

Quadrupol-Massenspektrometer in den letzten 30 Jahren

Geschichte, Entwicklung, Zukunftstrends

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

Historischer Rückblick

Bei den ersten handelsüblichen Quadrupol-Massenspektrometern wurde das Steuergerät in ein 19-Zoll-Rack eingebaut und über Kabel mit dem Analysator sowie weiteren Baugruppen wie zum Beispiel einem Hochfrequenzgenerator verbunden. Abbildung 1 zeigt das zum Ende der 1980er Jahre gebräuchliche Quadrupol-Steuergerät QMS 420. Die Bedienung dieses Geräts erfolgte entweder mithilfe des vierzeiligen LCD-Displays und der Tastatur komplett über das Steuergerät oder über eine PC-Software. Für die Kommunikation mit dem Rechner wurde eine serielle Schnittstelle (RS-232-C) genutzt, 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 konnte auch über einen Schreiber- oder Oszillographen-Kanal erfolgen [2].

Die damals verfügbare Software bestand aus verschiedenen Unterprogrammen, mit denen Messungen durchgeführt und das QMS eingestellt werden konnte. So musste zum Beispiel für das Durchführen einer Messung ein bestimmtes Unterprogramm geöffnet werden; wollte man sich die gespeicherten Messergebnisse später ansehen, musste in einen anderen Teil der Software gewechselt werden [3].

Abgelöst wurden diese ersten Massenspektrometer dann Anfang der 90er Jahre durch Kompakt-QMS für Massenbereiche bis 300 amu. Anders als bei den bis dahin marktüb-

lichen QMS befindet sich bei den Kompaktversionen die Elektronik direkt an der Vakuumdurchführung des Analysators. Dadurch kann auf zusätzliche, im Rack installierte Elektronik verzichtet werden. Die Elektronik eines kompakten QMS benötigt normalerweise nicht viel mehr Bauraum als der Analysator. Im Vergleich zu den QMS mit Rack-Elektronik waren die kompakten Versionen zudem relativ preiswert, dafür aber in der Performance, vor allem im Hinblick auf Empfindlichkeit, Nachweisgrenze und Messgeschwindigkeit, begrenzt. Solche Geräte sind vor allem für einfachere Aufgaben wie Restgasanalyse, Lecksuche oder Überwachung bestimmter Massen über einen definierten Zeitraum geeignet. Um den Analysator für Anwendungen im UHV auszuheizen, muss die Elektronik jedoch abgenommen werden. Abbildung 2 zeigt einen der ersten Kompakt-QMS.

Die Mehrzahl der auf dem Markt erhältlichen QMS war noch bis zur Mitte der 2000er Jahre mit serieller Schnittstelle ausgestattet. Der Betrieb von mehreren Geräten in einem Netzwerk und über eine Software – das sogenannte „Multiplexing“ – wurde zum Beispiel über ArcNet und Lichtleiter-Kabel umgesetzt [4]. Später wurden dafür dann Geräte mit RS-485-, USB- oder Ethernet-Schnittstelle entwickelt. Ethernet ermöglicht die Integration einer Vielzahl von QMS in ein Büro- oder Fertigungsnetzwerk. Die drahtlose Kommunikation über WLAN ist natürlich ebenso möglich.

In den letzten 30 Jahren wurden die QMS kompakter, langlebiger, vielfältiger und digitaler. Ihre Anwendungsbereiche haben sich deutlich erweitert.

Auch die Betriebssoftware der Geräte wurde kontinuierlich weiterentwickelt. Die Bedienung am Steuergerät wurde beinahe vollständig durch die Bedienung mittels Software abgelöst. Bei den auf Windows basierenden Programmen wurden alle Funktionen – Einstellung, Kalibrierung, Messung, Auswertung – in einer Software vereint. Die Darstellung und Manipulation der Daten wurde deutlich vereinfacht, außerdem wurde es dank der Programmierung 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 darüber hinaus standardmäßig auch die Möglichkeit, quantitative Analysen über eine integrierte Matrixberechnung ablaufen zu lassen.



Abbildung 1: In den 1980er Jahren gebräuchliches Steuergerät QMS 420



Abbildung 2: Beispiel eines der ersten Kompakt-QMS, dem Prisma von Pfeiffer Vacuum

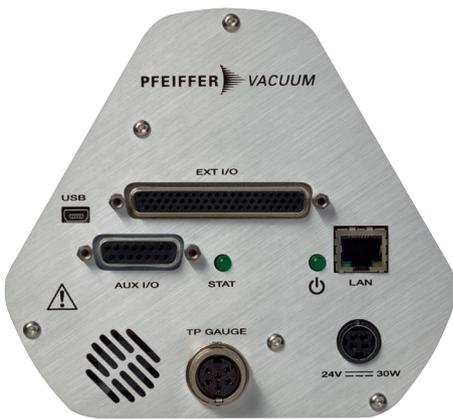


Abbildung 3: Schnittstellen an der aktuellen Version des Kompakt-QMS PrismaPro von Pfeiffer Vacuum

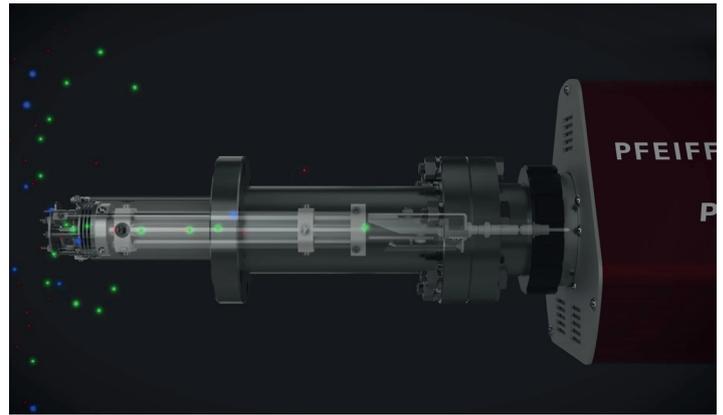


Abbildung 4: Blick ins Innere des Kompakt-QMS PrismaPro von Pfeiffer Vacuum

Aktuelle Geräte

Heutzutage dominieren am Markt die Kompakt-QMS. Lediglich bei sehr anspruchsvollen Applikationen werden die QMS mit Rack-Elektronik noch eingesetzt. Sie sind dank ihrer hochwertigen Detektoren langzeitstabiler. Zudem sind die Analysatoren im Betrieb leichter ausheizbar und können gegebenenfalls auch in Umgebungen mit ionisierender Strahlung oder starken Magnetfeldern eingesetzt werden, wie es zum Beispiel bei Teilchenbeschleunigern oder Kernfusionsexperimenten gefordert ist.

Die technischen Daten der Kompaktgeräte konnten über die Jahre hinweg deutlich verbessert werden. Heute sind selbst mit diesen kleinen Systemen (Stabdurchmesser 6 mm, Stablänge 125 mm) Nachweisgrenzen im Bereich von E-15 hPa möglich. Auch Messgeschwindigkeiten bis hinunter zu 1 ms/amu können realisiert werden, beschränken jedoch die Nachweisgrenze. Mit maximal 30 W ist ihre Leistungsaufnahme recht gering.

Die Ionenquelle eines Massenspektrometers ist dem Aufbau einer Heißkathoden-Messröhre sehr ähnlich. Daher bieten einige QMS den Vorteil einer integrierten Totaldruckmessung. Dabei wird der Entladungsstrom der Ionen genutzt, die beim Übergang von der 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. Abbildung 3 zeigt ein Beispiel.

Das in Abbildung 3 gezeigte Gerät bietet dank der D-Sub-Stecker (EXT I/O und AUX I/O) 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. Über einen analogen Eingang besteht die Möglichkeit, 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 Kalibrierungsaufgaben direkt angeschlossen werden. Über eine Ethernet-Schnittstelle erfolgt die Kommunikation mit dem PC, 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 werden vor allem im universitären Umfeld für Versuchsaufbauten eingesetzt.

Perspektiven und Trends

Das immer breiter werdende Feld potenzieller Anwendungen, die Digitalisierung sowie die veränderten Anforderungen in den Märkten stellen die Massenspektrometer vor immer neue Herausforderungen. Aus diesem Grund müssen sie kontinuierlich optimiert und an die sich ändernden Voraussetzungen angepasst werden. Aktuell zeichnen sich zwei wesentliche Trends für die Weiterentwicklung der QMS-Technologie in den nächsten Jahren ab.

Mit den aktuellen QMS-Modellen sind selbst mit kleinen Systemen Nachweisgrenzen im Bereich E-15 hPa möglich.

Zum einen die 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 wie zum Beispiel Ionenquellenparameter nur für erfahrene Nutzer verfügbar sein. Einige Hersteller bieten außerdem eine browserbasierte Bedienoberfläche (ein sogenanntes Web-Userinterface, kurz Web-UI, siehe Abbildung 4) als Alternative zu einem PC-Programm. Hierbei läuft auf dem QMS ein Webserver, die Verbindung wird über die Eingabe der IP-Adresse im Browser hergestellt. Noch bieten die Web UIs meist nur eine reduzierte Funktionalität: Oft sind 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 zukünftige Weiterentwicklungen. Web UIs sind unabhängig vom Betriebssystem des PCs. Außerdem muss keine Software auf dem PC installiert werden. Auch mobile Endgeräte können zur Steuerung des QMS verwendet werden.



Abbildung 5: Das Kompakt-QMS PrismaPro von Pfeiffer Vacuum

Zum anderen ist die fortschreitende Miniaturisierung der QMS, insbesondere der Analysatoren, ein weiterer Trend. Relativ kleine Stabsysteme (zum Beispiel 12 mm Länge) haben sich bereits auf dem Markt etabliert – sie finden auch in größeren Stückzahlen Einsatz in Hochdruckanwendungen. Dank seiner kleineren Abmessungen kann solch ein QMS ohne zusätzliche Druckreduzierung und ohne eigenes Pumpsystem zur Prozessüberwachung bis hinauf in den Druckbereich von einigen E-2 hPa verwendet werden. 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 (MEMS: microelectromechanical systems) [8]. Diese sind jedoch noch nicht auf dem Markt verfügbar. Ihr großer Nachteil ist die Empfindlichkeit gegen Partikel. Darüber hinaus 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 auf dem breiten Markt durchsetzen werden.

Breites Portfolio für unterschiedlichste Anwendungen

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



Abbildung 6: Web-UI eines QMS auf einem Smartphone

hoher Empfindlichkeit, kompakter Bauweise, modularem Aufbau und bedienerfreundlicher Software. Es ist ideal für den Einsatz in Lecksuche, Halbleiterfertigung, Glasbeschichtung, Metallurgie und natürlich in unzähligen Anwendungsfeldern von Forschung & Entwicklung. Zusätzlich bietet Pfeiffer Vacuum auch Systeme für die Analyse im Grob- und Feinvakuum sowie High-End-Massenspektrometer an.

Literatur:

- [1] W. Paul und H. Steinwedel, Zeitschrift für Naturforschung, 8a, S. 448 ff., 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, März 2002
- [4] Pfeiffer Vacuum GmbH, Massenspektrometer Katalog, PK 0085 PD, Juni 2005
- [5] Pfeiffer Vacuum GmbH, Broschüre PrismaPro, PK 0115 PDE, November 2017
- [6] Pfeiffer Vacuum GmbH, Betriebsanleitung Web UI, BG 6002 BDE, November 2017
- [7] K. Jousten (Hrsg.), Wutz Handbuch Vakuumtechnik, 11. Auflage, S. 679 ff., 2012
- [8] S. Wright et al., Journal of Microelectromechanical Systems, Vol. 19, No. 2, S. 325 ff., April 2010

*LabVIEW ist eine Marke der National Instruments Corporation

Irrtümer und/oder Änderungen vorbehalten. PI0469PDE (August 2018/0)