt, sodass sich die Bedienung mittels Software durchsetzte. Bei den auf Windows basierenden Programmen waren alle Funktionen – Einstellung, Kalibrierung, Messung, Auswertung – in einer Software vereint. Die Darstellung und Manipulation der Daten hatte sich deutlich vereinfacht, außerdem war es dank der Program-

mierung von Sequenzen möglich, Messaufgaben automatisiert ablaufen zu lassen. Für Serviceaufgaben wie die Einstellung der Massenskala oder die Bestimmung der Empfindlichkeit existieren automatische Routinen. Viele Hersteller bieten standardmäßig auch die Möglichkeit, quantitative Analysen über eine integrierte Matrixberechnung ablaufen zu lassen.

Aktuelle Geräte

Heutzutage dominieren am Markt die Kompakt-QMS (**Abb. 3**). Lediglich bei sehr anspruchsvollen Applikationen kommen noch QMS mit Rack-Elektronik zum Einsatz. Sie sind dank ihrer hochwertigeren Detektoren langzeitstabiler. Zudem sind die Analysatoren im Betrieb leichter ausheizbar und können gegebenenfalls auch in Umgebungen mit ionisierender

Strahlung oder starken Magnetfeldern arbeiten, wie es zum Beispiel bei Teilchenbeschleunigern oder Kernfusionsexperimenten gefordert ist.

Die technischen Daten der Kompaktgeräte verbesserten sich über die Jahre hinweg deutlich. Heute sind selbst mit diesen kleinen Systemen (Stabdurchmesser 6 mm, Stablänge 125 mm) Nachweisgrenzen von 10^{-15} hPa möglich. Auch Messgeschwindigkeiten bis hinunter zu 1 ms/amu lassen sich erreichen, beschränken jedoch die Nachweisgrenze. Mit maximal 30 W ist ihre Leistungsaufnahme recht gering.

Die Ionenquelle eines Massenspektrometers ähnelt dem Aufbau einer Heißkathoden-Messröhre. Daher bieten einige QMS den Vorteil einer integrierten Totaldruckmessung. Dabei wird der Entladungsstrom der Ionen genutzt, die beim Übergang von der

Tausende Produkte auf Lager



und verfügbar mit PhotonSpeed™

- Schnelle Auswahl** – Optimierte Such- und Filterfunktionen
- Schnelle Lieferung** – Gratis Express-Lieferung für Newport Produkte*
- Schnelle Ergebnisse** – Top-Produkte und Service für Ihre Forschung

Jetzt mit Newport auf die Überholspur. An die Forschung, fertig, los!
Mehr auf www.newport.com



Weitere Informationen über MKS Newport finden Sie unter www.newport.com.

* Weitere Informationen und Bedingungen finden Sie auf www.newport.com/free2day.
Nur gültig für Bestellungen aus und innerhalb den USA und Europa.



Schnelle Auswahl. Schnelle Lieferung. Schnelle Ergebnisse.

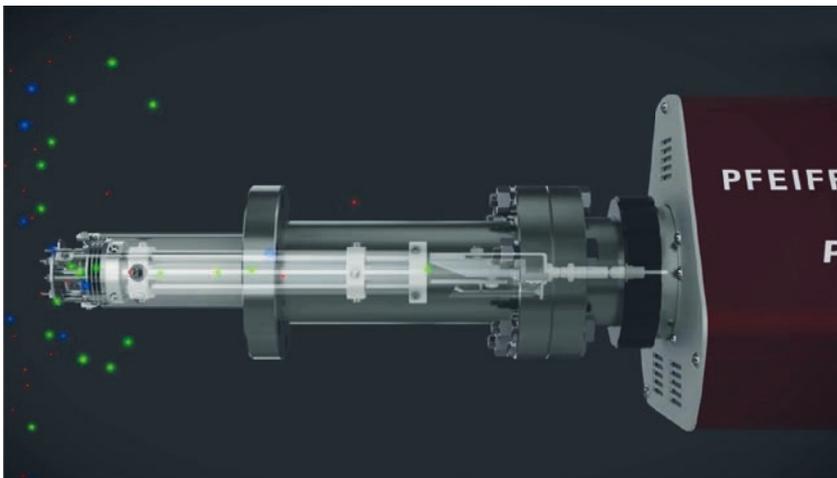


Abb. 3 Blick ins Innere des Kompakt-QMS PrismaPro von Pfeiffer Vacuum

Ionenquelle in das Stabsystem auf die Ausgangsblende auftreffen statt hindurchzufliegen. So wird das System vor unbeabsichtigtem Druckanstieg ohne die Verwendung einer externen Messröhre beziehungsweise einer zusätzlichen Redundanz geschützt. Die modernen Kompaktgeräte verfügen über eine Vielzahl von Schnittstellen.

Dank D-Sub-Stecker (EXT I/O und AUX I/O) gibt es zahlreiche analoge und digitale Ein- und Ausgänge. Die digitalen Eingänge ermöglichen es zum Beispiel, zuvor erstellte Messrezepte auszuwählen und zu starten. Die digitalen Ausgänge versorgen eine übergeordnete Steuerung mit Informationen über den Status des QMS, zum Beispiel über den Zustand der Emission oder über etwaige Fehlermeldungen, und können außerdem Ventile schalten. Ein analoger Eingang erlaubt es, externe Signale wie die Temperatur oder den Gasfluss einzulesen. Die analogen Ausgänge übermitteln die gemessenen Werte

– Ionenströme oder Konzentration – an eine übergeordnete Steuerung. Zudem kann eine externe Totaldruckmessröhre zum Filamentschutz oder für Kalibrieraufgaben direkt angeschlossen werden. Zur Kommunikation mit dem PC dient eine Ethernet-Schnittstelle, ein Mini-USB-Stecker ermöglicht die Kommunikation mit dem Gerät zu Servicezwecken [5]. Neben der Kommunikation mit einer Software kann im industriellen Umfeld die Kommunikation des QMS auch direkt mit einer SPS erfolgen. Einige Anbieter haben auch LabVIEW-Treiber im Angebot. Diese finden vor allem im universitären Umfeld für Versuchsaufbauten Einsatz.

Perspektiven und Trends

Das immer breitere Feld von Anwendungen, die Digitalisierung sowie die veränderten Anforderungen in den Märkten stellen die Massenspektrometer vor immer neue Herausfor-

derungen. Aus diesem Grund gilt es, sie kontinuierlich zu optimieren und an die sich ändernden Voraussetzungen anzupassen. Aktuell zeichnen sich zwei wesentliche Trends für die Weiterentwicklung der QMS-Technologie ab:

■ **Weiterentwicklung der Bediensoftware:** Die Nutzer wünschen eine einfach zu bedienende Oberfläche, ohne sich mit den Details und Theorien des QMS beschäftigen zu müssen. Nutzer aus der Industrie oder dem universitären Umfeld haben immer weniger Einarbeitungszeit, um sich mit den Geräten und ihrer Bedienung vertraut zu machen. Daher sollten tiefere Einstellungen nur für erfahrene Nutzer verfügbar sein. Einige Hersteller bieten eine browserbasierte Bedienoberfläche (ein Web-Userinterface, kurz Web-UI, **Abb. 4**) als Alternative zu einem PC-Programm. Hierbei läuft auf dem QMS ein Webserver, die Verbindung wird über die Eingabe der IP-Adresse

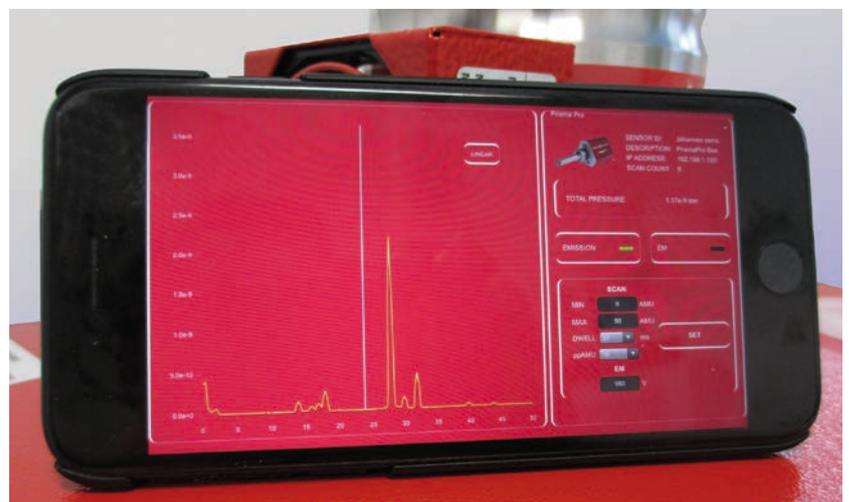


Abb. 4 Web-Userinterface des QMS auf einem Smartphone

OPTIK IST UNSERE ZUKUNFT™



Präzisionsprismen gefertigt von Edmund Optics®

- Große Vielfalt an Formen und Substraten
- Hohe Oberflächengenauigkeit & enge Winkeltoleranzen
- Großer Bestand an Standardkomponenten für eine schnelle Lieferung
- Build-to-Print & komplett kundenspezifisches Design

Unsere erstklassigen Fertigungskapazitäten für Prismen sind darauf ausgelegt, die anspruchsvollsten Anforderungen zu erfüllen. Unterstützt von umfangreicher Präzisionsmesstechnik werden alle Produkte gemäß der angegebenen Spezifikation geliefert.

Erfahren Sie mehr unter
[www.edmundoptics.de/
optical-prisms](http://www.edmundoptics.de/optical-prisms)



+49 (0) 6131 5700-0
sales@edmundoptics.de

EO Edmund
optics | worldwide

im Browser hergestellt. Oft sind hierbei aber nur bestimmte Messmodi möglich oder die Messergebnisse lassen sich nicht exportieren [6]. Die Optimierung der Funktionalität der Web-UIs ist einer der wichtigsten Ansatzpunkte für Weiterentwicklungen. Web-UIs sind unabhängig vom Betriebssystem des PCs und erfordern keine Software auf dem PC. Auch mobile Endgeräte können zur Steuerung des QMS dienen.

■ **Fortschreitende Miniaturisierung der QMS, insbesondere der Analytoren:** Relativ kleine Stabsysteme von 12 mm Länge haben sich bereits auf dem Markt etabliert und finden in größeren Stückzahlen Einsatz in Hochdruckanwendungen. Dank seiner kleineren Abmessungen kann solch ein QMS ohne zusätzliche Druckreduzierung und ohne eigenes Pumpsystem zur Prozessüberwachung bis in den Druckbereich von einigen 10^{-2} hPa dienen. Dies geht allerdings mit einer reduzierten Empfindlichkeit einher, die bei 10-fach kleineren Abmessungen um den Faktor 100 abnimmt [7].

Es gibt bereits Prototypen besonders kleiner QMS, die mithilfe der MEMS-Technik hergestellt wurden (MicroElectro-Mechanical Systems) [8]. Diese sind jedoch noch nicht auf dem Markt verfügbar. Ihr großer Nachteil ist die Empfindlichkeit gegen Partikel. Zudem müssen sie in hohen Stückzahlen produziert werden, um mit herkömmlich gefertigten QMS konkurrieren zu können. Vor diesem Hintergrund ist es fraglich, ob sich MEMS-basierte QMS in der Breite durchsetzen werden.

Breites Portfolio

Das Produktportfolio von Pfeiffer Vacuum umfasst ein breites Spektrum an Analysegeräten zur Gasbestimmung in verschiedenen Vakuumprozessen: vom Massenspektrometer bis zum komplexen Analysesystem. Die Basis für die meisten Lösungen zur Analyse ist unser Massenspektrometer PrismaPro. Das Prisma ist ein universell einsetzbares Massenspektrometer mit hoher Empfindlichkeit, kompakter Bauweise, modularem Aufbau und bedienerfreundlicher

Software. Es ist ideal für den Einsatz in Lecksuche, Halbleiterfertigung, Glasbeschichtung, Metallurgie und in Forschung und Entwicklung. Zusätzlich bietet Pfeiffer Vacuum Systeme für die Analyse im Grob- und Feinvakuum sowie High-End-Massenspektrometer an.

Literatur

- [1] W. Paul und H. Steinwedel, Zeitschrift für Naturforschung **8**, 448 (1953)
- [2] BALZERS Aktiengesellschaft, Betriebsanweisung Quadrupol Massenspektrometer Steuergerät QMS 420, BK 800 120 BD, 2. Ausgabe: 7 (1986)
- [3] Pfeiffer Vacuum GmbH, Betriebsanleitung Quadstar 32-bit, vpb68d1 (2002)
- [4] Pfeiffer Vacuum GmbH, Massenspektrometer Katalog, PK 0085 PD (2005)
- [5] Pfeiffer Vacuum GmbH, Broschüre PrismaPro, PK 0115 PDE (2017)
- [6] Pfeiffer Vacuum GmbH, Betriebsanleitung Web UI, BG 6002 BDE (2017)
- [7] K. Jousten (Hrsg.), Wutz Handbuch Vakuumtechnik, 11. Aufl., Springer Vieweg, Wiesbaden (2012), S. 679 ff
- [8] S. Wright et al., Journal of Microelectromechanical Systems **19**, 325 (2010)

Autor

Patrick Walther, Produktmanager für Vakuummess- und Analysegeräte, Pfeiffer Vacuum GmbH, Berliner Straße 43, 35614 Asslar, www.pfeiffer-vacuum.com