

I N S T I T U T D ' A E R O N O M I E S P A T I A L E D E B E L G I O U E

3 - Avenue Circulaire

B - 1180 BRUXELLES

AERONOMICA ACTA

A - N^o 210 - 1979

Detectie van positieve ionen in de stratosfeer

door

D. NEVEJANS

B E L G I S C H I N S T I T U U T V O O R R U I M T E - A E R O N O M I E

3 - Ringlaan

B - 1180 BRUSSEL

VOORWOORD

Het werk "Detectie van positieve ionen in de stratosfeer" is eerder voorgedragen als proefschrift tot het behalen van de graad van Doctor in de Toegepaste Wetenschappen (mei 1979, Rijksuniversiteit Gent).

AVANT-PROPOS

L'oeuvre "Detectie van positieve ionen in de stratosfeer" a été présentée comme thèse pour l'obtention du grade de Docteur en Sciences Appliquées (mai 1979, Rijksuniversiteit Gent).

FOREWORD

The work "Detectie van positieve ionen in de stratosfeer" has been submitted earlier in fulfillment of the requirements for the degree of Doctor of Applied Sciences (May 1979, Rijksuniversiteit Gent).

VORWORT

"Detectie van positieve ionen in de stratosfeer" ist eine Dissertation, die für den Titel Doktor der angewandeten Wissenschaften vorgestellt wurde (Mai 1979, Rijksuniversiteit Gent).

DETECTIE VAN POSITIEVE IONEN IN DE STRATOSFEER

door

D. NEVEJANS

	<u>Blz.</u>
Samenvatting	i
Résumé	ii
Abstract	iii
Zusammenfassung	iv
 <u>Hoofdstuk 1</u> : Algemene inleiding tot de atmosfeer	
1.1. De verschillende lagen in de neutrale atmosfeer	1
1.2. De ionosfeer	5
1.3. Ionenbestand in de ionosfeer/meetmethodes	7
 <u>Hoofdstuk 2</u> : Motivatie van dit onderzoekingswerk/Probleemstelling	
2.1. Ontbrekende gegevens over de samenstelling van de lagere ionosfeer	11
2.2. Belang van de kennis van het stratosferisch ionenbestand	11
2.3. Opzet van dit onderzoek	13
 <u>Hoofdstuk 3</u> : Opbouw van een stratosferische massaspectrometer.	
3.1. Interfacing probleem tussen de massaspectrometer en de stratosfeer	15
3.2. Keuze van een massafilter	17
3.3. Aanvullende apparatuur	18

Hoofdstuk 4 : Vacuümgedeelte, pomp en inlaatsysteem.

4.1.	Algemene beschrijving	21
4.2.	Het gecalibreerde inlaatlek	23
4.2.1.	Vooraf	23
4.2.2.	"Pin hole"-lek	23
4.2.3.	Stroming door het inlaatlek	25
4.3.	Afdichtingssysteem	32
4.4.	De cryopomp	37
4.4.1.	Pompkeuze	37
4.4.2.	Vulprocedure	39
4.4.3.	Pompsnelheid van de cryopomp	40
4.5.	Vacuümmeetkop	41

Hoofdstuk 5 : Massafilter, ionenlens en ionendetector

5.1.	Karakteristieken en montage van het massafilter	46
5.2.	Keuze van een ionendetector	48
5.3.	Spiraltron hoogspanningsvoeding	50
5.4.	Studie van de pulsgolfvorm	50
5.5.	Pulsbuffer en elektrometer	57
5.6.	Ionenlens en lensvoeding	61

Hoofdstuk 6 : De kwadrupoolvoeding en de massakontrole-eenheid.

6.1.	Inleiding	65
6.2.	Toepassing van de theorie der kwadrupolaire filters	65
6.3.	De kwadrupoolvoeding	72
6.4.	De massakontrole-eenheid	76
6.4.1.	Ontwerpfilosofie	76
6.4.2.	Opwekking van V_c	77
6.4.3.	Opwekking van U_c	83
6.4.4.	Basisklok	86
6.4.5.	Telvenster- of meettijdgenerator	87
6.4.6.	Stapjesteller	84
6.4.7.	Samenhang tussen de opwekking van V_c , de meettijdgenerator, de stapjesteller en de basisklok	93

6.4.8.	Kontrole en parametergeheugen	96
6.4.8.1.	Blokschema	96
6.4.8.1.	Parametergeheugen	98
6.4.8.3.	Sekwentie voor het doorsturen van woorden uit de dataruimte	101
6.4.8.4.	Interrupt logika	104
6.4.8.5.	Interrupt sekwentie	109
6.4.8.6.	Data enable signaal en dataklok	113
6.5.	Voorbeeld van een typisch meetprogramma	113
6.6.	De combinatie ionenteller - telemeting interface	116

Hoofdstuk 7 : Simulaties en ijkingen

7.1.	Proefopstelling voor stratosfeer-simulaties	121
7.2.	Kontrole van de lineariteit van de kwadrupoolvoeding	129
7.2.1.	Belang van de lineariteit	129
7.2.2.	Kontrole van de lineariteit	129
7.3.	Bepaling van de optimale lensspanningen	134
7.4.	Simulatie van de invloed van de inlaatpotentiaal	134
7.5.	Resolutietest door middel van ionen geproduceerd door fotoionisatie	144
7.6.	Meting van de ladingsdichtheid in het simulatievat	147
7.7.	Volledige simulatie van een ballonvlucht	149

Hoofdstuk 8 : Metingen tijdens stratosfeervluchten

8.1.	Resultaten van 3 technologische vluchten	152
8.2.	Resultaten van de lanceringen gedurende de campagne van 1977	154
8.2.1.	De vlucht van 12 juni 1977	154
8.2.2.	De vlucht van 11 september 1977	156
8.2.3.	De vlucht van 30 september 1977	160
8.3.	Kwalitatieve interpretatie	172
8.4.	Verwerking der spectra in reële tijd	176

Hoofdstuk 9 : Toekomst van de stratosferische massaspectrometer.

9.1. Eisen voor de volgende generatie massaspectrometers	179
9.2. Problemen bij de meting van negatieve ionen	180
9.3. Naar een meer preciese massabepaling	184
9.4. De nieuwe vluchtkontroleëenheid	185

Appendix A : Ion-molecule chemie van de stratosfeer

A.1. Produktie en levensduur van de positieve ionen	194
A.2. Ion-molecule chemie	195

Appendix B : Theorie betreffende kwadrupolaire massafilters

B.1. Bewegingsvergelijking	201
B.2. Differentiaalvergelijking 'van Mathieu; stabiliteit	203
B.3. Afwijkingen van de theorie	206

Appendix C : Vluchtgegevens

C.1. Vlucht van 17 mei 1974	209
C.2. Vlucht van 2 mei 1975	209
C.3. Vlucht van 22 september 1975	209
C.4. Vlucht van 12 juni 1977	210
C.5. Vlucht van 11 september 1977	210
C.6. Vlucht van 30 september 1977	210

<u>Referentielijst</u>	211
------------------------	-----

Samenvatting

De kennis van de concentratie en de aard van de ionen in de ionosfeer is steeds van groot belang geweest om de voortplantingsverschijnselen van electromagnetische golven in dit gedeelte van de aardatmosfeer te begrijpen. Sedert ongeveer 1965 onderzoekt men daarom intensief dit gebied met behulp van massaspectrometers aan boord van sonderingsraketten. Onder de 60 km hoogte echter is de methode om meettechnische redenen ongeschikt voor dit soort onderzoek. Dit werk beschrijft een detectieapparatuur voor positieve ionen die gebruik maakt van stratosferische ballons en die geschikt is voor de lagere gebieden van de ionosfeer, met name in het gedeelte van de D-laag dat samenvalt met de stratosfeer. Hoofdstuk 1 en 2 van deze tekst vormen een inleiding tot wat bekend is over de structuur van de atmosfeer en de ionosfeer, en meer bepaald over de D-laag; terwijl in hoofdstuk 3 wordt aangegeven aan welke desiderata het ontwerp van een stratosferische massaspectrometer moet voldoen. In hoofdstukken 4, 5 en 6 worden het vacuümgedeelte, het massafilter, het ionendetectiesysteem en de apparatuur, die de massainstelling bepaalt, besproken. De simulatie van het stratosferische ionenbestand, de resolutietesten en ijkingen zijn verzameld in hoofdstuk 7.

Het voorlaatste hoofdstuk handelt over de metingen die we met de stratosferische massaspectrometer in situ hebben uitgevoerd. Als voorname meetresultaat werden een aantal massaspectra bekomen die aantonen dat op een hoogte van ca. 35 km (5,1 mbar) de natuurlijke ionen te klasseren zijn in 2 families van hydraten. Bij de eerste ionensoort gaat het met grote waarschijnlijkheid om de theoretisch voorspelde protonhydraten, terwijl de tweede ionensoort bestaat uit de hydraten van een nog niet geïdentificeerd ion met masse 41 ± 1 A.M.U.

Hoofdstuk 9 besluit het proefschrift met een toekomstvisie op de techniek van de stratosferische massaspectrometers. Er wordt in uitgelegd op welke manier de resolutie en de signaalsterkte kunnen opgedreven worden en hoe, bij latere vluchten zowel positieve als negatieve ionen kunnen gemeten worden.

Résumé

La connaissance de la concentration et de la nature des ions dans l'ionosphère a toujours été considérée d'une grande importance pour la compréhension des phénomènes de radiopropagation dans cette partie de l'atmosphère. Dès lors, ce domaine est étudié intensivement depuis 1965 au moyen de spectromètres de masse sur fusées-sondes. Cependant, des difficultés technologiques interdisent l'usage de cette méthode en-dessous de 60 km d'altitude. Ce travail décrit un équipement de détection des ions positifs développé pour des nacelles de ballons stratosphériques et spécialement adapté aux couches les plus basses de l'ionosphère, c'est-à-dire la partie de la région D incluse dans la stratosphère. Les chapitres 1 et 2 constituent une introduction à la structure de l'atmosphère et de l'ionosphère avec une insistance particulière sur les problèmes de la couche D. Le chapitre 3 définit les spécifications auxquelles l'instrument doit répondre. Les chapitres 4, 5 et 6 couvrent la réalisation : parties sous vide, filtre de masse, système de détection d'ions et analyseur de masse. Le chapitre 7 décrit les essais au sol : simulation d'ions stratosphériques, calibration et essais de résolution.

Les mesures stratosphériques in situ font l'objet d'une description dans le chapitre 8. Le spectre de masse obtenu montre qu'à une altitude de 35 km (5,1 mbar) les ions naturels se divisent en deux classes d'hydrates : le premier groupe correspond avec une grande probabilité à des protons hydratés, d'ailleurs prédits par la théorie, le second correspond aux hydrates d'un ion non encore identifié de masse atomique 41 ± 1 .

Le chapitre 9 conclut le travail avec une étude des développements futurs des spectromètres de masse stratosphériques. Des améliorations de la résolution et de l'intensité du signal sont envisagées ainsi que la possibilité de combiner les observations d'ions positifs et négatifs lors de vols ultérieurs.

Abstract

The knowledge of concentration and kind of the ionospheric ions has been regarded as of great interest to the understanding of the propagation phenomena of electromagnetic waves in this part of the atmosphere. Since about 1965 scientists are monitoring intensively this region by means of rocket-borne mass spectrometers. Because of technological difficulties, this method is not useful at altitudes below 60 km. This work describes a balloon-borne experiment designed for the detection of ions in the lower region of the ionosphere; i.e. the stratospheric D-region. Chapter 1 and 2 summarize what was known before about the layer structure of the atmosphere and ionosphere, and in more detail about the D-layer. The design philosophy is given in chapter 3, while chapters 4, 5 and 6 describe the constructional details, e.g.: vacuum apparatus, mass filter, ion detection system and mass selection system. The simulation of a stratospheric ion population together with calibrations and resolution tests are covered by chapter 7.

Chapter 8 deals with the in-situ measurements performed with the stratospheric mass spectrometer. The mass spectra resulting from our experiment show that at an altitude of approximately 35 km (5,1 mbar) one can classify the natural ions into at least 2 groups of hydrates. One group can be related with great probability to the proposed protonhydrates, while a second series seem to be hydrates of a still unknown ion with a mass of 41 ± 1 A.M.U.

The last chapter points to future developments in the technique of stratospheric mass spectrometers. It explains how, in later flights, both positive and negative ions could be measured and how signal strength and resolution could be enhanced.

Zusammenfassung

Die Kenntnis der Dichte und der Natur der Ionen in der Ionosphäre wurde immer sehr wichtig für das Verständnis des Funkverkehrs in diesem Gebiet der Atmosphäre betrachtet. Seit 1965, wurde dieses Gebiet mit Hilfe Massenspektrometern in Raketen intensiv studiert. Technische Schwierigkeiten verbieten jedoch den Nutz dieser Methode unterhalb 60 km Höhe. Diese Arbeit beschreibt ein Entdeckungssystem der positiven Ionen, das für stratosphärischen Ballonkorben entwickelt wurde. Dieses System ist besonders auf die niedrigen Schichten der Ionosphäre, d.h. der Teil der D-Schichte in der Stratosphäre, angewendet. Kapitel 1 und 2 sind eine Einleitung zur Struktur der Atmosphäre und der Ionosphäre mit Dringen auf die Problemen der D-Schichte. Kapitel 3 definiert die Spezifizierungen des Instrumentes. Kapitel 4, 5 und 6 beschreiben die Realisierung: Vakuumtechnik, Massenfilter, Ionenentdeckungssystem und Massenwahl. Die Simulation der stratosphärischen Ionen sowie die Eichungen und die Proben des Auflösungsvermögen sind im Kapitel 7 beschrieben.

Die stratosphärischen Messungen sind im Kapitel 8 behandelt. Es folgt aus dem Massenspektrum, dass, auf einer Höhe von 35 km (5,1 mbar), die natürlichen Ionen in zwei Klassen Hydraten fallen: die erste Gruppe ist mit grosser Wahrscheinlichkeit zu den vorgeschlagenen Wasserstoffhydraten verbunden und die zweite Gruppe enthält Hydraten eines unbekanntes Ion mit Masse 41 ± 1 .

Kapitel 9 endet diese Arbeit bei einer Analyse der zukünftigen Entwicklungen der Stratosphärischen Massenspektrometern. Verbesserungen des Auflösungsvermögen und der Signalintensität, sowie die Möglichkeit gleichzeitige Beobachtungen der positiven und negativen Ionen werden erklärt.

Bedanking

In de eerste plaats wil ik Prof. M. Vanwormhoudt, Directeur van het Laboratorium voor Elektronica en Meettechniek van de Rijksuniversiteit te Gent, bedanken omdat hij zo welwillend aanvaard heeft als promotor op te treden voor dit proefschrift. Ik ben hem in het bijzonder dank verschuldigd omdat hij mij de mogelijkheid heeft geschonken aan te tonen dat de ingenieurswetenschappen ook in de discipline van de Aëronomie op hun plaats zijn.

Aangezien belangrijke fasen van dit werk verlopen zijn in het kader van mijn functie als assistent bij het Belgisch Instituut voor Ruimte-Aëronomie, gaat zeker mijn bijzondere dank naar al de mensen van het BIRA in Ukkel die van ver of nabij betrokken zijn geweest bij de opbouw van het experiment waarover de tekst handelt. Eerst en vooral denk ik daarbij aan Dr. E. Arijs en Dr. J. Ingels waarmee ik samengewerkt heb vanaf het prille stadium van de stratosferische massaspectrometer. Beiden hebben een zeer belangrijke rol gespeeld in het uiteindelijk welslagen van de proefneming door hun inbreng op het gebied van de massaspectrometrie en cryotechniek en via hun deelname aan de menigvuldige lanceeringen in Frankrijk. Verder wens ik in dit dankwoord P. Frederick en E. Van Ransbeeck te betrekken die samen met de mensen van het labo voor elektronica en de werkplaats voor mechanica - G. Breynaert, J. Craenen, G. Van den Wyngaert, M. Neven en M. Mathijs - instonden voor de praktische realisatie van de elektronische apparatuur, de onderdelen van het vacuümgedeelte en de structuur van de massaspectrometer, en voor de registratie van de telemetingsignalen en voor de recuperatie van het experiment.

Tot slot gaat ook mijn erkentelijkheid naar de personen die op administratieve wijze hun bijdrage hebben geleverd. In het bijzonder bedank ik M. De Clercq, A. Simon en F. Vandreck die gedrieën de tekst en de figuren van het manuscript in een leesbaar proefschrift hebben omgezet.

HOOFDSTUK 1 : Algemene inleiding tot de atmosfeer

1.1. De verschillende lagen in de neutrale atmosfeer⁽¹⁾⁽²⁾

Bijna steeds begint een studie handelend over de hogere atmosfeer met een hoofdstuk over de verschillende lagen die men in die atmosfeer kan onderscheiden. Ook in deze tekst kunnen we niet aan deze opdracht ontsnappen, temeer daar de kennis van deze lagen onontbeerlijk is voor een beter begrip van de volgende hoofdstukken. De verdeling van de atmosfeer, gebaseerd op de temperatuur als parameter, is gegeven in figuur 1.1. De onderste, ons meest vertrouwde laag van de atmosfeer noemt men de troposfeer. In deze zone, die onderaan in contact is met het aardoppervlak, speelt zich de weersituatie af. De temperatuur daalt er met zo'n 6°C per km hoogte tot ze een waarde bereikt van -50°C tot -85°C (pool of evenaar) aan de tropopauze. Deze bovenste limiet van de troposfeer varieert in hoogte naargelang de breedteligging. Aan de evenaar ligt ze rond de 17 km en aan de polen op 6 à 8 km. Op de gemiddelde breedtes zijn bovendien nog variaties mogelijk boven hoge of lage drukgebieden : daar ligt de tropopauze dan tussen de 13 en 7 km hoogte. Boven de tropopauze begint de stratosfeer. Hier stijgt de temperatuur van de atmosfeer opnieuw tot ze een waarde bereikt van 0°C ($\pm 20^\circ\text{C}$) op 50 km (± 5 km) hoogte, waar er terug een extremum in de temperatuurkurve voorkomt. Deze hoogte noemt men de stratopauze. Na de stratosfeer volgt er eens te meer een laag met een negatieve temperatuurgradiënt, de mesosfeer, die zich uitstrekt tot aan de mesopauze op 85 km (± 5 km) hoogte gelegen. De opeenvolging van lagen met positieve en negatieve temperatuurgradiënt volgt uit het feit dat de energiebalans tussen de absorptie en de uitstraling op iedere hoogte in de atmosfeer weer anders is. Zoals figuur 1.2 aantoont wordt de voornaamste bijdrage tot de absorptie van zonneënergie⁽³⁾ geleverd door O₃ (in het zichtbare gedeelte van het spectrum en lager dan 0,3 μm golflengte). Daarom is ozon dan ook van zeer groot belang voor het evenwicht van de atmosfeer.

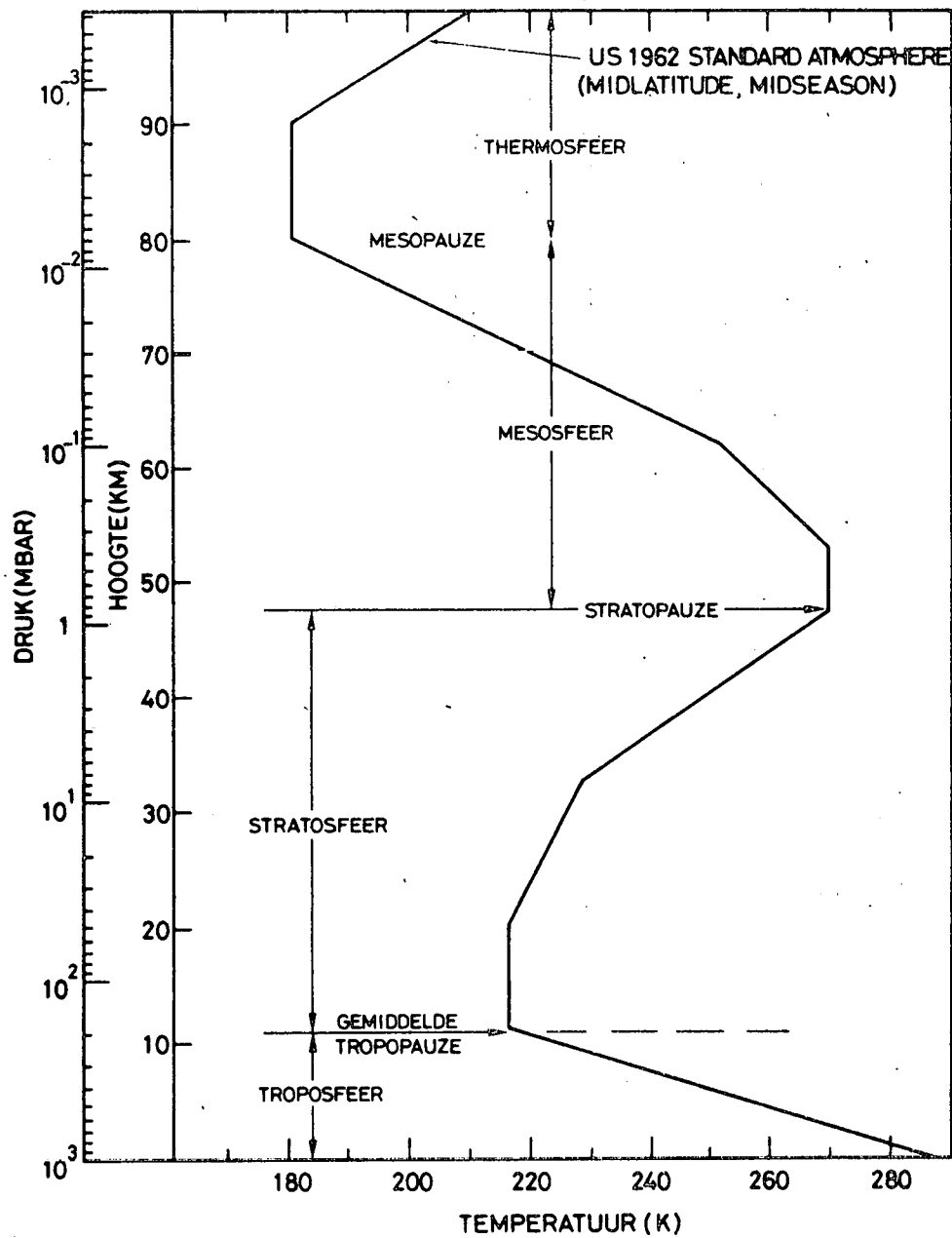


Fig. 1.1.- Verdeling van de stratosfeer in lagen met positieve en negatieve temperatuurgradiënt, tussen 0 en 100 km hoogte.

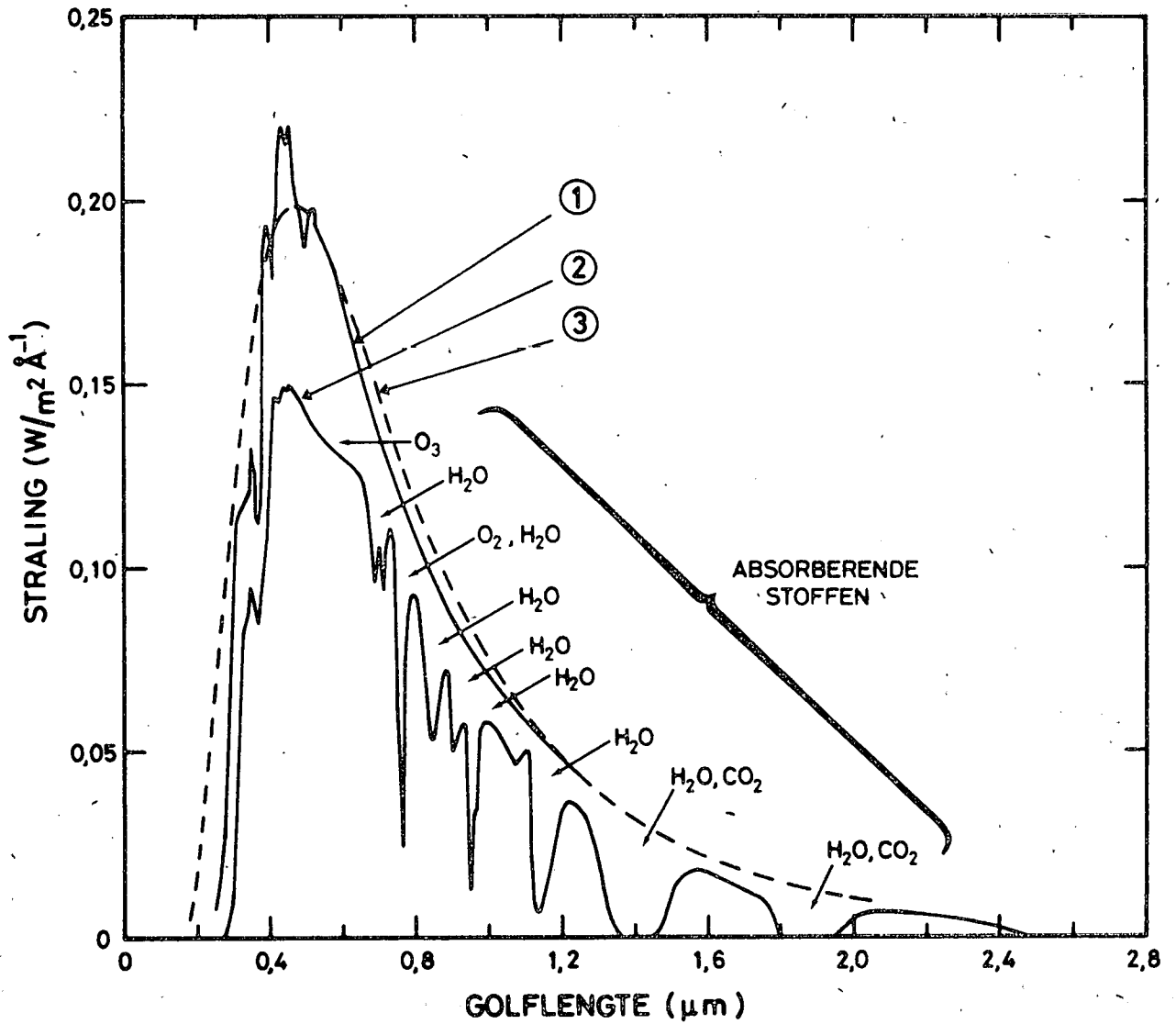


Fig. 1.2.- Zonnespectrum :
 1 buiten de atmosfeer
 2 op zeeniveau
 3 zwart lichaam op 5900°K .

Naast ozon spelen ook H_2O en CO_2 een rol in sommige golflengtegebieden (zie figuur). Het verliesmechanisme steunt op de spontane emissie van infrarood licht door CO_2 ($15\mu m$), O_3 ($9,6\mu m$) en H_2O ($18\mu m$) en op de verstrooiing en absorptie van licht door een aerosol-laag ("Junge laag") op 15 à 20 km hoogte gesitueerd.

Bekijken we nu wat de 3 onderste lagen van de atmosfeer gemeen hebben. Er is waargenomen dat de mengverhoudingen die in de troposfeer bestaan tussen de meest voorkomende gassen - namelijk 78% N_2 , 21% O_2 en 1% A -, ruwweg bekeken onveranderd blijven in de stratosfeer en zelfs in de mesosfeer. Dit wordt verklaard via de agiterende werking van turbulentie en winden die elke wijziging in de mengverhouding, ontstaan door diffusie van lichtere atomen en moleculen naar hogere lagen, teniet doet. Zodoende blijft het gemiddeld moleculair gewicht in dit gebied grosso modo konstant op een waarde van 28,9 atoommassaeenheden (A.M.U.). Omwille van zijn homogene samenstelling wordt deze zone de homosfeer genoemd. Zonder bruuske overgang gaat de homosfeer rond de 100 km over in de heterosfeer, waar de diffusie- en dissociatieverschijnselen de overhand krijgen op de menging, zodat de concentratieverandering van elk gas afzonderlijk dient bekeken. Uiteraard blijft het gemiddeld moleculair gewicht niet meer konstant met de hoogte. Het evolueert achtereenvolgens naar het moleculair gewicht van atomaire zuurstof (16), helium (4) en tenslotte atomaire waterstof (1) in de gebieden waar die qua aantallen overheersen. Geleidelijk aan wordt de atmosfeer op grotere hoogte zo ijl dat er praktisch geen botsingen meer voorkomen tussen de aanwezige deeltjes : dit is dan de exosfeer waar de aardatmosfeer geleidelijk overgaat in de zonneatmosfeer. Voor wat betreft het temperatuurverloop in de heterosfeer kunnen we nog vertellen dat boven de mesopauze de temperatuur opnieuw stijgt tot een limietwaarde van 600 à 2000°K bij de thermopauze, op 200 à 500 km hoogte gelegen.

Naast de 3 hoofdbestanddelen (N_2 , O_2 , A) van de homosfeer zijn er ook nog zogenaamde minoritaire bestanddelen aanwezig. Deze spelen een zeer belangrijke rol in de ion-molecule chemie van de homosfeer zoals blijkt uit appendix A. De studie van de concentraties van deze sporenelementen is één van de belangrijkste doelstellingen van de Aëronomie en

een uitvoerige beschrijving daarvan zou ons te ver afleiden van deze algemene bespreking. Als voornaamste minpritaire bestanddelen kunnen we noemen : CO_2 , CH_4 , CO , H_2O , H_2 , O_3 , N_2O , NO_2 , NO , OH , CH_3 , O , HNO_2 , enz. Een zeer gedetailleerde behandeling is te vinden in de referenties(4) en (5) uit de literatuurlijst.

1.2. De ionosfeer

In de loop van de twintiger jaren kwam men er achter dat de atmosfeer uit meer bestond dan alleen maar neutrale deeltjes. Door het bestuderen van de ontvangstkondities van radiogolven van verschillende golflengte vermoedde men het bestaan van verschillende reflekerende lagen in de hogere atmosfeer⁽⁶⁾⁽⁷⁾. Ergens tussen de 50 en 85 km onderscheidde men een D-laag, tussen 85 en 130 km een E-laag en daarboven nog een F1- en een F2-laag. Men vond dat deze lagen uit geladen deeltjes bestonden, elektronen en ionen, en dat het de elektronen waren die door hun kleine massa de belangrijkste rol speelden in de absorptie, reflectie of buiging van radiogolven. Het ganse gebied met talrijke, vrije elektronen kreeg eerst de naam van Heaviside-Kennely laag, maar werd later herdoopt tot ionosfeer. Jarenlang kreeg de bepaling van het elektronenbestand voorrang op het onderzoek van de ionen wegens het belang voor de voortplanting van radiogolven. Er werd gevonden dat de elektronenconcentraties in de D-, E- en F-lagen orden van grootte bereikten van respectievelijk 10^3 , 10^5 en 10^6 elektronen/cm³ (figuur 1.3). Verder onderzoek wees uit dat er in de ionosfeer eigenlijk geen lagenstructuur voorkwam, maar dat er eerder een continue elektronenverdeling met een aantal plotse variaties bestond. Bovendien werd het duidelijk dat de elektronendensiteit uiteindelijk toch bepaald werd door ionen en door de ion-electron recombiniatieprocessen die zich op verschillende hoogtes in de atmosfeer afspelen. In de lagere atmosfeer zijn de voornaamste bronnen van deze ionen : ionisatie door straling van radioactieve kernen en ionisatie door kosmische stralen (uit de interstellaire ruimte afkomstig als een primaire straling van protonen, alfa-deeltjes en andere zwaardere kernen met energiën vanaf 10^9 eV. Hogerop is er ook ionisatie door UV-licht en door X-stralen uit het zonnenspectrum en via allerlei reacties

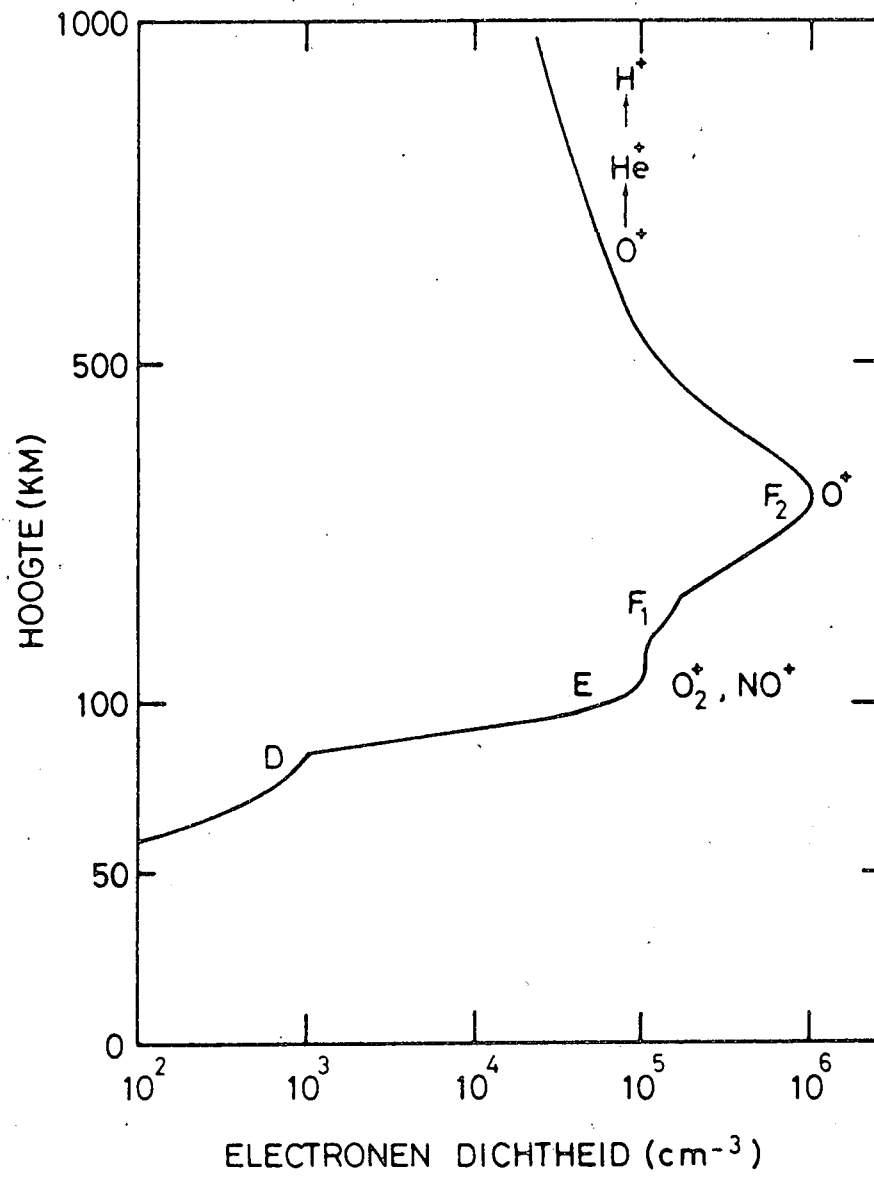


Fig. 1.3.- Electronendichtheid in de ionosfeer; indeling in D, E en F lagen.

tussen ionen onderling en tussen ionen en neutrale deeltjes (chemische ionisatie).

Zonder ons te storten in een uiteenzetting die ons te ver zou leiden, vermelden we nog dat kosmische stralen⁽⁸⁾⁽⁹⁾ niet-selektief ioniseren en dan nog het meest effectief zijn in het dichtste gedeelte van de atmosfeer waar N_2 en O_2 overwegen. Ze produceren dan ook voornamelijk N_2^+ en O_2^+ ionen. Ook de harde X-stralen dringen diep door en produceren N_2^+ en O_2^+ . De andere golflengten uit het zonnenspectrum, die als ionisatiebron in aanmerking komen, worden op grote hoogte geabsorbeerd en ioniseren selektief; vandaar dan ook de verscheidenheid in het ionenpakket op verschillende hoogtes.

Appendix A geeft een beknopt overzicht van de verschillende produktiemechanismen van ionen en ook van de reacties tussen ionen en neutrale deeltjes. We hebben ons hierbij beperkt tot de stratosfeer, het gebied waar onze metingen zullen op slaan. Voor de hogere ionosfeergebieden, zoals ondermeer de D-laag, verwijzen we naar de literatuurlijst⁽¹⁰⁾.

1.3. Ionenbestand in de ionosfeer/meetmethodes

In voorgaande paragraaf hadden we het over het elektronenbestand in de atmosfeer. Jarenlang heeft men dit met allerlei middelen aan boord van sonderingsraketten trachten te meten. De meetresultaten die bekomen werden met de zogenaamde "blunt probes"⁽¹¹⁾ die metingen uitvoerden tijdens een door parachutes afgeremde vrije val en de gegevens afkomstig van supersonische metingen met Langmuirprobes⁽¹²⁾ of probes gebaseerd op Faraday-rotatie, verschilden danig. Blunt-probe data bleken betrouwbaarder onder de 70 km hoogte omdat de aërodynamische stromingsverschijnselen rond de probe dan beter gekend zijn en vatbaar voor inpassen in een theorie. Supersonische metingen daarentegen worden als juist ervaren boven deze hoogte waar er geen schokgolven optreden. Uitgaande van deze elektronendensiteitsprofielen en steunende op het principe van de macroscopische neutraliteit van de atmosfeer, heeft men geprobeerd af te leiden hoe groot de dichtheid van de ionen wel kon zijn. Aangezien er zowel positieve als negatieve ionen kunnen bestaan in de atmosfeer, bleek

het al gauw beter rechtstreeks positieve en negatieve ionendensiteiten te meten. Met dit doel werden (en worden) o.a. "Gerdiencondensers"⁽¹³⁾⁽¹⁴⁾⁽¹⁵⁾ gelanceerd met raketten. Deze probes zijn opgebouwd uit 2 coaxiale, cilindrische condensatorelementen waartussen de atmosferische gassen geleid worden en die gestuurd worden met een zaagtandspanning. Uit de stroom-spanningskarakteristiek van de Gerdiencondensers kan in principe de mobiliteit van zowel positieve als negatieve ionen worden bepaald. Bovendien kan men uit de positieve en negatieve saturatiestromen de densiteit van negatieve en positieve ionen afleiden. Informatie over de ware aard van de aanwezige ionen leveren dergelijke proeven echter niet op. Het lag voor de hand massaspectrometers te gaan gebruiken om dit probleem op te lossen. Omdat men eerst geïnteresseerd was in het ionenbestand op grote hoogte en ook omdat de technische problemen dan kleiner waren (lage omgevingsdruk), is men bovendien bovenaan in de atmosfeer met het onderzoek gestart⁽¹⁶⁾.

Vanaf 1965 dook een nieuwe generatie experimenten op die in staat bleek een licht te werpen op de ionosferische kennis. In dat jaar werd door Narcisi en Bailey per raket de eerste massaspectrometer voor het onderzoek van de D-laag gelanceerd⁽¹⁷⁾. Het meetsysteem bestond uit een elektrostatisch, kwadrupolair massafilter⁽¹⁸⁾, geplaatst in een cryopomp (gekoeld met vloeibare stikstof) die voor een vacuüm zorgt waarin de vrije weglengte van de moleculen en ionen voldoende groot is. Neutrale deeltjes en ionen kunnen deze ruimte binnen komen via een lek, maar alleen ionen met een welbepaalde verhouding tussen massa en lading dringen door het massafilter en worden door een electronenvermenigvuldiger plus elektrometer of teller gemeten als stroom of naar aantal. Massaspectra gemeten met dit soort apparatuur door Narcisi et al.⁽¹⁹⁾⁽²⁰⁾ en andere groepen⁽²¹⁾⁽²²⁾⁽²³⁾⁽²⁴⁾ zorgden voor een aantal verrassingen. In de mesosfeer waar de theorie⁽²⁵⁾ hoofdzakelijk N_2^+ , NO^+ en O_2^+ voorspelde als positieve ionen, vond men daarnaast belangrijke hoeveelheden van gehydrateerde ionen; de zogenaamde "proton-hydraten" met samenstelling $H^+(H_2O)_{n=1, \dots}$ en $NO^+(H_2O)_{n=1, 2}$. Daarenboven werden er metaalionen ontdekt (Fe^+ , Mg^+ en ook Al^+ , Co^+ , Ni^+ , Na^+ , K^+ , Cr^+) van meteorenafbraak afkomstig. De ion-molecule chemie die aanleiding geeft tot de cluster-ionen is thans goed begrepen en is samengevat in verschillende overzichtsartikels⁽²⁶⁾⁽¹⁰⁾. Zie ook figuur 1.4 voor een bilan van de

MASSA IN .A.M.U.	IONENSOORT
19	H_3O^+
21	H_3O^+ (O^{18} isotoop)
30	NO^+
32	O_2^+ of S^+
34	S^+ (S^{34} isotoop)
37	$\text{H}_3\text{O}^+\text{H}_2\text{O}$
39	$\text{H}_3\text{O}^+\text{H}_2\text{O}$
41	$\text{Na}^+(\text{H}_2\text{O})$
46	NO_2^+ of $\text{N}_2^+(\text{H}_2\text{O})$
48	$\text{NO}^+(\text{H}_2\text{O})$, SO^+ of O_3^+
50	$\text{O}_2^+(\text{H}_2\text{O})$ of SO^+
55	$\text{H}_3\text{O}^+(\text{H}_2\text{O})_2$
60 ± 1	$\text{Na}^+(\text{H}_2\text{O})_2$
63 ± 1	$\text{H}_3\text{O}^+(\text{CO}_2)$, O_4^+ , SO_2^+ , HNO_3^+ of $\text{NO}_2^+(\text{H}_2\text{O})$
66 ± 1	$\text{NO}^+(\text{H}_2\text{O})_2$
73 ± 1	$\text{H}_3\text{O}^+(\text{H}_2\text{O})_3$
80 ± 2	$\text{H}_3\text{O}^+(\text{CO}_2) \cdot (\text{H}_2\text{O})$, SO_3^+ , HSO_3^+ of $\text{HNO}_3^+(\text{H}_2\text{O})$
91 ± 1	$\text{H}_3\text{O}^+(\text{H}_2\text{O})_4$
96 ± 2	SO_4^+ , HSO_4^+
109 ± 1	$\text{H}_3\text{O}^+(\text{H}_2\text{O})_5$

Fig. 1.4.- Bilan van de positieve ionen boven de strato-
pauze.

positieve ionen boven de stratopauze⁽²⁷⁾. Ook negatieve ionen werden met massaspectrometers aan boord van raketten waargenomen. De verschillende onderzoekers zijn het op dit vlak echter grondig oneens. Het team van Narcisi⁽²⁸⁾⁽²⁹⁾ vond in de E-laag tussen 90 en 115 km sporen van negatieve ionen waarvan men vermoedde dat het O_2^- , O^- , Cl^- en NO_2^- waren. Tussen 73 en 92 km werden opnieuw waterclusters gevonden, maar nu van de gedaante $NO_3^-(H_2O)_{n=0,5}$ of $CO_3^-(H_2O)_{n=0,5}$. Arnold en Krankowski⁽³⁰⁾ daarentegen vonden onder de 80 km CO_3^- als dominant ion samen met HCO_3^- , NO_3^- , Cl^- , $CO_4^-H_2O$ ofwel $NO_2^-HNO_2$, $CO_4^-(H_2O)_2$ en $NO_3^-(HNO_3)$ en sporen $O_2^-(H_2O)$ en $CO_3^-(H_2O)$. Narcisi weet de afwijkingen in de bekomen resultaten aan contaminatie door chloorverbindingen en aan het verschil in geometrie en potentiaal van het inlaatlek (dus verschillende fragmentatie van zware ionen).

HOOFDSTUK 2 : Motivatie van dit onderzoekingswerk/probleemstelling

2.1. Ontbrekende gegevens over de samenstelling van de lagere ionosfeer

Op dit ogenblik mag men de samenstelling van de F-lagen en de E-laag in de ionosfeer als min of meer bekend veronderstellen. Onderzoek over het oorzakelijk verband tussen de samenstelling van deze lagen en verschijnselen, zoals meteorieteninslag, kalme zon, zonneuitbarstingen en kosmische stralen, moet echter nog verder gezet worden met behulp van sonderingsraketten en satellieten. De informatie over de samenstelling van de D-laag is minder volledig. Zoals in hoofdstuk 1 vermeld werd heeft men door raketexperimenten wel het bovenste gedeelte (vanaf ca. 70 km) grondig geëxploreerd voor wat betreft soort en aantal ionen, maar is men onzeker over de negatieve ionen in dit gebied. Bovendien weet men praktisch niets over het gedeelte D-laag tot aan de stratopauze (50 km) en ook is men volledig in het ongewisse over de ionensamenstelling in de stratosfeer. Bij de start van dit werk is ons slechts één publicatie bekend met gegevens over de positieve ionen tussen 60 en 37 km hoogte⁽³¹⁾. We komen hier verder nog op terug.

2.2. Belang van kennis van het stratosferische ionenbestand

Gedurende lange tijd is er weinig motivatie geweest om ook in de stratosfeer ionen te gaan meten. Het geringe aantal ionen (en dus elektronen) heeft namelijk een miniem effect op de elektromagnetische golven, dit in tegenstelling met de dramatische weerslag van de D-, E- en F-lagen op de radioverbindingen en lange afstands navigatie. Hierna sommen we echter een aantal redenen op die een nader onderzoek van de stratosferische ionen kunnen verrechtvaardigen.

In de eerste plaats kan men via een meting van de ionen een idee krijgen over de concentraties van sommige, spaarzaam aanwezige neutrale bestanddelen die van belang zijn voor de chemie van de atmosfeer. De ionen van de D-laag en lager zijn tenslotte een eindproduct van een reeks reaktiemechanismen waar neutrale moleculen of atomen in tussenkomen. Ter illustratie verwijzen we naar eerdere metingen in de D- en E-laag die toelieten via een omweg de concentraties van H_2O , H_2O_2 , O en N te

bepalen⁽³²⁾⁽³³⁾⁽³⁴⁾. Ook in de stratosfeer kan men zich een toepassing van deze methode indenken om neutrale componenten te schatten. Arnold et al.⁽³⁵⁾ pasten deze methode reeds toe voor de estimatie van het door hen vermoedde CH_2O en Ferguson voorspelt⁽³⁶⁾ dat het negatieve ionenbestand een detector kan betekenen voor de atmosferische SO_2 . Voor nauwkeuriger schattingen zullen in de toekomst echter metingen met hogere massaresolutie nodig zijn, samen met een betere kennis van de reaktieschema's.

Een tweede reden tot meten die volgt uit het voorgaande, is het feit dat sommige neutrale componenten zouden ontstaan of verdwijnen door middel van reacties die zonder ionen niet mogelijk zijn. Het komt er dan op aan deze ionen te kennen om te begrijpen wat de bron- of verlies termen in de reacties zijn. Warneck⁽³⁷⁾ toonde aan dat bijvoorbeeld N^+ en O^+ , die hun oorsprong vinden in kosmische straling, in de stratosfeer de rol zouden kunnen spelen van bron of verliespost voor stikstofverbindingen met een oneven aantal atomen.

Hierbij sluit onmiddellijk het vraagstuk aan van de produktie van aërosols in de atmosfeer. Hedendaagse theorieën nemen aan dat aërosols afkomstig zijn van meteorietenafbraakmateriaal, van industriële activiteiten en van vulkanische uitbarstingen, en ook zouden ontstaan door toestandsverandering van gas naar vaste stof in de stratosfeer en in de troposfeer. Deze fazeverandering wordt in verband gebracht met kiemvormende processen. Sommigen menen⁽³⁸⁾ dat de waterclusters, die reeds in de mesosfeer en de stratosfeer gevonden zijn, een belangrijke rol spelen als voorlopers van kiemvorming. Daarvoor bestaan inderdaad aanwijzingen: metingen vanuit de OGO-6⁽³⁹⁾ satelliet lieten namelijk vermoeden dat 's zomers geringe concentraties ijskristallen zouden bestaan in de buurt van de polaire mesopauze. Daarop voortdurend besloot Chesworth⁽⁴⁰⁾ zelfs dat waterclusterionen in feite op ionen geënte ijskristallen of brokstukken van ijskristallen zouden zijn (afmetingen: enkele 100 Å) en altijd en overal in de mesosfeer zouden voorkomen. We moeten hier ook het belangrijke werk van Sikсна⁽⁴¹⁾⁽⁴²⁾ over waterclatharates vermelden die als voornaamste onbegrepen fenomenen ziet:

1) het vormingsproces van H_3O^+ -ionen en 2) de hydratatie van de primaire atmosferische ionen. Hoe dan ook, ionen die aan één of meerdere

H₂O moleculen gebonden zijn, schijnen in de chemie van de stratosfeer een invloed te hebben waarvan men de juiste draagwijdte op dit moment nog niet volledig door heeft⁽³⁶⁾⁽⁴³⁾. We halen hier de woorden van Mohen⁽⁴⁴⁾ aan : "In order to have a better understanding of the role of ions in the stratospheric aerosol formation processes, in situ measurements of concentrations of ions, OH, SO₂, NH₃ en aerosol size and number distribution must be made.

2.3. Opzet van dit onderzoek

Zoals we in voorgaande paragrafen lieten uitschijnen is de stratosfeer op ionosferisch gebied een nog braakliggende terrein: Er zijn nog maar schaarse metingen van het ionenbestand bekend. De eerste meting⁽³⁵⁾ geschiedde gedurende het dalende gedeelte van 3 raketvluchten en leverde bruikbare massaspectra op voor de ionen tussen 60 en 37 km hoogte. Arnold et al. die de metingen uitvoerden, stelden vast dat beneden de 40 km hoogte de waterclusters van de gedaante H⁺(H₂O)_n - de zogenaamde protonhydraten - de plaats ruimen voor ionen met massa 29₊₂, 42₊₂, 60₊₂ en 80₊₂ A.M.U. .

Het klassieke probleem met deze metingen is natuurlijk de schokgolfvorming bij de supersonische snelheden waarmee de raket door de atmosfeer raast. Ook hier duikt terug de gerechtvaardigde kritiek van Narcisi op⁽⁴³⁾; namelijk dat men geen precies beeld van het ionenbestand kan krijgen wegens de bijkomende reacties of fragmentaties die in een schokgolf kunnen plaatsgrijpen. Bovendien is de beperkte tijdspanne waarin een raketexperiment een bepaalde laag van de stratosfeer doortrekt, een hinderpaal voor een gedetailleerde opname van massaspectra. Soms is men dan ook verplicht massaresolutie op te offeren voor meer signaal per tijdseenheid, met als gevolg giswerk om de juiste massa aan een piek in het massaspektrum toe te schrijven (cfr. bovenstaande resultaten van Arnold et al.). De groep Arnold et al. is na de start van onze proeven ook overgeschakeld op metingen aan boord van ballons. Hun metingen hebben de onze later bevestigd. Voor dit onderzoek, dat als bedoeling heeft de meting van de positieve ionen in de stratosfeer, is van meet af aan uitgekeken naar een ander transportmiddel dan een raket. Ideaal voor langdurige metingen bleek de stratosferische ballon. Stratosferische

ballons zijn beschikbaar in volumes tot 100.000, 350.000 en zelfs 1.000.000 m³ gasinhoud (H₂ bij een paar honderd N/m²) en kunnen met lasten tot 300 kg en meer plafoneren op hoogtes tot 36 à 42 km. Aangezien de stratosferische ballon een traag vervoermiddel is mag men in de eerste plaats de schokgolfffenomenen vergeten. Daarenboven kan dit soort ballons urenlang op praktisch konstante hoogte blijven vliegen; wat meebrengt dat het ondanks de verwachte lage ionendichtheid in de stratosfeer (10^2 tot $10^4/cm^3$), mogelijk wordt een massaspektrum op te bouwen als een gemiddelde van opeenvolgende spektra die eenzelfde massagebied bestrijken. Deze laatste techniek maakt het mogelijk sporadisch aanwezige ionen te detekteren en ook opent hij perspectieven op metingen met hogere resolutie, wat dan weer een garantie is voor een nauwkeurige identifikatie van de ionensoort. Samenvattend kunnen we zeggen dat de bedoeling van dit onderzoek is, met behulp van een massaspektrometer aan boord van stratosferische ballons een bijdrage te leveren tot de detektie en eventueel ook de identifikatie van de positieve stratosferische ionen; en dit door gebruik te maken van niet eerder toegepaste technieken.

HOOFDSTUK 3 : Opbouw van een stratosferische massaspectrometer

3.1. Interfacing probleem tussen de massaspectrometer en de stratosfeer

Aangezien het in de bedoeling ligt de massaspectrometer in de stratosfeer te laten vliegen op hoogtes tussen 30 en 40 km, kunnen we schatten welke omgevingsparameters we in deze lagen mogen verwachten. Daarvoor nemen we onze toevlucht tot een standaardatmosfeer⁽⁴⁵⁾ die ons cijfers levert voor druk, temperatuur en dichtheid (zie tabel 3.1).

Daaruit blijkt dat de omgevingsdruk waarin onze massaspectrometer moet kunnen werken ligt tussen 1196 en 287 N/m² (of 8,97 en 2,15 torr). Anderzijds zullen we later, bij een meer gedetailleerde bespreking, zien dat de massaspectrometer pas goed kan werken bij drukken lager dan 10⁻² N/m² (10⁻⁴ mbar). Het konflikt tussen beide voorwaarden impliceert dat er tussen de buitenwereld en het binnenste van het toestel een drukverschil moet opgebouwd worden dat we in stand houden met een pompstelsel. Daartoe bevindt de massaspectrometer zich in een afgesloten ruimte die via een lek in contact staat met de stratosfeer en die door een vacuümpomp luchtledig wordt gezogen. De grootte van het lek wordt dan bepaald in functie van het compromis tussen pompvermogen, vluchthoogte en signaalsterkte; want: hoe groter het lek, hoe groter het signaal, maar ook hoe groter de druk in de ruimte achter het lek. Het zal nu duidelijk zijn dat, vooraleer we de massaspectrometer een vlucht kunnen laten maken, we moeten vertrekken vanaf een toestand waarin het inlaatlek dicht is. Immers, om bij een omgevingsdruk van 1 atmosfeer een druk lager dan 10⁻² N/m⁻² te garanderen in het apparaat zouden we een enorme pomp nodig hebben. Daarom is een afdichtingssysteem noodzakelijk dat het inlaatlek afgesloten houdt terwijl het experiment zich nog op aarde bevindt en ook terwijl de ballon het naar de gewenste hoogte brengt (stijgduur 2 à 3 uur). Dit afdichtingssysteem moet dermate eenvoudig zijn dat het door afstandsbesturing kan geopend worden.

Samenvattend dient de massaspectrometer dus reeds volgende voorzieningen te bezitten : 1) een vat, dat voorzien is van een gecalibreerd lek en dat de spectrometer bevat 2) een pompsysteem om dit vat onder voldoende lage druk te houden en 3) een afdichtingssysteem om zolang de

TABEL 3.1. : Druk, temperatuur, dichtheid en aantal deeltjes tussen
30 en 40 km hoogte (naar U.S. Standard Atmosphere 1976).

km	druk		druk	temp.	dichtheid	deeltjes
	torr	mbar	N/m ² of Pascal	°C	kg/m ³	per m ³
40	2,15	2,87	287	- 22,8	$3,99 \cdot 10^{-3}$	$8,30 \cdot 10^{22}$
39	2,46	3,28	328	- 25,5	$4,62 \cdot 10^{-3}$	$9,61 \cdot 10^{22}$
38	2,82	3,77	377	- 28,3	$5,36 \cdot 10^{-3}$	$1,11 \cdot 10^{23}$
37	3,24	4,33	433	- 31,1	$6,23 \cdot 10^{-3}$	$1,29 \cdot 10^{23}$
36	3,73	4,98	498	- 33,8	$7,25 \cdot 10^{-3}$	$1,50 \cdot 10^{23}$
35	4,30	5,74	574	- 36,6	$8,46 \cdot 10^{-3}$	$1,75 \cdot 10^{23}$
34	4,97	6,63	663	- 39,4	$9,88 \cdot 10^{-3}$	$2,05 \cdot 10^{23}$
33	5,75	7,67	767	- 42,1	$1,15 \cdot 10^{-2}$	$2,40 \cdot 10^{23}$
32	6,66	8,89	889	- 44,6	$1,35 \cdot 10^{-2}$	$2,81 \cdot 10^{23}$
31	7,73	10,31	1031	- 45,6	$1,57 \cdot 10^{-2}$	$3,28 \cdot 10^{23}$
30	8,97	11,97	1197	- 46,6	$1,84 \cdot 10^{-2}$	$3,82 \cdot 10^{23}$

omgevingsdruk te hoog is het lek gesloten te houden. Op deze 3 punten komen we in hoofdstuk 4 terug.

3.2. Keuze van een massafilter

Eens de ionen binnen gekomen zijn door het lek in het vat, moeten we ze op de een of andere manier kunnen selecteren naargelang hun massa. Daarvoor is dus een massafilter nodig. Men kan uitgaan van verschillende principes om een massafilter op te bouwen. We onderscheiden :

- 1) de statische massafilters, steunende op de combinatie van een magnetisch en een elektrisch veld waarin geladen deeltjes verschillende banen beschrijven naargelang hun massa; en
- 2) de dynamische massafilters, die gebruik maken van de tijdsafhankelijkheid van één van de parameters van het filter om deeltjes met verschillende massa te scheiden. Voorbeelden hiervan zijn : het omegatron, het kwadrupolair massafilter, de monopool en de "time-of-flight"-massafilters.

De meest bekende massafilters zijn de magnetische en de kwadrupolaire. Als we beide types onderzoeken op hun toepasbaarheid voor deze proef, dan merken we op dat magnetische massafilters eerder zwaar en volumineus uitvallen door de magneten die er deel van uitmaken. Hun massaresolutie $\frac{m}{\Delta m}$ wordt bepaald door mechanische onderdelen (spleten) en is dus niet op eenvoudige wijze van het ene op het andere moment te veranderen. Bovendien is de massa waarop ze afgestemd staan geen lineaire functie van het elektrisch of van het magnetisch veld. Kwadrupolaire massafilters, die steunen op het al dan niet beschrijven van stabiele banen in een elektrodynamisch kwadrupoolveld (zie appendix B), zijn daarentegen kompakt te bouwen, hebben een lineair verband tussen massainstelling en de stuurspanningen, en zijn op elektronische wijze te regelen in resolutie. Deze eigenschappen maken het kwadrupolair massafilter aantrekkelijk voor een toepassing in een stratosferische massaspectrometer. Immers, een elektronisch te regelen massaresolutie maakt het mogelijk tijdens een vlucht van het experiment de resolutie zo af te regelen dat er een aanvaardbaar compromis ontstaat tussen signaalsterkte

en scheidend vermogen. Ook wordt het daardoor mogelijk massaspectra te registreren met konstante piekbreedte door de resolutie $\frac{m}{\Delta m}$ in functie van de ingestelde massawaarde te korrigeren. Dit volgt uit de theorie van de kwadrupolaire massafilters en komt verder aan bod in hoofdstuk 5 bij de bespreking van het massafilter. Het kwadrupolaire massafilter moet gevoed worden met spanningen van de gedaante $(U - V \cdot \cos \omega_0 t)$ en $-(U - V \cdot \cos \omega_0 t)$ om het af te stemmen op een bepaalde massa en een bepaalde resolutie. In dit experiment zijn hiervoor 2 elektronische eenheden voorzien. Enerzijds is er de kwadrupoolvoedingseenheid die de bedoelde spanningen aflevert. Deze wordt op zijn beurt gestuurd vanuit een massakontrol-eenheid die als opdracht heeft de afstandsbesturingsignalen te interpreteren en in functie daarvan de voedingseenheid van de kwadrupool te voorzien van vooraf geprogrammeerde spanningswaarden. Beide modules worden verder behandeld in hoofdstuk 6.

3.3. Aanvullende apparatuur

Behalve een massafilter en een pompsysteem is er ook nog een elektrostatische lens nodig. Deze wordt geplaatst tussen het inlaatlek en het massafilter en draagt er zorg voor dat ionen die door het lek binnentreden onder de juiste intredehoek aan het filter aangeboden worden. De lenselementen worden voorzien van geschikte spanningen die geleverd worden door een voedingseenheid (negatieve polariteit voor positieve ionen).

Nadat de ionen het lek, de lens en het massafilter succesvol doorgekomen zijn moeten ze nog gedetecteerd worden. Daartoe bevindt er zich aan de uitgang van het massafilter een spiraltron (elektronenvermenigvuldiger) gevoed door een hoogspanningsvoeding, regelbaar tussen 1.8 kV en 3 kV. Telkens als het spiraltron getroffen wordt door een ion komt er op zijn anode een pakket elektronen (max. ca. 10^8 elektronen/ ion) terecht. We kunnen nu ofwel de aankomsten van deze pakketten tellen met een pulsteller ofwel de lading per tijdseenheid (stroom) meten. In dit experiment zijn beide mogelijkheden verenigd in een pulsbuffer/elektrometer, een schakeling die voor elk ladingspakket een spanningspuls produceert en die tegelijkertijd de gemiddelde stroom meet die afvloeit via een ingangselekweerstand. Op de voor- en nadelen van beide meetmethodes

komen we later nog terug. De pulsén uit de pulsbuffer worden geteld door een ionenteller die deel uitmaakt van de massakontrole-eenheid. Deze teller kan tot $2^{24}-1$ ionen tellen en is uitgerust met een pulsdiscriminator die toelaat alleen die pulsen te accepteren waarvan de amplitude een ingesteld discriminatieniveau overschrijdt. Tot slot van de opsomming van direct bij de werking van de spectrometer betrokken apparatuur, moeten we nog de programmeerbare voeding opnoemen die de potentiaal tussen inlaatlek en structuur van het apparaat doet variëren tussen -22 en $+2$ V. Deze voeding heeft als primaire bedoeling het potentiaalverschil, dat zich kan opbouwen tussen het apparaat en het onderzochte medium, teniet te doen. Daarnaast kan ze ook gebruikt worden om op de flens met het lek een zaagtandspanning (benaderd door een trapjesspanning) aan te brengen. Als we dan simultaan de stroom zouden meten die op de flens terecht komt, dan zouden we een stroom- en spanningskarakteristiek bekomen die ons iets kan leren over de ionendichtheid boven het lek. Hierover meer in het laatste hoofdstuk. Het experiment bevat ook nog enkele elektronische eenheden die bedoeld zijn om sommige technologische parameters van het toestel te verifiëren.

Bijzonder interessant als gegeven is de druk in de vacuümruimte waarin het massafilter zich bevindt. Deze druk meten we met een Penning-drukmeetkop en zijn geassocieerde voedingseenheid. Deze module levert een hoogspanning van $2,3$ kV en bepaalt, via een meting van de stroom door de meetkop, de drukwaarde. De kennis van deze druk laat ons toe van op afstand te controleren of het afdichtingssysteem van de spectrometer open of dicht is en ook of de limietdruk van 10^{-4} mbar (10^{-2} N/m²) niet overschreden wordt. Dit is ondermeer van belang indien we het experiment verder willen laten functioneren terwijl het per parachute gerecupereerd wordt. Dit kan bijvoorbeeld interessant zijn om tijdens het dalen bepaalde massapieken te blijven onderzoeken. Omdat deze drukmeting echter geen idee geeft over het nog resterende pompvermogen van de vacuümpomp, zijn er 2 koude-gevoelige weerstanden ingebouwd in de voorraad vloeibare helium van de hier toegepaste cryopomp. Op deze manier zijn op elk moment druk en heliumstand bekend.

Nog één extra parameter wordt er gemeten : de stand van het afdichtingssysteem. Dit geschiedt om in geval van slecht functioneren van

het apparaat te controleren of de arm van het afdichtingssysteem wel volledig weggezaaid is. Tenslotte willen we nog vermelden dat, op uitzondering van massakontroleëenheid, alle besproken modules gevoed worden vanuit één voedingsmodule, die 28 V gelijkspanning levert en die zelf haar vermogen betreft uit een batterij Ag-Zn accumulator (gekozen om het geringe gewicht).

HOOFDSTUK 4 : Vacuümgedeelte, pomp en inlaatsysteem.

4.1. Algemene beschrijving

De belangrijkste onderdelen van het vacuümgedeelte van de massaspectrometer vinden we terug in de opengewerkte tekening van figuur 4.1. Bovenaan op de tekening vinden we de flens met het gecalibreerde lek 5 waarlangs de ionen het vat binnentreden. Dit lek wordt afgedicht door een polyimide afdichting 13, die door een arm 10 tegen de flens wordt aangedrukt. Enerzijds wordt de arm, die kan roteren rond een horizontale as, tegen de afdichting aangespannen door een stalen kabel 14 en anderzijds wordt hij ervan weggeduwd door een veer 11 die om zijn as gewikkeld is. De spanning op de arm en op de afdichting wordt geregeld met behulp van de schroef 16. Van zodra dan de kabel 14 doorgeknipt wordt door een pyrotechnische kabelsnijder 15, zwiëpt de arm weg en komt het lek vrij. Het ontstekingsmechanisme van de kabelsnijder wordt tot ontbranding gebracht door afstandsbesturing.

Verder zien we op dezelfde tekening de cryopomp. Deze bestaat hoofdzakelijk uit een reservoir met vloeibare helium 1. Naar de buitenwereld toe wordt het reservoir thermisch geïsoleerd door een stralingscherm 2, gekoeld door afdampende helium, en door een gemetaliseerde glasvezelmantel 3. Aan de binnenzijde is het reservoir gescheiden van de rest van het vacuümgedeelte door zogenaamde "chevron baffles" 4. Er is ook een inlaat 6 voorzien waarlangs vloeibare helium naar het reservoir kan overgeheveld worden en een uitlaat 7 waaruit de gasvormige helium kan ontsnappen. Het niveau van de vloeibare helium in het reservoir wordt gepeild langs een ingang 8.

In de ruimte achter de flens met het lek 5 en binnen de "chevron baffles" 4 gelegen, is er nu plaats om de elektrostatische lens 17 en het massafilter 18 te plaatsen. Achter dit massafilter is de elektronenvermenigvuldiger 19 gelocaliseerd. Vermelden we tot slot nog de optische onderbreker 12 die de stand van de arm meet en ook de Penningdrukmeterkop 9 die we gebruiken om het vacuüm in het vat te meten.

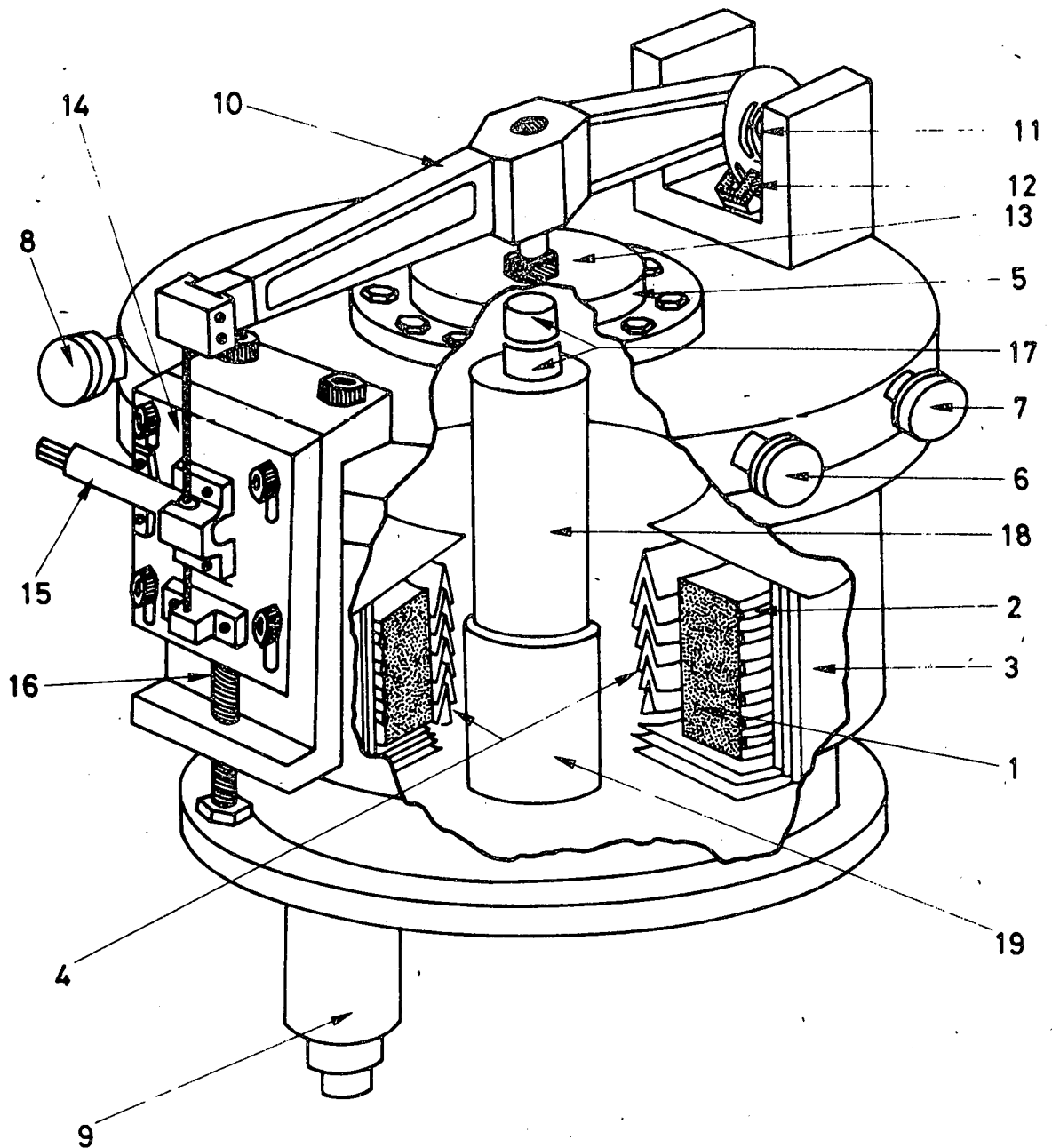


Fig. 4.1.- Overzicht van het hoogvacuüm gedeelte van het instrument.

1: Reservoir voor vloeibare helium; 2: stralingsschermen; 3: gemetalliseerde glasvezelmantel; 4: chevron baffle; 5: inlaatflens; 6: heliuminlaat; 7: helium gasuitlaat; 8: heliumpeiler inlaat; 9: Penningdrukmeterkop; 10: afdichtingsarm; 11: stalen veren; 12: optische schakelaar; 13: polyimide prop; 14: stalen kabel; 15: kabelsnijder; 16: spanbout; 17: ionenlens; 18: kwadrupool; 19: spiraltron.

4.2. Het gecalibreerde inlaatlek

4.2.1. Vooraf

In de allereerste versie van deze stratosferische massaspectrometer bestond het inlaatlek uit een platinafolie van 12 μm dikte waarin met een robijnlaser 800 gaatjes van 12 μm diameter geboord werden. We werkten toen dus met een rooster van 800 lekken die ongeveer van dezelfde grootte waren als de vrije weglengte van de moleculen, die gegeven is

$$\lambda = \frac{50}{P_{\text{torr}}} \mu\text{m} \approx 10 \mu\text{m}$$

In zo'n geval is de stroming van het moleculaire type; daarmee wordt bedoeld dat er vrijwel geen botsingen voorkomen tussen moleculen onderling, maar dat daarentegen de botsingen met de wanden van het lek overwegen.

Nu laten lekken met een moleculair stromingsregime zeer onefficiënt ionen door met thermische energie, zoals we die aantreffen in de atmosfeer, en bovendien is dit soort lekken in een folie zeer gevoelig aan doorklappen bij drukverschillen groter dan 50 mbar (5000 N/m^2). Dit laatste fenomeen doet zich onder andere voor bij het afsluiten van het vacuümgedeelte en het starten van de pompen. Om deze twee redenen zijn we van dit soort lekken afgestapt en is er een lek ontworpen van het "pin-hole"-type, waardoor moleculen en ionen binnentreden via een stroming in overgangsregime tussen moleculaire en visceuse stroming.

4.2.2. "Pin hole"-lek : figuur 4.2

Dit lek bestaat uit één enkel gat geboord in een roestvrij stalen flens van 2 mm dikte. In de buurt van het gat is de dikte gereduceerd tot 0,1 mm zodat, met het oog op de transmissie, de lengte van het lek gereduceerd werd tot een aanvaardbare afmeting. Achtereenvolgens werden verschillende diameters voor het gat geprobeerd met nominale

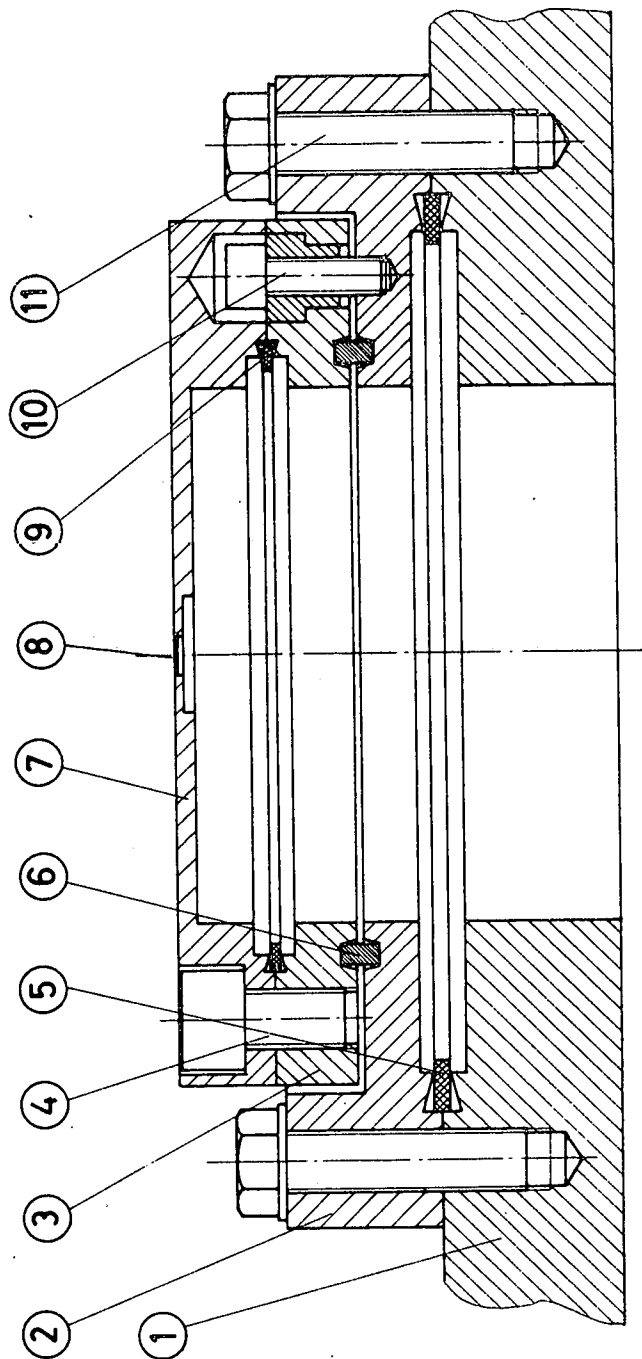


Fig. 4.2.- Inlaatlek

1: bovenste flens van de cryopomp; 2: overgangsfLens (NW 100 CF);
 3: overgangsfLens met Vespel O-ring; 4: M 8 bouten; 5: NW 100 CF
 koper-O-ringen; 6: Vespel O-ring; 7: inlaatflens (NW 63 CF conflat
 flens); 8: lek; 9: NW 63 CF koper O-ring; 10: Vespel afstandsbuis;
 11: M 8 bouten.

waarden van 0,1, 0,2 en 0,3 mm. Na enkele vluchten werd bevonden dat, rond 35 km hoogte, de laatste waarde (0,3 mm) een geschikt compromis opleverde tussen transmissie (= signaalsterkte) en de druk in de pomp. Zie daarover ook verder. De flens met het lek is elektrisch geïsoleerd van de structuur van de massaspectrometer, zodat het mogelijk is de flens van een voorspanning te voorzien ten opzichte van deze structuur. Zoals we reeds eerder opmerkten heeft dit zijn nut om de potentiaalval, die zich kan opbouwen tussen het experiment en de stratosfeer, op te heffen. Om deze isolatie voor mekaar te brengen is de flens gemonteerd met O-ringen en afstandsbussen in polyimide (Vespel materiaal van Dupont). Dit materiaal heeft als bijkomend voordeel dat het uitstookbaar is tot 250°C en dat het lekdicht blijft tot bij de temperatuur van vloeibare stikstof.

4.2.3. Stroming door het inlaatlek

Naargelang de drukwaarde waarbij een stroming van gas optreedt kunnen we onderscheid maken tussen visceuse stroming (turbulent of laminair), moleculaire stroming of stroming in overgangsregime. Er bestaat een dimensieloze grootheid, het Knudsen getal, die gedefiniëerd is als de verhouding tussen de gemiddelde vrije weglengte λ en een karakteristieke afmeting D van het lek, en waarvan de waarde bepaalt onder welke van de 3 regimes de stroming valt. Het is zo dat :

$D/\lambda > 110$ visceuse stroming betekent,

$1 \leq D/\lambda \leq 110$ het overgangsregime voorstelt en

$D/\lambda < 1$ in moleculaire stroming resulteert.

Wetende dat in ons geval de druk tussen 287 N/m² (2,15 torr) en 1196 N/m² (8,97 torr) ligt (zie §3.1) en dat $D = 0,1, 0,2$ of $0,3$ mm hebben we in figuur 4.3 uitgezet wat het Knudsen getal wordt. Het is nu meteen duidelijk dat D/λ overal tussen 1 en 110 ligt, zodat we midden in het overgangsgebied zitten. We zullen nu verder aantonen, door vergelijken van meetresultaten en een mathematisch model, dat in het drukgebied waar we werken de transmissie praktisch onafhankelijk is van de druk, zoals bij moleculaire stroming.

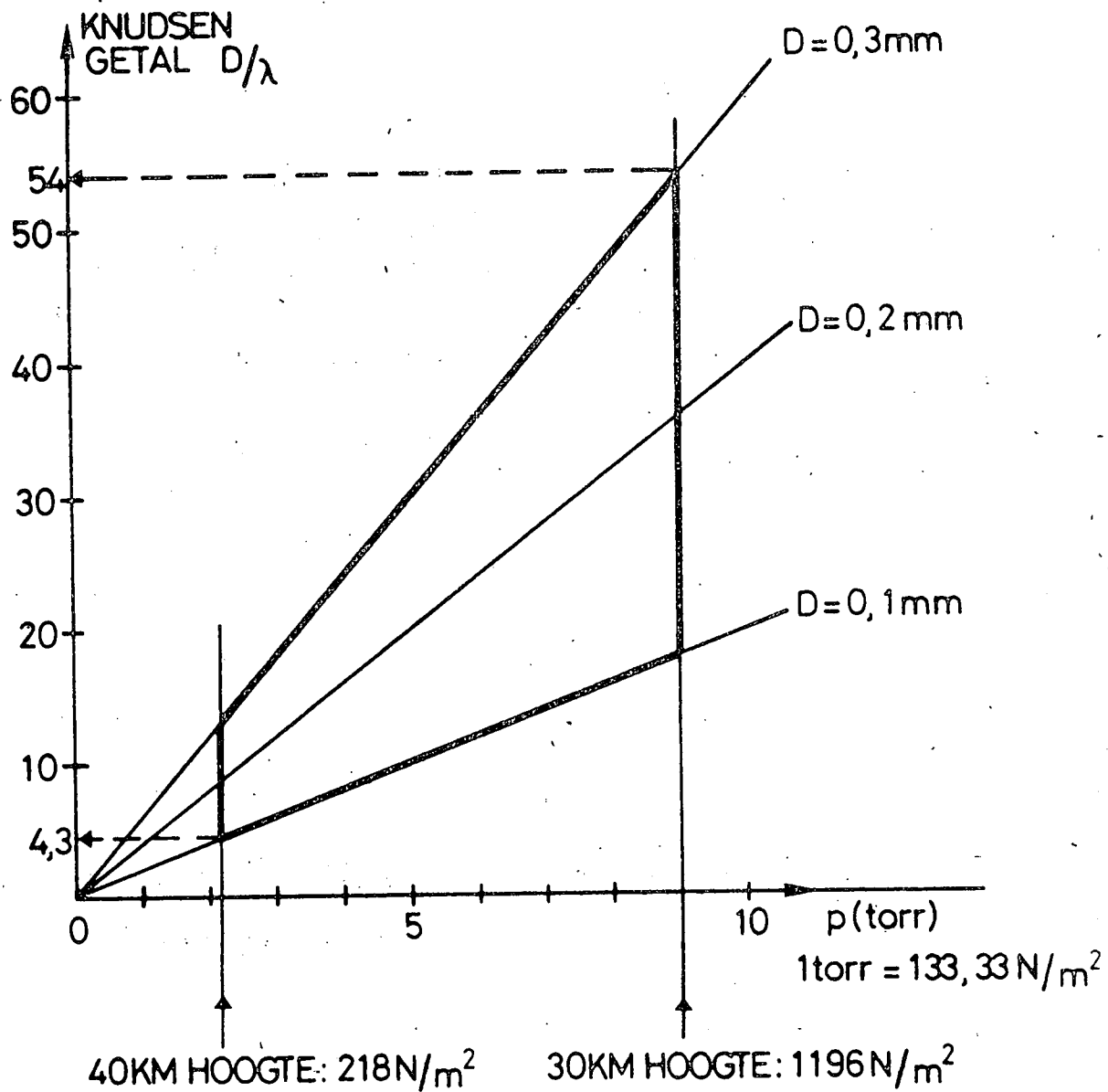


Fig. 4.3.- Knudsengetal D/λ voor verschillende lekken en vlieghoogtes.

De meetresultaten werden bekomen via de proefopstelling van figuur 4.4. Hierbij werd een vat 2 van bekend volume V leeggepompt langs het bedoelde lek. De drukafname in het vat werd geregistreerd met een capaciteitsmanometer (MKS Baratron) in functie van de tijd en vergeleken met de resultaten van het model. We kunnen de drukdaling in het vat als volgt berekenen. Het aantal mol gas dat zich op een gegeven ogenblik in het vat bevindt is volgens de algemene gaswet evenredig met $P.V/R_0.T$ als

- P = druk van het gas
 V = volume van het vat
 T = temperatuur van het gas
 R_0 = universele gaskonstante : 8,314 Joule/°K.

Aangezien we onze proeven als isothermisch mogen beschouwen en omdat we gemakkelijk rekenen met drukken en volumes, nemen we verder het produkt $P.V$ als maat voor de hoeveelheid gas in het vat. De afname van deze hoeveelheid is nu gelijk aan de hoeveelheid gas die naar de pomp stroomt door het lek; dus :

$$- \frac{d(P.V)}{dt} = \text{debiet door het lek (N.m/sec of torr.liter/sec)}$$

Men stelt nu dat de gasstroom het produkt is van een conductantie C (analogon van de elektrische geleidbaarheid van het lek en van het drukverschil over het lek :

$$- \frac{d(P.V)}{dt} = C.(P - P_{\text{pomp}}) = C.P$$

want P_{pomp} is verwaarloosbaar.

Bovendien is het volume V van het vat konstant, zodat :

$$\frac{dP}{dt} = - \frac{C.P}{V}$$

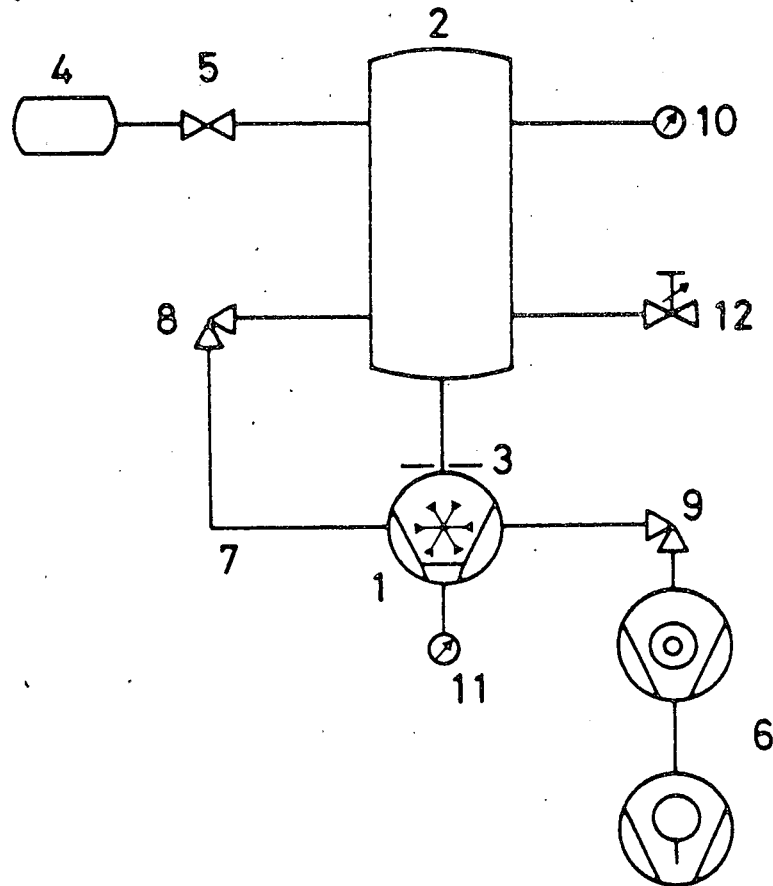


Fig. 4.4.- Vacuümpstelling om de conductantie C van het pin-hole lek te bepalen.

1: cryopomp; 2: vat; 3: inlaatlek of pin-hole;
 4: hulpvat met bekend volume; 5: kraan;
 6: turbopomp; 7: by-pass; 8 en 9: kranen;
 10: capacitieve manometer (MKS Baratron);
 11: drukmeetkop Bayard Alpert; 12: hulplek.

De uitdrukking van de conductantie wordt in de literatuur⁽⁴⁶⁾⁽⁴⁷⁾⁽⁴⁸⁾ gegeven voor verschillende soorten van stroming; onder andere voor moleculaire stroming (C_m) en voor overgangsströmung (C_t). Voor moleculaire stroming van lucht door een lek met cirkelvormige doorsnede is C :

$$C_m = 3,81 \cdot \sqrt{\frac{T}{M}} \cdot \frac{D^3}{L}$$

als

D en L = diameter en lengte van het lek in cm

M en T = moleculair gewicht en temperatuur.

C_m = conductantie in liter/sec.

Een nog preciesere formule is :

$$C_m = 3,81 \cdot \sqrt{\frac{T}{M}} \cdot \frac{D^3}{L} \cdot \frac{15 \cdot (L/D) + 12 \cdot (L/D)^2}{20 + 38 \cdot (L/D) + 12 \cdot (L/D)^2}$$

C_m hangt niet af van het drukverschil over het lek, zodat nu

$$\frac{d}{dt} (P) = -C_m \cdot \frac{P}{V}$$

of
$$\frac{dP}{P} = -\frac{C_m}{V} \cdot dt$$

De drukafname in het vat kent dus in het geval van een lek met moleculaire stroming een exponentieel verloop (analoog als bij het ontladen van condensator) :

$$P = P(t=0) \cdot e^{(-t/(V/C_m))}$$

In het geval van stroming in het overgangsregime (transition flow); zoals in ons geval, is de uitdrukking van de conductantie C heel wat ingewikkelder. Roth⁽⁴⁶⁾ geeft hiervoor een formule, afkomstig van Knudsen,

die geldig is op voorwaarde dat overal in het lek dezelfde soort stroming heerst :

$$C = \frac{1}{L} \cdot \left[\alpha \cdot \bar{P} + \beta \cdot \frac{1 + \gamma \cdot \bar{P}}{1 + \delta \cdot \bar{P}} \right]$$

met $\alpha = 0,0327 \cdot \frac{D^4}{\eta}$

$$\beta = 3,81 \cdot D^3 \sqrt{\frac{T}{M}} = C_m \cdot L$$

$$\gamma = 0,147 \cdot \sqrt{\frac{M}{T}} \cdot \frac{D}{\eta}$$

$$\delta = 0,181 \cdot \sqrt{\frac{M}{T}} \cdot \frac{D}{\eta}$$

$$\bar{P} = \frac{P + P_{\text{pomp}}}{2} = \frac{P}{2}$$

C in liter/seconde

P in torr (= 133,33 N/m²)

η in poise

D in cm

L in cm

T in °K

Een betere uitdrukking, die rekening houdt met het veranderlijk regime in een lek, bekomt men door integratie. Beschouwen we inderdaad een heel kort stukje lek met lengte ΔL en een drukverschil ΔP , dan is $\bar{P} = P$ en

$$C = \frac{1}{\Delta L} \cdot \left[\alpha \cdot P + \beta \cdot \frac{1 + \gamma \cdot P}{1 + \delta \cdot P} \right]$$

De stroming Q door dit stukje lek is dan gegeven door :

$$Q = C \cdot \Delta P = \frac{\Delta P}{\Delta L} \cdot \left[\alpha \cdot P + \beta \cdot \frac{1 + \gamma \cdot P}{1 + \delta \cdot P} \right]$$

Voor oneindig kleine afstanden dL wordt dit :

$$Q \cdot dL = dP \cdot \left[\alpha \cdot P + \beta \cdot \frac{1 + \gamma \cdot P}{1 + \delta \cdot P} \right]$$

Door integratie van 0 tot L, de lengte van het lek, bekomt men dan :

$$Q.L = \int_{P_{\text{pomp}}}^P \left(\alpha.P + \beta \cdot \frac{1 + \gamma.P}{1 + \delta.P} \right) dP = \int_0^P \left(\alpha.P + \beta \cdot \frac{1 + \gamma.P}{1 + \delta.P} \right) dP$$

$$\begin{aligned} \text{of } Q.L &= \int_0^P \alpha \cdot d \left(\frac{P^2}{2} \right) + \frac{\beta}{\delta} \cdot \int_0^P \frac{d(1 + \delta.P)}{1 + \delta.P} + \beta \cdot \gamma \cdot \int_0^P \frac{P \cdot dP}{1 + \delta.P} \\ &= \alpha \cdot \frac{P^2}{2} + \frac{\beta}{\delta} \cdot \ln(1 + \delta.P) + \frac{\beta \gamma}{\delta^2} \cdot \left[1 + \delta.P - \ln(1 + \delta.P) \right]_0^P \end{aligned}$$

$$\text{of } Q = \frac{1}{L} \cdot \left[\frac{\alpha}{2} \cdot P^2 + \frac{\beta \cdot \gamma}{\delta} \cdot P + \frac{\beta}{\delta^2} \cdot (\delta - \gamma) \cdot \ln(1 + \delta.P) \right]$$

Nu is $\beta = C_m \cdot L$, zodat :

$$Q = C_m \cdot \left[\frac{\alpha}{2\beta} \cdot P^2 + \frac{\gamma}{\delta} \cdot P + \frac{\delta - \gamma}{\delta^2} \cdot \ln(1 + \delta.P) \right]$$

We kunnen deze formule nog schrijven in functie van $X = P.D$. Dan komt er :

$$Q = \frac{C_m}{D} \cdot [q_1 \cdot X^2 + q_2 \cdot X + q_3 \cdot \ln(1 + \xi \cdot X)]$$

$$\text{met } q_1 = 4,29 \cdot 10^{-3} \cdot \sqrt{\frac{M}{T}} \cdot \frac{1}{\eta}$$

$$q_2 = 0,812$$

$$q_3 = 1,0378 \cdot \sqrt{\frac{T}{M}} \cdot \eta$$

$$\xi = 0,181 \cdot \sqrt{\frac{M}{T}} \cdot \frac{1}{\eta}$$

Keren we nu terug naar het model van de proefopstelling, dan is :

$$- \frac{d}{dt} (P.V) = Q = \frac{C_m}{D} \cdot [q_1 \cdot X^2 + q_2 \cdot X + q_3 \cdot \ln(1 + \xi \cdot X)]$$

$$\text{of } \frac{dX}{dt} = \frac{C_m}{V} \cdot [q_1 \cdot X^2 + q_2 \cdot X + q_3 \cdot \ln(1 + \xi \cdot X)]$$

Daaruit volgt dan weer na integratie dat :

$$t = \frac{V}{C_m} \cdot \int_{X(t)}^{X(t=0)} \frac{dX}{q_2 \cdot X + q_1 \cdot X^2 + q_3 \cdot \ln(1 + \xi \cdot X)}$$

Deze integraal is niet analytisch te berekenen en moet dus met numerieke methodes opgelost worden.

De numerieke methode is toegepast om het stromingsmodel van een lek, met nominale afmetingen $D = 0,11$ mm en $L = 0,16$ mm, te vergelijken met de werkelijke stroming. Er is gebleken dat het theoretische drukverloop voor een lek met stroming in overgangsregime (voor $M = 28,8$; $T = 293,15^\circ\text{K}$ en $\eta = 1,712 \cdot 10^{-4}$ poise) goed klopt als we $D = 0,075$ mm kiezen inplaats van $D = 0,11$ mm. Figuur 4.5 toont ons de berekende kurve $P(t)$ voor $D = 0,075$ mm tesamen met de experimenteel bekomen meetpunten. Op dezelfde figuur staat ook het exponentiële drukverloop geplot voor een moleculaire stroming. Nu blijkt dat het model voor dit soort stroming ook een resultaat oplevert dat goed aan te passen is aan de experimentele data met een keuze $D = 0,08$ mm. Dit betekent dus dat voor een lek met $D = 0,11$ mm en $L = 0,16$ mm de stroming voldoet aan het geval van overgangstroming en dat bovendien de conductantie van het lek praktisch onafhankelijk is van het drukverschil over het lek, omdat ook het model voor moleculaire stroming goed past in het gebied 287 N/m^2 tot 1196 N/m^2 waarin we willen werken. Het feit dat men een diameter moet invoeren die iets kleiner uitvalt dan de met optische middelen gemeten waarde van $0,11$ mm, kan verklaard worden door het feit dat de effectieve diameter waarschijnlijk kleiner is omwille van de ruwheid van het gat. Dit wordt bevestigd door het feit dat beide modellen in dezelfde zin afwijken van de nominale waarde van D . Op de andere lekken zijn geen proeven genomen in de aard van figuur 4.4. Het volstond één lek te calibreren om het te gebruiken bij het bepalen van de pompsnelheid van de cryopomp.

4.3. Afdichtingssysteem

Een belangrijk probleem, waar we in hoofdstuk 3 al op hebben gewezen, is het afdichten en openen van het inlaatlek. Het is van het grootste belang dat het lek op afdoende wijze kan afgesloten worden van de buitenwereld zolang de buitendruk niet voldoende laag is, en dit om een lange vluchtduur te kunnen waarborgen (zie ook verder). Daarnaast moet het afdichtingssysteem zo ontworpen zijn dat, eenmaal het lek vrijgemaakt is, het helemaal uit de buurt van het lek verdwenen is. Op die

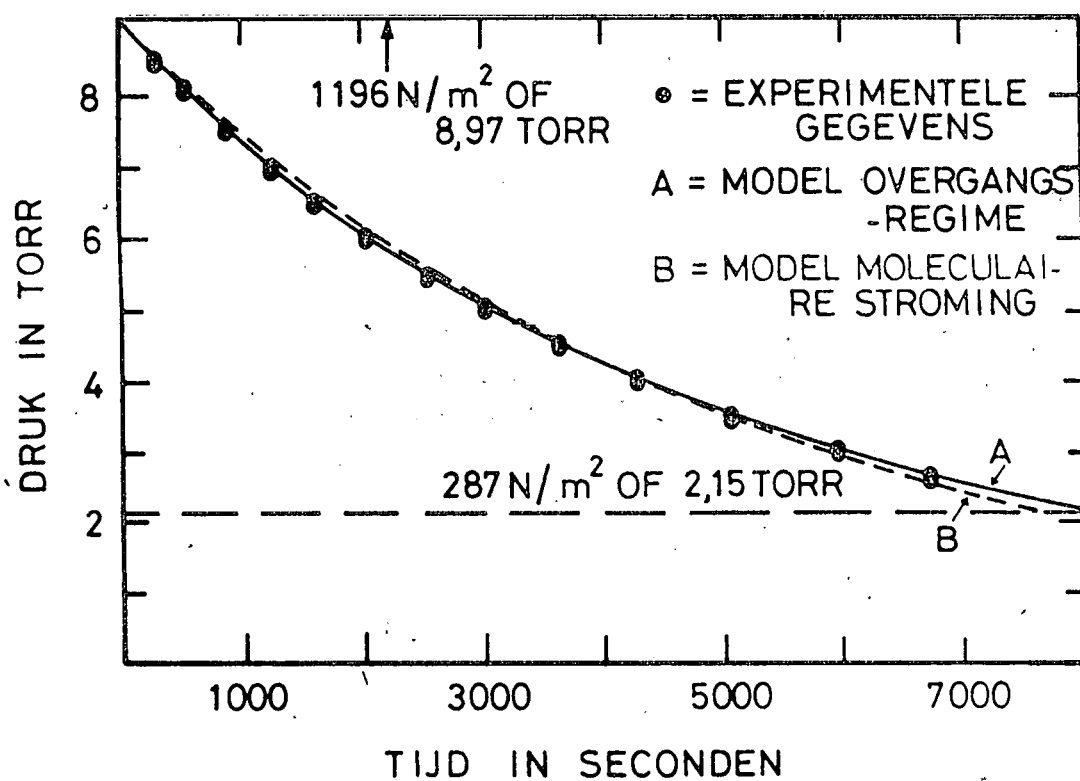


Fig. 4.5.- Best passende kurven aan experimentele gegevens over "pin hole"-lek;

A: overgangsregime met $D = 0,075$ mm

B: moleculaire stroming met $D = 0,08$ mm

manier zullen er geen storende metalen en isolerende onderdelen het veld rond het inlaatlek kunnen beïnvloeden en de intrede van ionen bemoeilijken.

In de literatuur vindt men voorbeelden van dergelijke systemen. Zo bestaan er ondermeer : elektro-magnetisch bekrachtigde kleppen⁽⁴⁹⁾⁽⁵⁰⁾, kleppen die geopend worden door middel van pyrotechnisch bediende hamers⁽⁵¹⁾ en kleppen die openen langs een pyrotechnisch veroorzaakte scheurlijn⁽⁵²⁾⁽⁵³⁾. De elektro-magnetisch bekrachtigde kleppen hebben als voordeel dat ze omkeerbaar kunnen werken; zo kan na het openen het inlaatlek terug afgesloten worden. De andere systemen hebben als nadeel dat ze ingewikkeld zijn en soms maar voor éénmalig gebruikt geschikt zijn (scheurlijn).

Het eerste systeem dat we voor deze proef ontwikkelden bestond uit een flens die het lek afsloot door middel van een O-ring en die vastgevoerd was door middel van 3 explosieve bouten. Op het moment van het openen werden deze tot ontploffing gebracht, zodat de flens kon weggeduwd worden door 3 veren die verzonken lagen tussen de flens en het pomplichaam. Dit openingssysteem heeft ons heel wat last bezorgd, met als gevolg dat we zijn gaan uitkijken naar een systeem dat heel wat eenvoudiger en bedrijfszekerder moest zijn. Hierbij zijn we uitgegaan van de stelregel dat dit alleen bereikbaar was door het aantal onderdelen, dat bij de opening een rol speelt, drastisch te beperken. Zo ontstond het huidige systeem zoals het door figuur 4.6 weergegeven wordt. Het grootste onderdeel is een aluminium arm die aan zijn ene uiteinde rond een horizontale as kan draaien. Gezien het geringe gewicht van de arm werken er hoofdzakelijk volgende krachten op : 1) de veerkracht van 2 stalen veren 8 die rond de as zijn gewikkeld 2) de trekkracht van een stalen kabel 3 van 1 mm diameter, die aan het andere uiteinde de arm naar het inlaatlek toe dwingt en 3) de reactiekrachten op het midden van de arm en op de as. In het midden van de arm, precies boven het inlaatlek, is een polyimide-prop (Vespel kunststof van Dupont de Nemours) gemonteerd, die door middel van een bout, die in de arm op en neer schroeft, kan bijgesteld worden. De kracht, die op de prop werkt, kan bijgesteld worden door de spanning in de kabel te veranderen hetzij door een bout 5 te verdraaien, hetzij door de afstand prop-arm te wijzigen. De poly-

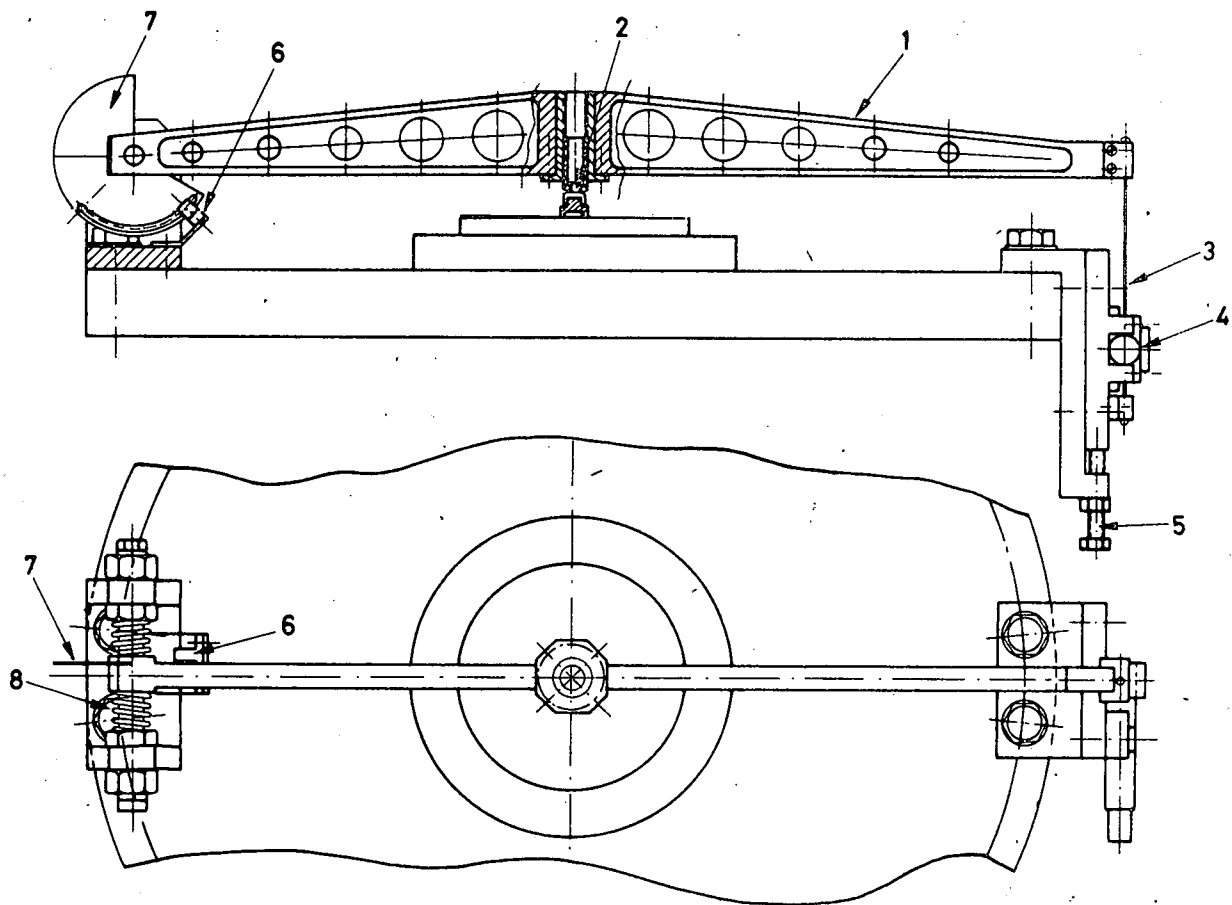


Fig. -4.6.- Afdichtingssysteem.

1: Aluminium arm; 2: Polyimide prop; 3: stalen kabel; 4: kabel-snijder; 5: spanbout; 6: optische schakelaar; 7: vaantje; 8: stalen veren.

imide-prop is voorzien van een meskant die door de kracht op de prop contact maakt met het oppervlak van de inlaatflens. Dit oppervlak heeft geen speciale hardingsbehandeling ondergaan, maar is gepolijst met diamantpoeder van 10 μm diameter, zodat het mes van de prop het lek vacuümdicht kan afsluiten. Op het ogenblik van het vrijmaken van het lek wordt de kabel 3 doorgeknipt door een pyrotechnische kabelsnijder 4 (type Pyrotechnique 359D), met als gevolg dat de arm door de veerkracht (zoals op figuur 4.6) naar links toe zwaait. Het ontstekingsmechanisme van de kabelsnijder staat niet in contact met de atmosfeer zodat het uitgesloten is dat gassen, voortkomende uit de ontploffing, de metingen zouden verstoren. De ontsteking zelf wordt bevolen via afstandsbesturing : van op afstand wordt een relay-kontakt gesloten dat de spanning van 2 in serie geschakelde Ni-Cd accumulators (Saft 1,2 Volt 4 Ah) op de ontstekingskaars aanbrengt.

Dit openingssysteem, dat uitmunt door zijn eenvoud, heeft van meet af aan zijn degelijkheid bewezen. Het is getest geweest tot -60°C omgevingstemperatuur en bleef zelfs werken wanneer het bedekt was met een ijslaagje, dat door condensatie van water uit de lucht was ontstaan. Bovendien kan gans het systeem (zonder de ontsteking) gerust uitgestookt worden tot 150°C . Dat moet gebeuren telkens het vacuümgedeelte van de massaspectrometer belucht geweest is, om daarna een zo zuiver mogelijk restgas te bekomen. Het uitstoken gebeurt met elektrische verwarmingslinten die om de pomp gelegd worden. Tot slot nog iets over de optische schakelaar 6, type Monsanto MCT 8. Deze bestaat uit een LED (light emitting diode) en een fototransistor, waartussen een vaantje 7 beweegt dat verbonden is aan de arm. In het vaantje is een sektor van 90° uitgespaard zodat het licht van de LED pas onderbroken wordt nadat de arm over minstens 90° gedraaid is. Het signaal van de fototransistor wordt via een telemetingkanaal doorgestuurd als bewijs dat het lek werkelijk vrij is.

4.4. De Cryopomp⁽⁵⁴⁾

4.4.1. Pompkeuze -----

In hoofdstuk 3 hadden we het erover dat het vat waarin de massaspectrometer zich bevindt, moet worden leeg gepompt door middel van een vacuümpomp. Slechts een beperkt aantal pompen, die normaal in vacuümpopstellingen te vinden zijn, voldoen voor onze toepassing : de diffusiepompen, de sublimatiepompen, de ionenpompen en de cryopompen. Andere soorten zoals de rotatiepompen, de Rootspompen en de sorptiepompen zijn niet in staat om een vacuüm beter dan 10^{-4} mbar (10^{-2} N/m²) te garanderen. Van de eerstgenoemde pompen verbruiken alleen de cryopompen geen mechanische of elektrische energie; turbomoleculaire pompen worden door een motor aangedreven, terwijl de diffusiepompen, de sublimatiepompen en de ionenpompen of elektrische verwarming of hoogspanning nodig hebben.

Voor een experiment dat in zijn eigen energievoorraad moet voorzien en dat ook in een tamelijk moeilijke omgeving moet kunnen werken, is het interessant over een pompsysteem te beschikken waar geen bewegende onderdelen aan zijn en waar geen energiebron (behalve dan de gasvoorraad) komt bij kijken. Zo'n pomp is de cryopomp. Ze werkt volgens het principe van de condensatie van gassen op koude wanden, die gekoeld zijn door vloeibare stikstof of vloeibare helium. Dergelijke pompen zijn al eerder toegepast in raket- en ballonexperimenten⁽⁵⁵⁾⁽¹⁷⁾ maar het grote probleem is steeds geweest een voldoende pompsnelheid te halen te samen met een lange houddijd van de voorraad vloeibare gassen.

De firma Leybold-Hereaus GMBH en Co uit Keulen heeft speciaal voor deze massaspectrometer een heliumgekoelde cryopomp ontwikkeld en gebouwd, die aan deze eisen voldeed. Een doorsnede van de pomp staat op figuur 4.7 afgebeeld. F is het vat met de voorraad vloeibare helium. Dit vat heeft een inhoud van 2,3 liter en wordt gevuld langs de heliuminlaat A. De koude wand van het vat is naar binnen toe afgeschermd door een gezwart stralingsscherm G (chevron baffle), zodat er geen warmtestraling van spectrometeronderdelen of van het warme gas rechtstreeks op kan vallen. Het scherm neemt een temperatuur aan tussen

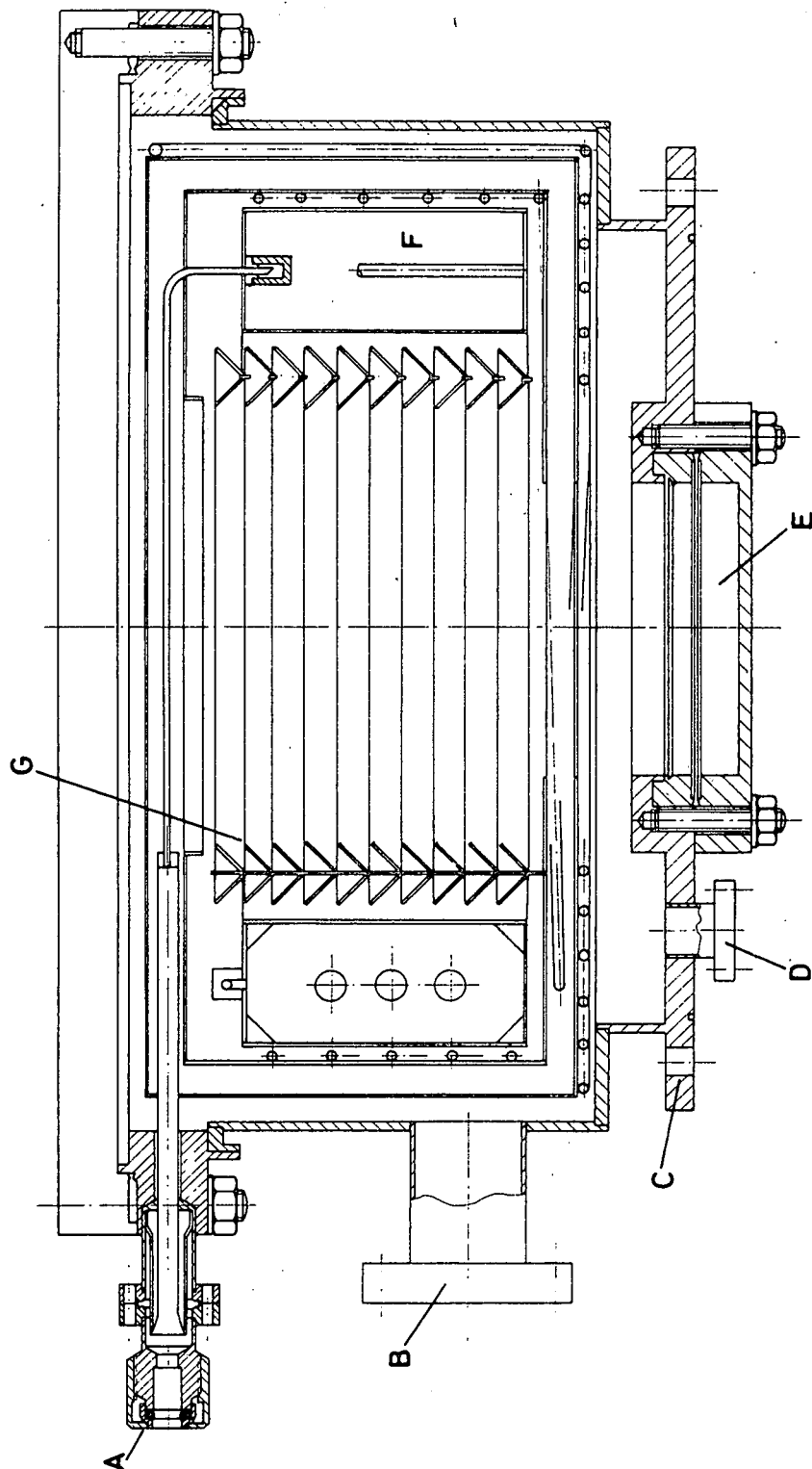


Fig. 4.7.- Doorsnede van de cryopomp.

A: heliuminlaat; B: hulpflens NW 35 CF om turbopomp aan te sluiten;
 C: grote flens voor montagedoeleinden; D: flens voor Penning-druk-
 meetkop; E: flens voor montage van de kwadropool; F: voorraad
 vloeibare helium; G: chevron baffle.

deze van het binnenstromende gas en de wandtemperatuur. Het plaatsen van het scherm speelt echter ook een beperkende rol op de maximaal haalbare pompsnelheid van de cryopomp. Naar buiten toe is de cryopomp geïsoleerd door het vacuüm en door 2 koperen stralingsschermen, afgekoeld met afdampende helium die door spiralen bevestigd aan de schermen naar buiten verdwijnt. Bijkomende thermische isolatie wordt verzorgd door lagen gemetaliseerde glasvezel die rond de schermen gewikkeld zijn. Op de heliumuitgang is, in de vluchtconfiguratie, een buffervaatje plus absolute kraan (merk Air Liquide) aangebracht. Dit systeem zorgt ervoor dat de vloeibare helium onder een konstante druk van 1,160 bar verdampt, onafhankelijk dus van de waarde van de buitendruk die varieert van 1,013 bar tot een paar mbar op plafondhoogte ($1 \text{ bar} = 10^5 \text{ N/m}^2$).

Verder is de cryopomp voorzien van verschillende flenzen. Langs B wordt de pomp vacuüm gezogen vooraleer ze gevuld wordt met helium. Na de vulprocedure wordt deze flens afgesloten van de buitenwereld door een uitstookbare kraan (Varian $1\frac{1}{2}$ "Right Angle Valve). De pomp is verder voorzien van een flens E, waar het kwadrupolair massafilter op gemonteerd is, en van een flens bovenaan waar de flens met het inlaatlek elektrisch geïsoleerd op vast zit.

Tot slot zien we op de figuur nog de flens D, waarop een vacuümmeetkop gemonteerd is. Deze bespreken we in een apart onderdeel van dit hoofdstuk.

Het totale gewicht van de cryopomp, lek en afdichtingssysteem inclusief, is 61 kg en wordt gedragen door de grote flens C, die gebruikt wordt om het complete pompsysteem te bevestigen aan de rest van het experiment.

4.4.2. Vulprocedure

Bij het vullen van de cryopomp moet een speciale procedure gevolgd worden. Eerst wordt door middel van een turbomoleculaire pomp (type Turbovac van Leybold-Hereaus), geruggesteund door een rotatiepomp (type PT 200/20 van dezelfde firma), voor een druk lager dan

$2 \cdot 10^{-6}$ mbar gezorgd, die in minder dan 48 uur bereikt wordt. Na een uitstookbeurt bij 150°C verbetert dit vacuüm nog tot ongeveer ($7 \cdot 10^{-7}$ mbar $7 \cdot 10^{-5}$ N/m²).

Wanneer tenslotte de pomp gevuld wordt met vloeibare helium, zakt de druk tot in de buurt van 10^{-9} mbar. Het vullen neemt ongeveer 2 uur in beslag; ondertussen moet geweldig opgelet worden dat de heliuminlaat niet verstopt geraakt.

4.4.3. Pompsnelheid van de cryopomp

Het is van groot belang de pompsnelheid S van de cryopomp te kennen. De kennis van S zal immers toelaten de druk in de pomp af te leiden uit de waarde van de atmosfeerdruk. Met de pompsnelheid S van een pomp wordt bedoeld het volume gas dat per tijdseenheid en bij een gegeven pompdruk P_{pomp} kan weggepompt worden. Het pompdebiet Q_{pomp} is het produkt van P_{pomp} en S . De grootheid S kan gemeten worden door middel van de opstelling van figuur 4.4, die ook gebruikt is bij de bepaling van de conductantie C van het inlaatslek (zie 4.2.3).

Enerzijds bestaat deze opstelling uit een vat 2 met bekend volume dat gemonteerd wordt boven het lek 3. Anderzijds is er de cryopomp 1 die de ruimte achter het lek leegpompt. In beide ruimten wordt de druk gemeten: in het vat gebeurt dit via een capaciteitsmanometer 10 (MKS Baratron type 315 A) en in de pomp met een Penning-drukmeetkop van Edwards 11. Steunende op de evenwichtsituatie waarbij evenveel mol gas uit het vat verdwijnen als er in de pomp afgevoerd worden, kunnen we stellen dat:

$$(P_{\text{vat}} - P_{\text{pomp}}) \cdot C_{\text{lek}} = P_{\text{pomp}} \cdot S_{\text{pomp}}$$

Met goede benadering (daar $P_{\text{vat}} \gg P_{\text{pomp}}$) geldt ook:

$$P_{\text{vat}} \cdot C_{\text{lek}} = P_{\text{pomp}} \cdot S_{\text{pomp}}$$

We hebben gezien in 4.2.3. dat C_{lek} voor een lek met diameter $D = 0,11$ mm en lengte $L = 0,16$ mm als onafhankelijk van de druk P_{vat} is te beschouwen. Dan neemt P_{vat} exponentieel af met de tijd, volgens:

$$P_{\text{vat}} = P_0 \cdot e^{-t / \frac{V_{\text{vat}}}{C_{\text{lek}}}}$$

Hieruit volgt nu :

$$S = \frac{P_0 \cdot e^{-t / \frac{V_{\text{vat}}}{C_{\text{lek}}}}}{P_{\text{pomp}}(t)} \cdot C_{\text{lek}}$$

Door nu zowel $P_{\text{vat}}(t)$ als $P_{\text{pomp}}(t)$ te registreren is een waarde voor S afgeleid die in het drukgebied $P_{\text{vat}} = 287 \text{ à } 1196 \text{ N/m}^2$) ligt rond 1150 liter/sec.

4.5. Vacuümmeetkop

Zoals eerder vermeld is er aan de cryopomp een vacuümmeetkop verbonden die de druk in de pomp meet. De druk is een zeer belangrijke parameter die ons een idee geeft omtrent de normale werking van de pomp. Hier gebruiken we een Penning-meetkop van het merk Edwards (model 6). Dit is een meetkop met koude kathode, die gebaseerd is op drukmeting via ionisatie en die geschikt is om drukken te meten in het bereik 10^{-8} tot 10^{-3} mbar. Bij drukken hoger dan 10^{-2} mbar begint de gasontlading te doven, terwijl de andere limiet gegeven wordt door de detektiedrempel.

Tussen de logaritme van de druk P en deze van de stroom I door de meetkop bestaat een lineair verband. Ter oriëntatie : bij $1,33 \cdot 10^{-6}$ mbar of 10^{-6} torr is de stroom ongeveer $1 \mu\text{A}$.

Voor deze meetkop is een voeding ontworpen die kan werken vanaf een voedingsspanning van 28 Volt. Ze levert de noodzakelijke hoogspanning door middel van een Venus Scientific F25 hoogspanningsmodule die afgeregeld wordt op 2300 Volt uitgangsspanning (zie figuur 4.8). De positieve klem van de hoogspanning is verbonden met de anode van de meetkop via een begrenziingsweerstand van $2,3 \text{ M}\Omega$ die de stroom tot 1 mA beperkt. De negatieve klem ligt aan de kathode via een weerstand van $10 \text{ K}\Omega$, waarover we een spanning meten evenredig met de stroom I door de meetkop.

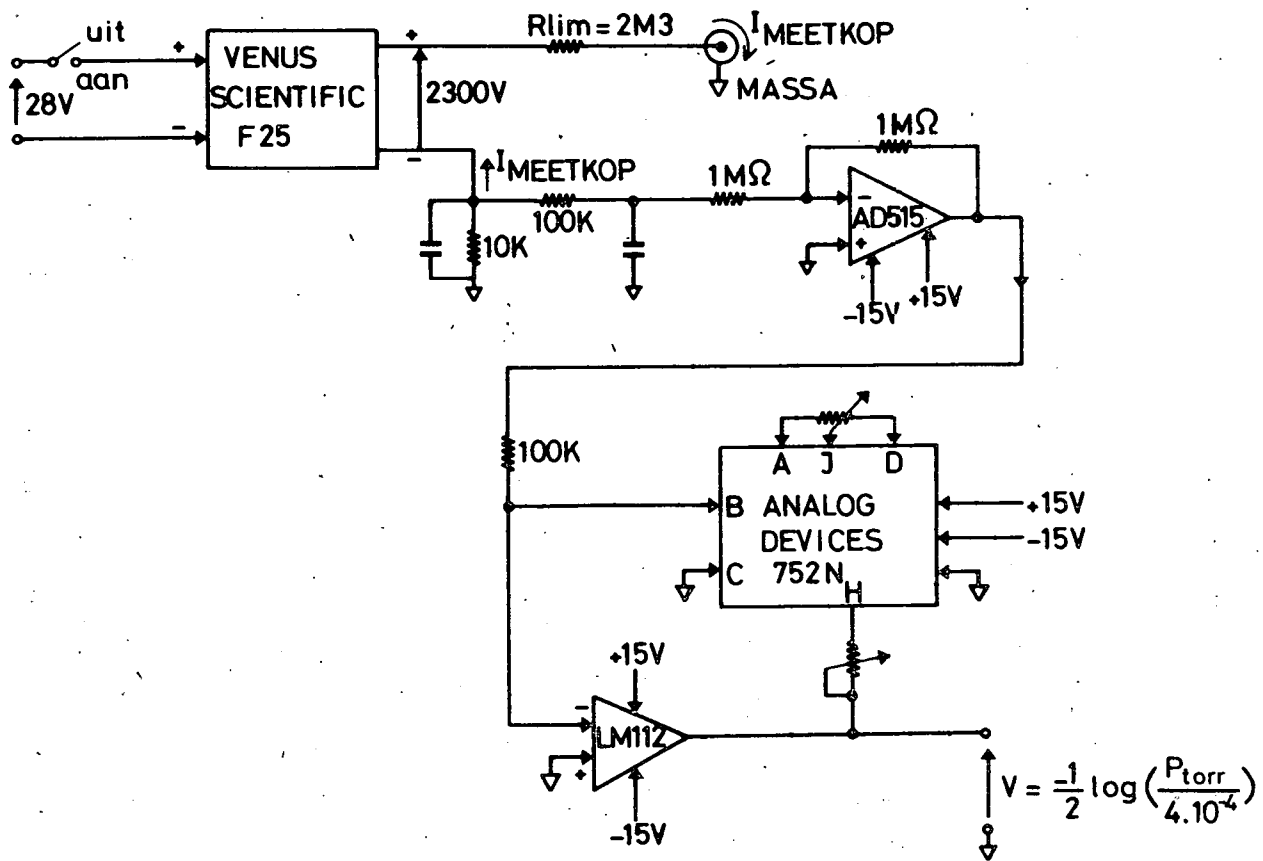


Fig. 4.8.- Penning-drukmeetkopvoeding.

Deze spanning wordt nu eerst van polariteit omgekeerd en dan toegevoerd aan een logaritmische compressor, bestaande uit een operationele versterker en een terugkoppелеlement (Analog Devices type 752N) met logaritmische karakteristiek. De uitgangsspanning V van deze schakeling is dan evenredig met $-\log I$ en dus ook met $-\log P$. Door de gekozen afregeling van de terugkoppeling is het preciese verband :

$$V = -\frac{1}{2} \cdot \log\left(\frac{P_{\text{torr}}}{4 \cdot 10^{-4}}\right) = -\frac{1}{2} \cdot \log\left(\frac{P_{\text{mbar}} \cdot 10^4}{5,32}\right)$$

(afgeleid uit figuur 4.9).

Het is deze spanning V die we doorsturen langs een telemetingkanaal om een idee te hebben van het vacuüm in de pomruimte. Volgende tabel laat ons toe vlug P af te leiden door kennis van deze spanning die tussen 0 en 2 Volt ligt. We moeten wel opmerken dat voor drukken lager dan $5,32 \cdot 10^{-4}$ mbar de begrenzingsweerstand een rol begint te spelen, zodat daar de waarden gegeven door de formule daar niet precies zijn. Ook gelden de formule en de tabel alleen voor droge lucht; voor andere gasen moet er een calibratiefaktor ingevoerd worden.

V (Volt)	P(torr)	P(N/m ²)	P(mbar)
0	$4 \cdot 10^{-4}$	$5,32 \cdot 10^{-2}$	$5,32 \cdot 10^{-4}$
0,1	$2,52 \cdot 10^{-4}$	$3,36 \cdot 10^{-2}$	$3,36 \cdot 10^{-4}$
0,2	$1,59 \cdot 10^{-4}$	$2,12 \cdot 10^{-2}$	$2,12 \cdot 10^{-4}$
0,3	$1 \cdot 10^{-4}$	$1,34 \cdot 10^{-2}$	$1,34 \cdot 10^{-4}$
0,4	$6,34 \cdot 10^{-5}$	$8,43 \cdot 10^{-3}$	$8,43 \cdot 10^{-5}$
0,5	$4 \cdot 10^{-5}$	$5,32 \cdot 10^{-3}$	$5,32 \cdot 10^{-5}$
0,6	$2,52 \cdot 10^{-5}$	$3,36 \cdot 10^{-3}$	$3,36 \cdot 10^{-5}$
0,7	$1,59 \cdot 10^{-5}$	$2,12 \cdot 10^{-3}$	$2,12 \cdot 10^{-5}$
0,8	$1 \cdot 10^{-5}$	$1,34 \cdot 10^{-3}$	$1,34 \cdot 10^{-5}$
0,9	$6,34 \cdot 10^{-6}$	$8,43 \cdot 10^{-4}$	$8,43 \cdot 10^{-6}$
1,-	$4 \cdot 10^{-6}$	$5,32 \cdot 10^{-4}$	$5,32 \cdot 10^{-6}$
1,1	$2,52 \cdot 10^{-6}$	$3,36 \cdot 10^{-4}$	$3,36 \cdot 10^{-6}$
1,2	$1,59 \cdot 10^{-6}$	$2,12 \cdot 10^{-4}$	$2,12 \cdot 10^{-6}$
1,3	$1 \cdot 10^{-6}$	$1,34 \cdot 10^{-4}$	$1,34 \cdot 10^{-6}$
1,4	$6,34 \cdot 10^{-7}$	$8,43 \cdot 10^{-5}$	$8,43 \cdot 10^{-7}$
1,5	$4 \cdot 10^{-7}$	$5,32 \cdot 10^{-5}$	$5,32 \cdot 10^{-7}$
1,6	$2,52 \cdot 10^{-7}$	$3,36 \cdot 10^{-5}$	$3,36 \cdot 10^{-7}$
1,7	$1,59 \cdot 10^{-7}$	$2,12 \cdot 10^{-5}$	$2,12 \cdot 10^{-7}$
1,8	$1 \cdot 10^{-7}$	$1,34 \cdot 10^{-5}$	$1,34 \cdot 10^{-7}$
1,9	$6,34 \cdot 10^{-8}$	$8,43 \cdot 10^{-6}$	$8,43 \cdot 10^{-8}$
2,-	$4 \cdot 10^{-8}$	$5,32 \cdot 10^{-6}$	$5,32 \cdot 10^{-8}$

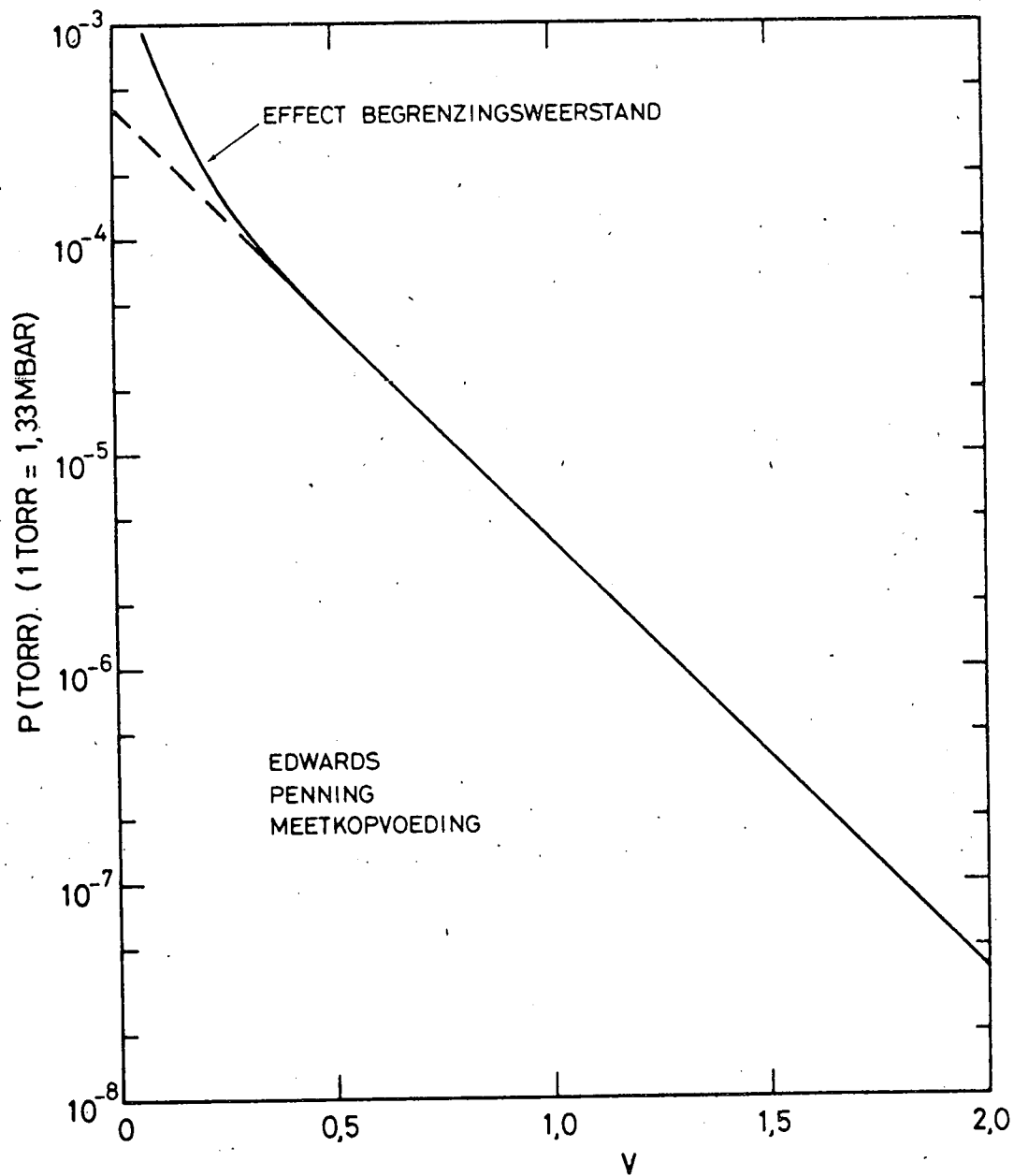


Fig. 4.9.- Verband druk P-uitgangsspanning V.

HOOFDSTUK 5 : Massafilter, ionenlens en ionendetector

5.1. Karakteristieken en montage van het massafilter

Het massafilter dat gebruikt wordt om de ionen volgens hun massa te selecteren is een kwadrupool afkomstig uit een massaspectrometer bedoeld voor laboratoriummetingen. Het betreft een massafilter van het merk Finnigan (type 750), dat gemodificeerd werd op de volgende manier. In de gangbare toepassingen wordt dit massafilter gebruikt voor residuele gasanalyse; d.w.z. in een ionenbron worden de moleculen van een gasmengsel onder vacuüm door een elektronenbombardement geïoniseerd. In onze soort van experimenten komt het er eerder op aan ionen te selecteren die van buiten af (door het lek) in de vacuümruimte binnendringen en dit met de hoogst mogelijke efficiëntie. Daartoe werd de ionenbron van dit massafilter type 750 afgeknot en geschikt gemaakt om als ionenlens te kunnen werken. Bovendien werd de normale ionendetector, een 14-traps Cu-Be elektronenvermenigvuldiger, vervangen door een spiraltron, die onder andere minder loze pulsen (background) produceert.

De kwadrupool (figuur 5.1) bestaat uit 4 staven met diameter 6,35 mm (1/4 duim) en lengte 114,3 mm (4,5 duim). Deze zijn geïsoleerd gemonteerd in een cilindrische kooi die verbonden is met de mechanische structuur van de massaspectrometer en die voorzien is van een inlaat- en een uitlaatopening voor de ionen. De elektrische verbindingen met de staven (2 paar) zijn afgeschermd zodat geen hoogfrequentie straling kan rondstralen naar gevoelige elementen; zoals bijvoorbeeld de spiraltron. Tussen de onderzijde van deze kooi en de flens die het massafilter draagt (Conflat flens NW 100 CF) is een ruimte uitgespaard om de ionendetector te plaatsen. Deze is gebouwd op een kleinere flens (Conflat NW 35 CF) die "off-axis" staat; d.w.z. dat de detector niet precies in het verlengde van de as van de kwadrupool ligt om de invloed van fotonen uit te schakelen. Mede door het feit dat de detector op een aparte flens gemonteerd staat kan deze eenvoudig vervangen worden, zonder dat het apparaat volledig dient gedemonteerd te worden. Langs de bovenzijde komen de ionen de kooi met de kwadrupoolstaven binnen via de ionenlens. Deze bestaat uit sommige oorspronkelijke elementen van de ionenbron plus een nieuw lenselement.

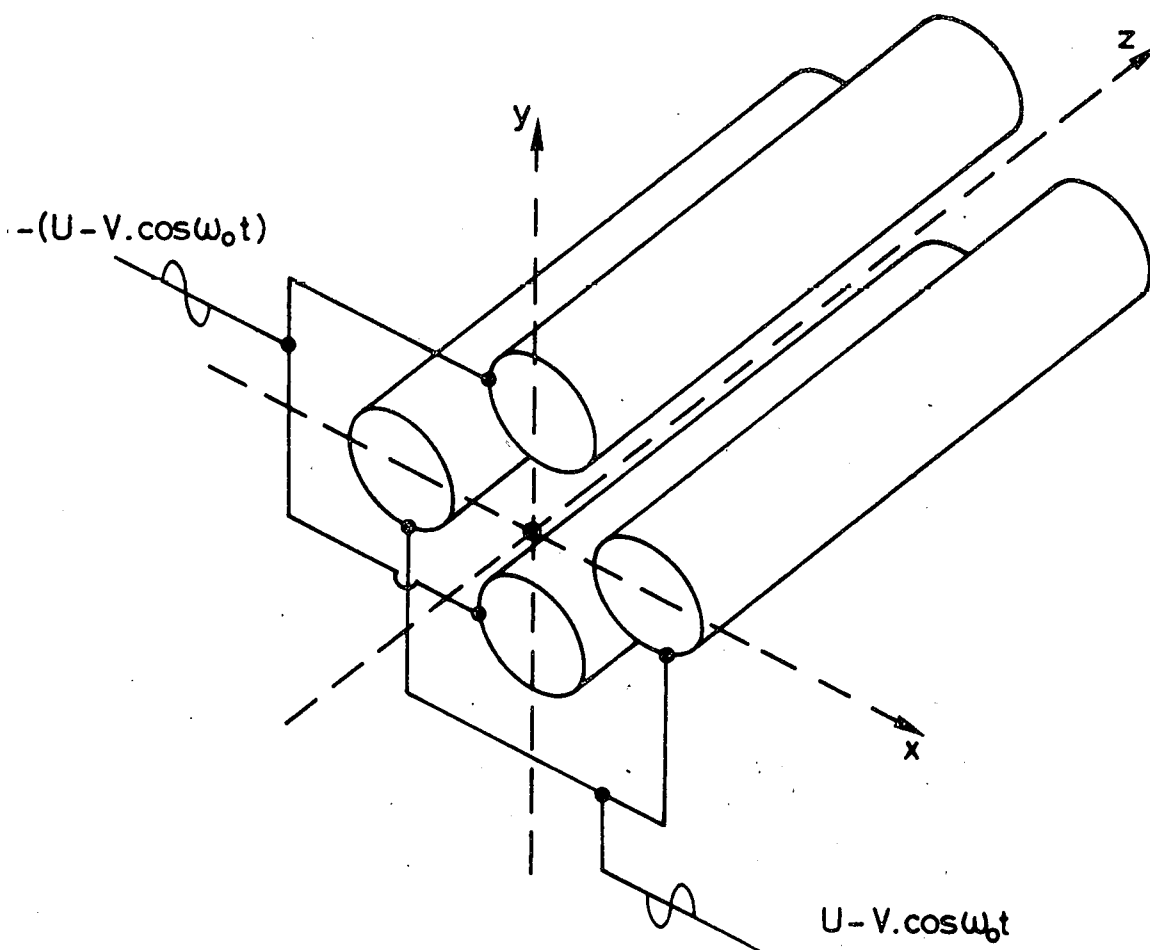


Fig. 5.1.- Kwadrupool configuratie.

5.2. Keuze van een ionendetector

De detector waarmee de Finnigan 750 oorspronkelijk uitgerust was, bestond uit een klassieke elektronenvermenigvuldiger met 14 Koper-Beryllium dynodes. Deze was helemaal niet geschikt voor "pulse counting"-toepassingen, maar eerder bedoeld voor analoge (stroom) metingen. Ondermeer was de versterkingsfactor veel te klein zodat de pulsen die op anode verschijnen in een pulsversterker extra versterkt dienden te worden. Daar er op de anode altijd enige overspraak terug te vinden is, afkomstig van de kwadru pool, worden deze ongewenste signalen allemaal mee versterkt. Het gevolg is een op de pulsen van de detector gesuperponeerde rimpel die heel wat moeilijkheden veroorzaakt. Ook geeft deze klassieke detector van nature al een groot aantal loze pulsen af.

Omwille van deze moeilijkheden is een spiraltron als detector gekozen, namelijk het type SEM 4219 van Gallileo Optics. In tegenstelling met de gewone elektronenvermenigvuldiger bezit de spiraltron een continue, doorlopende dynode uit halfgeleidend glas. Dit geeft als voordelen : 1) een kleine detector en 2) een dynode-oppervlak dat aan lucht mag blootgesteld worden. De spiraltron heeft de vorm van een trompet en is opgesplitst in 2 versterkertrappen (figuur 5.2) : een voorversterkersectie bestaande uit een recht kanaal en voorzien van een ingangstrechter, en een eindversterker opgebouwd uit 6 aparte kanalen die getwist zijn tot een bundel. Deze laatste maatregel is getroffen om terugkoppelingsverschijnselen in de spiraltron tegen te gaan.

De 2 trappen van de spiraltron worden opgevoed uit een hoogspanningsvoeding die, via een spanningsdeler de trompet op - 3KV, de middenaftakking op - 2KV en het uiteinde op - 180 V brengt t.o.v. de anode (die virtueel aan de massa ligt). Positieve ionen die de weg door het kwadru polair filter gevolgd hebben, krijgen dusdanig bij uittrede uit de kwadru pool een extra energietoename van 3 KeV. Daardoor ligt hun energie voldoende boven de drempel van 2 KeV (zie ook figuur 5.2) om met zekerheid hun detectie te waarborgen. Het spanningsverschil van ca. 180 V tussen anode en spiraltronuiteinde is nodig om het ladingspakket te kunnen verzamelen.

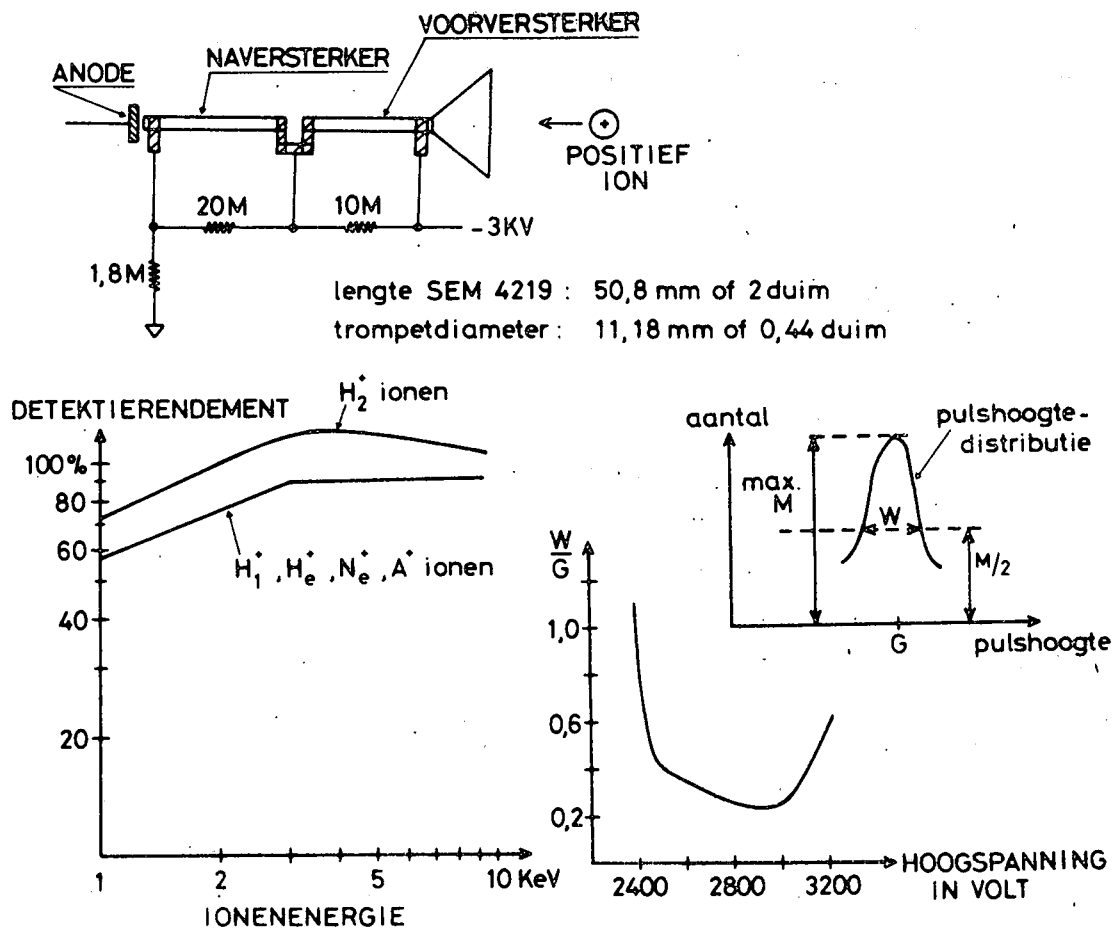


Fig. 5.2.- Spiraltronconfiguratie, detektierendement in funktie van de ionen-energie en pulshoogtedistributie in funktie van de hoogspanning.

5.3. Spiraltron hoogspanningsvoeding : figuur 5.3

Er is een hoogspanningsvoeding gebouwd op basis van een hoogspanningsmodule F50 van Venus Scientific, die werkt vanaf een voedingsspanning van 28 V. Met behulp van een 10-toers potentiometer kan de waarde van deze hoogspanning ingesteld worden van 1.800 tot 3500 V. De hoogspanningsuitgangen van de module zijn vlottend : ze komen naar buiten op 2 hoogspanningen BNC-connectoren, zodat we de vrije keuze hebben over de polariteit. In ons geval is de plus-pool via een kortsluitstuk verbonden met de mechanische structuur zodat de voeding dus negatieve hoogspanning levert. Verder zijn er in de voeding 2 spanningsdelers ingebouwd, zodat een fractie (1/1000) van de hoogspanningswaarde te meten is met een gewone digitale voltmeter.

5.4. Studie van de pulsgolfvorm

Het zal duidelijk zijn dat de ladingspakketten die op anode van de spiraltron aankomen op de één of andere manier moeten omgezet worden in stroom- of spanningspulsen. Soms wordt dit gedaan door een snelle integratorschakeling, die spanningspulsen aflevert die evenredig zijn in amplitude met de ladingsinhoud van elk pakket.

Een veel eenvoudiger oplossing bestaat erin de lading op te stapelen op de strooicapaciteit die bestaat tussen enerzijde de anode, de connectoren en de ingang van de schakelingen die we hierna bespreken en anderzijds de mechanische structuur. De spanning over deze capaciteit is tenslotte even goed evenredig met de lading die er op terecht komt. Vanzelfsprekend is er dan een lekweerstand R nodig om de capaciteit tussen 2 pulsen in te ontladen.

We zullen nu bekijken hoe $v_{\text{spir}}(t)$ uit figuur 5.4 zich gedraagt naargelang we R veranderen. We zullen uitgaan van de veronderstelling dat het ladingspakket met totale ladingsinhoud q_0 en tijdsduur 2Δ te beschrijven valt als komende van een stroombron met stroomverloop $i_{\text{spir}}(t)$ zoals op dezelfde figuur is aangegeven.

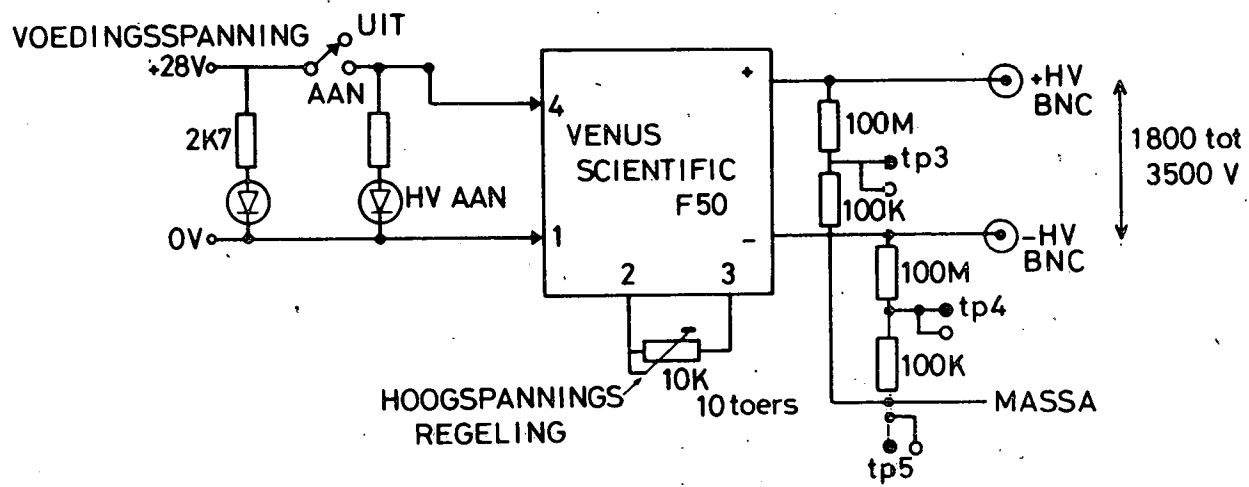
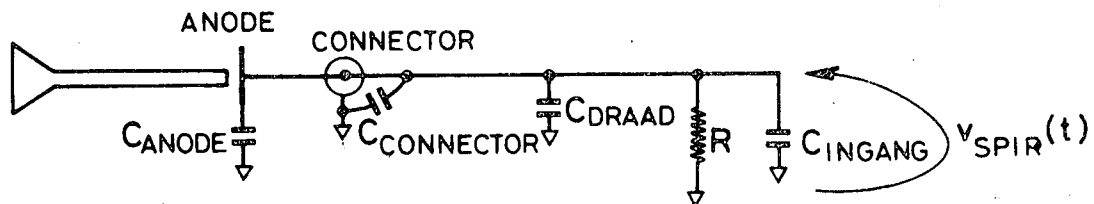
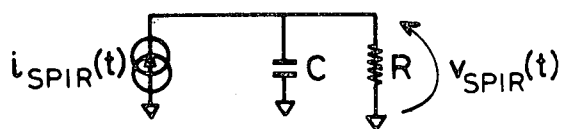


Fig. 5.3.- Spiraltron hoogspanningsvoeding.



EQUIVALENT SCHEMA



$$C = \sum \text{alle } C_i$$

$$R \cdot C = \tau$$

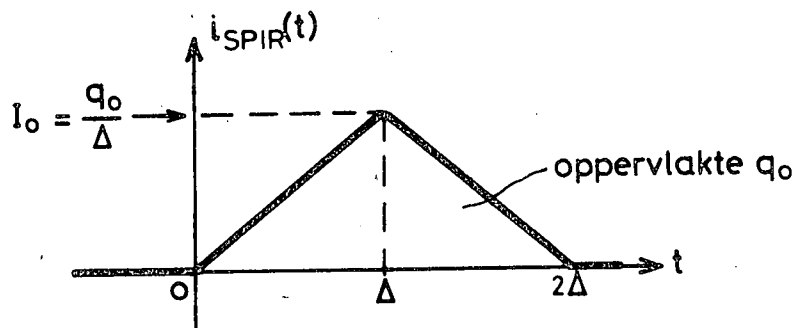


Fig. 5.4.- Equivalent schema van het anodecircuit van de spiraltron.

Van zo'n stroom is de Laplace - transform gegeven door :

$$I(p) = \mathcal{L} i_{\text{SPIR}}(t) = \frac{I_0}{\Delta} \cdot \frac{1 - 2 \cdot e^{-\Delta \cdot p} + e^{-2\Delta \cdot p}}{p^2} = \frac{I_0}{\Delta} \cdot \frac{(1 - e^{-\Delta p})^2}{p^2}$$

Met behulp van de Laplacerekening, toegepast op het equivalent schema, volgt er dat :

$$V(p) = \mathcal{L} v_{\text{SPIR}}(t) = I(p) \cdot \frac{R}{1 + p \cdot R \cdot C}$$

Voeren we hier verder $I(p)$ in, dan komt er :

$$V(p) = \frac{I_0}{\Delta} \cdot \frac{R}{1 + p \cdot R \cdot C} \cdot \frac{(1 - e^{-\Delta p})^2}{p^2} = A \cdot \frac{1}{p + \frac{1}{RC}} \cdot \frac{1 - 2 \cdot e^{-\Delta \cdot p} + e^{-2\Delta p}}{\tau^2 \cdot p^2}$$

$$\text{met } A = \frac{I_0}{\Delta \cdot C} \cdot \tau^2 = \frac{q_0}{C} \cdot \frac{\tau^2}{\Delta^2}$$

$$\text{en } \tau = R \cdot C$$

Stellen we nu verder

$$X(p) = \frac{1}{\tau^2 \cdot p^2} \cdot \frac{1}{p + \frac{1}{\tau}}$$

dan wordt :

$$V(p) = A \cdot X(p) \cdot [1 - 2 \cdot e^{-\Delta p} + e^{-2\Delta p}]$$

Keren we nu terug naar het tijdsdomein via de inverse Laplace-transform van $X(p)$:

$$\begin{aligned} x(t) &= \mathcal{L}^{-1} X(p) = \mathcal{L}^{-1} \left[\frac{1}{\tau^2 \cdot p^2} \cdot \frac{1}{p + \frac{1}{\tau}} \right] \\ &= \mathcal{L}^{-1} \left[\frac{1}{p + 1/\tau} + \frac{1}{p^2 \cdot \tau} - \frac{1}{p} \right] = u(t) \cdot \left[e^{-\frac{t}{\tau}} + \frac{1}{\tau} t - 1 \right] \end{aligned}$$

met $u(t)$ de stapfunctie.

Het verloop van $x(t)$ ziet er uit zoals op figuur 5.5 is aangegeven. We kunnen nu de uitdrukking van $V(p)$ hernemen en daaruit afleiden dat :

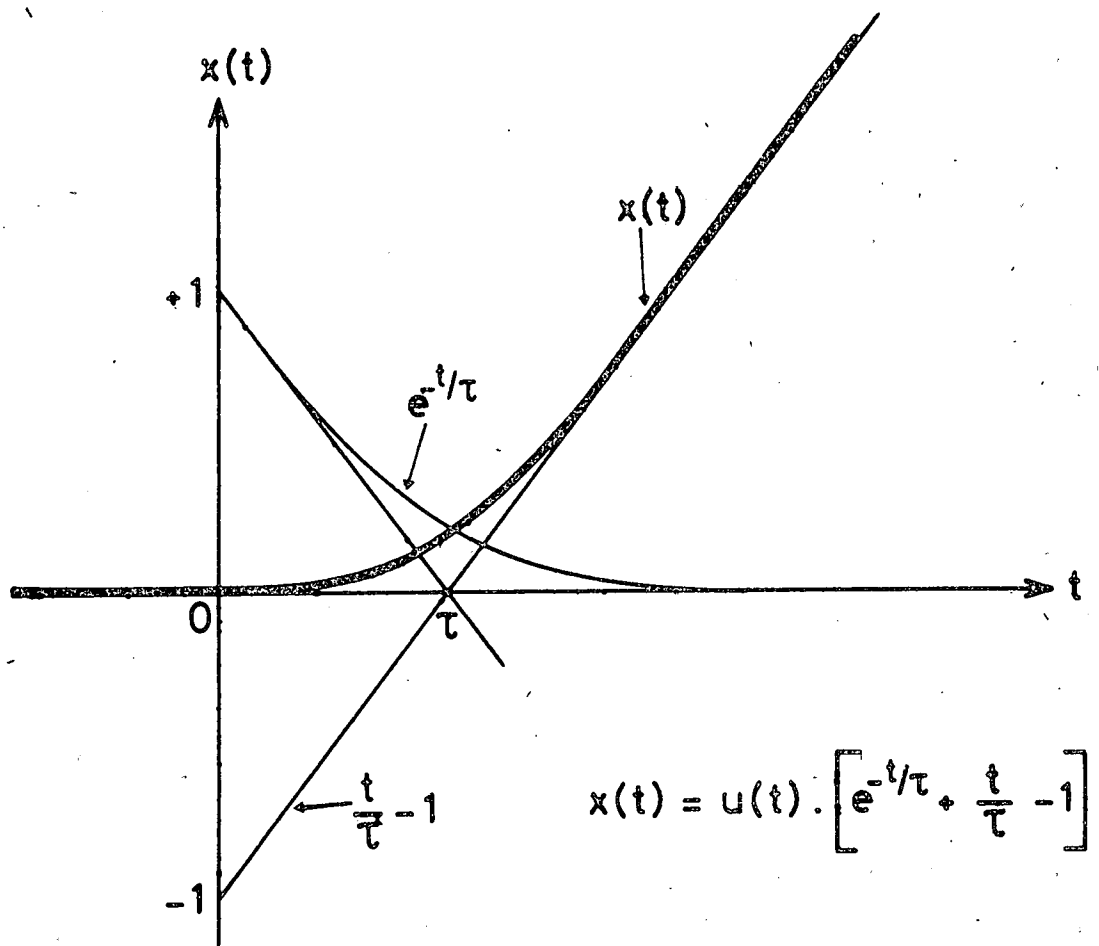


Fig. 5.5.- Verloop van $x(t) = u(t) \cdot [e^{-t/\tau} + t/\tau - 1]$

$$v_{\text{spir}}(t) = \frac{q_0}{C} \cdot \left(\frac{\tau}{\Delta}\right)^2 \cdot [x(t) - 2 \cdot x(t-\Delta) + x(t-2\Delta)]$$

Merk op dat q_0/C de waarde is van de spanning die zou bestaan op condensator C indien er geen lading wegglekte.

We bekijken nu twee uiterste gevallen. In het ene geval is $\tau = R \cdot C \ll 2 \cdot \Delta$; m.a.w. de tijdconstante is veel kleiner dan de omvang van de ladingspuls. Dit geval doet zich voor indien we de anode zouden afsluiten met een 50Ω kabel. Met courante waarden voor C , q_0 en Δ

$$C = 20 \text{ pF}$$

$$2\Delta = 20 \text{ nsec}$$

$$q_0 = 1,6 \cdot 10^{-19} \text{ C} \cdot 10^8 = 1,6 \cdot 10^{-11} \text{ C}$$

is inderdaad $\tau = 50 \times 20 \cdot 10^{-12} \text{ sec} = 1 \text{ nsec}$ en dus veel kleiner dan 2Δ . In zo'n situatie wijkt $x(t)$ heel weinig af van de rechte $u(t) \cdot \frac{t-\tau}{\tau}$ (zie figuur 5.6), zodat we kunnen zeggen dat :

$$v_{\text{max}} = \frac{q_0}{C} \cdot \frac{\tau}{\Delta} \cdot \left(1 - \frac{\tau}{\Delta}\right) \approx \frac{q_0}{C} \cdot \frac{\tau}{\Delta} = \frac{q_0 \cdot R}{\Delta}$$

Met de opgegeven waarden van de parameters wordt v_{max} dan gelijk aan :

$$\frac{1,6 \cdot 10^{-11}}{20 \cdot 10^{-12}} \cdot \frac{1}{10} \text{ Volt} = \frac{800}{10} \text{ mV} = 80 \text{ mV} .$$

We hebben dus als resultaat gekregen een spanningspuls die praktisch even snel stijgt als de stroom, maar waarvan de amplitude heel wat minder is dan de maximaal haalbare waarde van $q_0/C = 800 \text{ mV}$.

In het andere geval is $\tau \gg 2\Delta$ (figuur 5.6). Een voorbeeld daarvan is het aansluiten op de anode van een bufferversterker met hoge ingangsimpedantie (zoals ondermeer een oscilloscoop met probe). We trachten een benadering van $x(t)$ te vinden door middel van reeksontwikkeling van $e^{-t/\tau}$:

$$\begin{aligned} x(t) &= u(t) \cdot \left[\frac{t}{\tau} - 1 + \left(1 - \frac{t}{\tau} + \frac{t^2}{2\tau^2} - \frac{t^3}{6\tau^3} + \dots \right) \right] \\ &= u(t) \cdot \left[\frac{t^2}{2\tau^2} - \frac{t^3}{6\tau^3} + \dots \right] \end{aligned}$$

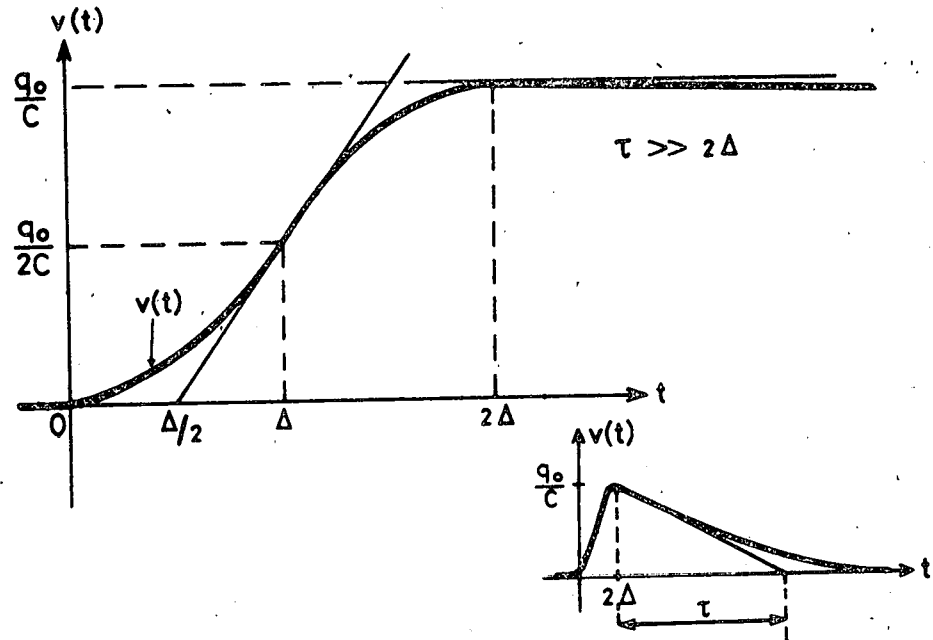
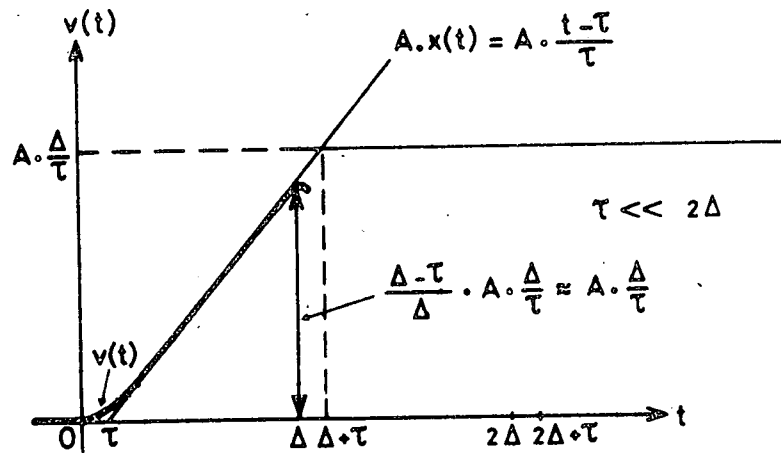


Fig. 5.6.- Spanningspuls op de anode voor $\tau \ll 2\Delta$ (boven) en $\tau \gg 2\Delta$ (onder).

In het interval $(0, 2\Delta)$ mogen we dan schrijven dat :

$$x(t) = u(t) \cdot \frac{t^2}{2\tau^2}$$

Daarom is ook :

$$v(\Delta) = \frac{q_0}{C} \cdot \frac{\tau^2}{\Delta^2} \cdot \frac{\Delta^2}{2\tau^2} = \frac{q_0}{2C}$$

en

$$v(2\Delta) = \frac{q_0}{C} \cdot \frac{\tau^2}{\Delta^2} \cdot \left[\frac{4\Delta^2}{2\tau^2} - \frac{2\Delta^2}{2\tau^2} \right] = \frac{q_0}{C}$$

Merk ook op dat

$$\left(\frac{dv}{dt} \right)_{\Delta} = \left(\frac{q_0}{C} \cdot \frac{t}{\Delta^2} \right)_{t=\Delta} = \frac{q_0}{C} \cdot \frac{1}{\Delta} = \frac{q_0}{2C} \cdot \frac{1}{\Delta/2}$$

We krijgen dus als antwoord (figuur 5.6) een puls $v(t)$ die bij benadering de waarde q_0/C bereikt bij $t = 2\Delta$ en die daarna in een gewone exponentiële ontleding overgaat met tijdconstante τ . De totale pulsduur wordt dan $2\Delta + N\tau \approx N\tau$ met $N \geq 6$.

Nemen we bijvoorbeeld $R = 1 \text{ M}\Omega$ en $C = 20 \cdot 10^{-12} \text{ F}$ dan is $\tau = 20 \text{ }\mu\text{sec}$ en de pulsduur ca. $140 \text{ }\mu\text{sec}$.

In dit geval wordt dus de pulsherhalingsfrequentie beperkt door τ . Voor toepassingen waarin we dus duidelijk de pulsen van elkaar moeten kunnen scheiden, mogen er dus niet meer dan $(N\tau)^{-1}$ pulsen per seconde op de anode toekomen. Merken we tot slot nog op dat met de conventies van figuur 5.4 $i(t)$ en q_0 negatief zijn, zodat het dus om negatieve spanningspulsen gaat.

5.5. Pulsbuffer en elektrometer

Voortredenerend op de mogelijkheden ons geboden door de discussie van §5.4, hebben we een schakeling gebouwd (figuur 5.7) die 2 zaken verenigt : enerzijds een pulsbuffer met voldoende kleine tijdconstante om afzonderlijke pulsen door te laten naar een pulsteller en anderzijds een elektrometer die een analoge meting uitvoert van de gemiddelde anodestroom.

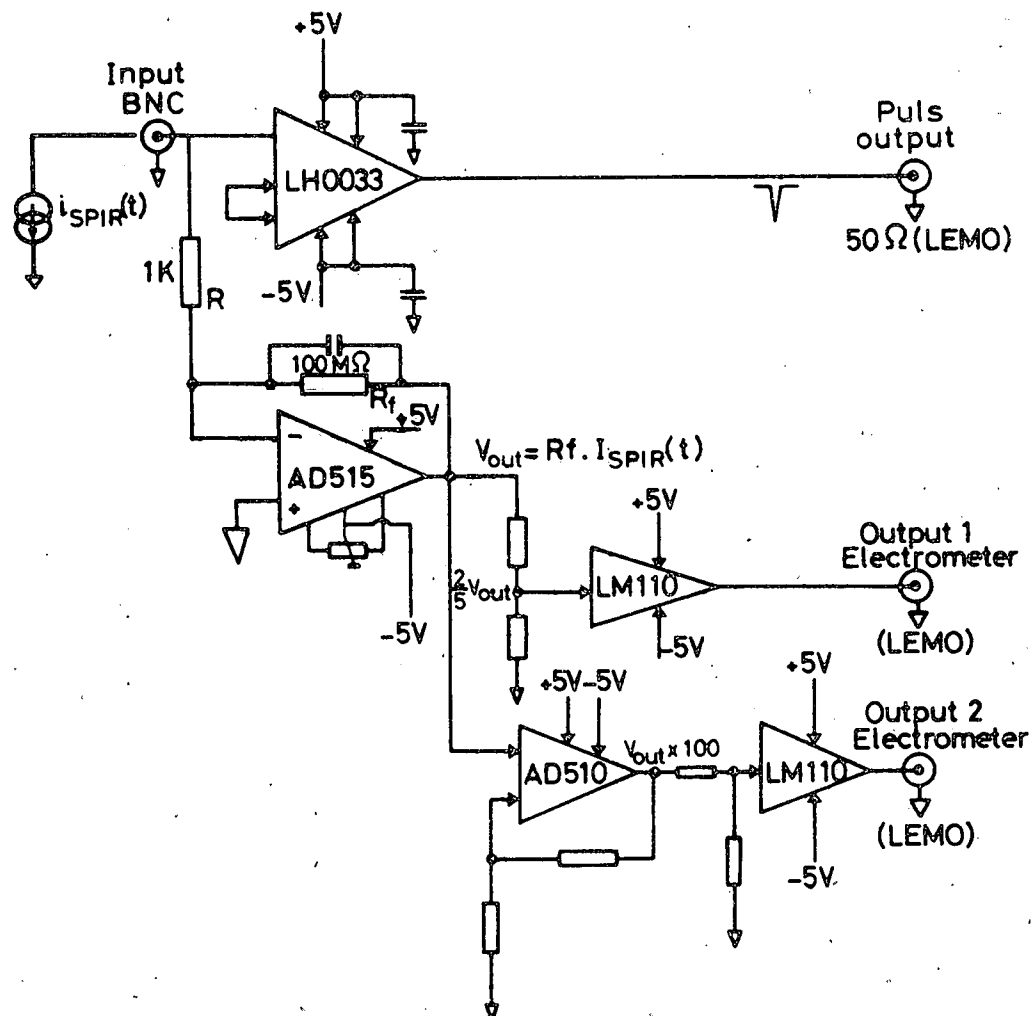


Fig. 5.7.- Puls buffer en electrometer.

Beginnen we eerst met de pulsbuffer. Deze is in de eerste plaats een impedantietransformator : daarmee wordt bedoeld dat de pulsbuffer als spanningsvolger een scheiding verzorgt tussen het anodecircuit van de spiraltron en een eventuele belasting (een op 50Ω afgesloten lijn). De schakeling bestaat hoofdzakelijk uit een zogenaamde "fast buffer amplifier", type LH 0033 van National Semiconductor. Deze buffer heeft volgende zeer interessante eigenschappen :

ingangscapaciteit	:	2 pF
D.C.ingangsimpedantie	:	$> 10^{10}\Omega$
- 3 dB bandbreedte	:	100 MHz
vertragingstijd	:	1,2 nsec
"slew rate"	:	> 1 V/nsec
nuldrift uitgang	:	max. 10 mV
versterkingsfaktor	:	typisch 0,98
uitgangsimpedantie	:	max. 10Ω
ingangsstroom	:	5 pA bij een temperatuur van 25°C en +5 en -5 V voedingsspanning.

Omdat zijningangsimpedantie zo groot is, is de ingang van de buffer geshunt met een weerstand R van $1\text{K}\Omega$, die samen met de ingangscapaciteit en de bedradingscapaciteit een RC-netwerk vormt met tijdconstante $\tau \approx 20$ nsec.

We komen nu terecht in een situatie $\tau \approx 2\Delta$ die afwijkt van de optimale toestand qua amplitude. Er speelt echter nog een andere faktor mee die we tot hiertoe uit de weg zijn gegaan. De spiraltron staat namelijk blootgesteld aan de hoogfrequentie straling van de kwadрупool, waarvan ondanks alle voorzorgen een gedeelte terecht komt op de anode. Dit stoorsignaal is gesuperponeerd op het pulssignaal, maar de amplitude ervan zal afnemen met afnemende R-waarden. Daarom is, steunende op praktijkervaring, een $R = 1\text{K}\Omega$ gekozen inplaats van $10\text{K}\Omega$ (een waarde die $\tau = 200$ nsec en dus $\gg 2\Delta$ maakt), omdat dan toch nog een redelijke pulsamplitude beschikbaar is, terwijl ook de hoogfrequentie stoorspanning voldoende onderdrukt wordt. Normaal zou de ingangsweerstand R met de massa moeten verbonden zijn, maar hier is dit bewust anders gedaan. R is virtueel aan de aarde gelegd via de ingang van een trage elektro-

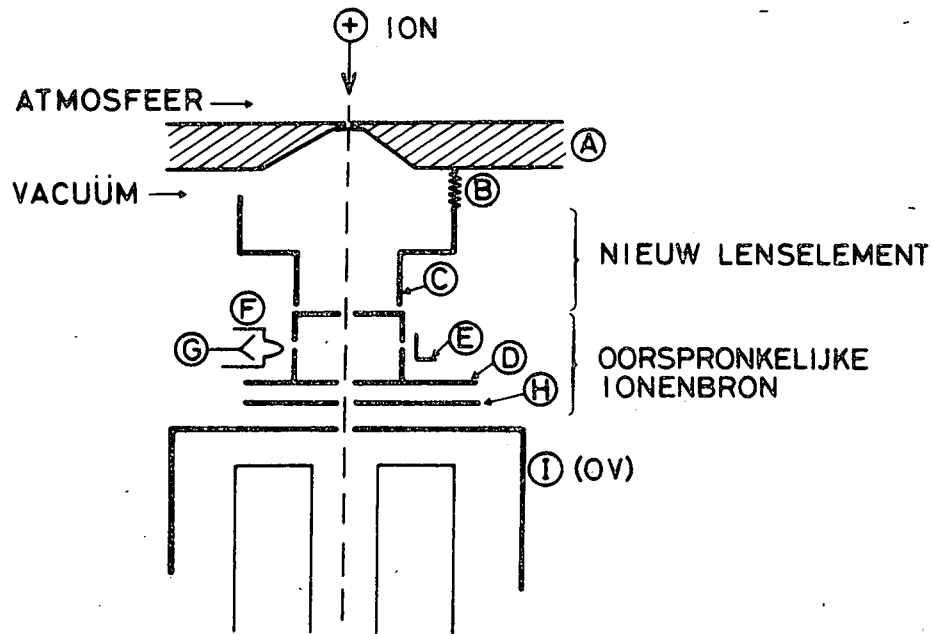
meterschakeling (AD 515L van Analog Devices). Op deze manier meten we de gemiddelde stroom die weglekt door de ingangsweerstand; deze is de som van de anodestroom en de ingangsstroom van de buffer LH 0033. Als terugkoppelweerstand R_f is een waarde van $100 \text{ M}\Omega$ gekozen (met parallel daaraan een condensator) zodat 1V aan de uitgang overeenkomt met een stroom van 10 nA. Aangezien de ingangstekstroom van de bufferingang steeds minder is dan 5 pA (en zelfs $< 2 \text{ pA}$ bij 0°C) is de hiermee gekoppelde fout op de meting te verwaarlozen. Het lag in de bedoeling de elektrometer 2 uitgangen te bezorgen. De ene wordt gewoon verkregen door een spanningsdeler 2:5 te laten volgen op de elektrometer; daar de maximum waarde van V_{out} begrensd is tot iets onder +5 Volt kan deze uitgang niet hoger dan 2 V komen. De andere uitgang levert $(100 \cdot V_{\text{out}}) \times 2/5$ via een honderdvoudige versterking (AD510S; Analog Devices) en opnieuw een spanningsdeler van 2:5. Voor het eerste kanaal betekent 1V aan de uitgang een anodestroom van $2,5 \cdot 10^{-8} \text{ A}$, terwijl dit voor het tweede met $2,5 \cdot 10^{-10} \text{ A}$ overeenkomt. Beide kanalen kunnen dus niet boven 2 V stijgen : dit is gedaan omwille van de door de telemeting opgelegde maximum spanning. Ter vervollediging bekijken we verder wat er gebeurt met de spanning op de anode van de spiraltron wanneer de elektrometer in verzadiging komt. Dan hangt het knooppunt van R en R_f niet langer virtueel aan de massa, maar neemt het een waarde aan van :

$$(V_{\text{out}})_{\text{sat}} = i_{\text{spir}}(t) \cdot R_f .$$

Met andere woorden, op de anodespanning wordt een negatieve spanning gesuperponeerd, die een verschuiving van de nullijn der pulsen kan teweegbrengen. Dit brengt mee dat de pulsdiscriminator (zie §6.6) die de pulsen van de buffer krijgt, in de war raakt zodra de verschuiving in de buurt van het discriminatorniveau komt te liggen. Dit laatste gebeurt wanneer de gemiddelde anodestroom boven $2,5 \cdot 10^{-8} \text{ A}$ komt. Ionen van bepaalde massa's, die zo talrijk aanwezig zijn dat de elektrometer verzadigt, zullen dus in een spectrum bekomen door pulstelling, niet voorkomen. We moeten de resultaten van pulstelling daarom steeds vergelijken met deze van de elektrometer en toezien welke massapieken eventueel verdwenen ten gevolge van verzadiging.

5.6. Ionenlens en lensvoeding

De functie van de ionenlens is, de ionen die door het inlaatlek gevlogen zijn zodanig te bundelen dat ze onder geschikte aanbiedingsvoorwaarden terecht komen aan de inlaatopening van het massafilter. Zoals we reeds eerder uitlegden is de ionenbron, die oorspronkelijk deel uitmaakte van het massafilter type 750 van Finnigan, omgebouwd zodat ze zowel als ionenbron en als ionenlens kan werken. Daarom is er (zie figuur 5.8) een nieuw, cilindrisch element C toegevoegd dat tussen de inlaatflens A en de ionenbron komt te zitten. Bij de werking als lens zijn de elementen A en C door middel van een kontaktveer B (en een vacuümdoorvoer) verbonden met de programmeerbare voeding die de inlaatpotentiaal bepaalt. De ionenbronelementen D, E, F en G zijn eveneens met elkaar doorverbonden en bevinden zich op een spanning van - 120 V t.o.v. de mechanische structuur. Het extractorelement H is doorverbonden met de kooi I die aan de structuur ligt (0 Volt). Deze waarden van de lensspanningen zijn proefondervindelijk bepaald op een zodanige wijze dat voor verschillende massa's de transmissie van de lens optimaal is. Zie hierover meer in het hoofdstuk over ijkingen en simulaties. Daar staat ook een en ander over de keuze van de inlaatpotentiaal en over de fenomenen die zich afspelen op de weg die een ion vanuit de atmosfeer aflegt tot aan de uitgang van de lens. Figuur 5.9 toont nog eens hoe de potentiaal langs de as van de lens verloopt in de lens-mode. Indien het geheel als ionenbron moet functioneren kunnen de elementen D, E, F, G en H via vacuümdoorvoeren verbonden worden met de commerciële Finnigan kwadrupoolvoeding die ook een ionenbronvoeding bevat. Deze mode wordt enkel gebruikt om bij gesloten inlaatsysteem (bijvoorbeeld net voor een lancering) door ionisatie van het restgas van het vacuüm toch ionen te kunnen produceren om de apparatuur uit te testen. De overige elementen A, B, C spelen dan geen rol en met behulp van de ionenbronvoeding kan dan de emissie van het filament, de elektronenenergie en de ionenenergie van de bron ingesteld worden. De emissie wordt zo afgeregeld dat een signaal bekomen wordt dat ongeveer binnen de grootteorden van het verwachte spectrum ligt, terwijl de ionenenergie (bepaald door het spanningsverschil tussen de ionenkamer en as van de kwadrupool) zo laag mogelijk wordt gehouden opdat we ook met laagenergetische ionen zouden werken. De regeling van de elektronenenergie (instelbaar door de spanning tussen het filament en de ionenkamer) laat toe bepaalde moleculen al dan niet te ioniseren afhankelijk van hun ionisatieënergiedrempel.



- | | | |
|--------------------------------|---|-----------------|
| (A) : inlaatflens | } | nieuw |
| (B) : kontaktveer | | |
| (C) : toegevoegd lenselement | | |
| (D) : ionenkamer | } | oorspronkelijke |
| (E) : electronenvanger | | |
| (F) : filament | | |
| (G) : electronenvanger | | |
| (H) : ionenextractor | | |
| (I) : kooi van het massafilter | | |

Fig. 5.8.- Ionenlens configuratie.

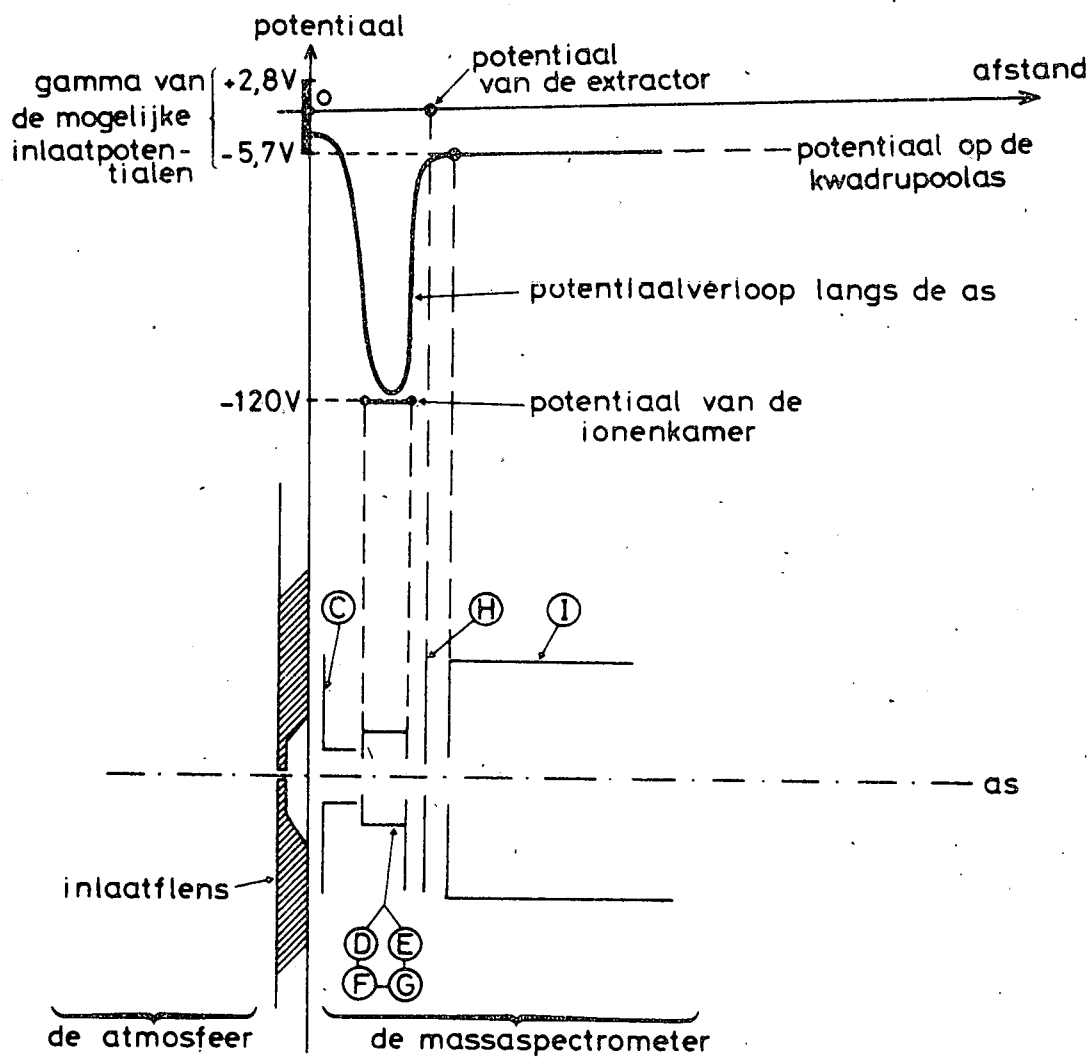


Fig. 5.9.- Potentiaal langs de as van de lens.

De voeding die tijdens de vlucht de lensspanningen verzorgt, is een DC/DC spanningsomzetter gevolgd door een stabilisatorschakeling die - 400 Volt aflevert. Deze voeding werkt, zoals de meeste andere modules, vanaf een voedingsspanning van 28 Volt. De lensspanningen worden gewoon van de 400 V afgeleid door spanningsdeling.

HOOFDSTUK 6 : De kwadrupoolvoeding en de massakontroleleenheid

6.1. Inleiding

Het kwadrupolair filter waar we het in voorgaand hoofdstuk over hadden wordt gestuurd door een speciale voeding die we de kwadrupoolvoeding noemen. Deze werd naar onze specificaties gebouwd door de firma ETCA te Charleroi die gespecialiseerd is in elektronika voor ruimtedoel-einden. Op haar beurt ontvangt deze voeding stuurspanningen van een door ons gebouwde massakontroleleenheid, die volautomatisch werkt en die van op afstand kan gecontroleerd worden via telecommando.

We vermelden hier meteen ter verduidelijking dat de S.I.T T E L. telecommandoapparatuur, die ons ter beschikking gesteld werd door de C.N.E.S. (Centre National d'Etudes Spatiales, Frankrijk), volgens het volgende formaat georganiseerd is. Negen bistabiele relays (omschakelaars) staan ter beschikking van de experimentator die er allerlei functies kan aan toekennen. Daarvan wordt in dit experiment 1 relay gebruikt om het experiment aan of af te schakelen. Van de 8 overblijvende relays zijn er 2 die dienst doen voor de bekrachtiging van het openingsmechanisme en van U.V. lampen voor fotoïonisatie. Van de 6 andere relays worden er door ons 4 toegepast voor de keuze van een bepaalde meetopdracht (adressering) terwijl de laatste 2 relays fungeren als interrupt-mogelijkheid om een aan gang zijnde meetprogramma te onderbreken.

In dit hoofdstuk worden uit de theorie van de kwadrupolaire filters een aantal formules afgeleid die voor verder gebruik nuttig zijn. Daarna wordt het schema van de kwadrupoolvoeding besproken, gevolgd door de uitvoerige beschrijving van de massakontroleleenheid.

6.2. Toepassing van de theorie der kwadrupolaire filters

De vergelijkingen, die de beweging beheersen van een ion met massa m en lading e in een kwadrupolaire massafilter, staan beschreven in appendix B. We herhalen dat, indien we U de gelijkspanningskomponent en $-V \cos \omega_0 t$ de wisselspanningskomponent noemen van de potentiaal aangebracht op een paar van de kwadrupoolstaven en bovendien stellen dat

$$a = \frac{8 \cdot e \cdot U}{m \cdot \omega_0^2 \cdot r_0^2} \quad \text{en} \quad q = \frac{4 \cdot e \cdot V}{m \cdot \omega_0^2 \cdot r_0^2}$$

dat er dan een stabiliteitsdiagramma bestaat in het (a, q) -vlak (zie figuur 6.1) dat de waarden van a en q afbakent die ons stabiele oplossingen van de bewegingsvergelijkingen bezorgen. Als we nu vertrekken met opgelegde waarden van de hoekfrequentie ω_0 , van de afstand tussen de staven $2r_0$ en van de spanningen U en V , dan blijft er als parameter de massa over. De verhouding $\frac{a}{q} = 2 \cdot \frac{U}{V}$ is echter onafhankelijk van de massawaarde m . Dit betekent dus dat, behalve door het stabiliteitsdiagramma, a en q ook nog verbonden zijn door een rechte $a'(q) = 2 \cdot \frac{U}{V} \cdot q$. Kiezen we nu de verhouding U/V zo dat deze rechte in de positie 1 buiten het stabiliteitsgebied ligt, dan zal er voor geen enkele massa een stabiele baan bestaan. Een speciale keuze van U/V levert een rechte op door de top van het stabiliteitsdiagramma (rechte 2). Daarmee stemmen unieke a_3 en q_3 waarden overeen, zodat alleen de geladen deeltjes met de welbepaalde massa

$$m = \frac{4eV}{q_3 \cdot \omega_0^2 \cdot r_0^2}$$

het filter kunnen doorkomen

Op deze manier bekommen we dus theoretisch een oneindig fijne resolutie. U en V moeten dan waarden aannemen gegeven door volgende betrekkingen :

$$U = \frac{m \cdot \omega_0^2 \cdot r_0^2 \cdot a_3}{8e} \quad \text{en} \quad V = \frac{m \cdot \omega_0^2 \cdot r_0^2 \cdot q_3}{4e}$$

met $U/V = a_3/2q_3 = 0,16784$

Beide uitdrukkingen tonen aan dat als we de verhouding tussen de gelijkspanning U en de amplitude V van de wisselspanning konstant en gelijk aan 0,16784 houden, er een lineair verband bestaat tussen gefilterde massawaarde en U of V . Een rechte in positie 3 bezit daarentegen een gedeelte dat binnen het stabiliteitsgebied valt. Alle deeltjes met massa's gelegen tussen

$$m_1 = \frac{4 \cdot e \cdot V}{q_1 \cdot \omega_0^2 \cdot r_0^2} \quad \text{en} \quad m_2 = \frac{4 \cdot e \cdot V}{q_2 \cdot \omega_0^2 \cdot r_0^2}$$

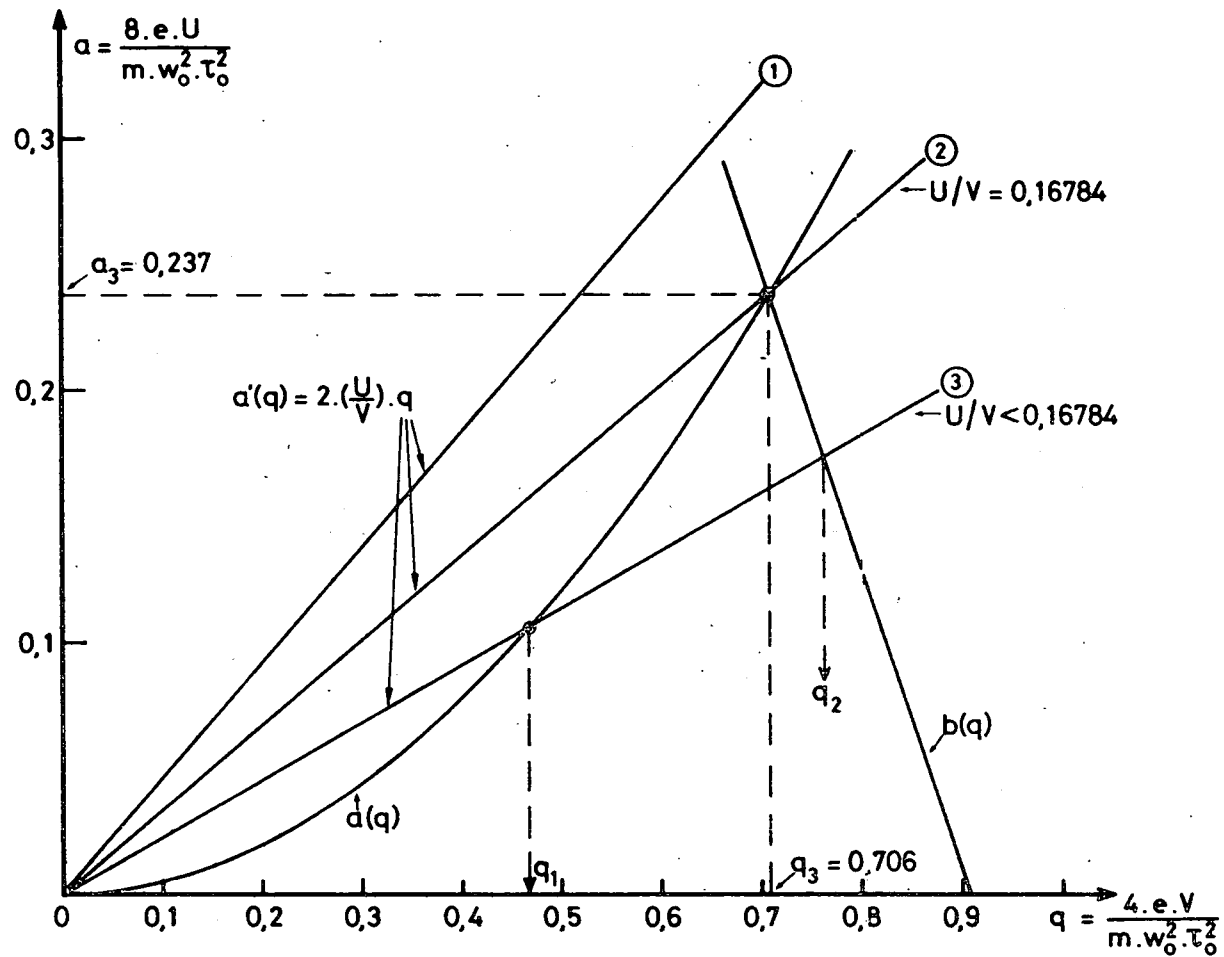


Fig. 6.1.- Stabiliteitsdiagramma. Rechte 1: geen stabiele banen; rechte 2: één stabiele massa; rechte 3: verschillende stabiele massa's.

beschrijven een stabiele baan.

Het verschil $\Delta m = m_1 - m_2$ stelt de breedte van het doorgelaten massadomein voor en is gegeven door :

$$\Delta m = m_1 - m_2 = \frac{4 \cdot e \cdot V (q_2 - q_1)}{\omega_0^2 \cdot r_0^2 \cdot (q_1 - q_2)}$$

Het centrum van het massagebied is :

$$m = m_2 + m/2 = (m_1 + m_2)/2$$

$$= \frac{q_1 + q_2}{q_1 \cdot q_2} \cdot \frac{2eV}{\omega_0^2 \cdot r_0^2}$$

De massa-resolutie, die gedefinieerd is als de verhouding van de centrale massa m tot de breedte van het doorgelaten gebied Δm , is dan gelijk aan :

$$R = m/\Delta m = \frac{q_1 + q_2}{2(q_2 - q_1)}$$

We kunnen dus besluiten (voor een werkingslijn waarbij U/V kleiner is dan 0,16784) dat :

- de resolutie onafhankelijk is van de massa
- de resolutie daalt met afnemende U/V
- de ingestelde massa m lineair afhangt van de amplitude V van de hoogfrequentie spanning (en dus ook van U).

Voor wat betreft de exakte waarde van de resolutie wijkt de theorie af van de in de praktijk gevonden waarden in die zin dat, bij het opstellen van het stabiliteitsdiagramma geen rekening is gehouden met de eindige lengte van de kwadrupool, met de hoek waaronder de geladen deeltjes het massafilter binnendringen en met de franjevelden aan beide uiteinden van het filter.

Tot slot nog iets over de bepaling van q_1 en q_2 , gebruikmakend van de uitdrukkingen van de krommen die het stabiliteitsgebied begrenzen :

$$a(q) = \frac{1}{2} q^2 - \frac{7}{128} \cdot q^4 + \frac{29}{2304} \cdot q^6 + \dots$$

$$b(q) = 1 - q - \frac{1}{8} \cdot q^2 + \frac{1}{64} \cdot q^3 - \frac{1}{1536} \cdot q^4 + \dots$$

Bekijken we eerst het snijpunt van de kromme $a(q)$ met de rechte $a = kq$. Dit is bepaald door de betrekking :

$$\frac{1}{2} q^2 - \frac{7}{128} q^4 + \frac{29}{2304} q^6 + \dots = k \cdot q$$

Als we hierin de termen in q^6 en hoger laten vallen (dit mag gerust tot $q = 0,706$) en als we het snijpunt $q = 0$ als triviaal beschouwen, dan wordt dit :

$$q^3 - \frac{64}{7} q + \frac{128}{7} k = 0$$

Dit is een derdegraadsvergelijking van de vorm

$$X^3 + PX + Q = 0$$

die we oplossen met de methode van Hudde. Aangezien k ligt tussen 0 en 0,16784 heeft de vergelijking 3 reële wortels (het zogenaamde onherleidbaar geval) van de vorm :

$$X = 2 \cdot \sqrt{\frac{-P}{3}} \cdot \cos \left(\frac{\theta + 1 \cdot \pi}{3} \right)$$

met $l = \text{geheel}$

en
$$\text{tg } \theta = \frac{\sqrt{-Q^2/4 - P^3/27}}{-Q/2}$$

In ons geval wordt dit :

$$\text{tg } \theta = \frac{-\sqrt{\frac{64}{7 \cdot 27} - k^2}}{k}$$

en
$$\theta = - \text{Arc tg } \frac{\sqrt{64/189 - k^2}}{k}$$

We houden alleen die wortel X (of dus q) over die ligt in het interval 0 tot 1 . Ter controle berekenen we het snijpunt van het geval $k = 0,16784 \times 2$; dit moet $q = 0,706$ opleveren. Dan is de wortel gegeven door :

$$q = 2 \cdot \sqrt{\frac{64}{21}} \cdot \cos\left(\frac{\theta}{3} + \frac{1 \cdot \pi}{3}\right) \text{ met } \theta = -54,97^\circ$$

Voor $l = -1$ wordt $q = 3,4915 \cdot \cos(-18,32^\circ - 60^\circ) = 0,706$, m.a.w. we hebben bewezen dat de uitdrukking voor de wortel klopt.

We mogen dus besluiten dat een voldoende preciese uitdrukking van de q waarde voor het snijpunt de volgende is :

$$q_1 = 2 \cdot \sqrt{\frac{64}{21}} \cdot \cos\left(\frac{\theta}{3} - \frac{\pi}{3}\right) \text{ met } \theta = - \text{Arc tg } \frac{\sqrt{64/189 - k^2}}{k}$$

Op analoge wijze zoeken we het snijpunt van dezelfde rechte $a = kq$ met de tweede kromme $b(q)$, die in het gebied $(0,1)$ bijna een lineair verloop kent. Dit komt neer op het oplossen van

$$1 - q - \frac{q^2}{8} + \frac{q^3}{64} - \frac{q^4}{1436} + \dots = kq$$

Een goede benadering hiervoor is :

$$1 - q - \frac{q^2}{8} + \frac{q^3}{64} = kq$$

of
$$\frac{q^3}{64} - \frac{q^2}{8} - (1+k) \cdot q + 1 = 0$$

Deze derdegraadsvergelijking proberen we opnieuw in de vorm

$$X^3 + P \cdot X + Q = 0$$

te brengen door een substitutie $q = z + 8/3$. We krijgen dan een vergelijking in z zonder termen in z^2 :

$$z^3 - 64 \cdot (4/3 + k) \cdot z + \left(64 - \frac{11 \times 512}{27} - \frac{512 \cdot k}{3} \right) = 0$$

De bekomen vergelijking heeft opnieuw 3 reële wortels (onherleidbaar geval) waarvan de uitdrukking is :

$$z = 2 \cdot \sqrt{\frac{-P}{3}} \cdot \cos \left(\frac{\theta + 1 \cdot \pi}{3} \right)$$

met
$$\operatorname{tg} \theta = \frac{-\sqrt{\frac{Q^2}{4} - P^3/27}}{Q/2}$$

en $l = \text{geheel}$.

Een goede q-waarde voor het tweede snijpunt is dus bepaald door :

$$q_2 = 8/3 + 2 \cdot \sqrt{\frac{-P}{3}} \cdot \cos \left(\theta + \frac{1 \cdot \pi}{3} \right)$$

met
$$\theta = -\operatorname{Arc} \operatorname{tg} \frac{\sqrt{Q^2/4 - P^3/27}}{Q/2}$$

$$P = -64 \cdot (k + 4/3)$$

$$Q = \left(64 - \frac{11 \times 512}{27} - \frac{512 \cdot k}{3} \right)$$

We gaan opnieuw de juistheid na van de gevonden oplossing door $k = 2 \times 0,16784$ te stellen. Met $l = -2$ krijgen we :

$$P = -106,71$$

$$Q = -201,60$$

$$\operatorname{tg} \theta = 1,85$$

$$\theta = 61,63^\circ$$

$$q = 8/3 + 11,93 \cdot \cos(20,54^\circ - 120^\circ) = 0,706$$

6.3. De kwadрупoolvoeding

De taak van deze voedingseenheid is de spanningen op te wekken die we op de kwadрупoolstaven moeten aanbrengen en wel zodanig dat deze lineair evenredig veranderen met 2 stuurspanningen V_c en U_c . Figuur 6.2 toont ons het blokscherm van de voeding. Het gedeelte dat de hoogfrequentie komponent van de bedoelde spanningen genereert is totaal gescheiden van het gelijkspanningsgedeelte.

We bespreken vooraf dat onderdeel van het blokschema dat betrekking heeft op de spanningen $V \cdot \cos \omega_0 t$ en $-V \cdot \cos \omega_0 t$. Eerst wordt een sinusvormige spanning opgewekt door een kristalgestuurde oscillator. Hierdoor wordt een meer dan voldoende frekwentiestabiliteit gagarandeerd, zodat de resolutie van de kwadрупool daar niet onder lijdt. De frekwentie van de oscillator is gelijk gekozen aan 2,14 MHz om de volgende redenen. De kwadрупool die in dit experiment gebruikt wordt, maakte oorspronkelijk deel uit van een commerciële massaspectrometer (Finnigan model 400). De daarbij horende kwadрупoolvoeding werkte op een frekwentie van 2,14 MHz. Om de compatibiliteitsredenen en om vergelijkingen tussen resultaten bekomen met deze voeding en met de commerciële voeding mogelijk te maken, is daarom een zelfde frekwentie gekozen. Deze sinus, afkomstig van de oscillator, wordt nu in een balansmodulator (Motorola MC1550G) gestuurd die toelaat de amplitude van de golfvorm te wijzigen. De uitgangsspanning van de modulatorschakeling wordt daarna toegevoerd aan een stuurtrap (National Semiconductors LH0002) die in staat is vermogen te leveren aan de eindtrap. Het is deze eindtrap die uiteindelijk de anti-symmetrische spanningen $V \cdot \cos \omega_0 t$ en $-V \cdot \cos \omega_0 t$ moet genereren. De beide hoogfrequent transistoren (type 2N 3229) van de eindtrap ontvangen anti-symmetrische stuurspanningen uit de stuurtrap. Hun collectoren zijn verbonden met aftakkingen op een zelfinductie, die samen met de capaciteiten van de kwadрупool, van de voedingskabels en van de afstemcondensatoren een LC-kring vormt, afgestemd op 2,14 MHz. Het equivalent schema van deze LC-kring vinden we in figuur 6.3. Een gedeelte van de hoogfrequentie spanning, opgewekt door de balanseindtrap, wordt door een extra wikkeling afgetapt van de zelfinductie. Deze spanning $\alpha \cdot V \cdot \cos \omega_0 t$ wordt gebruikt om via terugkoppeling de uitgangsspanning van de eindtrap te stabiliseren. In een piekdetecter-schakeling, gebaseerd op

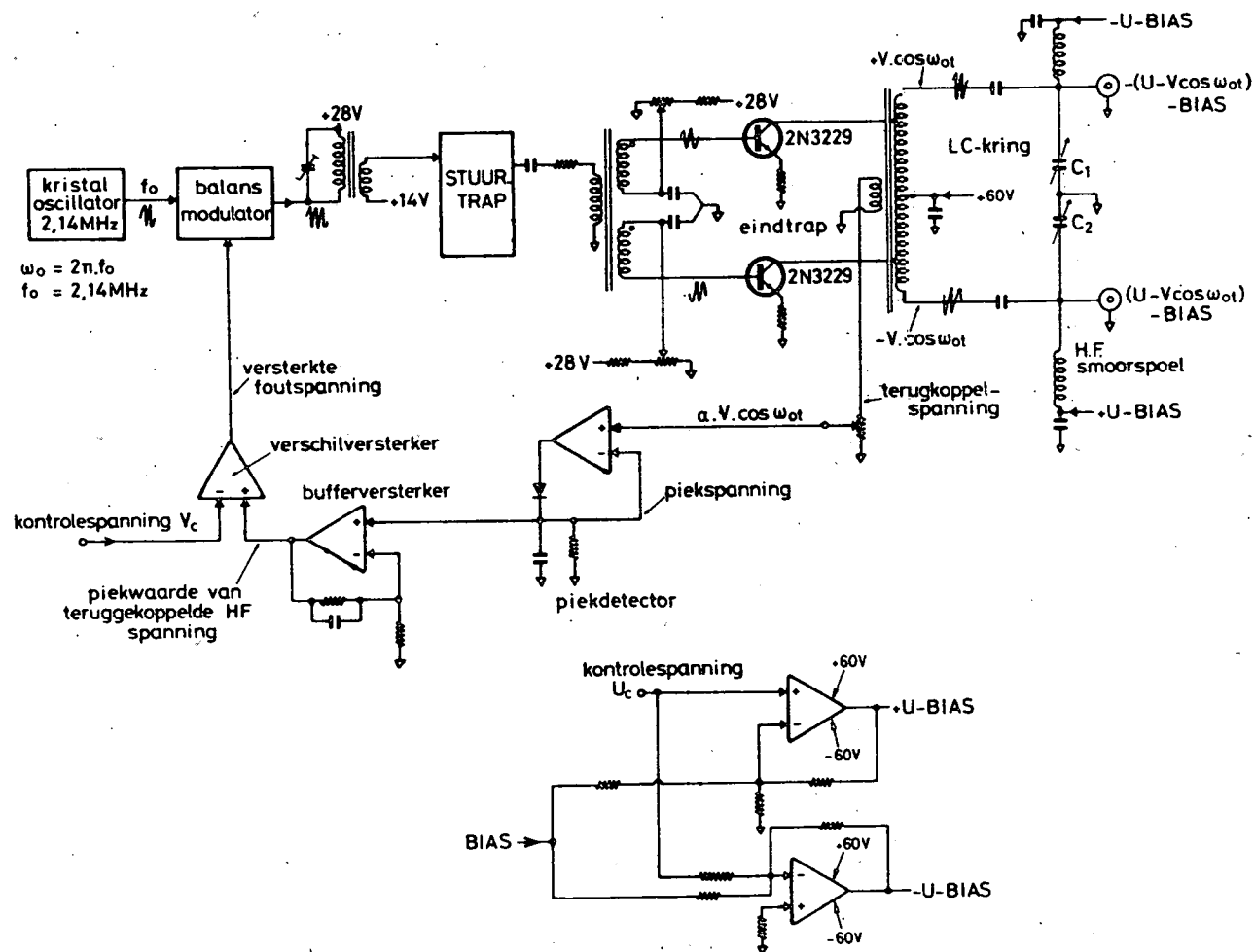
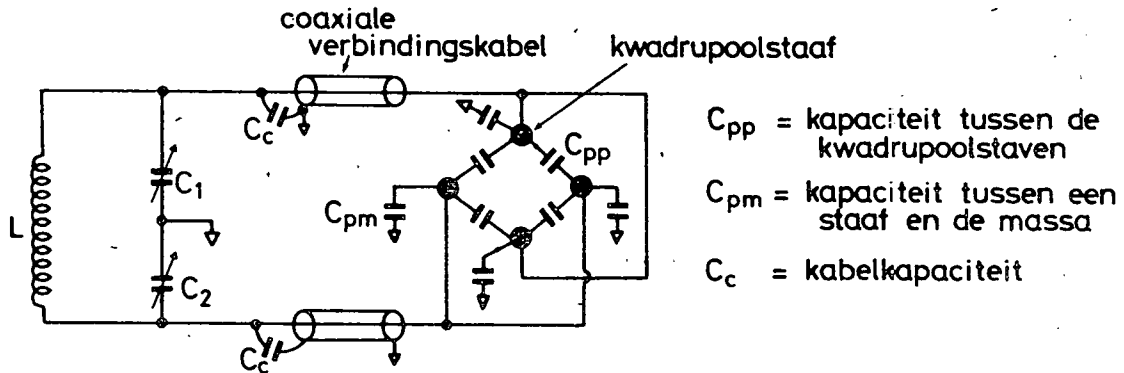


Fig. 6.2.- 'Blok-schema van de kwadrupoolvoeding. Hoogfrequent gedeelte en gelijkspanningsgedeelte.

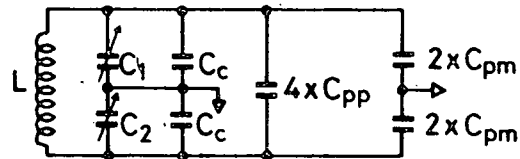
de combinatie van een condensator en een comparator, wordt de amplitude van deze H.F. spanning bepaald. Na versterking in een bufferversterker wordt door een verschilversterker het foutsignaal tussen een stuurspanning V_c en deze piekwaarde gevormd. De terugkoppelketen wordt gesloten doordat het versterkte foutsignaal de modulatie diepte in de balansmodulator regelt. Op deze manier zijn we verzekerd dat binnen zekere grenzen de uitgangsspanningen $V \cdot \cos \omega_0 t$ lineair zullen veranderen met de stuurspanning V_c . Deze grenzen zijn ondermeer gegeven door de beperkte dynamiek van de piekdetector. In volgende paragraaf komen we nader terug op het verband tussen de hoogfrequentie spanning en de stuurspanning V_c .

Het gelijkspanningsgedeelte van de kwadrupoolvoeding (zie figuur 6.2) is veel eenvoudiger van opzet. Het bestaat uit 2 speciale operationele versterkermodule die uitgangsspanningen tussen + 60 en - 60 Volt kunnen leveren en die in inverterende en niet-inverterende schakelingen werken. Ze worden gestuurd met een tweede stuurspanning U_c , die we na versterking als + U en - U terugvinden aan de uitgangen van de operationele versterkers. Bovendien is de mogelijkheid geschapen om aan beide gelijkspanningen een vaste offset te bezorgen van - 5,7 Volt (Bias). Daardoor kan de potentiaal van het kwadrupoolveld een verschuiving ondergaan t.o.v. de massa. Dit is noodzakelijk om de positieve ionen die het lek verlaten op potentiaal nul, toch een zekere snelheid volgens de kwadrupoolas te bezorgen. De gelijkspanningen en de hoogfrequentie spanningen worden gesuperponeerd ter hoogte van de uitgangskonnectoren, maar blijven verder volledig gescheiden door middel van hoogfrequentie smoorspoelen. De 2 afstembare condensatoren C_1 en C_2 moeten dienen om de LC-kring af te stemmen op 2,14 MHz en ook om antisymmetrie tussen $V \cdot \cos \omega_0 t$ en $- V \cdot \cos \omega_0 t$ af te regelen. We kunnen nu ook nagaan welke spanningen de kwadrupoolvoeding moet kunnen opwekken om een bepaald massagebied te kunnen bestrijken. Met de formule

$$m = \frac{4 \cdot e \cdot V}{q_3 \cdot \omega_0^2 \cdot r_0^2}$$



equivalente LC circuits:



of

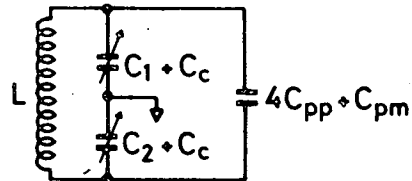


Fig. 6.3.- Equivalent schema van de LC-kring van de kwadrupool.

die het verband tussen V en m vastlegt krijgen we bij hoge resolutie en $r_0 = 0,274$ cm, een formule voor de massawaarde uitgedrukt in atoommassa-eenheden :

$$M = 1,85 \cdot V/f^2$$

als $[V]$: Volts en $[f]$: MHz.

Willen we met de spectrometer geladen deeltjes met massa's tussen 0 en 100 atoommassa-eenheden kunnen analyseren dan moet de amplitude V een maximale waarde V_{\max} kunnen bereiken die gegeven is door :

$$V_{\max} = \frac{(2,14)^2}{1,85} \cdot 100 = 248 \text{ Volt.}$$

Daar de verhouding $\frac{U}{V}$ maximaal een waarde gelijk aan 0,16784 moet kunnen aannemen voor een grootst mogelijke resolutie, moet de gelijkspanning dus uitstuurbaar zijn tot :

$$U_{\max} = \left(\frac{U}{V}\right)_{\max} \cdot V_{\max} = 0,16784 \cdot 248 \text{ Volt} \\ = 42 \text{ Volt.}$$

6.4. De massakontroleleenheid⁽⁵⁶⁾

6.4.1. Ontwerpfilosofie

Gewone, voor laboratoriumdoeleinden bestemde kwadrupoolvoedingen worden volledig manueel ingesteld. Op het bedieningspaneel stelt de operator de begin- en eindmassa's in van het massagebied dat moet afgelopen worden, en ook de resolutie waarmee een spectrum moet opgenomen worden. In het toestel zelf worden er dan een gelijkspanning U en een wisselspanning $V \cdot \cos \omega_0 t$ opgewekt waarvan de amplitudes lineair toenemen met de tijd volgens een regelbare helling.

Een dergelijke manier van werken is echter onmogelijk in een op afstand bestuurde stratosferische massaspectrometer. Zowel het te bestrijken massagebied als de resolutie, het aantal stappen en de tijd waarin

het zal afgelopen worden, moeten volledig van op afstand programmeerbaar zijn. Daartoe is een massakontroleëenheid ontworpen die een aantal telecommandosignalen kan interpreteren en die langs digitale weg de kwadrupoolvoeding kan sturen (via U_c en V_c).

We hebben bij het ontwerp van deze eenheid het idee laten varen om door middel van een zaagtandgenerator een bepaald massadomein op continue wijze af te lopen. De meest geschikte methode om in de gegeven omstandigheden - een gering aantal ionen per seconde en dus een uiterst lage detectorstroom - een spectrum op te nemen, leek ons daarentegen de analoge weg te verlaten en het massagebied op te delen in discrete massadomeintjes, waarin we achtereenvolgens het aantal ionen laten registreren door een ionenteller. Dan zijn de breedte van elk domein, het aantal gebiedjes, de beginmassa, de resolutie en de telduur de parameters die het spectrumformaat bepalen. In de te bespreken controleëenheid worden deze parameters als binaire informatie opgeslagen in een halfgeleidergeheugen, van waaruit ze op elk moment door afstandsbesturing kunnen opgediept worden om de werkvoorwaarden van het toestel te veranderen. In volgende paragrafen beschrijven we achtereenvolgens : de digitale opwekking van de stuurspanningen U_c en V_c , de digitale controle van het aantal massadomeintjes en van de telduur en tenslotte het controlegedeelte dat het parametergeheugen bevat. Figuur 6.4 toont een diagramma waarop de verschillende stappen staan die de massakontroleëenheid moet nemen

6.4.2. Opwekking van V_c

De massainstelling van de spectrometer is lineair evenredig met de waarde van de amplitude V (zie 6.2) en dus ook met de stuurspanning V_c . Een lineaire verdeling van het totale massagebied (0 tot 100 A.M.U.) komt dus neer op een aantal gelijk gespatieerde discrete waarden van V_c . V_c wordt daartoe opgewekt door een digitaal-naar-analoog convertor (of DAC) met een 12-bits resolutie, type DAC 12QS van Analog Devices. Deze DAC-module ontvangt als digitale informatie de complementaire binaire code van een V_c waarde en zet die om in een spanning die tussen 0 en 10 Volt gelegen is en 4096 discrete waarden kan aannemen gegeven door volgende formule :

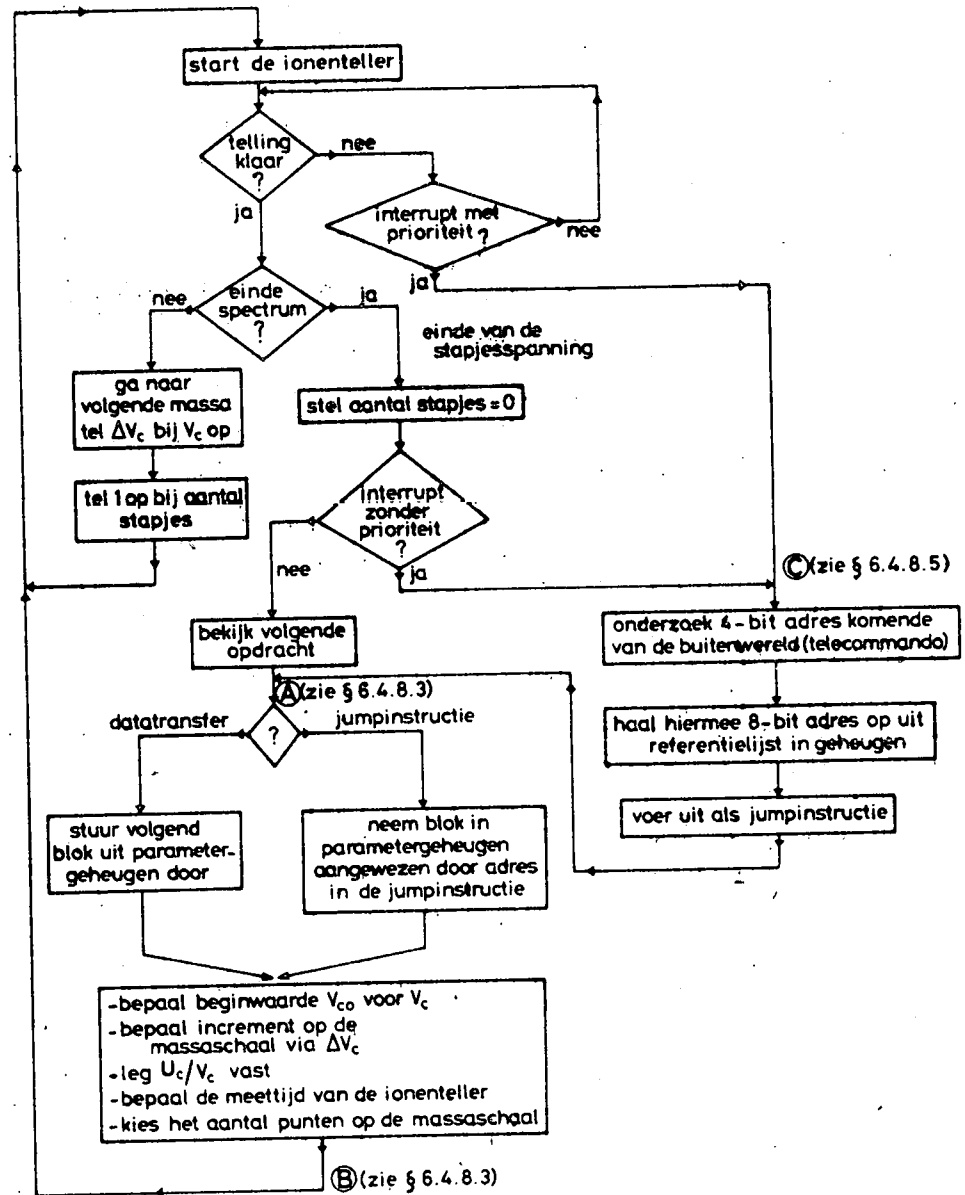


Fig. 6.4.- Diagramma van de logische stappen in de controle-eenheid.

$$V_c = 10 \cdot \frac{\text{Bin}_V}{2^{12}} \text{ Volt} = 10 \cdot \frac{\text{Bin}_V}{4096} \text{ Volt}$$

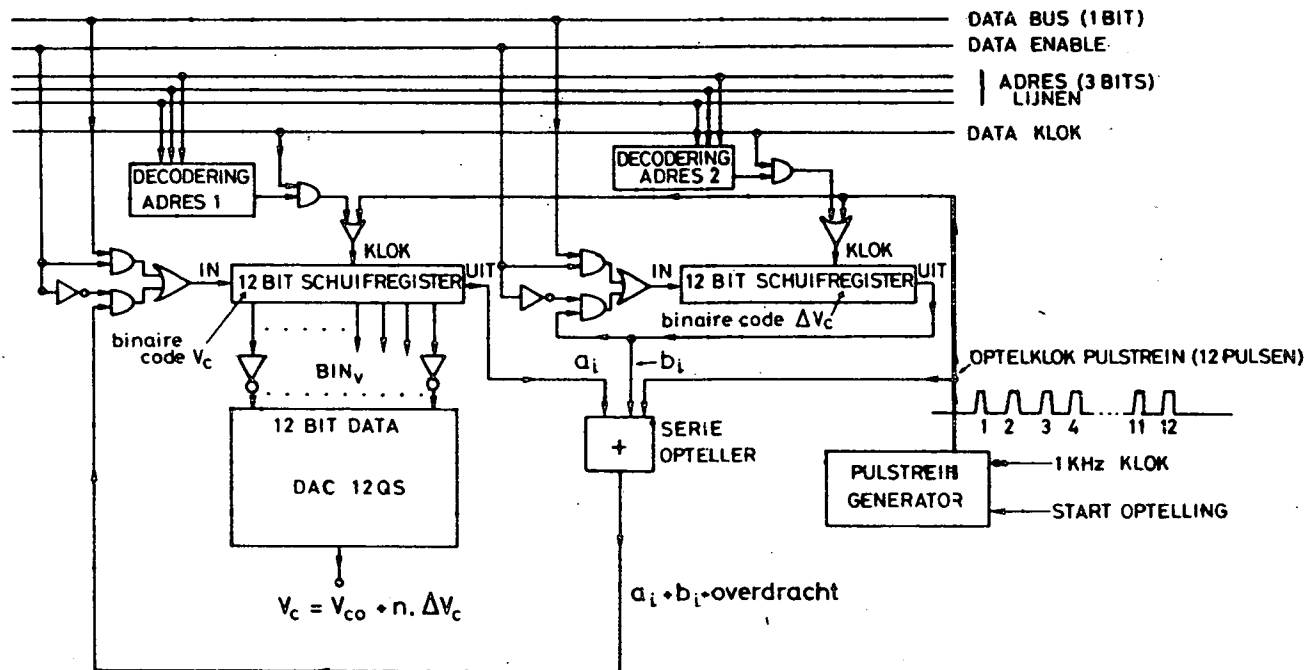
waarin $0 \leq \text{Bin}_V \leq 4095$ als Bin_V de 12-bits binaire code is.

De binaire code Bin_V die naar de 12-bits DAC gestuurd wordt, is afkomstig van een binaire optelschakeling (zie figuur 6.5). Deze bestaat uit 2 12-bit schuifregisters (type CD4015 van RCA) : het ene register bevat een beginwaarde V_{CO} van V_c en het andere bevat een increment ΔV_c dat we aan V_c willen bezorgen. De 2 schuifregisters schuiven op kommando van een pulstrein, die 12 klokpulsen lang is, hun informatie in een serieopteller die telkens de som van 2 bits maakt en ook een eventuele overdracht onthoudt. De resulterende som-bits worden bij elke klokpuls terug in het eerste schuifregister geschoven. Het tweede schuifregister schuift zijn eigen bits terug binnen en blijft na afloop dus de waarde ΔV_c stockeren. Het zal nu duidelijk zijn dat telkens als de optelschakeling een startpuls krijgt, V_{CO} zal geïncrementeerd worden met ΔV_c . Na n optellingen is dus

$$V_c = V_{CO} + n \cdot \Delta V_c$$

Met deze werkwijze kunnen we dus V_c opeenvolgende waarden laten aannemen die vanaf een waarde V_{CO} beginnen en die verder over ΔV_c gespatieerd zijn. De serieopteller waarover sprake, voldoet aan volgende waarheidstabel :

Vorige overdracht c_i	bit a_i	bit b_i	som	nieuwe overdracht c_{i+1}
0	0	0	0	0
0	1	0	1	0
0	0	1	1	0
0	1	1	0	1
1	0	0	1	0
1	1	0	0	1
1	0	1	0	1
1	1	1	1	1



SCHUIFREGISTERS : CD4015 : DUAL 4-BIT STATIC REGISTER
DAC : DAC 12QS : Analog Devices

Fig. 6.5.- Opwekking van de stuurspanning V_c onder de vorm van een stapjespanning.

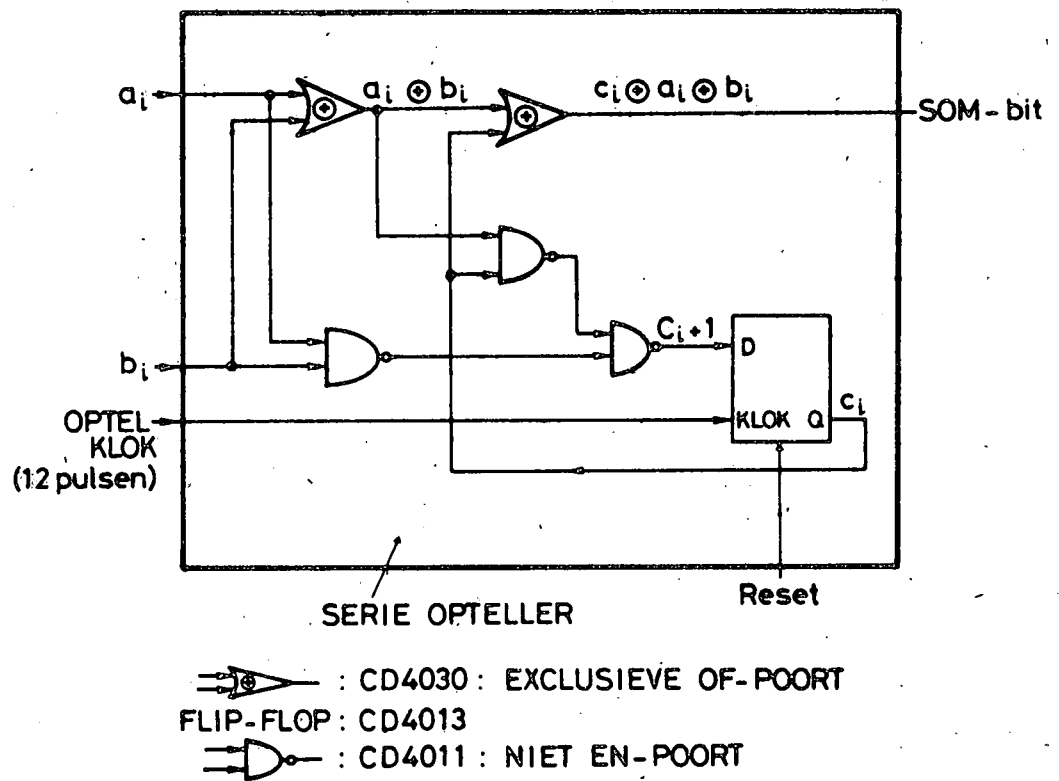


Fig. 6.6.- Schema van de serie opteller.

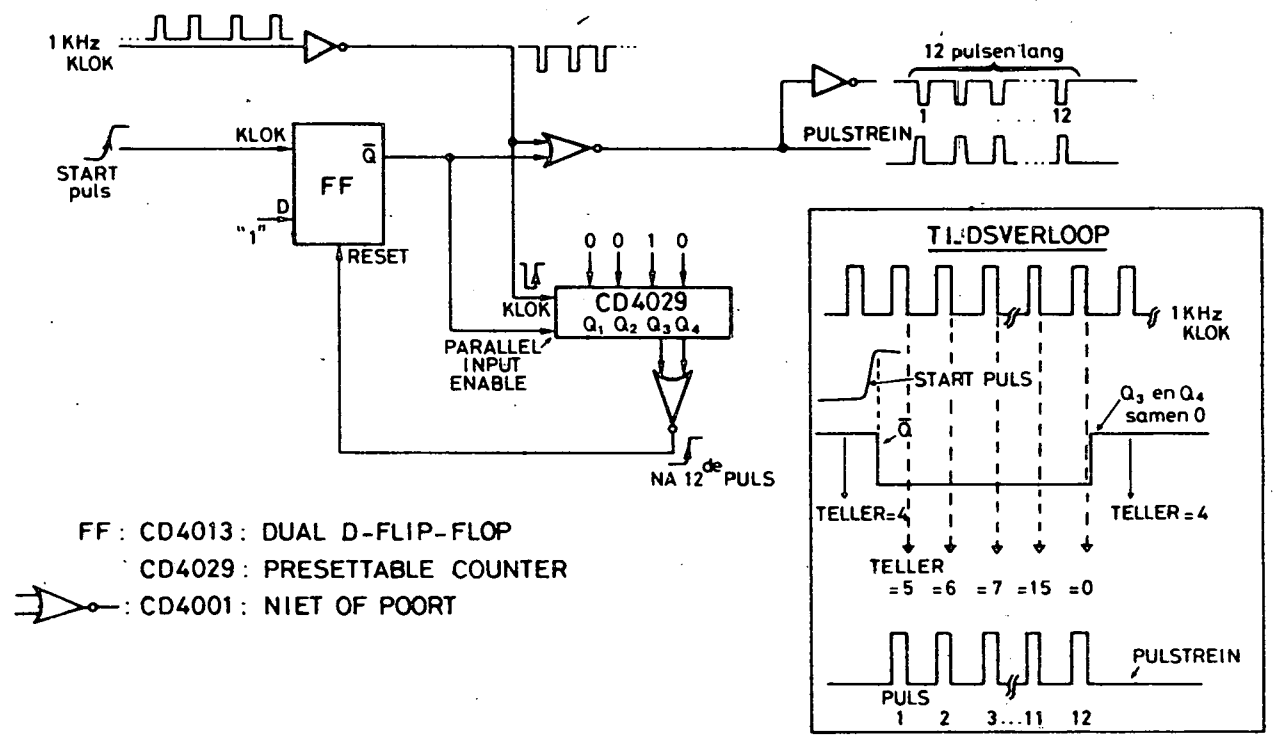


Fig. 6.7.- Pulstreingenerator.

Som en overdracht worden dus gerealiseerd door volgende logische betrekkingen (figuur 6.6) :

$$\begin{aligned} \text{som} &= \bar{c}_i \cdot (a_i \cdot \bar{b}_i + \bar{a}_i \cdot b_i) + c_i \cdot \overline{(a_i \cdot \bar{b}_i + \bar{a}_i \cdot b_i)} \\ &= \bar{c}_i \cdot (a_i \oplus b_i) + c_i \cdot \overline{(a_i \oplus b_i)} \\ &= c_i \oplus (a_i \oplus b_i) \end{aligned}$$

$$c_{i+1} = \bar{c}_i \cdot (a_i \cdot b_i) + c_i \cdot (a_i + b_i) = a_i \cdot b_i + c_i \cdot (a_i \oplus b_i)$$

De pulstreingenerator van figuur 6.7 die de telpulsen maakt, bestaat uit de combinatie van een flip-flop, een programmeerbare teller (4 bits) en enkele poorten. In rust verplicht de flip-flop de teller de toestand 0100 aan te nemen. Van zodra een startpuls de flip-flop omklapt begint de teller het aantal klokpulsen te tellen, tot na 12 klokpulsen zijn inhoud de waarde 0000 (of 16) bereikt. De telleruitgangen Q_3 en Q_4 worden nu voor het eerst samen nul en zorgen er, via een OF-poort, voor dat de flip-flop terug in zijn oorspronkelijke toestand komt en verdere pulsen blokkeert. We moeten nog vermelden dat beide registers van de optelschakeling hun beginwaarden V_{CO} en V_C krijgen van een data bus lijn waarlangs binaire data doorgeschoven wordt op kadans van een data klok. Met de hulp van 3 adreslijnen en een adresdecoder ontvangt elk register zijn specifieke informatie.

6.4.3. Opwekking van U_c : figuur 6.8.

De schakeling die we gebruiken om U_c te genereren is eenvoudiger dan de voorgaande. Aangezien het zeer belangrijk is de verhouding U/V en dus U_c/V_c te kunnen regelen om de resolutie van het apparaat in de hand te houden (zie 6.2), wordt U_c afgeleid uit V_c met behulp van een vermenigvuldigende (multiplying) DAC, type DAC-12M van Analog Devices. Deze 12-bits DAC module werkt als een digitale potentiometer, zodanig dat zijn ingangsspanning (V_{ref}) en zijn uitgangsspanning (U_c) voldoen aan de betrekking :

$$\frac{U_c}{V_{REF}} = \frac{Bin_U}{2^{12}} = \frac{Bin_U}{4096}$$

waarin Bin_U de binaire code van U_c voorstelt die via de eerder vermelde data-bus-lijn in een 12-bit schuifregister terecht komt.

Kiezen we nu V_{ref} gelijk aan $\gamma \cdot V_c$ dan zal dus U_c/V_c regelbaar zijn tussen 0 en $\gamma \cdot \frac{4095}{4096}$ in stappen gelijk aan $\gamma/4096$, op voorwaarde dat Bin_U varieert van 0 tot 4095.

$$\text{Dus : } \frac{U_c}{V_c} = \gamma \cdot \frac{\text{Bin}_U}{4096}$$

Het komt er nu op aan γ geschikt te kiezen, zodat U/V waarden kan aannemen die de werkinglijn $a = 2 \cdot U/V \cdot q$ in het stabiliteitsdiagramma in enkele interessante posities kan brengen. Dergelijke posities zijn :

- $U/V > 0,16784$ of een werkinglijn buiten het stabiele gebied ; dit betekent : nuldoorlaat van het filter.
- $U/V = 0$ of horizontale werkinglijn ; dit betekent : "total pressure mode" of hoogdoorlaat-filter vanaf een massa $4 \cdot e \cdot V/q_2 \cdot \omega_o^2 \cdot r_o^2$
- U/V weinig verschillend van, maar kleiner dan $0,16784$: eindige massa-resolutie.

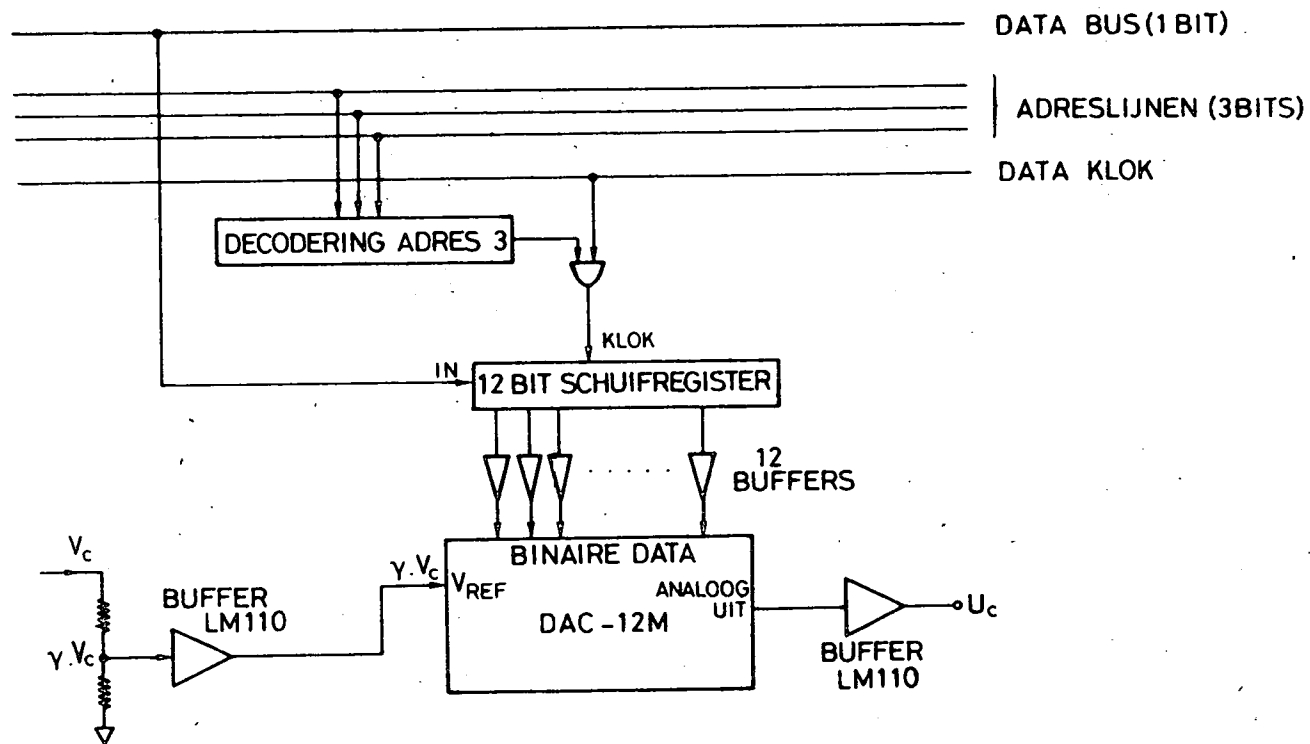
Het geval b) is uiterst eenvoudig te realiseren door $\text{Bin}_U = 0$ te stellen, wat γ ook weze. Het geval a) helpt ons de maximale waarde bepalen die U/V moet kunnen aannemen : $(U/V)_{\text{max}}$. Deze zal bereikt worden bij een maximale U_c/V_c . De waarde van γ bepalen we dan uit :

$$\left(\frac{U_c}{V_c} \right)_{\text{max}} = \gamma \cdot \frac{4095}{4096}$$

Nemen we van nu af aan dat het verband $U(U_c)$ en $V(V_c)$ perfect lineair is, dan kunnen we stellen dat :

$$\begin{aligned} U &= \alpha \cdot U_c \\ V &= \beta \cdot V_c \end{aligned}$$

Dan wordt :



SCHUIFREGISTERS : CD4015
 BUFFERS : CD4010

$$\frac{U_c}{V_c} = \gamma \cdot \frac{BIN_u}{4096}$$

Fig. 6.8.- Schakeling voor de opwekking van U_c , de controlospanning die de gelijkspanning op de kwadрупool bepaalt.

$$\left(\frac{U_c}{V_c}\right)_{\max} = \left(\frac{U}{V}\right)_{\max} \cdot \frac{\beta}{\alpha}$$

of

$$\gamma = \frac{\beta}{\alpha} \cdot \left(\frac{U}{V}\right)_{\max} \cdot \frac{4096}{4095}$$

Steunend op het feit dat voor de kwadрупoolvoeding die we hier gebruiken de verhouding β/α ongeveer gelijk is aan 1, kiezen we :

$$\gamma = \left(\frac{U}{V}\right)_{\max}$$

Om eventuele afwijkingen tussen het theoretisch stabiliteitsgebied en de praktijk op te vangen werd een $(U/V)_{\max}$ van 0,2 gekozen. Daarmee ligt dus de waarde van γ vast. Dus geldt van nu af aan :

$$\frac{U_c}{V_c} = 0,2 \cdot \frac{Bin_U}{4096}$$

$$V_c = 10 \cdot \frac{Bin_V}{4096} \text{ Volt}$$

Deze beide betrekkingen zullen we later in dit hoofdstuk gebruiken om de parameters te berekenen die we in het geheugen van de massakontrole-eenheid zullen opslaan.

6.4.4. Basisklok

Naargelang we vorderen met de bespreking van de massakontrole-eenheid zal het duidelijk worden welke de samenhang is tussen de verschillende onderdelen ervan. Vooraleer we verder gaan moeten we echter een onderdeel bespreken dat de concertatie tussen de andere onderdelen mee helpt regelen : de basisblok. Deze basisklok levert een 10-fazige klok

die overal in de controleëenheid als klok gebruikt wordt. Ze bestaat uit een kwarts-gestabiliseerde oscillator (Vectron CMOS compatible clock oscillator CO-236) die een blokgolf met een stabiele frekwentie van 10 KHz $\pm 0,001\%$ aflevert). Na deling in 3 delerschakelingen leiden we eveneens stabiele frekwenties af van 1 KHz, 100 Hz en 10 Hz. Deze laatste frekwentie wordt dan toegevoerd aan een deler/decoder die 10 uitgangen heeft welke bij opeenvolgende 10 Hz klokpulsen de een na de andere hoog worden (figuur 6.9). Het resultaat is een aantal klokpulsen P_0 tot en met P_9 , met repetitiefrekwentie 1 Hz, die elk 0,1 seconde duren en over 0,1 seconde verschoven zijn ten opzichte van elkaar. Het zijn deze klokpulsen die we in alle verder te bespreken onderdelen zullen nodig hebben om bepaalde acties op het juiste moment te starten of te stoppen, of met elkaar te synchroniseren.

6.4.5. Telvenster- of meettijdgenerator

Nadat we in voorgaande paragrafen uitlegden hoe we V_c en U_c stapsgewijze kunnen laten veranderen, komen we nu aan het punt waarbij we moeten bespreken hoe de pulsen, die in de ionendetector ontstaan, geteld worden tussen 2 stappen van V_c in.

De ionenteller (zie paragraaf 6.6), die daarvoor instaat, krijgt de toelating om ionen te tellen gedurende de tijd dat een bepaalde logische veranderlijke, het telvenster, hoog is. De schakeling, die het telvenster produceert, is de meettijd teller van figuur 6.10. Deze bestaat ondermeer uit een 12-bits teller, die in zijn begintoestand op nul staat, en uit een 12-bit data register waarin als binaire waarde de meettijd (uitgedrukt als veelvoud van 1 seconde) opgeslagen is. Telkens als nu een telvenster moet gestart worden zal een P_0 klokpuls een flip-flop (FF 1) zetten. Deze opent een poort zodat P_1 klokpulsen de teller kunnen incrementeren. Vanaf dat moment wordt ook een tweede flip-flop (FF 2) geset door een P_1 puls : dit is het begin van het telvenster (figuur 6.11).

Opeenvolgende P_1 pulsen zullen nu de tellerinhoud doen toenemen. Bij deze tellerinhoud wordt ondertussen in een 12-bit opteller het complement van de registerinhoud opgeteld. L P_1 pulsen na de eerste P_1 puls zal de teller op de waarde L+1 staan; de som van L+1 en \bar{L} zal nu een

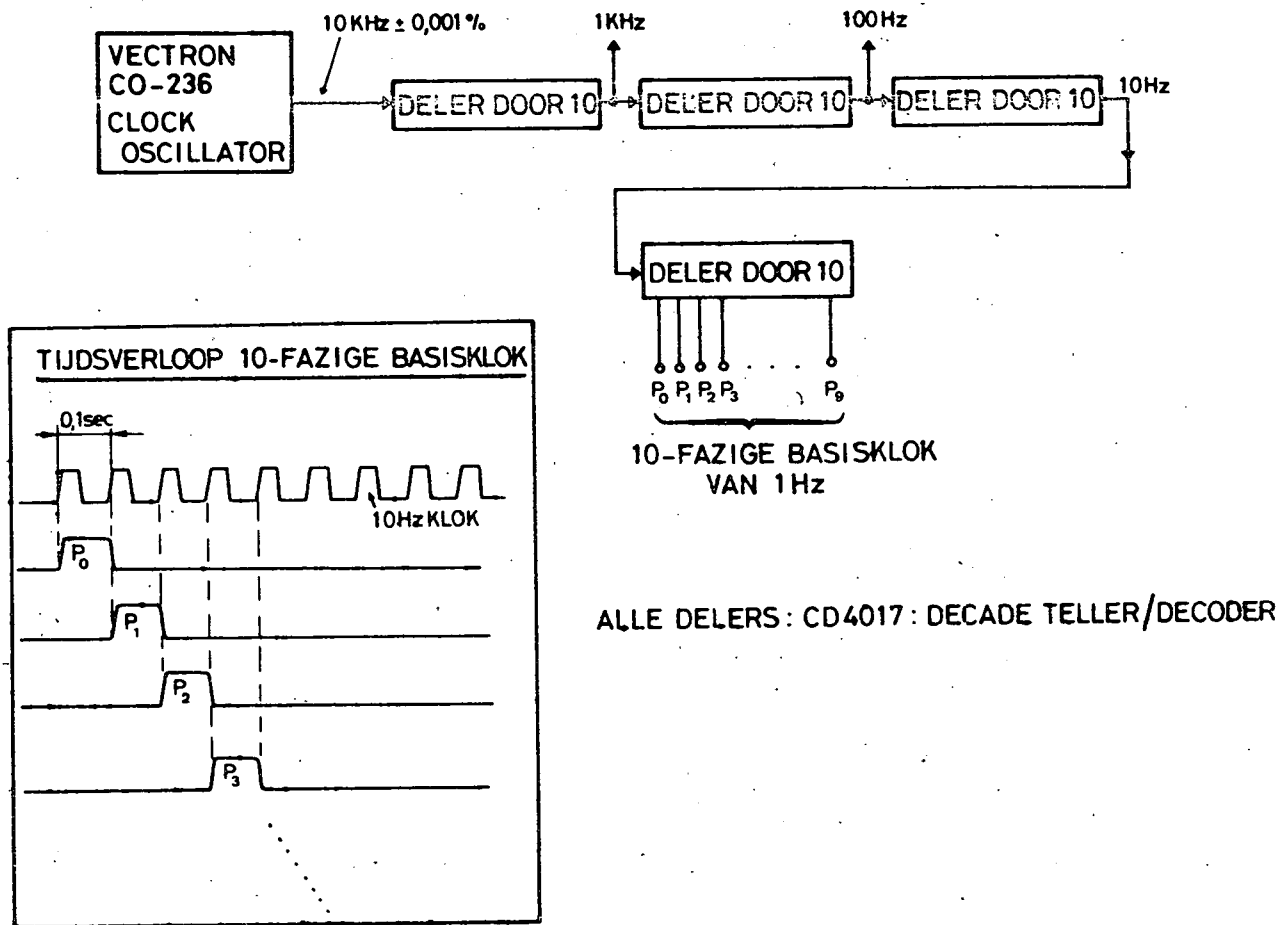


Fig. 6.9.- Tienfazige basisklok.

overdracht opleveren die beide flip-flops, FF 1 en FF 2, terugzet in hun rusttoestand. Daarmee wordt ook het telvenster terug laag nadat het L seconden hoog was.

Tussen twee telvensterpulsen in is er een dode tijd van 1 seconde. Gedurende deze tijd zal een P_2 klokpuls de teller terug op nul stellen zodat deze klaar staat om vanaf de eerstvolgende P_1 puls opnieuw de duur van een telvenster te tellen. Eveneens kan gedurende deze periode, vanaf P_2 tot de daaropvolgende P_0 , de inhoud van het 12-bit register gewijzigd worden om eventueel een andere meettijd te programmeren. We komen daarop terug.

Ook is in de mogelijkheid voorzien het telvenster voortijdig af te breken door een interrupt-puls, veroorzaakt door een telecommando-level (herinner 6.1). Deze kan gebruikt worden om een meetprogramma te onderbreken bij de eerstkomende P_1 puls. De interrupt-puls heeft hetzelfde effect op de logika als een normale reset gesynchroniseerd met P_1 , zoals in figuur 6.11 uitgelegd staat.

De meettijdgenerator die we hier beschrijven kan dus telvensterpuls van variabele lengte produceren, gaande van 1 tot 4095. Een dergelijk gamma van tijden laat toe zowel langdurig de ionen van één bepaalde massa te tellen als korte tellingen uit te voeren voor een reeks opeenvolgende massa's. De meettijd of het telvenster wordt namelijk gekozen in functie van de ingestelde resolutie : betere resolutie betekent minder signaal en vraagt dus langer tellen.

6.4.6. Stapjester

In paragraaf 6.4.1 legden we uit dat het massadomein, dat we met dit apparaat onderzoeken, opgedeeld zou worden in massagebiedjes. Eerder beschreven we al hoe U_c en V_c stapsgewijze kunnen veranderen en hoe we de duur van elk stapje (telvenster + 1 seconde) kunnen programmeren. Nu blijft er ons nog over aan te tonen hoe het aantal stapjes waarin we het spectrum verdelen gegeven wordt.

Opnieuw wordt de informatie, het aantal stapjes N , op seriële wijze in een 12-bits schuifregister gebracht (zie figuren 6.12 en 6.13) en

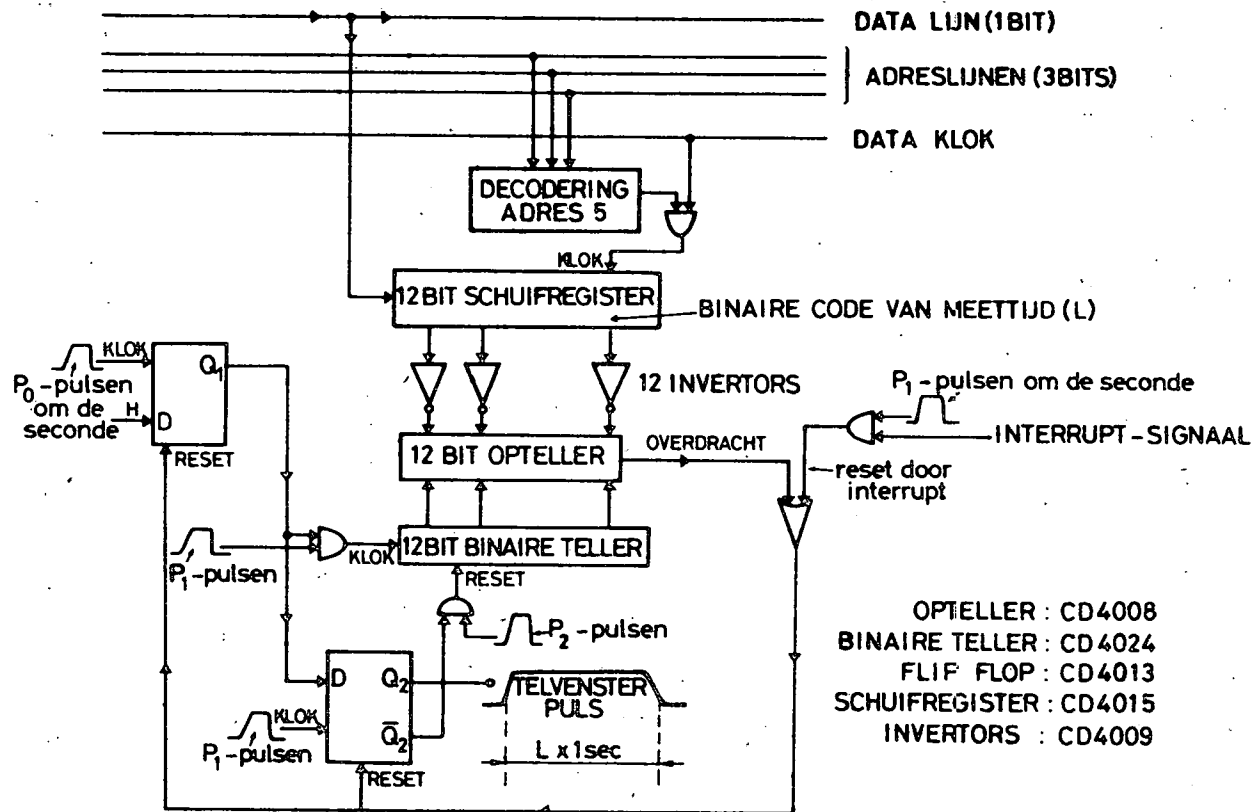


Fig. 6.10.- Meettijdgenerator.

GEVAL ZONDER INTERRUPT

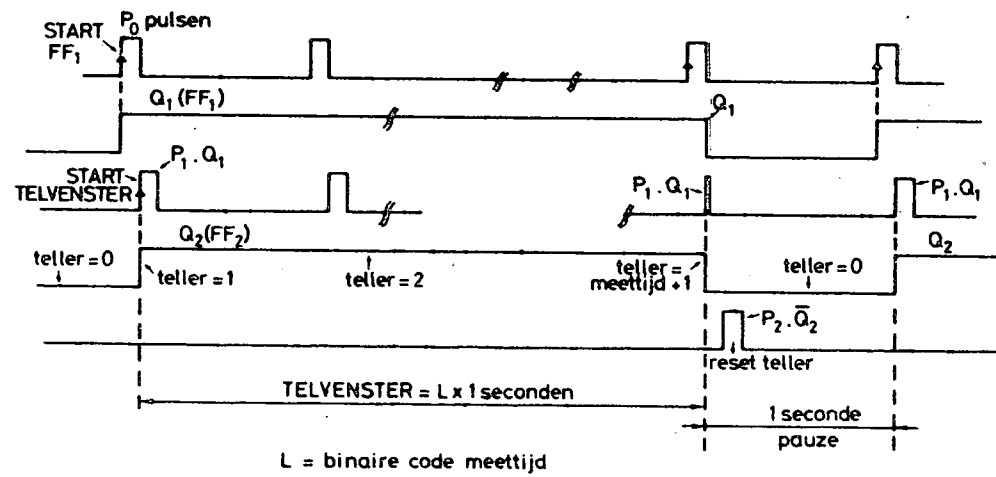


Fig. 6.11.- Tijdsverloop in meettijdgenerator.

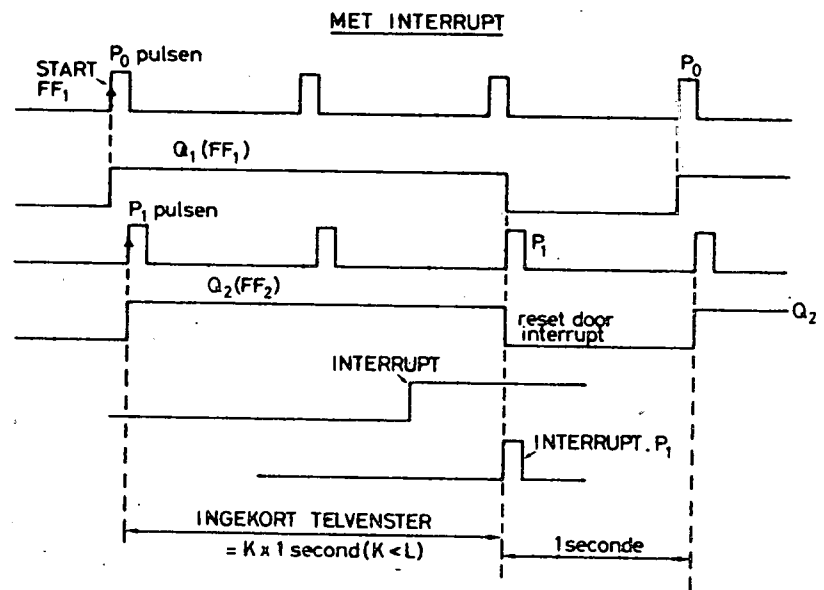


Fig. 6.11.- Tijdsverloop in meettijdgenerator.

ingelezen in een 12-bits afteller. Dit gebeurt in de pauze van 1 seconde tussen 2 telvensters in. Elke dalende flank van de telvenster-pulsen zal de teller doen aftellen, tot na de Nde puls de "borrow"-uitgang van deze afteller laag wordt. Deze uitgang wordt in een NIET-OF poort gecombineerd met een lage DATA-enable omdat anders bij het seriële inlezen van de informatie er valse "borrow"'s zouden geproduceerd worden. Uiteindelijk wordt met dit logische signaal een, als monostabiele multivibrator geschakelde, flip-flop (FF 1) getriggert die een puls aflevert die het einde van de stapjesspanning aankondigt. Deze puls wordt gebruikt om het nog te bespreken controlegedeelte van de massakontrole-eenheid er op attent te maken dat nieuwe data moeten gestuurd worden naar de reeds besproken onderdelen van het toestel. Terzelfdertijd wordt nog een verlengde versie afgeleverd van deze puls, die hoog blijft gedurende de pauzetijd tussen 2 telvensters. Het logische niveau van dit signaal wordt namelijk in het telemeting-formaat mee doorgestuurd en moet daarom beschikbaar blijven.

6.4.7. Samenhang tussen de opwekking van V_c , de meettijdgenerator, de stapjesspanning en de basisklok

Tot nu toe hebben we de verschillende onderdelen van de massakontrole-eenheid afzonderlijk bestudeerd. Nu kunnen we een kort overzicht geven van de samenwerking tussen deze onderdelen aan de hand van figuur 6.14. In eerste instantie geeft de P_1 -faze van de basisklok de kadans aan. Op de stijgende flanken van deze pulsen worden bepaalde pulsen gestart of gestopt. Ze duren een tijdspanne die we het telvenster of de meettijd noemen en die gelijk is aan een geheel aantal seconden. Gedurende het telvenster worden pulsen afkomstig van de ionendetector geteld in de later te bespreken ionenteller. Op het einde van elke telvenster ligt de ionenteller stil en mag de massainstelling veranderen. Daarom wordt op de dalende flank van het telvenster aan V_c een increment ΔV_c bezorgd. De eerstvolgende 12 msec na deze flank verandert V_c nogal willekeurig, omdat dan de binaire informatie naar de digitaal-naar-analoog convertor (DAC) uit een snel doorschuivend 12-bit woord bestaat ten gevolge van het serieel optelproces dat bezig is. Dit kan echter geen kwaad omdat :

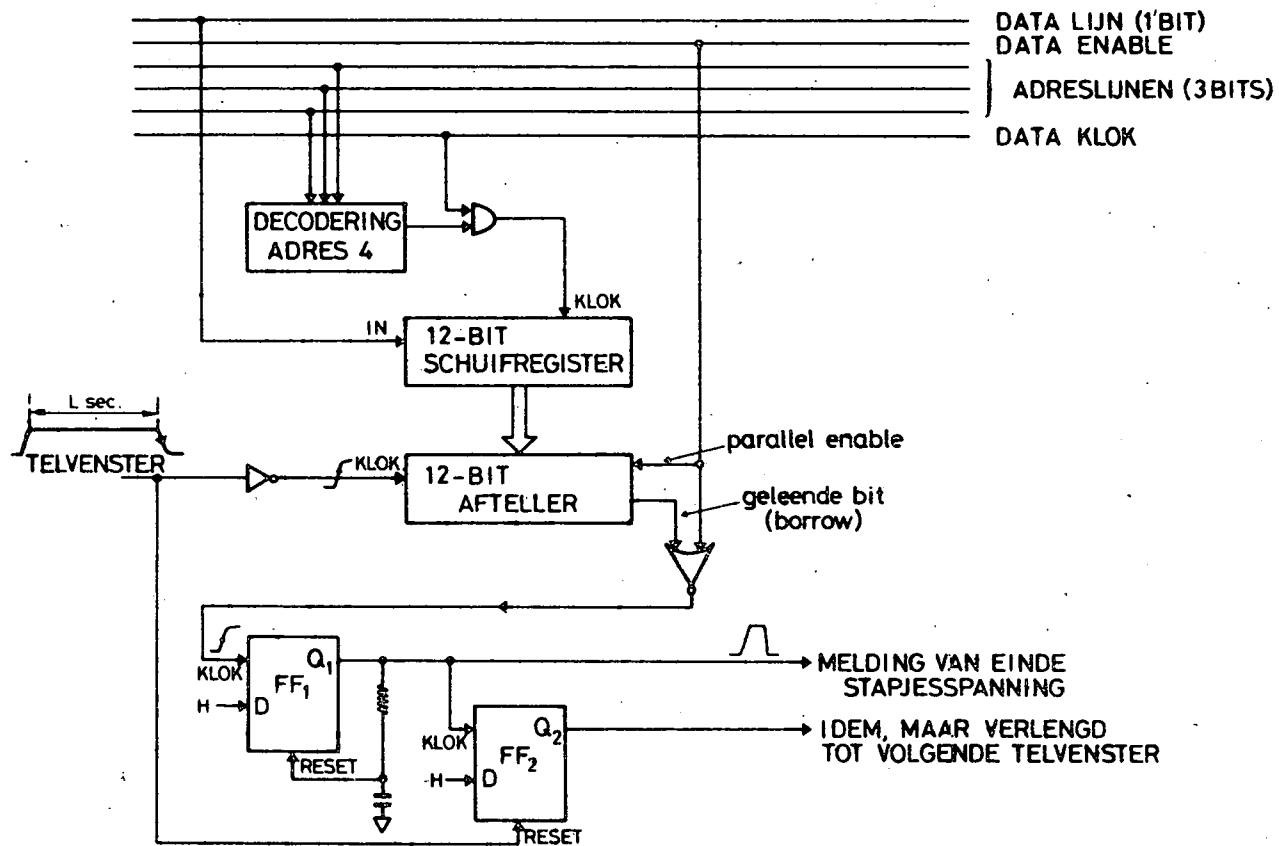


Fig. 6.12.- Stapjester : telt het aantal punten op de massaschaal.

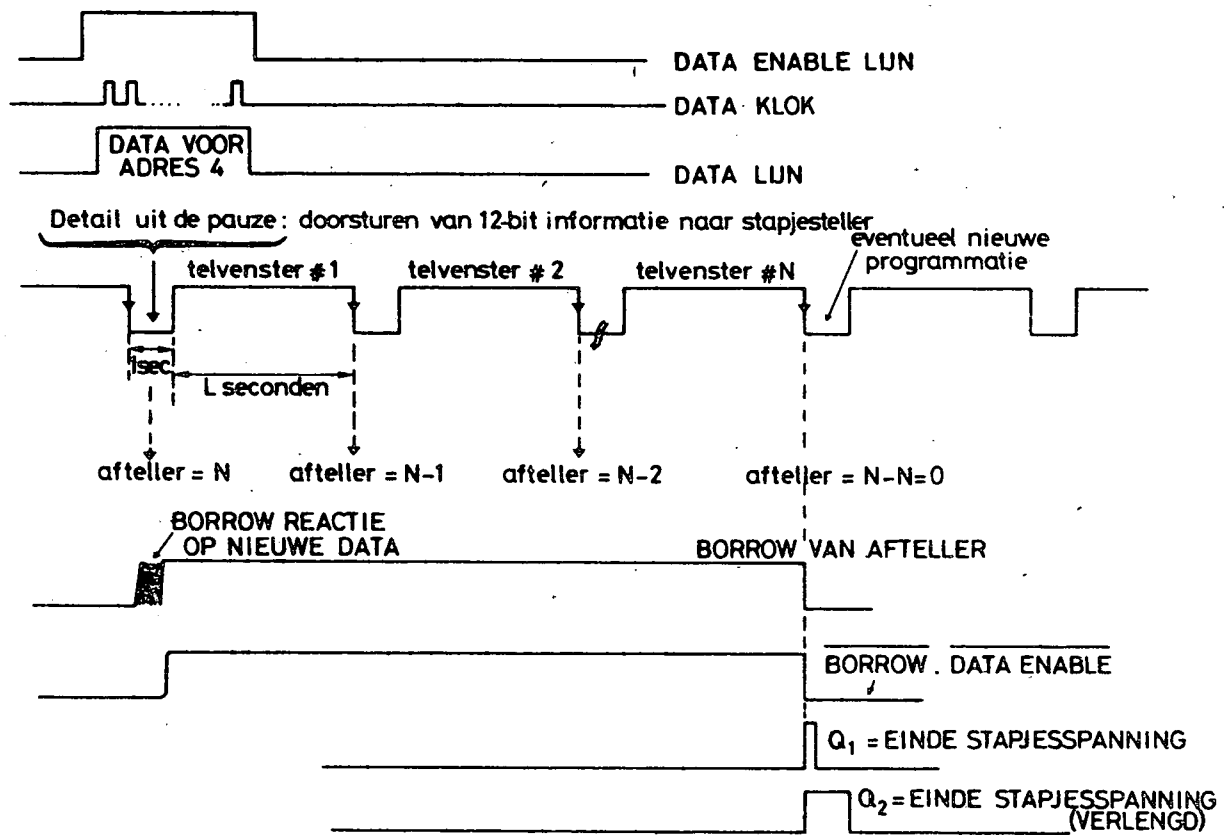


Fig. 6.13.- Signalen in de stapjester.

- 1) de kwadrupoolvoeding zeer traag reageert
- 2) er dan geen ionen geteld worden zodat de massawaarde van geen belang is.

In de pauze van 1 seconde tussen 2 vensterpulsen heeft de DAC alle tijd om met de nodige precisie zijn nieuwe waarde aan te nemen. Zo kan gedurende het daaropvolgende telvenster de ionenteller de ionen tellen van de massa overeenkomende met de volgende V_c waarde. Merken we ook nog op dat op de dalende flank van een telvenster de stapjsteller geïncrmenteerd wordt, zodat eventueel na de laatste stap er een "einde van de stapjesspanning" kan optreden. Dit laatste signaal wijzigt dan wel het beeld zoals het in figuur 6.14 is weergegeven, omdat dan V_c herprogrammeerd wordt via de seriële databus.

6.4.8. Kontrolé en parametergeheugen

6.4.8.1. Blökschema : figuur 6.15

Alle onderdelen die we in de paragrafen 6.4.2 tot en met 6.4.7 besproken kregen hun data op seriële wijze via een data lijn. We leggen nu uit welke schakeling die data lijn voedt en hoe ze de dataklok, het data enable-sigitaal en de adreslijnen van de juiste spanningen voorziet.

Deze schakeling bestaat voor een belangrijk deel uit het parametergeheugen, waarin 256 woorden van 16 bits opgeslagen zijn. Dit geheugen bevat ondermeer de binaire code van de parameters die naar de diverse onderdelen van de massakontroléëenheid worden gestuurd. Elk van de 256 woorden van het geheugen kan geadresseerd worden via een adresregister/teller met lengte 8 bits (256 mogelijke adressen). Dit register kan ofwel opeenvolgende adreswaarden aannemen ofwel een adres overnemen uit een referentieregister dat ook 8 bits lang is : het vervult dus de rol van programmateller. Het referentieregister kan op zijn beurt een 4 bit adres aannemen vanuit de buitenwereld (de 4 telecommandosignalen) of op seriële wijze een 8 bit-adres krijgen via de datalijn. Nadat een bepaald geheugenwoord geadresseerd is, worden de 16 bits van het woord parallel in een transferregister geladen vanwaar ze in serie kunnen vertrekken

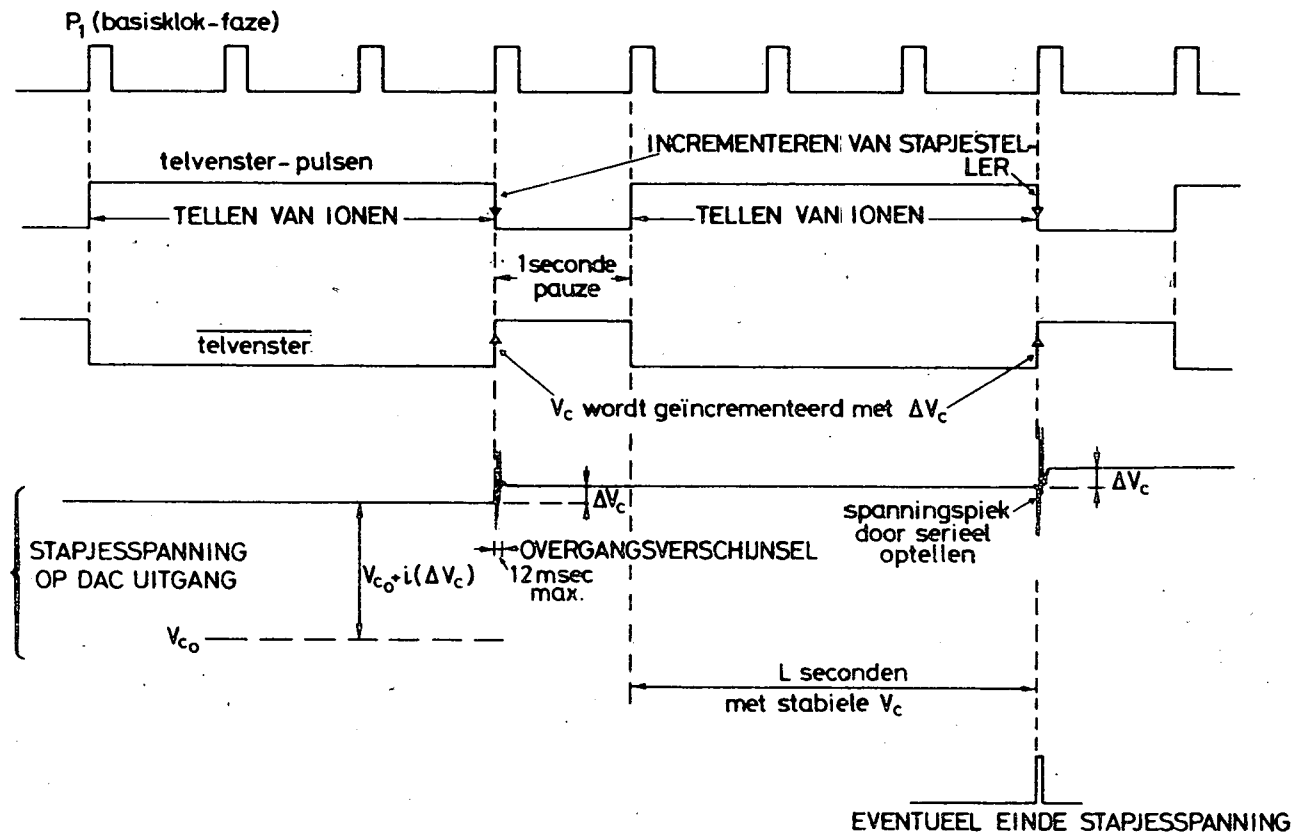


Fig. 6.14.- Samenvatting van het verloop van V_c , de meettijd en de basisklok.

langs de data lijn. De 3 meest betekenende bits van het geheugenwoord voeden bovendien de 3 adreslijnen. Het referentieregister, het adresregister en het transferregister krijgen klok- en enable-pulsen vanuit een controlelogika, die ook nog de dataklok en het data enable-signaal maakt. Tenslotte is er nog de interrupt-logika die via 2 interruptlijnen bevelen ontvangt (2 telecommandosignalen) en die omzet in signalen die bepaalde sekwenties in de controlelogika kunnen starten.

6.4.8.2. Parametergeheugen : figuren 6.15 en 6.16

Het parametergeheugen bestaat uit 2 EPROMS (erasable programmable read only memories), type MM4203Q van National Semiconductors. Deze bevatten 2048 bits georganiseerd als 256 bytes en kunnen dus via 8 adreslijnen geadresseerd worden. De PROMS kunnen blijvend geprogrammeerd worden met informatie en ze kunnen ook uitgewist worden door UV-licht van korte golflengte (bijvoorbeeld 253,7 nm). In ons systeem staan de 2 PROMS parallel; dit wil zeggen dat een woord van 16 bits gevormd wordt uit 2 bytes met hetzelfde adres. Daartoe krijgen beide PROMS dezelfde adreslijnen, komende van het adresregister.

De informatie in de PROMS is gestockeerd volgens een verschillend formaat naargelang het gaat om een datawoord of om een adresoperatie. Woorden die in verband staan met adresoperaties zijn herkenbaar aan het feit dat de 3 meest betekenende bits B_{15} , B_{14} en B_{13} van het woord alle 3 nul zijn. De eerste 16 woorden van het parametergeheugen zijn van deze soort. Ze vormen de referentielijst : dit is een beperkte zone van het geheugen die met een 4 bit-adres kan bestreken worden. Dit adres, dat afgeleid wordt van 4 telecommando-signalen T_3 , T_2 , T_1 en T_0 , laat ons toe uit de referentielijst een adres op te diepen dat 8 bits breed is en dus kan verwijzen naar alle 256 geheugenplaatsen. Dit is dus een vorm van indirecte adressering. De bedoeling van de referentielijst is dus met een beperkt aantal lijnen (4) toch 16 adressen, over gans het geheugen verspreid, te kunnen aanwijzen. Dit is van belang omdat het aantal telecommandolijnen beperkt is (zie ook 6.1).

De rest van het geheugen (woorden 16 tot en met 255) noemen we de data-ruimte, hoewel er ook nog adresoperaties kunnen in voorkomen. In

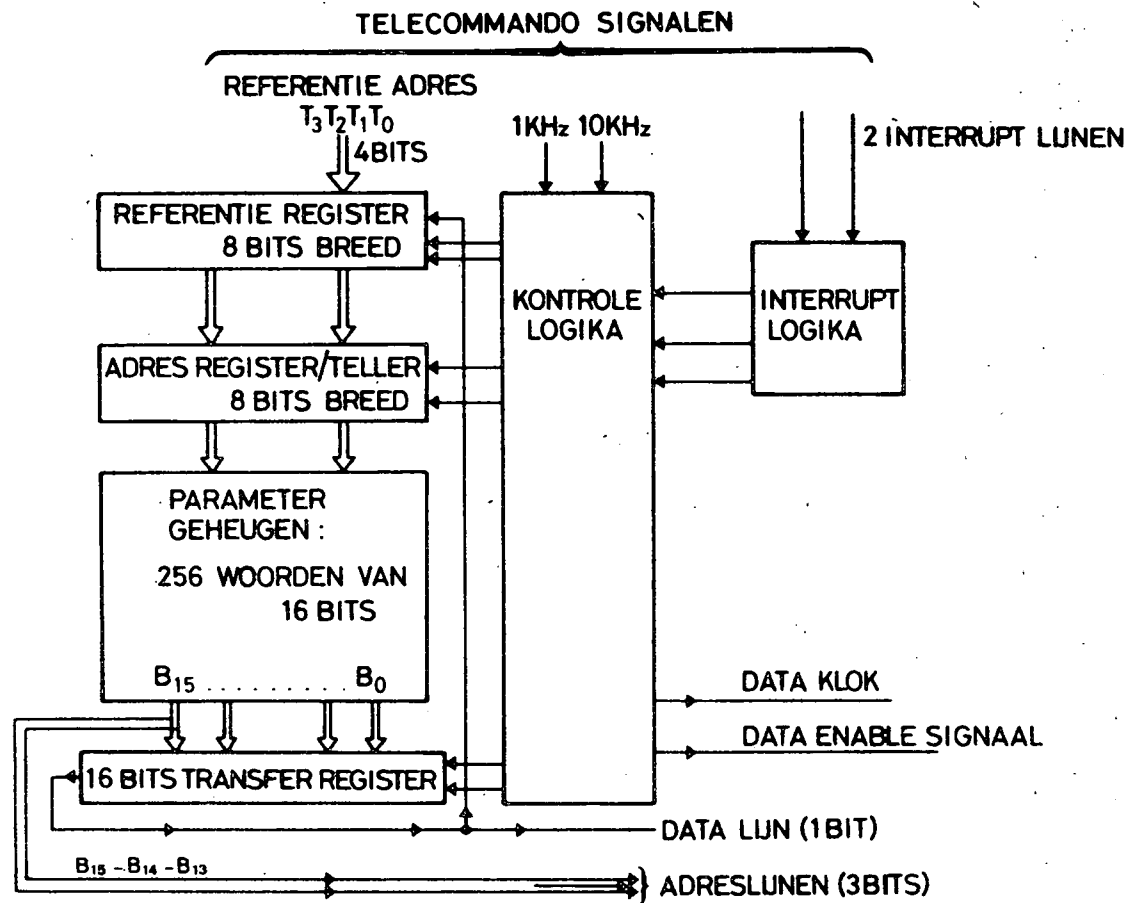


Fig. 6.15.- Blokschema van het parametergeheugen en het controlegedeelte van de massakontroleleenheid.

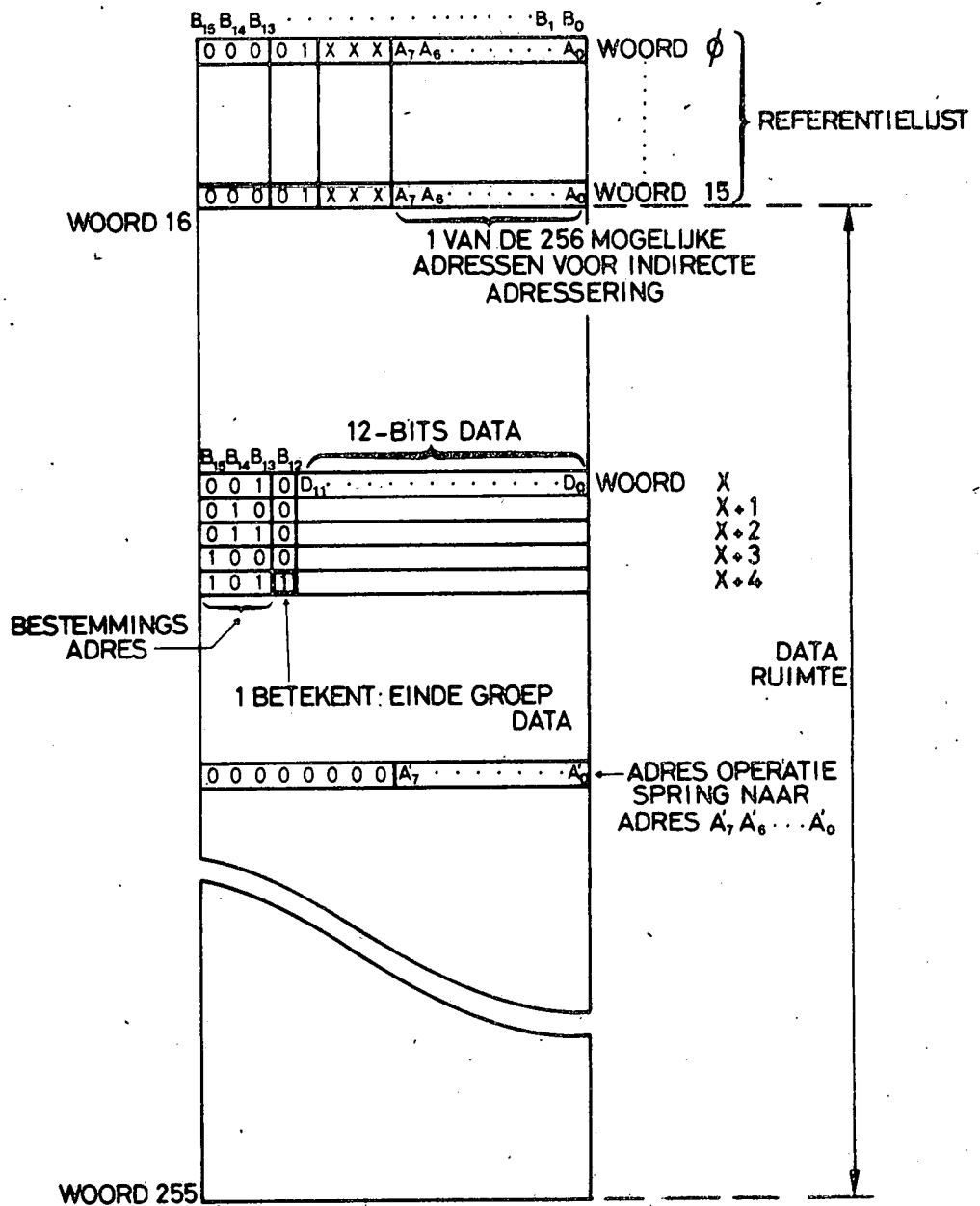


Fig. 6.16.- Organisatie van de woorden in het parametergeheugen.

deze ruimte staan woorden gegroepeerd die in hun 12 minst betekenende bits $B_{11} \dots B_0$ een 12 bit informatie $D_{11} \dots D_0$ insluiten. Het is deze informatie die tenslotte serieel zal doorgestuurd worden vanuit het transferregister. De 3 meest betekenende bits B_{15} , B_{14} en B_{13} vormen het adres van het onderdeel waar de data moet heengestuurd worden; adressen 1 tot en met 7 zijn mogelijk hoewel we er hier maar 5 van gebruiken. Tenslotte is er bit B_{12} die als functie heeft aan te duiden of het betreffende woord al dan niet aan het einde van een rij gegroepeerde datawoorden staat.

In deze dataruimte komen ook codes van adresoperaties voor. In deze woorden zijn naast bits B_{15} , B_{14} en B_{13} ook nog B_{12} tot en met B_8 gelijk aan nul. $B_7 \dots B_0$ stellen dan een 8 bit-adreswaarde voor. Deze codes worden als een "jump"-instructie geïnterpreteerd. Daartoe worden ze tussen 2 groepen datawoorden ingelast. Op het einde van de stapjesspanning, als er nieuwe data moeten rondgestuurd worden, komt normaal het woord volgend op de laatst doorgestuurde groep woorden in aanmerking. Is dit woord nu een "jump" instructie dan wordt het adres, waar de nieuwe informatie zal gezocht worden, veranderd in het adres vervat in de instructie. De controlelogika gaat dan het data pakket op deze nieuwe plaats zoeken; maar daarover verder meer.

6.4.8.3. Sekwentie voor het doorsturen van woorden uit de dataruimte : figuur 6.17.

We veronderstellen, dat vooraleer de vraag komt om nieuwe informatie, het adresregister op het adres staat van het eerstvolgende woord en dat de data-adreslijnen de toestand van B_{15} , B_{14} en B_{13} van dat woord hebben aangenomen. Ook zit de geadresseerde informatie al klaar in het transferregister. We bevinden ons dan in punt A op het diagramma van figuur 6.4.

We bekijken nu de stappen die de controlelogika zal ondernemen om de groep data, waar het adresregister naar verwijst, door te sturen.

Stap 1 : De logika onderzoekt $B_{15} \dots B_8$ om te weten of het over data of een jump-instructie gaat. In het eerste geval wordt ook B_{12} bewaard om aan te duiden of het eventueel het laatste woord van een groep is

- Stap 2 : Het woord in het transferregister wordt in serie doorgestuurd naar het adres opgegeven door B_{15} , B_{14} en B_{13} . In het speciale geval dat deze alle drie nul zijn (adresoperatie) schuiven we de informatie het referentieregister binnen. Hierbij gaat de meestbetekenende byte uit het woord verloren omdat dit register slechts 8 bits breed is. Het adresgedeelte van de jump-instructie blijft echter over.
- Stap 3 : Als bij stap 1 bleek dat het om een jump-instructie gaat, wordt het adres dat in het referentieregister zit doorgeschoven naar het adresregister. De PROMS geven aan hun uitgang de (16 bits) inhoud van het geheugen op dit adres.
- Stap 4 : Wees stap 1 echter uit dat het om data ging, dan mag nu het volgende woord geadresseerd worden. Dit gebeurt simpelweg door bij het adresregister 1 bij te tellen. Nu staat aan de ingang van het transferregister het volgende woord klaar.
- Stap 5 : In beide gevallen, adresoperatie of dataoperatie, worden de 16 bits uit de PROMS parallel in het transferregister geschoven.
- Stap 6 : Hier wordt onderzocht of bit B_{12} soms hoog was gedurende stap 1. Indien dit zo was ging het om het laatste woord van een groep en moet het woord in het transferregister niet meer doorgestuurd worden. Terzelfdertijd mag de sekwentie dus stoppen. In het andere geval komen we weer bij stap 1, enz. Het einde van de sekwentie komt overeen met het punt B in figuur 6.4.

De controle over de sekwentie zoals we ze hier beschrijven, is gerealiseerd met enkele flip-flop's, een teller-decoder en enkele poorten. Zodra uit de verder te behandelen interrupt-logika of uit de stapjester een puls komt om nieuwe data op de datalijn te vragen wordt flip-flop 1 geset ; zie figuur 6.18. Dit heeft voor gevolg dat een teller-decoder, die een kloksignaal met periode 2 msec krijgt, begint te tellen vanaf zijn rusttoestand 0. Achtereenvolgens worden de decoderuitgangen 1 tot en met 7 hoog. Uitgang 1 wordt als klok gebruikt voor flip-flop's 2 en 3 die de toestand van B_{12} en $B_{15} \cdot B_{14} \cdot B_{13} \cdot B_{12} \cdot B_{11}$ bewaren. Uitgang 2 start een dataklok-pulstrein van 16 klokpulsen die de informatie van het transferregister doorstuurt; de duur van deze bewerking is 1,6 msec (zie verder). De uitgangen 3, 4 en 6 van de decoder worden in 3 EN-poorten

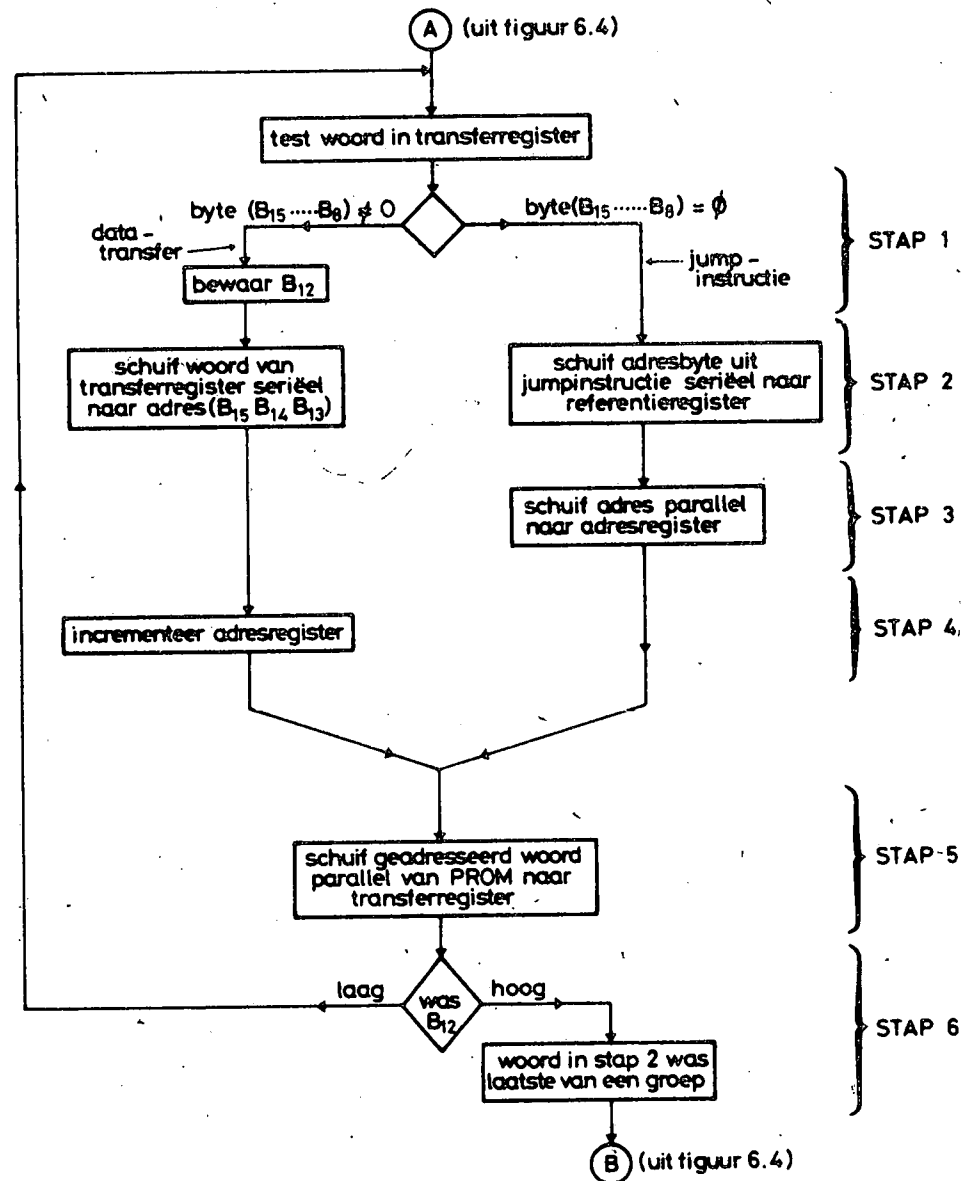


Fig. 6.17.- Sekwentie van het doorsturen van een groep data uit het parametergeheugen.

gecombineerd met de uitgangen Q_3 , $\overline{Q_3}$ en Q_2 van de flip-flops's FF2 en FF3. De eerste EN-poort uitgang geeft een schuifpuls om de inhoud van het referentieregister naar het adresregister te schuiven en de tweede poort zorgt voor een puls om het adresregister te incrementeren. Uitgang 5 doet de data uit de PROMS naar het transferregister verhuizen. De combinatie van uitgang 6 met Q_2 stopt de sekwentie door flip-flop FF1 te resetten als B_{12} hoog was gedurende stap 1. We halen nog even aan dat de maximale tijd nodig om een sekwentie voor het doorsturen van k woorden af te handelen af te leiden is uit figuur 6.19 als :

$$t = (k - 1) \cdot 16 \text{ msec} + 12 \text{ msec}$$

Voor een maximum van 8 woorden (d.i. alle adressen die mogelijk zijn met 3 adresbits) is dat

$$t_{\max} = (16 \times 7 + 12) \text{ msec} = 124 \text{ msec} .$$

We zullen later zien dat de maximale duur t_{\max} van belang is voor de goede werking van de controleëenheid. Daarom ook werd een klokperiode van 2 msec gekozen voor de klok die de sekwentie beheerst. Deze klok wordt afgeleid uit de basisklok van 1 KHz door een frekwentiedeling door 2.

6.4.8.4. Interrupt-logika

Tot nu toe bekeken we alleen hoe opeenvolgende woorden uit de dataruimte kunnen doorgestuurd worden onder toezicht van de controlelogika. We vertelden er echter niet bij waar het signaal "start nieuwe data" vandaan kwam. Dit signaal wordt gemaakt in de interrupt-logika, samen met een tweede signaal "zoek nieuw data" dat we verderop zullen nodig hebben.

Laten we voor alle duidelijkheid eerst de situatie onderzoeken zonder interrupt. Dit is de situatie die zich voordoet wanneer er van buitenaf niet ingegrepen wordt op de massakontroleëenheid en waarin dus het apparaat zelf de loop van het experiment bepaalt gebruik makend van zijn voorraad parameters. In dit geval zal de stapjester, die we in paragraaf

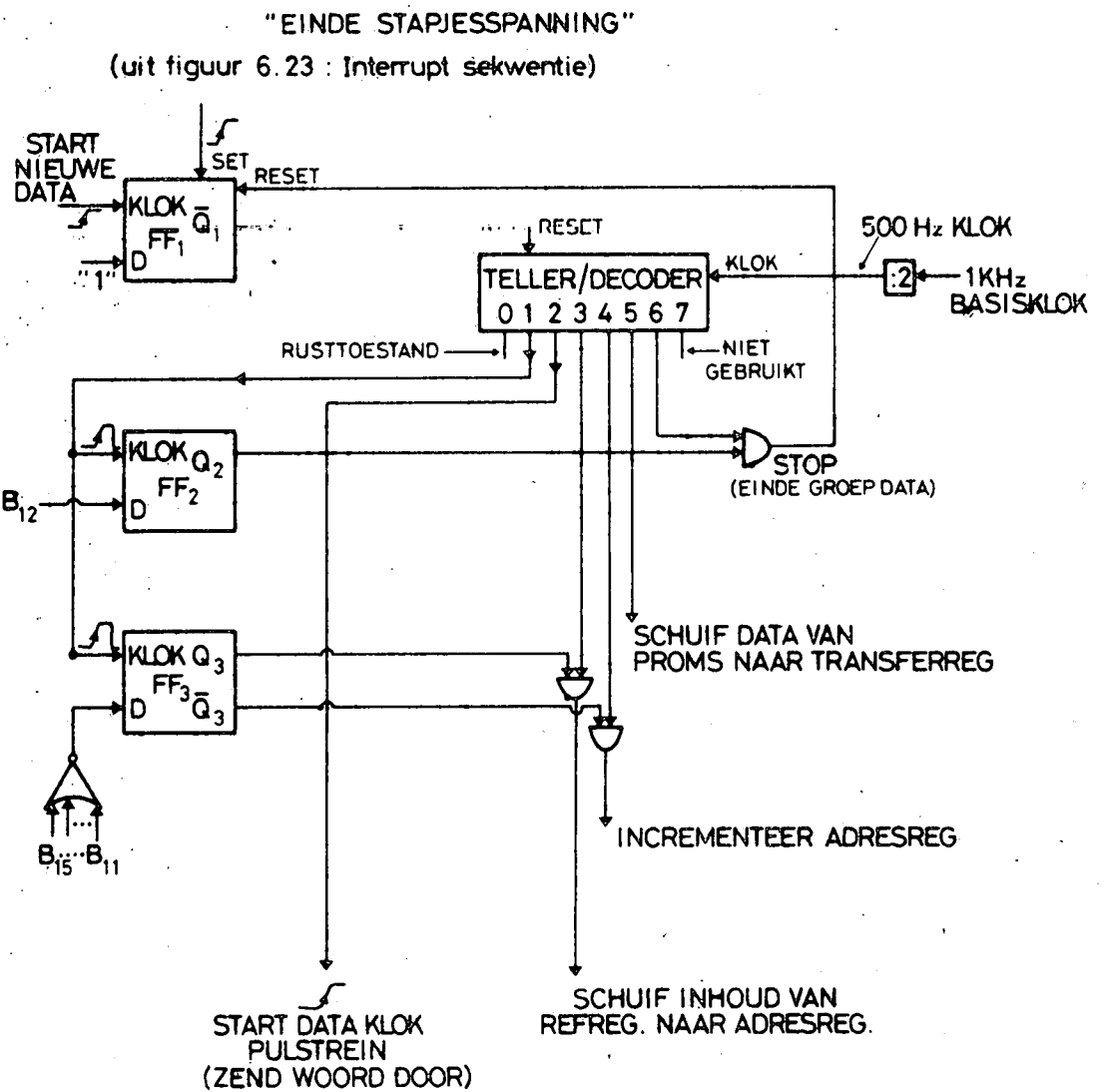


Fig. 6.18.- Controlecircuit over de sekwentie van figuur 6.17.

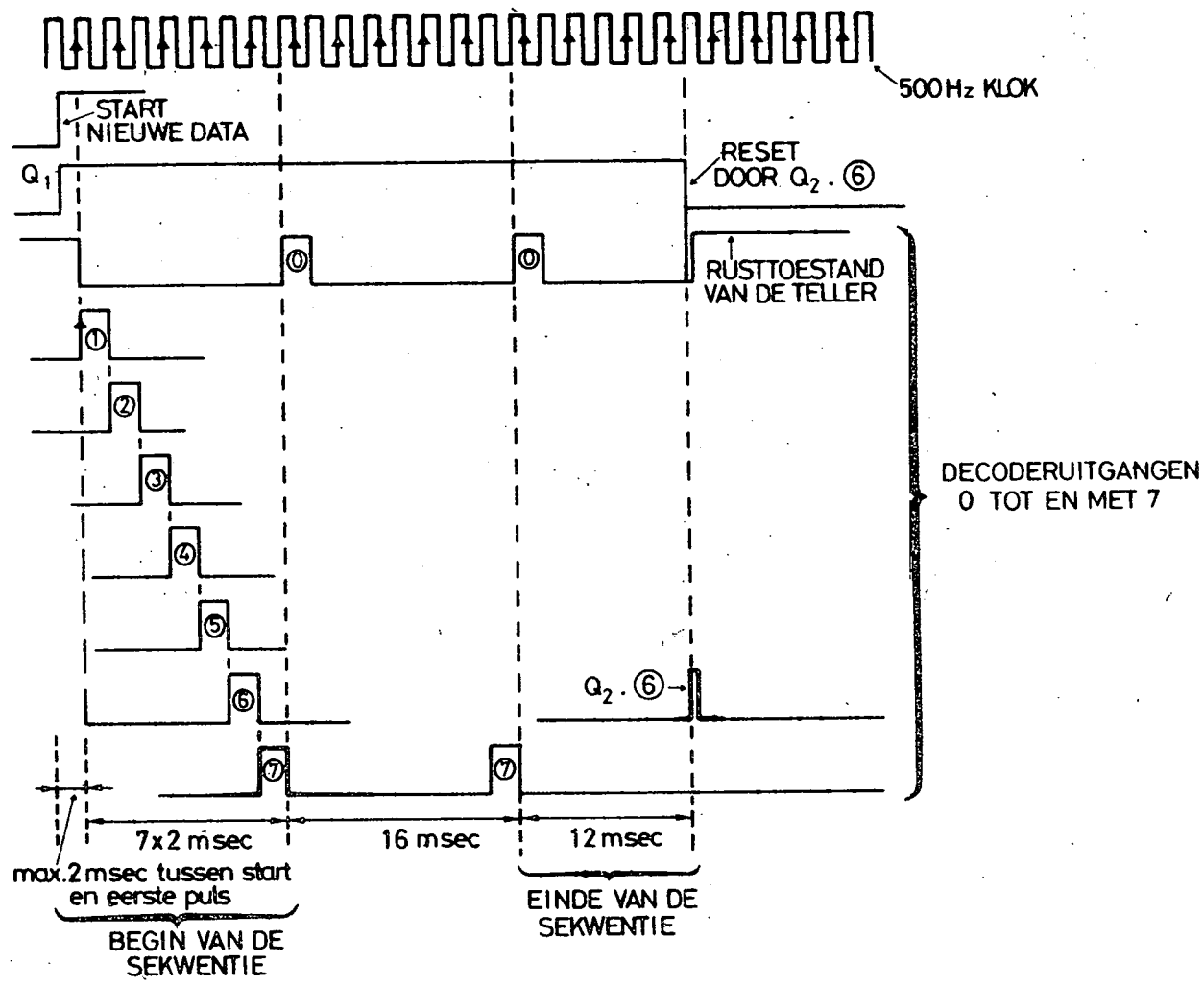


Fig. 6.19.- Tijdsverloop van de sekwentie uit figuur 6.17 voor het geval $k = 3$ (3 woorden).

6.4.6. bekeken, een signaal "einde van de stapjesspanning" afleveren om aan te duiden dat een bepaalde opdracht afgewerkt is. Dit signaal zullen we, op voorwaarde dus dat er geen interrupt gevraagd is, kunnen gebruiken als "start nieuwe data" signaal. Daardoor zal in de schakeling van figuur 6.17 flip-flop FF1 geset worden, zodat de sekwentie die we toen beschreven zal gestart worden. Op deze manier zal er na elk einde van een opdracht automatisch voor nieuwe informatie gezorgd worden die langs de datalijn op alle geschikte adressen zal terechtkomen.

Bekijken we nu het geval met interrupt. In deze situatie wordt het signaal "einde van de stapjesspanning" niet gebruikt om automatisch nieuwe data uit de dataruimte te halen volgens de eerder beschreven sekwentie. Hier wordt in tegendeel een andere sekwentie (de interrupt-sekwentie) gevolgd die gestart wordt door een "zoek nieuwe data" signaal. We gaan nu eerst na hoe dit signaal gemaakt wordt.

Zoals in figuur 6.20 getoond wordt, bestaat de interrupt-logika uit 4 flip-flop's en enkele poorten. Twee flip-flop's, FF1 en FF2, ontvangen interrupt-pulsen uit de buitenwereld (door het sluiten van telecommando-kontakten) : het gaat ofwel om interrupt met prioriteit ofwel zonder prioriteit. Voor het geval met prioriteit neemt de uitgang van FF3 op de eerstvolgende P_1 -faze van de 1 Hz basisklok de toestand van FF1 aan en worden FF3 en FF1 gereset bij het begin van de daaropvolgende P_3 -faze. Het resultaat is een interruptsignaal van 0,2 seconde lang, dat we trouwens reeds invoerden in het schema van de meettijdgenerator; dit signaal verschijnt maximaal 1 seconde na het geven van de interrupt. In geval van interrupt zonder prioriteit wordt FF2 geset voor het einde van de stapjesspanning bereikt is. De interrupt wordt onthouden en het signaal "start nieuwe data" afgeleid uit "einde van de stapjesspanning" wordt geblokkeerd. Bij het einde van de stapjesspanning kan de normale procedure dus niet in werking treden, maar levert FF4, die als monostabiele multivibrator geschakeld staat, een puls "zoek nieuwe data" af die met de interrupt-puls gecombineerd wordt in een OF-poort. De afspraak is dat slechts 1 van beide interrupt-modes in functie is op een gegeven moment. De uitleg van de interrupt-sekwentie volgt hierna.

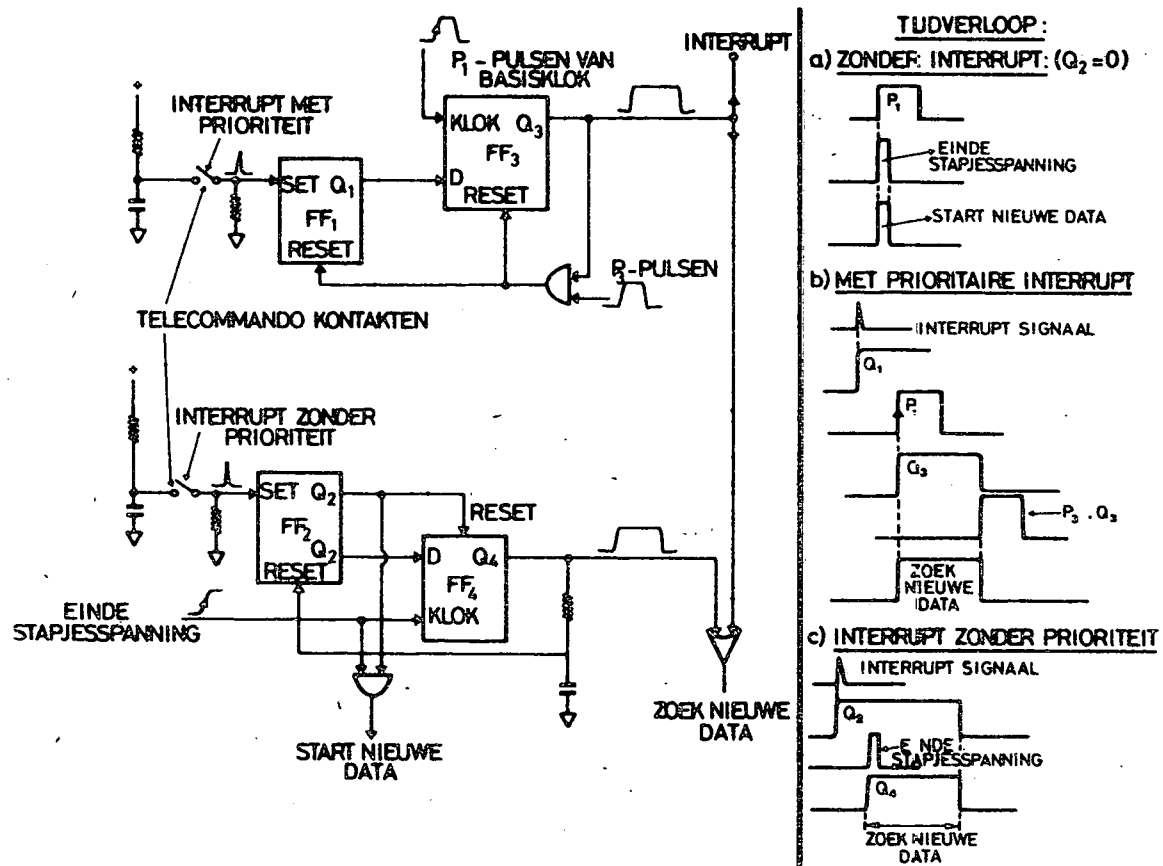


Fig. 6.20. - Interrupt-logika.

6.4.8.5. Interrupt-sekwentie : diagramma op figuur 6.21

Figuren 6.22 en 6.23 tonen ons respectievelijk het tijdsverloop en de praktische realisatie van deze speciale sekwentie. De stijgende flank van het signaal "zoek nieuwe data" uit de interrupt-logika heeft voor gevolg dat een teller-decoder kan beginnen tellen op het ritme van een 500 Hz klok; daartoe wordt een flip-flop geset. De teller staat normaal in de rusttoestand 0 en blijft zolang in deze situatie tot zijn reset-ingang laag geworden is. Dan worden de decoderuitgangen 1 tot en met 7 achtereenvolgens hoog. Als tenslotte uitgang 7 hoog wordt is de interrupt-sekwentie afgesloten; de flip-flop wordt gereset en na een korte vertraging komt de teller-decoder opnieuw in zijn rusttoestand.

Nu worden verschillende signalen afgeleid door combinatie van de decoderuitgangen. Ten eerste wordt er een signaal gemaakt dat 2 klokperiodes duurt en dient als parallel enable voor het referentieregister. Bovendien wordt er gedurende deze tijdspanne via uitgang 2 een puls gestuurd naar de klok-ingang van het referentieregister. Daardoor komt het adres $T_3 \dots T_0$, dat door 4 telecommando-kontakten samengesteld wordt, in dit register. Terzelfdertijd wordt dit adres doorgeschoven naar het adresregister, zodat dus na 2 klokpulsen de situatie zodanig is dat een woord uit de referentielijst met adres $T_3 \dots T_0$ beschikbaar is aan de PROM-uitgangen. Met de puls van uitgang 3 van de decoder wordt deze informatie in het transferregister geschoven. Dit woord bevat nu een adresgedeelte van 8 bits lang. Er doet zich een identieke situatie van de indirecte adressering voor als bij de behandeling van de "jump"-instructie : we moeten proberen dit adres in het adresregister te krijgen. Achtereenvolgens zullen pulsen van uitgangen 4, 5 en 6 de dataklok starten, de inhoud van het referentieregister naar het adresregister doorschuiven en de PROM-data in het transferregister brengen. Zoals vermeld stopt uitgang 7 de sekwentie. Daarnaast wordt door deze puls de normale sekwentie gestart. Dit kan, want we zijn nu precies in die situatie gekomen die we eerder hebben vermeld als de beginsituatie voor de normale sekwentie. Vanaf nu neemt de schakeling van figuur 6.18 dus de taak over om data uit de PROMS naar de verschillende adressen te sturen.

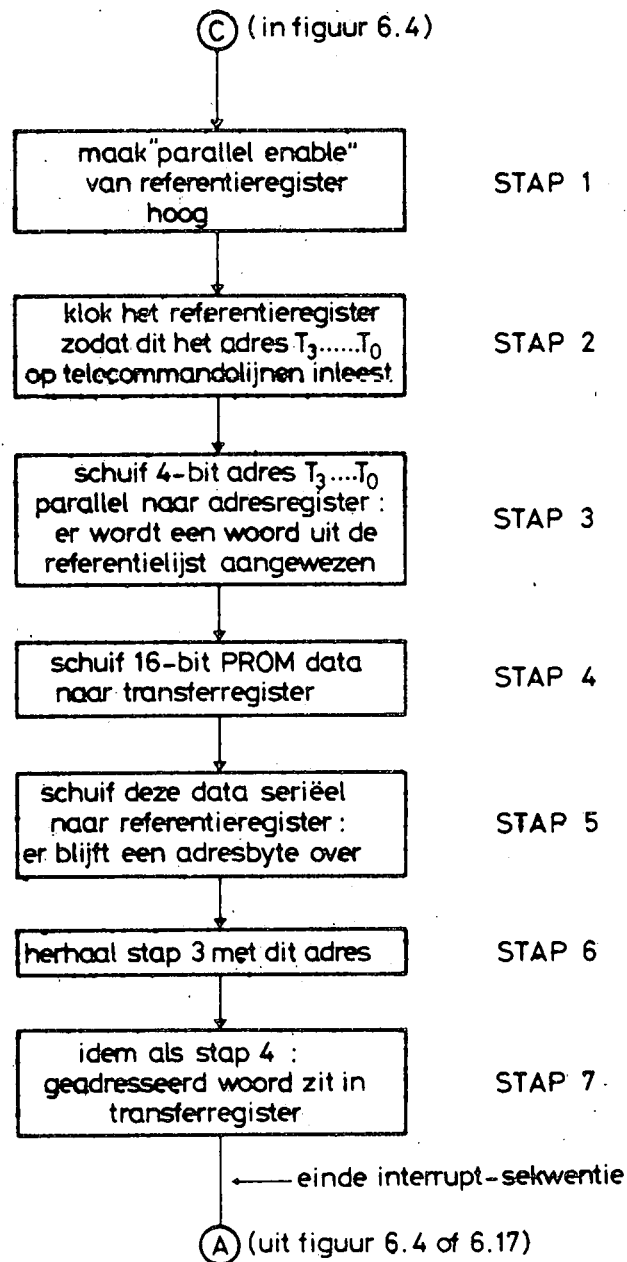


Fig. 6.21.- Interrupt-sekwentie.

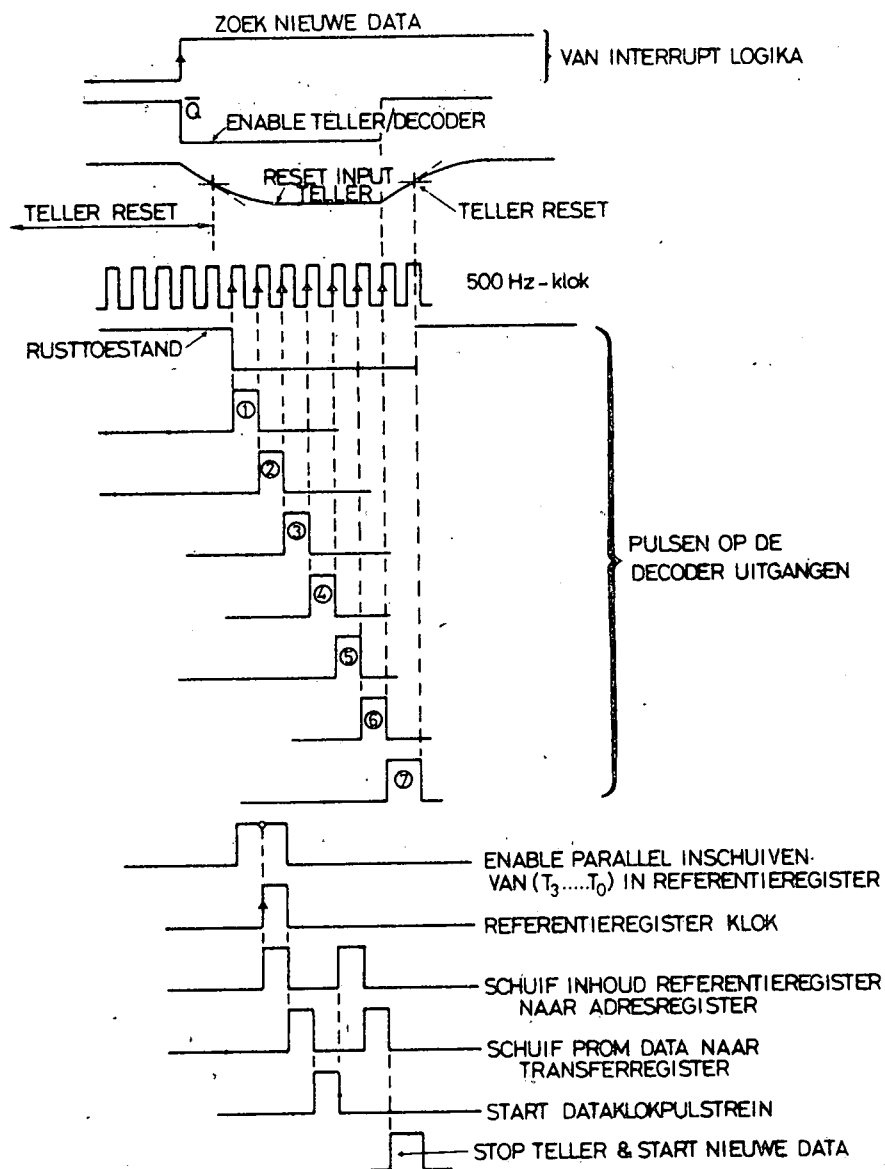


Fig. 6.22.- Tijdsverloop van de interrupt-sekwentie.

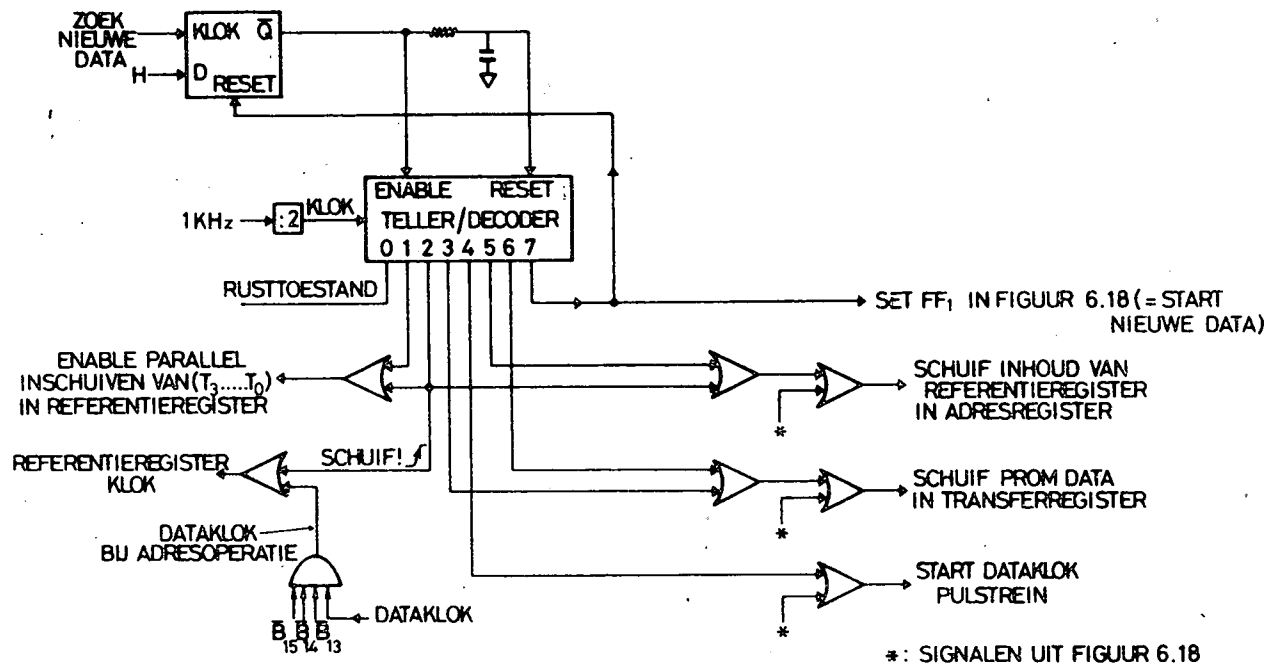


Fig. 6.23.- Schakeling die de interrupt-sekwentie implementeert.

6.4.8.6. Data_enable signaal en de dataklok

Kort vermelden we nog hoe de dataklok gemaakt wordt. De schakeling is vrijwel analoog aan de pulstreingenerator van figuur 6.7, met dit verschil dat er nu 16 klokpulsen inplaats van 12 geproduceerd worden. Ook is de klok frekwentie nu 10 KHz zodat in 1,6 msec de transmissie van 1 datawoord afgelopen is; dit is minder dan de tijd tussen 2 sekwentiestappen in. Data enable is een signaal dat hoog is terwijl een pulstrein van 16 dataklok-pulsen geproduceerd wordt. In sommige onderdelen van de massakontroleëenheid wordt het gebruikt als indicator dat er nieuwe data op komst is.

6.5. Voorbeeld van een typisch meetprogramma.

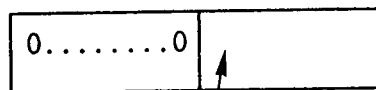
Teneinde de veelzijdigheid van de combinatie van de kwadrupoolvoeding en de massakontroleëenheid aan te tonen, geven we hier als voorbeeld een meetprogramma dat ontwikkeld werd om de resolutie van de kwadrupool uit te testen.

Voor dit meetprogramma werd de dataruimte van het parametergeheugen verdeeld in datapakketten van 5 woorden, gevolgd door een "jump"-instructie. Telkens bestaan woorden 1 en 2 uit de informatie V_{CO} en V_C , bestemd voor de adressen 1 en 2 in de DAC-module die V_C maakt. Merken we nog op dat deze data in omgekeerde zin staan, zodat de meest betekenende bits in de minst betekenende bits van de PROMS staan. Dit moet zo omdat de optelling van V_{CO} en V_C moet beginnen met de minst betekenende bits (we verwijzen naar figuur 6.5), terwijl het transferregister eerst de meest betekenende bits uitzendt op de datalijn. In woorden 3, 4 en 5 daarentegen neemt het gewicht van de bits toe van rechts naar links. Woord 3 bevat de data voor de vermenigvuldigende DAC die U_C produceert, terwijl woorden 4 en 5 respectievelijk het aantal stappen N en de meettijd L (in seconden) bevatten.

				B_{11}	B_0
woord 1	0	0	1	0	V_{CO}
woord 2	0	1	0	0	ΔV_c
woord 3	0	1	1	0	U_c
woord 4	1	0	0	0	N
woord 5	1	0	1	1	L

BESTEMMING ←
↑ EINDE DATA PAKKET

Elk pakket van 5 woorden wordt gevolgd door een "jump"-instructie van de vorm :



PROM ADRES
WAAROP PAKKET BEGINT

Door het feit dat deze instructie verwijst naar het begin van het datapakket zal bij het einde van de stapjesspanning automatisch hetzelfde programma gekozen worden. Het eerste datapakket begint op adres 16 van de PROMS, onmiddellijk na de referentielijst. Het ziet er uit als volgt :

PROM adres	inhoud PROM in hexadecimale code			
	$B_{15}-B_{12}$	$B_{11}-B_8$	B_7-B_4	B_3-B_0
16	2	0	0	0
17	4	9	4	0
18	6	E	1	3
19	8	0	6	4
20	B	0	0	1
21	0	0	1	0

Bekijken we nu B_{11} tot en met B_0 , dan vinden we dus :

$$V_{co} = 0 \text{ Volt}$$

$$\Delta V_c = \frac{(101001)_2}{4096} \cdot 10 \text{ Volt} = 0,1 \text{ Volt}$$

$$U_c/V_c = 0,2 \cdot \frac{(E13)_{16}}{4096} = 0,176$$

$$N = 1$$

$$L = (64)_{16} = 100$$

Door deze 5 waarden wordt een meetprogramma gedefinieerd dat U_c/V_c op de waarde 0,176 brengt en V_c laat variëren van 0 tot ca. 10 Volt in 100 stappen van 0,100 Volt die 1 seconde (meetijd) duren.

Vijftien gelijkaardige datapakketten beginnen op adressen 22, 28, 34, 40...100, en 106. Ze definiëren programma's die alleen verschillen in de verhouding U/V , in V_c en in het aantal stappen N . In de referentielijst (woorden 0 tot en met 15) staan de beginadressen van de verschillende datapakketten als volgt gecodeerd :

	$B_{15}-B_{13}$	$B_{12}-B_{11}$		B_7	B_0
woord 0	000	01	XXX	00010000	
woord 1	000	01	XXX	00010110	
woord 2	000	01	XXX	28	
.				.	
.				.	
.				.	
woord 15	000	01	XXX	106	

Door nu eenvoudigweg één van de adressen 0 tot en met 15 te adresseren per telecommando en dan een interrupt te veroorzaken, komen we vanzelf in 1 van de 16 meetprogramma's terecht.

6.6. De combinatie ionenteller - telemeting interface

Als laatste onderdeel in dit hoofdstuk bespreken we de combinatie van de ionenteller, die de pulsen uit de ionendetector optelt, en van de telemeting interface, een schakeling die een pulscode gemoduleerd (PCM) signaal maakt dat door één van de telemetingkanalen wordt doorgestuurd. Beide schakelingen worden hier samen besproken omdat ze nauw met elkaar verbonden zijn en ook omdat ze met de basisklokpulsen (P_1 , P_2 , P_3 en P_9) moeten gesynchroniseerd worden. Alvorente beginnen met de uitleg over de ionenteller stippen we nog aan dat de telemeting, waarvan sprake, deel uitmaakt van de S.I.T.T.E.L. - apparatuur die in paragraaf 6.1 reeds vermeld werd. Deze telemeting is van het analoge type en bestaat uit 9 kanalen die elk een onderdraaggolf (zie tabel 6.1) in frequentie moduleren. Deze verschillende draaggolven worden dan opgeteld en hun somsignaal moduleert op zijn beurt een draaggolf in de 400 MHz_z-band in faze. Vandaar spreekt men van een FM/PM telemeting.

TABEL 6.1. Kanaaltoewijzing van de S.I.T.T.E.L.-telemeting volgens de I.R.I.G.-standaard. (I.R.I.G. = Inter Range Instrumentation Group).

Kanaal	Onderdraaggolf	- 3dB bandbreedte
5	1,30 KHz	20 Hz
6	1,70 KHz	25 Hz
7	2,30 KHz	35 Hz
9	3,90 KHz	59 Hz
11	7,35 KHz	110 Hz
12	10,50 KHz	160 Hz
A	22 KHz	660 Hz
C	40 KHz	1,2 KHz
E	70 KHz	2,1 KHz

De ionenteller vinden we terug als onderdeel van figuur 6.24. De teller zelf is, in tegenstelling tot de rest van de logika (CMOS), gebouwd in de snelle TTL-technologie (teller type SN54161). Hij heeft een lengte van

24-bits en krijgt als kloksignaal pulsen voortkomende van een pulshoogtediscriminator. Pulsen worden al dan niet toegelaten tot de ionenteller naargelang het telvenster-sig-naal hoog of laag is. Ook wanneer de teller vol loopt, wordt de stroom pulsen afgesneden. De teller komt terug op nul door een P_0 -puls op voorwaarde dat hij niet telt.

De functie van de pulshoogtediscriminator is de volgende. De pulsen op de anode van de ionendetector, die gebufferd worden in de pulsbuffer/electrometer (5.5), voldoen aan een pulshoogtedistributie die afhankelijk is van de waarde van de hoogspanning (zie vroeger figuur 5.2). De loze pulsen ("dark counts" of "background") van de spiraltron voldoen ook aan een bepaalde distributie. De kunst bestaat er dan in het maximum van de eerste distributie heel wat hoger te leggen dan het maximum van de distributie der loze pulsen door een geschikte keuze van de hoogspanning. De pulshoogtediscriminator kan dan zo ingesteld worden dat alle pulsen onder een zeker niveau niet in aanmerking worden genomen. De pulshoogtediscriminator bestaat uit een zeer snelle comparator (LM160; National Semiconductors) die de vergelijking tussen pulshoogte en discriminatieniveau uitvoert en dus al dan niet een TTL-puls aflevert. De 24 bit-inhoud van de ionenteller wordt samen met statusinformatie parallel ingelezen in een 32 bit-schuifregister (4X CD4021); met status bedoelen we de toestand van het telvenster en van "einde stapjesspanning". Dit schuifregister maakt deel uit van een slang van schuifregisters die verbonden zijn met de PCM-encoder (zie figuur 6.24). In deze keten zit nog een 32 bit-schuifregister met parallele inputs dat de synchronisatiecode voor de PCM-pulstrein bevat en een 128 bit-schuifregister met 2 seriële ingangen (2X CD4031) dat de databus informatie van de massakontrole-eenheid verzamelt.

Synchroon met P_2 -pulsen wordt nu de ionenteller-informatie, de status en het synchronisatiepatroon parallel in de registers ingelezen. Gelijk met P_3 -pulsen wordt de staart van de registerslang met de kop verbonden en wordt een pulstrein van 192 (= 12 x 16) klokpulsen (1/3 KHz) gestart die de informatie uit de registers naar een PCM-encoder-circuit schuift. Ondertussen houdt een woordteller nr. 1 bij hoeveel woorden naar de telemeting verdwijnen. De PCM-pulstrein houdt op na 192 x 3 msec = 576 msec. Dan bevindt alle data zich op dezelfde

PULSHOOGTE DISCRIMINATOR

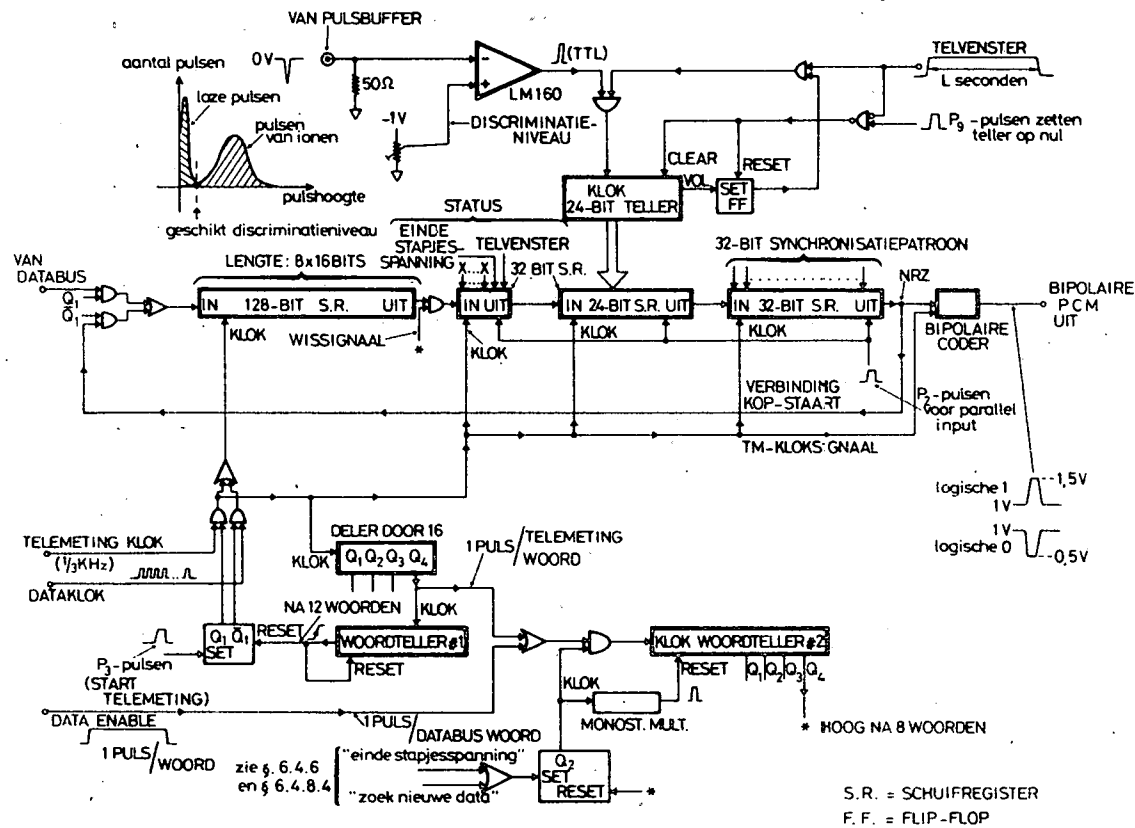


Fig. 6.24.- Blokschema van ionenteller, pulsdiscriminator en telemeting interface.

plaats als eerst en kan alles opnieuw beginnen; op de volgende P_2 -puls worden de ionenteller en de status ingelezen, enz.

Een speciaal geval treedt op bij het einde van de stapjesspanning of bij interrupt ("zoek nieuwe data"). In zo'n geval wordt het 128-bit register gevuld met k woorden die langs databus zijn doorgestuurd ($k = \text{max. } 8$). In dit register zitten dan nog 8 k -woorden van vroeger. Deze laatste 8 k -woorden worden uitgewist als de inhoud van de registerslang voor de eerste keer doorgeschoven wordt. Daarvoor dient woordteller nr. 2 die een wissignaal laag maakt gedurende 8 k -woorden.

Tot slot nog iets over de bipolaire encoder. PCM-signalen kunnen op verschillende manieren gecodeerd worden : biphase-level, return-to-zero, no-return-to-zero codering, enz. Het signaal dat uit de schuifregisters toekomt in de PCM-encoderschakeling is NRZ gecodeerd. Het is nu de taak van onze encoder de NRZ-code om te zetten in een code waaruit op eenvoudige wijze de klok, waarmee de data synchroon lopen, opnieuw kan afgeleid worden. Daarbij werd vooral gedacht aan de verdere gegevenverwerking en aan de apparatuur die de PCM-signalen moet verwerken. Een zeer eenvoudige codering gebeurt met een bipolaire code. Hierbij wordt een logische 1 voorgesteld door een positieve puls en een logische 0 door een negatieve puls. In de bipolaire coder van figuur 6.24 worden positieve of negatieve pulsen met 0,5 V amplitude gesuperponeerd op een 1 V rustniveau, zodat het PCM signaal eruit ziet als op figuur 6.25 onderaan en bovendien compatibel blijft met de telemeting (0 tot + 2V). Het is nu zeer eenvoudig de oorspronkelijke klok af te leiden uit dit signaal met behulp van 2 comparatoren die de positieve en negatieve pulsen detecteren en combineren in een OF-poort. Het PCM-signaal wordt doorgestuurd via kanaal E van de S.I.T.T.E.L.-telemeting, waarvan de bandbreedte van 2,1 KHz ruim voldoende is voor een 1/3 KHz pulstrein.

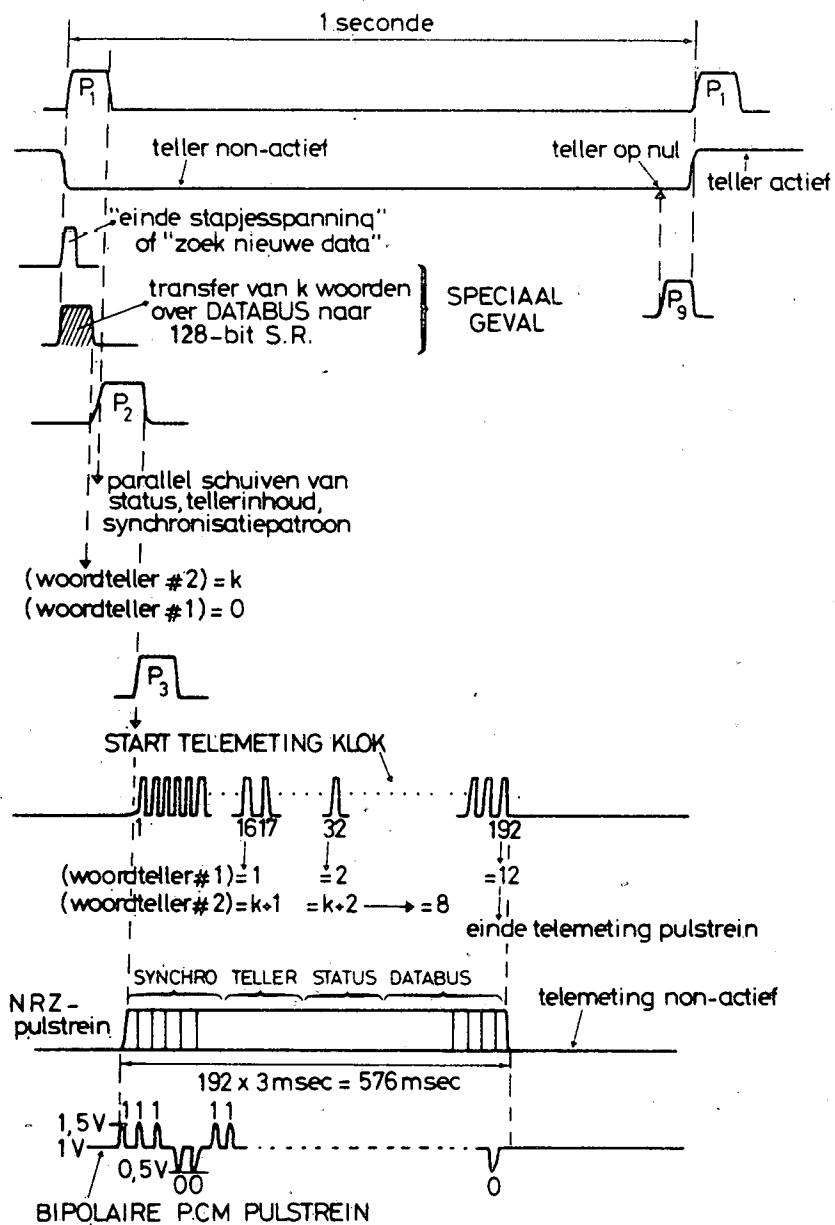


Fig. 6.25.- Golfvormen in ionenteller/telemeting interface.

HOOFDSTUK 7 : Simulaties en ijkingen

7.1. Proefopstelling voor stratosfeer-simulaties

De opstelling, die we hierna bespreken, is de basisopstelling waarmee in het laboratorium gewerkt werd om het experiment een aantal ijkingen en simulaties te laten ondergaan. Ze bestaat uit de complete massaspectrometer (maar zonder afsluitsysteem) en uit een vat dat hermetisch past op de bovenste flens van de cryopomp die deel uitmaakt van het instrument. We verwijzen naar figuur 7.1 voor een overzicht van het geheel.

Boven de cryopomp 3 staat dus een simulatievat dat een afgesloten ruimte vormt waarin we atmosferische voorwaarden, voor wat betreft druk en gassenstelling, kunnen simuleren. Daartoe werd een drukstabilizatiesysteem (figuur 7.2) opgebouwd bestaande uit volgende componenten een stuurbare regelkraan 9 (automatic pressure control valve van Granville-Phillips), een capacitieve manometer 7 (MKS Baratron type 221 MS-10) en een kraanregelsysteem (Granville-Phillips automatic pressure controller APC series 216). Via de regelkraan wordt in het vat een geschikt gas of gasmengsel toegelaten, bijvoorbeeld A, NO in N₂ of NO in A.

In dynamisch evenwicht is het aanvoerdebiet van gas gelijk aan het afvoerdebiet via het inlaatlek van de massaspectrometer. Omdat nu dit inlaatlek klein is in vergelijking met de debietmogelijkheden van de regelkraan (max. 100 cm³/sec. bij 1 atm.) werkt het simulatievat als een grote buffervoorraad met als effect de invoering van een enorme tijdconstante in de transferfunctie van het regelsysteem. Daaraan is verholpen door het kunstmatig verhogen van het afvoerdebiet door het aanbrengen van een extra lek : dit gebeurt via kraantje 6 (0,5 liter/sec) en by-pass leiding 5 die verbonden zijn met een grote pompgroep. Door deze oplossing wordt de fazeverschuiving tussen gemeten druk en toegevoerd debiet zodanig verminderd dat de automatische drukregelaar in staat is drukken in het bereik 0,1 tot 10 mbar stabiel te regelen.

Het simulatievat is verder voorzien van een aantal zijtakken met flenzen waarop volgende zaken gemonteerd staan : a) een symmetrisch

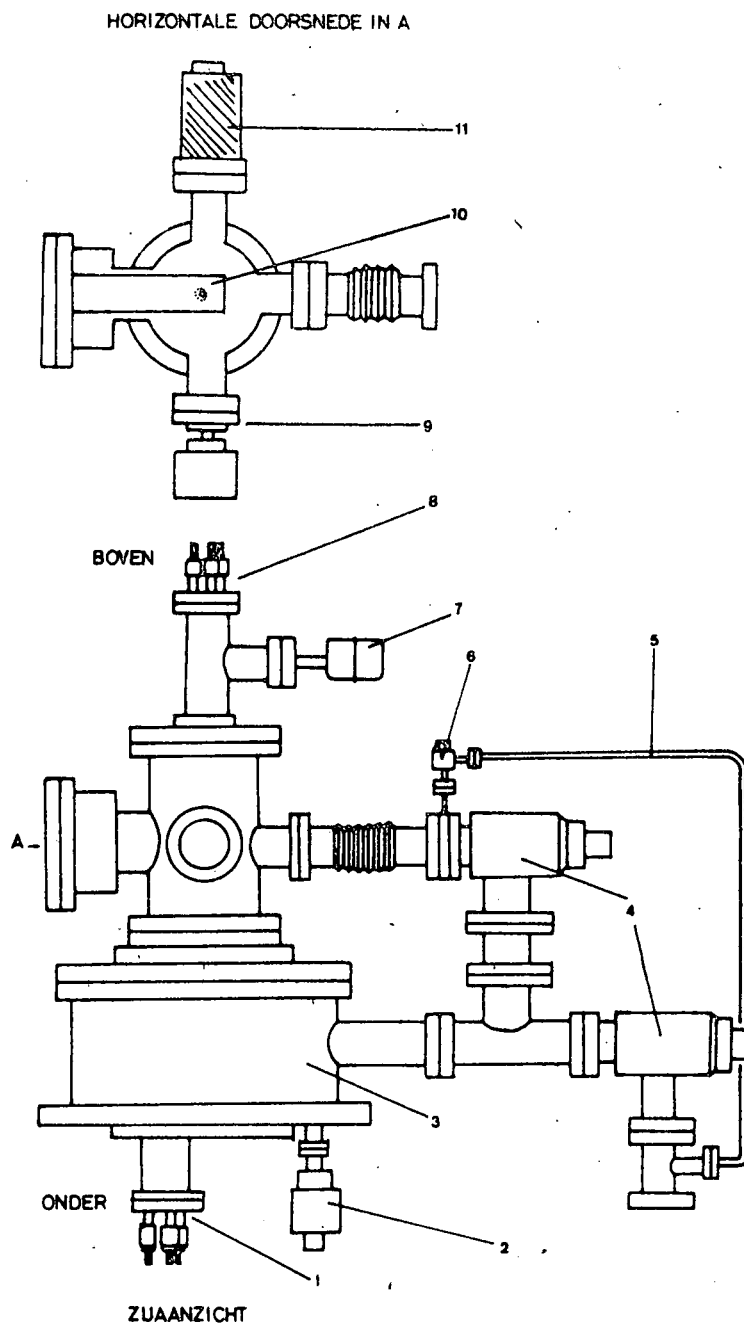


Fig. 7.1.- Proefopstelling voor stratosfeer-simulaties;
 1: doorvoer voor spiraltron; 2: Penning meet-
 kop; 3: cryopomp; 4: uitstookbare kranen;
 5: bijpass; 6: 0,5 l/sec kraan; 7: capacitiëve
 manometer; 8: doorvoer voor Langmuir probe;
 9: regelkraan; 10: ionenbron; 11: U.V. lamp.

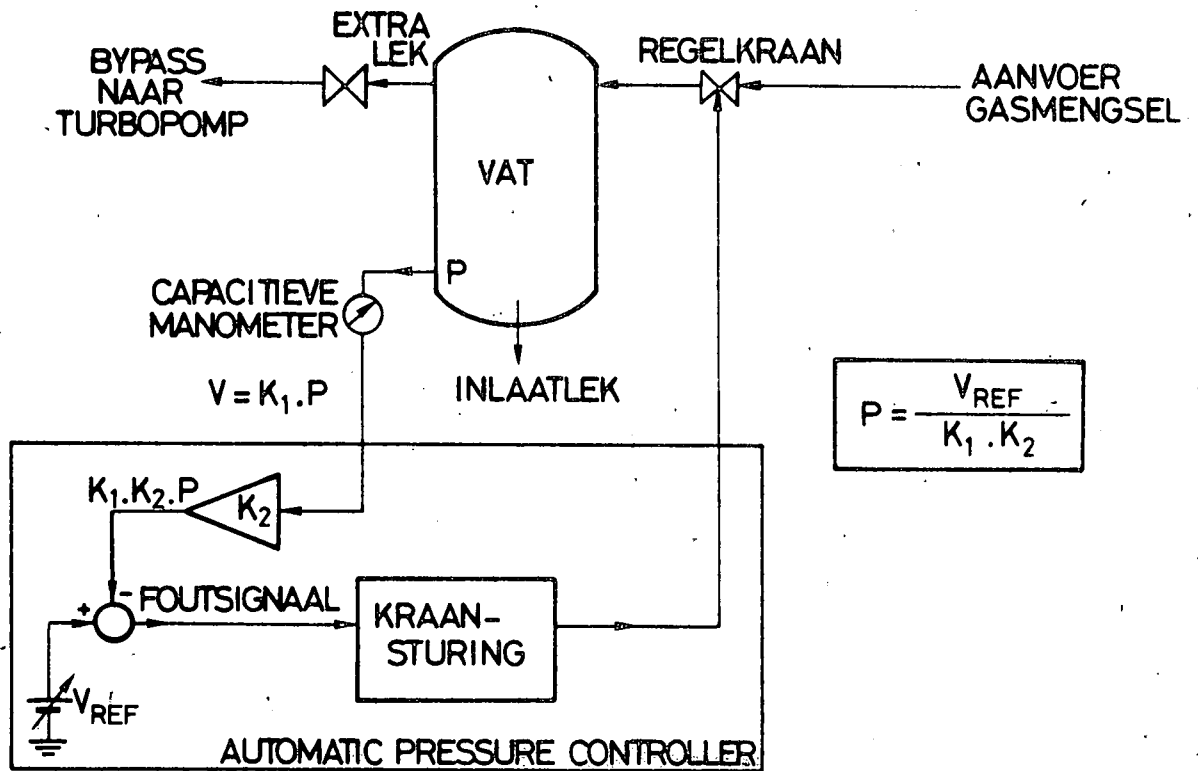


Fig. 7.2.- Blokschema van het drukstabilisatiesysteem.

opgebouwde ionenbron, steunend op ionisatie door elektronenbombardement b) een ionenbron werkend door fotoionisatie c) een Langmuirprobe om ladingsdichtheden te meten. We gaan hierop nu nader in.

De eerste soort ionenbron, ook wel "electron impact ion source" genoemd, is zodanig gebouwd dat de gloeidraad weerstaat aan oxiderende gassen bij drukken tot 10 mbar. Om dit te bereiken is voor het filament een strook met thorium bedekt irridium gekozen. Zoals gezegd is deze bron symmetrisch opgebouwd zodat in een symmetrisch elektrisch veld 2 even grote ionenfluxen mogen verwacht worden aan beide uitgangen van de bron (zie figuur 7.3). De dubbele uitgang is nuttig bij metingen in combinatie met de verder te bespreken Langmuirprobe. De gloeidraadspanning en de spanningen van de andere elementen van deze ionenbron (extractor + 2 roosters) werden geleverd door een commerciële voedingsapparaat voor ionenbronnen, bestaande uit de Emission Regulator model 021-1 en de Focus Control model 021-2, beide van Extranuclear. Figuur 7.4 toont hoe de bron gevoed wordt en hoe de elektronen- en ionenenergie ingesteld wordt. Courante parameterwaarden voor deze ionenbron zijn :

elektronenenergie : 100 eV

ionenenergie : 15 eV

elektronenemissie : 5 mA

We merken nog op dat de ionen geproduceerd door deze bron vertrekken met een kinetische energie die maximaal 15 eV is. Om de rol van een getrouwe simulatie van de stratosferische ionen te kunnen spelen, mogen de ionen in het simulatievat uiteindelijk slechts een van thermische beweging voortkomende energie bezitten : bij 20°C dus van de orde $k.T = 1,38 \cdot 10^{-23} \cdot 293 \text{ J} = 0,025 \text{ eV}$. Daaraan is nu zeker voldaan. Immers (herneem formule uit 4.2.1) de gemiddelde vrije weglengte is gegeven door :

$$\lambda = \frac{50 \text{ } \mu\text{m}}{\text{druk in torr}}$$

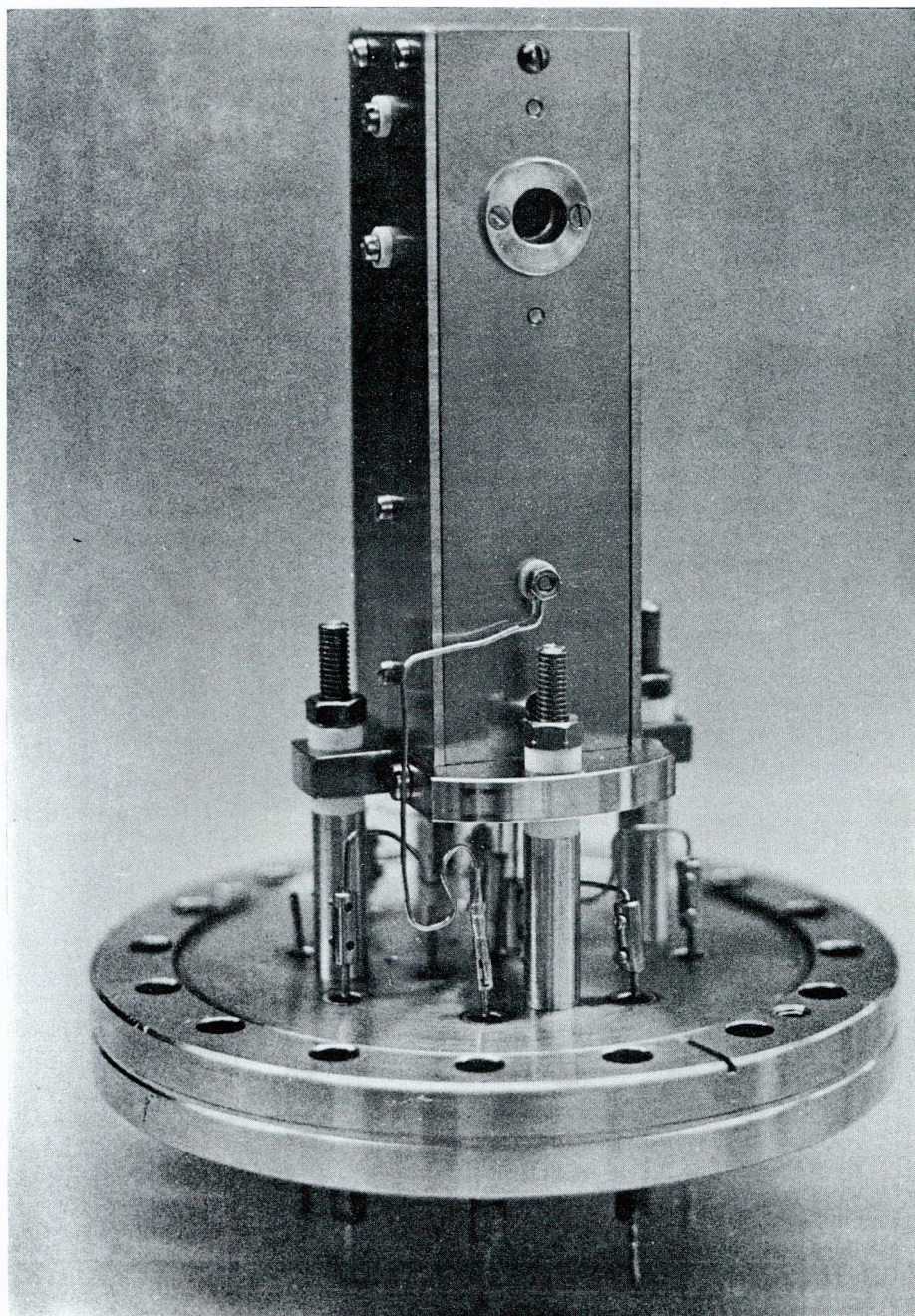


Fig. 7.3.- Montage van de symmetrische ionenbron.

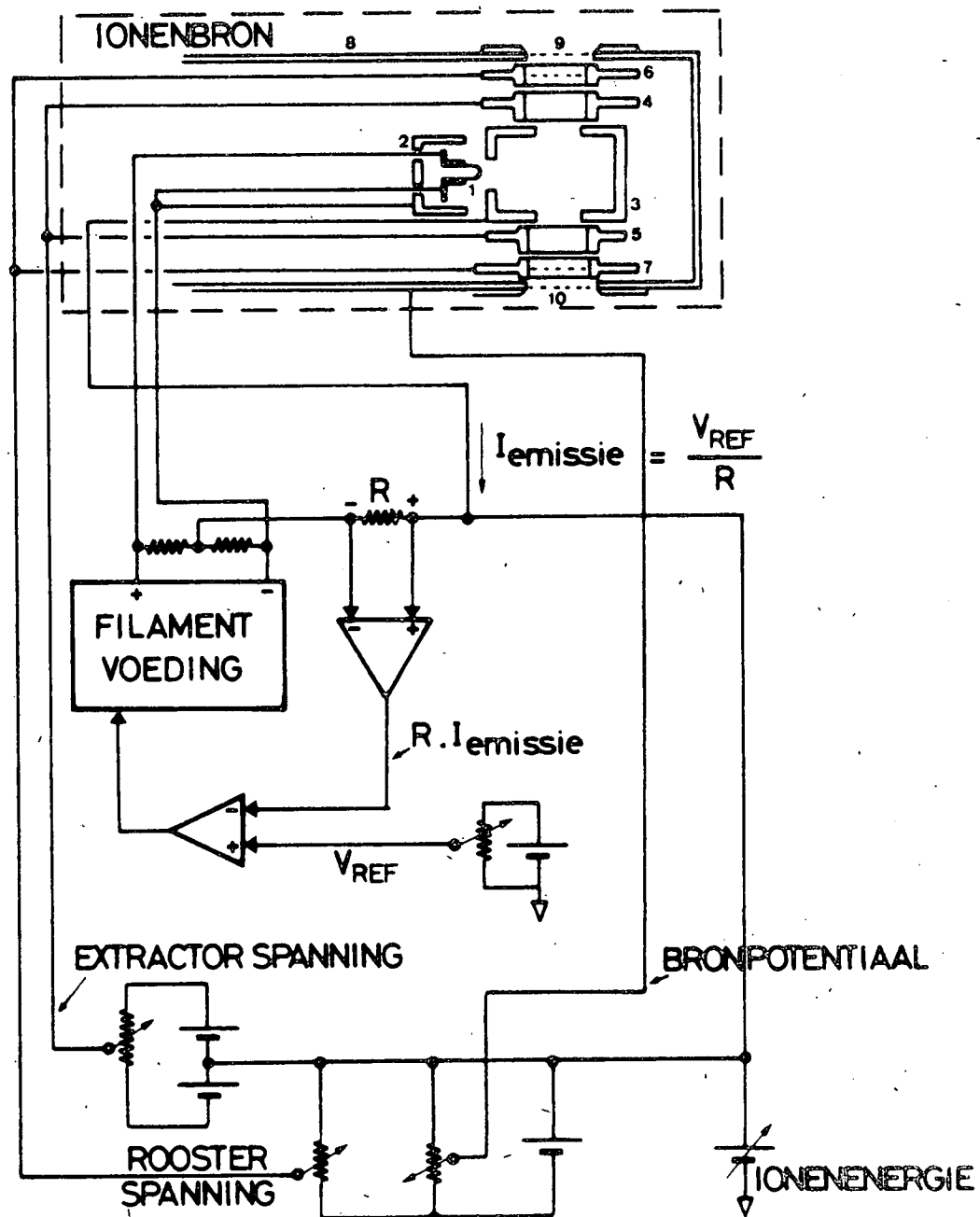


Fig. 7.4.- Symmetrische ionenbron; 1: filament; 2: electronenvanger; 3: ionenkamer; 4 & 5: extractors; 6 & 7: roosters, 8: afscherming; 9 en 10: schermroosters.

En daar in het vat de drukken meestal hoger liggen dan 1 torr (1,33 mbar) is $\lambda < 50\mu\text{m}$. Vanaf de ionenbron tot het inlaatlek van de massaspectrometer leggen de ionen een afstand van minstens enkele cm af zodat ze voldoende botsingen achter de rug hebben en gethermaliseerd zijn.

De tweede ionenbron werkt volgens het principe van de fotoionisatie en bestaat uit een speciale UV-lamp (VUV-1H source van Photovac Inc.) die naast zichtbaar licht respectievelijk $0,5 \cdot 10^{14}$ en $5 \cdot 10^{14}$ fotonen/sec. steradiaal uitzendt op 116,5 en 123,6 nm golflengte. Deze fotonen bezitten dan een energie gelijk aan :

$$h \cdot \nu = h \cdot \frac{c}{\lambda} = 10,65 \text{ en } 10,03 \text{ eV.}$$

De lamp (figuur 7.5) bevat een met krypton gevulde kwartsbuis met diameter 12 mm en lengte 65 mm, die voorzien is van een magnesium-fluoride-venster dat UV-licht met deze golflengten doorlaat. Rond de buis is een spoel gewikkeld die deel uitmaakt van de afgestemde kring van een hoogfrequentie oscillator (170 MHz). De energie die door de spoel geleverd wordt is voldoende om de krypton-atomen in een hogere energietoestand te brengen, vanwaar ze terugvallen met afgave van UV-fotonen met een energie van 10,03 en 10,65 eV. Deze fotonen zijn bijzonder geschikt om gassen met lage ionisatiedrempel zoals NO (9,25 eV), NO₂ (9,79 eV) en NH₃ (10,2 eV) te ioniseren. Deze bron is interessant omdat ze ons in staat stelt in bepaalde gasmengsels reacties op gang te brengen waarbij zogenaamde "cluster"-ionen ontstaan (zie appendix A).

Aangezien de massaspectrometer gebouwd werd om stratosferische ionen te detecteren waarvan voorspeld is dat ze als "cluster"-ionen zullen voorkomen, is de bron bij uitstek geschikt om simulaties mee uit te voeren. Ook deze bron staat opnieuw opgesteld in het symmetrievlak (vlak A in figuur 7.1) van het simulatievat.

Tot slot van het overzicht van de opstelling hebben we het over de Langmuirprobe die samen met de inlaatflens van de massaspectrometer in het simulatievat symmetrisch opgesteld staat t.o.v. vlak A. Ze kan ge-

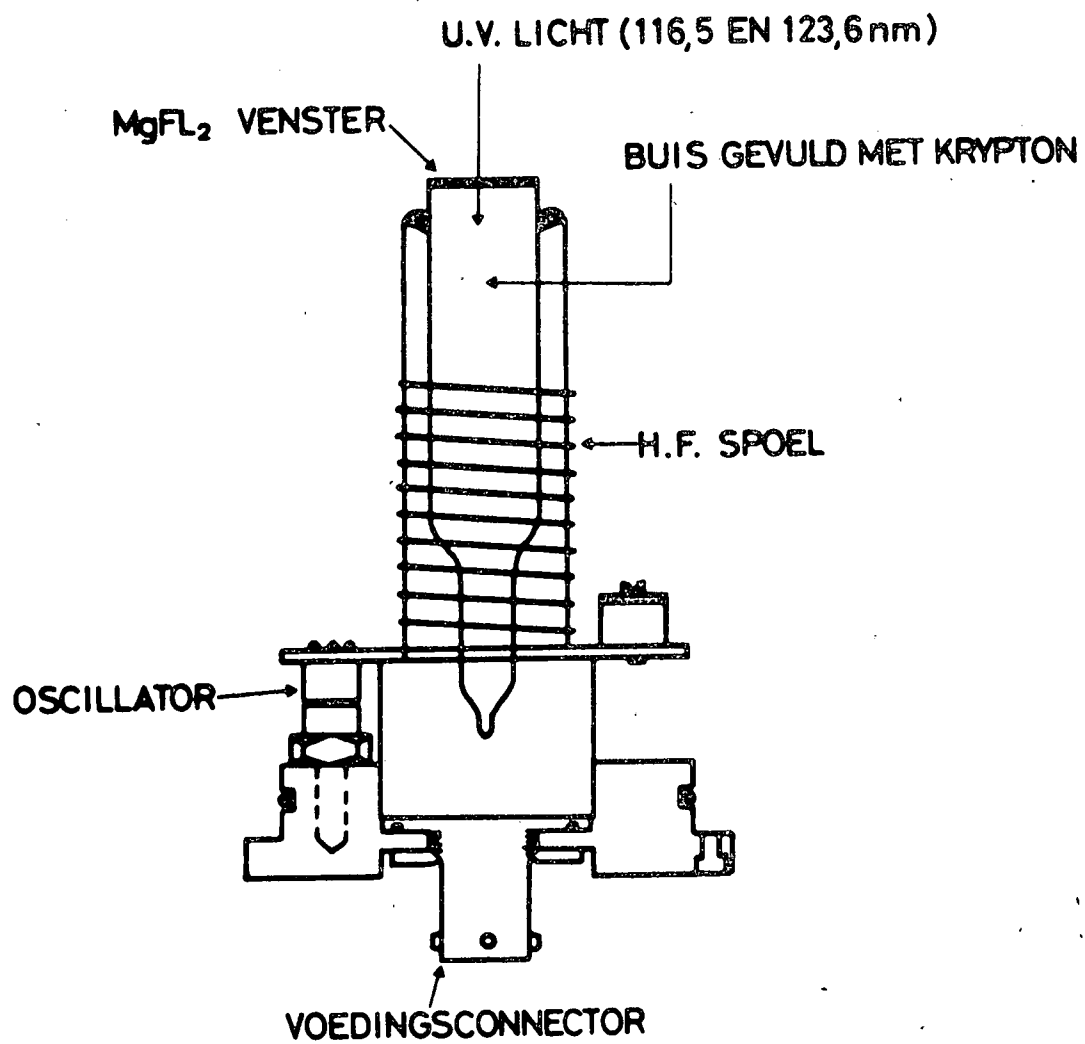


Fig. 7.5.- Bron voor fotoïonisatie met U.V. licht.

bruikt worden om de ladingsdichtheid in het vat te bepalen. De probe is een kopie (figuur 7.6) van een succesvol ontwerp van Zbinden⁽⁵⁵⁾ en is afgeschermd door een schijf met rooster 1 die op dezelfde potentiaal gebracht wordt als de inlaatflens van de massaspectrometer en die ook ongeveer dezelfde afmetingen bezit.

Alles bij mekaar genomen hebben we dus een cilindrisch simulatievat, afgesloten met 2 vrijwel identieke flenzen en waarin een elektrisch veld heerst dat symmetrisch is t.o.v. vlak A uit figuur 7.1. Precies in dat vlak zijn de reeds besproken ionenbronnen aangebracht.

7.2. Kontrole van de lineariteit van de kwadrupoolvoeding

7.2.1. Belang van de lineariteit

Het behandelen van massaspectra met niet-lineaire massaschaal valt niet mee, vooral als bovendien het niet-lineaire verband in functie van de tijd kan veranderen. De kwadrupoolvoeding waar we mee werken heeft als onhebbelijkheid dat op lange termijn - ten gevolge van temperatuurschommelingen - het verband tussen de stuurspanningen en de massa-instelling gaat variëren. Daar in het experiment niet de mogelijkheid ingebouwd zit de massaschaal te ijken gedurende de verschillende fazen van een vlucht, is het nodig dat de massaschaal lineair is. Hierdoor wordt het gemakkelijker om referentiepunten op de massaschaal aan te duiden. Bijvoorbeeld, indien er in het spectrum pieken voorkomen van ionen als $H^+(H_2O)_{n=1,5}$ dan kan men uit de ligging van 2 opeenvolgende pieken afleiden met welke afstand op de massaschaal 18 a.m.u. (of 1 H_2O -molecule) overeenkomen en dan verder de massawaarde van andere pieken bepalen. In de verdere paragrafen komen nog voorbeelden voor van zulke spectra.

7.2.2. Kontrole van de lineariteit

In principe werd er door de fabrikant van de kwadrupoolvoeding (ETCA) gegarandeerd dat de hoogfrequentie spanning V en de gelijkspanning U lineair veranderen in functie van de stuurspanningen U_c en V_c . Aangezien de massainstelling een lineaire functie van V is - op voor-

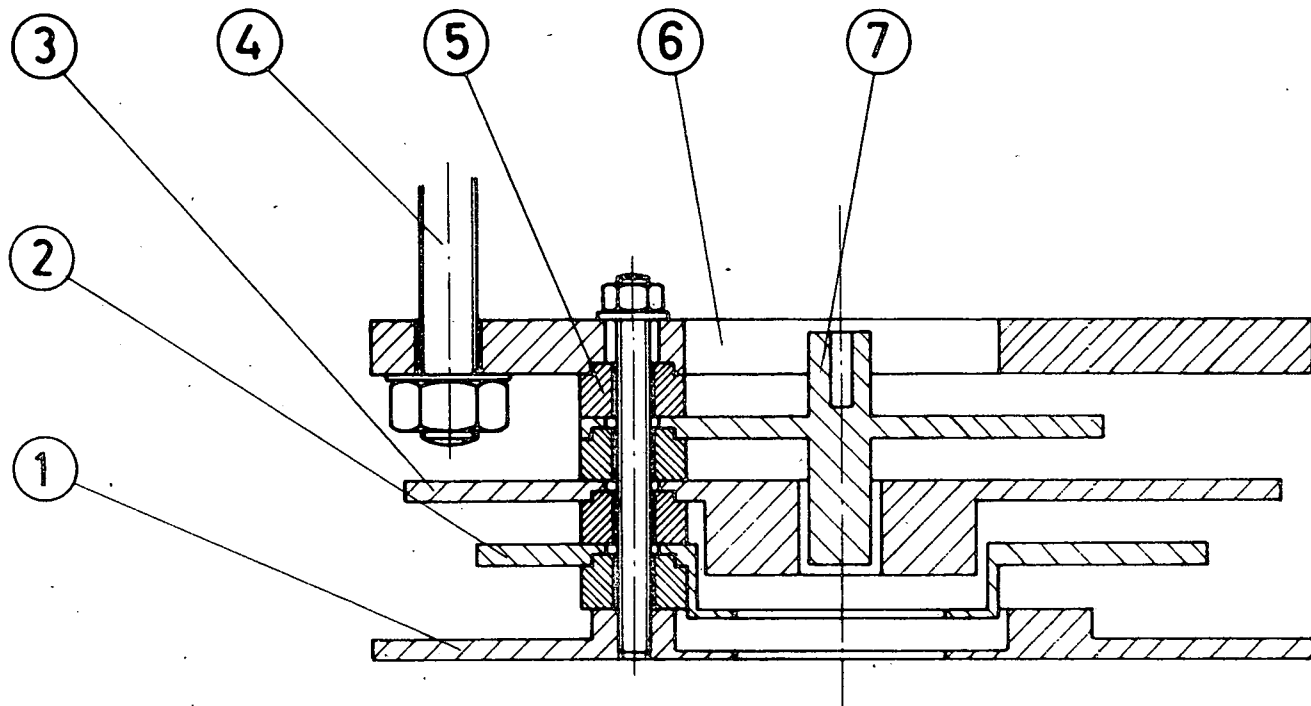


Fig. 7.6.- Langmuir probe volgens Zbinden.

waarde dat de verhouding U/V ongeveer deze is voor optimale resolutie - zou ze dus ook lineair met V_c moeten toenemen. Deze bewering werd door ons getest met de volgende proef. Eerst werd met de ionenbron van de Finnigan-kwadrupool (zie hoofdstuk 5) het restgas in het vacuümgedeelte van de massaspectrometer geïoniseerd, d.w.z. zonder gasaanvoer via het lek. Daarin kwamen ondermeer de massapijken voor van de ionen van de gassen met de hoogste concentratie : H_2O^+ , N_2^+ , O_2^+ , CO_2^+ en enkele ionen van koolwaterstoffen (massa's 18, 28, 32, 44, 57 en 69 A.M.U.). Voor elke geïdentificeerde massawaarde m werd dan genoteerd wat de overeenkomstige stuurspanning V_c was.

In een tweede reeks proeven werd er gas (NO in lucht binnen gelaten in het simulatievat, waar het geïoniseerd werd door middel van een elektronenbombardement. Naargelang de druk in het vat (maximum enkele mbar) variëren ook de ionisatieprodukten. Een typisch spectrum is gekopieerd in figuur 7.7. Daarin herkennen we NO^+ , de protonhydraten $H^+(H_2O)_{1,2,3,4}$, $NO^+(H_2O)$, N_2^+ , O_2^+ en H_2O^+ met massa's : 30, 19, 37, 55, 73, 48, 28, 32 en 18 A.M.U. Bij hogere drukken vinden we ook nog zwaardere protonhydraten. Ook van deze reeks resultaten werd het verband $m = f(V_c)$ genoteerd.

Figuur 7.8 is de gezamenlijke weergave van alle meetresultaten. Door alle meetpunten werd een best passende rechte getekend die wel bevestigt dat het verband lineair is. Dit toont echter niet aan dat de rechte door de oorsprong gaat : voor de massa's lager dan 18 A.M.U. ontbreken er meetpunten. De meetopstelling bestaat uit een regelbare spanningsbron en zaagtandgenerator. Op een gelijkspanning V_2 wordt de symmetrische zaagtand V_1 gesuperponeerd en door regelen van V_1 en V_2 kan dan een bepaald gebied worden doorlopen door V_c . V_1 gelijk aan nul geeft bijvoorbeeld een vaste V_c en dus een vaste massa, terwijl anderzijds $V_2 = V_1/2$ voor V_c een zaagtand tussen 0 en V_1 volt oplevert; dit is dan een massascan. Bovendien werd U_c afgeleid uit V_c door spanningsdeling in een 4-decade spanningsdelerdoos; hiermee stellen we dus U_c/V_c of de resolutie in.

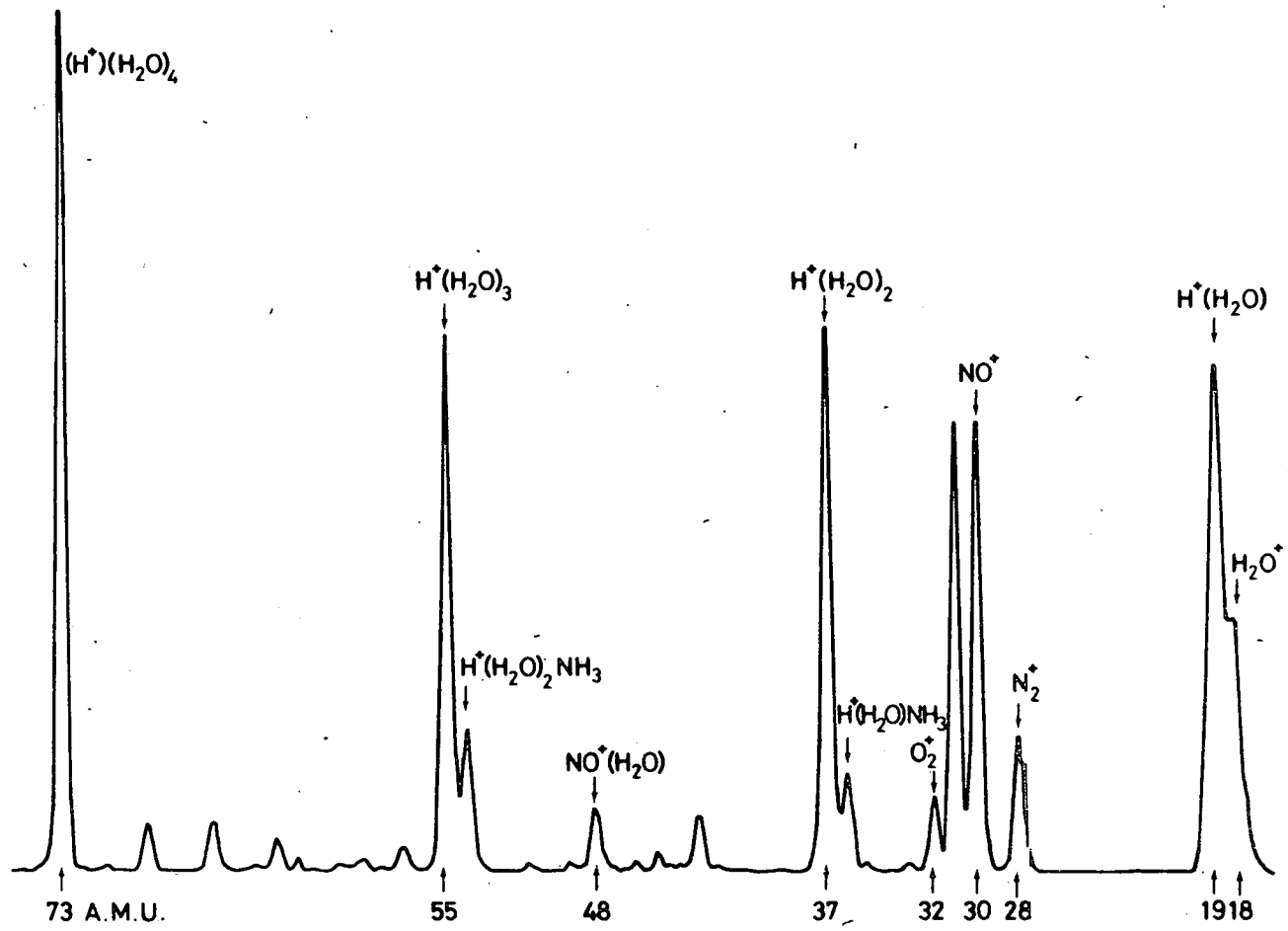


Fig. 7.7.- Spectrum van NO in N_2 , door middel van elektronenbombardement.

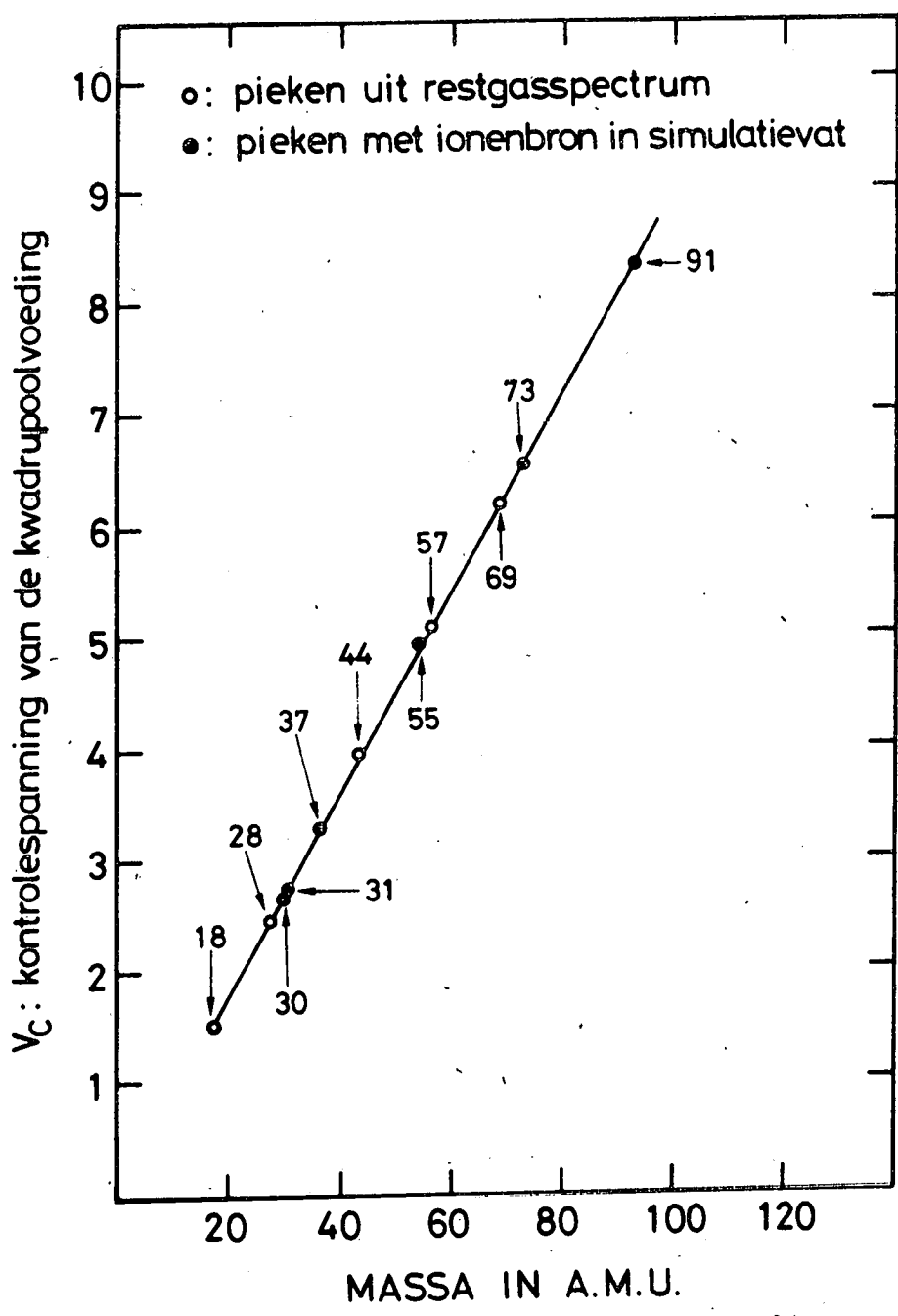


Fig. 7.8.- Lineair verband tussen controlespanning V_c en de massa.

7.3. Bepaling van de optimale lensspanningen

Om geschikte spanningswaarden te vinden voor de elektrostatische lens, die tussen het inlaatlek en de kwadrupool staat, werd een empirische methode gevolgd. Opnieuw is gebruik gemaakt van ionisatie door elektronenbombardement in het simulatievat en van de opstelling van figuur 7.1, net als bij de proeven van 7.2. Voor één bepaalde massa, bijvoorbeeld massa 19 of $\text{H}^+\text{H}_2\text{O}$, is gebleken dat alle lenselementen behalve de ionenkamer (figuur 5.8) dezelfde potentiaal als de mechanische structuur mochten aannemen, terwijl een maximaal signaal werd gevonden als de ionenkamer (of dus het tweede lenselement) met -120 Volt was verbonden. De proef werd herhaald voor andere ionen, de protonhydraten met massa 37 en 55, die ongeveer hetzelfde resultaat gaven. De meetresultaten zijn op figuur 7.9 uitgezet voor deze 3 massa's.

We merken nog op dat deze proeven gebeurden met een "pole-bias" van de kwadrupoolstaven gelijk aan - 15 Volt. Zoals reeds eerder vermeld is deze waarde nu - 5,7 Volt geworden, maar toch is gebleken dat - 120 Volt een geschikte lensspanning bleef.

7.4. Simulatie van de invloed van de inlaatpotentiaal

Het is bekend dat aan het grensvlak tussen een metalen probe en een geïoniseerd medium er zich allerlei effecten kunnen voordoen waarbij de mobiliteit van de ladingsdragers in het plasma en de elektrische veldsterkte een grote rol spelen. Daarom is in dit experiment de voorziening getroffen de potentiaal van de inlaatflens te kunnen regelen t.o.v. de metalen structuur van de massaspectrometer.

In het laboratorium is er een simulatieproef uitgevoerd waarin, met de druk in het simulatievat als parameter, genoteerd werd hoe het detectorsignaal verandert in functie van de inlaatpotentiaal. Het massafilter stond hierbij in de hoogdoorlaat-mode zodat uit deze proef geen conclusies kunnen getrokken worden omtrent de invloed van de massa van de verschillende ionen die in het plasma voorkomen. Ook dient er notitie genomen van het feit dat de wanden van het simulatievat storend kunnen werken op het elektrisch veld boven de inlaatflens. Figuur 7.10 toont ons de meetresultaten bij 3 drukwaarden (1,93; 4,09 en 6,18 mbar); het

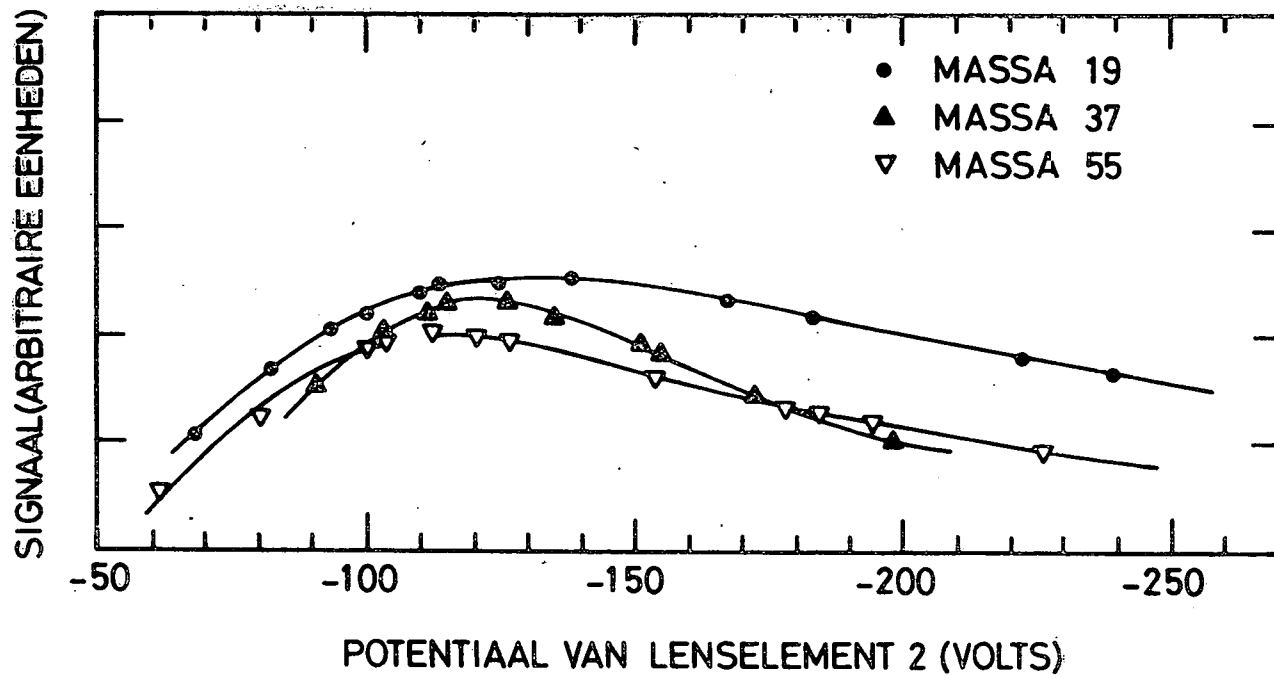


Fig. 7.9.- Bepaling van de optimale spanning voor lenselement 2 (ionenkamer).

plasma was opgewekt door fotoïonisatie en de lekdiаметer bedroeg 0,3 mm. Meteen valt op dat, onafhankelijk van de druk in het vat het detector-sig-naal wegvalt voor inlaatpotentialen negatiever dan - 5,7 Volt, d.i. de waarde van de potentiaal op de kwadрупoolas. Daar is een heel eenvoudige verklaring voor. De ionen die door het lek geraakt zijn bezitten een kinetische energie die vrijwel gelijk is aan de kinetische (thermische) energie van de moleculen boven het lek. In de zone tussen inlaatflens en kwadрупool kunnen ze nog aan energie winnen op voorwaarde dat het potentiaalverschil ΔV tussen beide positief is. De energie waarmee de ionen dan het massafilter binnentreden is gegeven door :

$$\frac{1}{2} m v^2 = \frac{3}{2} \cdot k \cdot T + q \cdot \Delta V$$

met $k \cdot T = 0,025 \text{ eV}$ bij 20°C .

Als nu ΔV naar nul nadert, daalt de snelheid v van de ionen naar hun thermische snelheid en wordt de tijd die ze in het massafilter doorbrengen zeer lang. Daardoor daalt ook het signaal naar nul. Voor inlaatpotentialen negatiever dan - 5,7 V komen er zelfs gewoon geen ionen toe aan het filter. Naargelang ΔV stijgt neemt de snelheid v toe, zodat ook het signaal naar een maximum moet gaan omdat er minder lang gefilterd wordt. Dit zien we duidelijk op de rechterflank van de kurven in figuur 7.10. Het effect heeft dus alleen iets te maken met het verloop van de transmissie van het massafilter in functie van de ionenenergie en komt dus niet voort van de invloed van de inlaatpotentiaal op het geïoniseerde medium.

Een veel moeilijker te verklaren verschijnsel speelt zich af langs die kant van het inlaatlak die in kontakt is met de atmosfeer. We zien inderdaad op figuur 7.10 dat er bij een potentiaal gelijk aan nul nog steeds een signaal van positieve ionen kan gemeten worden en dat men werkelijk positieve potentialen moet aanleggen om het signaal helemaal te onderdrukken. Bovendien moet men des te positievere potentialen instellen naargelang de druk hoger is. Verschillende hypothesen zijn mogelijk omtrent dit effect.

Men mag echter meteen de eventuele aanwezigheid van een ruimteladingsgebied, zoals dat kan optreden in de kontaktzone tussen een uit

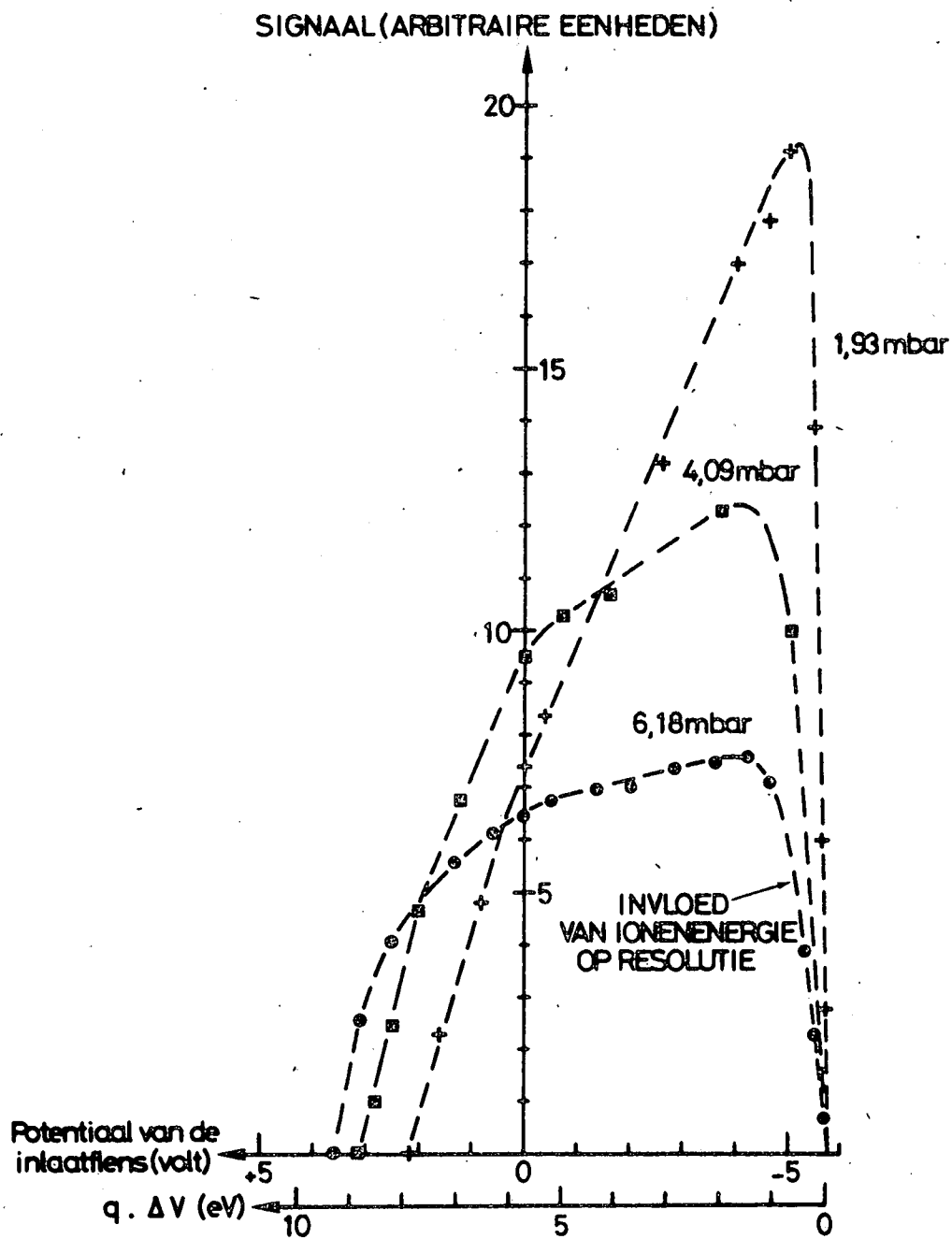


Fig. 7.10.- Invloed van de inlaatpotentiaal op het detectorsignaal.

positieve ionen en elektronen opgebouwd plasma en een geleider, over het hoofd zien omdat bij de geldende drukken in de stratosfeer (enkele mbar) quasi alle elektronen aan elektronegatieve gassen gebonden zijn. De gevormde negatieve ionen verschillen qua snelheidsverdeling en massa niet zoveel van de positieve ionen zodat de plasmapotential praktisch niet zal afwijken van de potential van de mechanische structuur van het experiment. Trouwens onder de veronderstelling dat er alleen een ruimteladings-effect zou in het spel zijn zou het stroomaandeel van de positieve ionen op de inlaatflens bepaald zijn door⁽⁶⁵⁾ :

$$I_+ = \frac{1}{4} \cdot n_+ \cdot q \cdot v_+ \cdot S \cdot e^{-\frac{q \cdot V}{kT_+}}$$

waarin

n_+ = concentratie van de positieve ionen

T_+ = hun temperatuur

v_+ = hun gemiddelde snelheid

S = oppervlak van de inlaatflens

q = elementaire lading

$V = V_{\text{inlaat}} - V_{\text{plasma}}$

Dan zou ook de elektrometerstroom, die voortkomt van de ionen die het lek doorkomen, op dezelfde manier van V moeten afhangen :

$$I_{EM} = A \cdot e^{-\frac{q \cdot V}{kT_+}} \approx A \cdot e^{-\frac{q \cdot V_{\text{inlaat}}}{k \cdot T_+}}$$

$k \cdot T_+$ ligt zoals reeds vermeld dicht bij de waarde voor de moleculen in het vat : $k \cdot T = 0,025$ eV. I_{EM} zou dus heel vlug moeten afnemen van zodra V_{inlaat} enkele maal $0,025$ V heeft overschreden. Zoals figuur 7.10 toont beantwoordt de elektrometerstroom zeker niet aan dit model.

In de literatuur is het vraagstuk waar we mee worstelen al min of meer behandeld; Parkes⁽⁵⁸⁾ bestudeerde namelijk het probleem van de detectie van ionen in drift-tubes door middel van lekken met diameter groter dan de vrije weglengte van de ionen. Zoals we in 4.2.3 reeds

opmerkten hebben we met dit soort lekken (0,3 mm diameter) te doen met een stroming in het overgangsregime tussen moleculaire stroming en visceuse stroming. We nemen nu het model over van Parkes waarin hij aanneemt dat op enkele diameters afstand van het lek de macroscopische stroomlijnen loodrecht staan op een hemisfeer met als middelpunt het centrum van het lek (zie figuur 7.11). Als we dus aanvaarden dat de neutrale deeltjes zo'n macroscopische stroming volgen, dan weten we dat we de snelheidscomponente, gesuperponeerd op de termische snelheid van elk ion kunnen samenstellen uit een component v_s , tengevolge van de stroming der moleculen en een component v_d , de driftsnelheid in het elektrisch veld veroorzaakt door de spanning op de inlaatflens. De driftsnelheid is gegeven door :

$$\vec{v}_d = K \cdot E \cdot \vec{1}_z$$

waarin

K = de mobiliteit ($\text{cm}^2 \cdot \text{sec}^{-1} \cdot \text{V}^{-1}$)

E = elektrische veldsterkte ($\text{V} \cdot \text{cm}^{-1}$)

op voorwaarde dat in de onmiddellijke buurt van het lek de equipotentiaalvlakken van het veld parallel lopen met het xy-vlak waarin de inlaatflens ligt; dit houdt ondermeer in dat er geen veld doordringt vanuit bijvoorbeeld de elektrostatische lens. De stroomsnelheid v_s berekenen we in de veronderstelling dat het totale debiet Q van de stroming door het lek homogeen verdeeld is over een hemisfeer met straal r :

$$\vec{v}_s = - \frac{Q}{2\pi r^2} \cdot \vec{1}_r$$

met

$$r^2 = y^2 + z^2$$

Ruwweg genomen kunnen we nu zeggen dat een ion door het gaatje van de inlaatflens zal stromen, indien de snelheidscomponente te wijten aan te gasstroming groter is dan de snelheidscomponente van de elektrische drift.

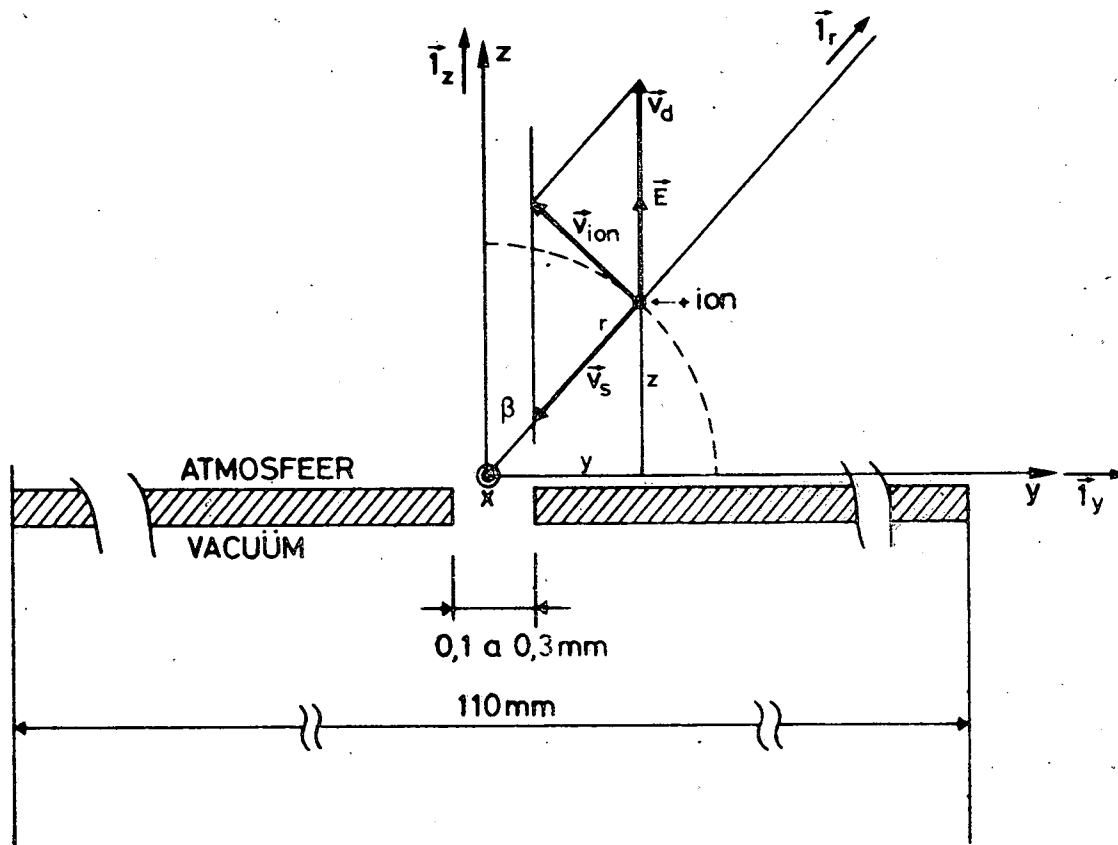


Fig. 7.11.- Samengestelde beweging van een ion naar het lek.

Om de gedachten te vestigen zullen we dit probleem iets uitvoeriger behandelen voor een ion gelegen op de z-as. Langs de z-as geldt voor de absolute waarden

$$v_d = K.E (z)$$

$$v_s = Q/2\pi r^2$$

De waarde van $E(z)$ die op de z-as de snelheid nul maakt, is bepaald door

$$\frac{Q}{2\pi z_o^2} = K.E (z_o)$$

Dit is dus de voorwaarde waarbij een ion op de z-as het lek net niet meer kan bereiken ondanks de dwang van de stroming van de moleculen. De waarde van het debiet Q kunnen we afschatten; we weten immers dat de pompsnelheid van de cryopomp ca. 1200 liter/sec ($1,2 \text{ m}^3/\text{sec}$) bedraagt voor lucht. Nemen we aan dat de druk in het vat 5 mbar is dan weten we uit ervaring dat de druk in de cryopomp ongeveer $2,5 \cdot 10^{-5}$ mbar belooft met een lek van 0,3 mm. Het volume gas op buitendruk dat per seconde weggepompt wordt is dus : $Q = 0,6 \cdot 10^{-5} \text{ m}^3/\text{sec}$ of $6 \text{ cm}^3/\text{sec}$.

In de literatuur vonden we ook een uitdrukking voor het elektrische veld⁽⁵⁹⁾ opgewekt door een cirkelvormige schijf met diameter a en potentiaal V_a , omringd door een tweede schijf met binnen- en buitendiameters a en b en potentiaal V_b . Deze configuratie vertoont enige gelijkenis met de manier waarop de inlaatflens geïsoleerd gemonteerd zit op de cryopomp (zie figuur 4.6).

Stellen we :

- $\gamma = V_a/V_b$ en $\alpha = a/b$
- $z =$ afstand langs de z-as en $z' = z/b$
- $V_a =$ potentiaal van de inlaatflens
- $V_b =$ potentiaal van de cryopomp

Dan wordt de potentiaalverdeling langs de z-as gegeven door :

$$\frac{V(z')}{V_b} = \frac{2}{\pi} \cdot \left[\gamma \cdot \arctg\left(\frac{1}{z'}\right) + (1-\gamma) \cdot \frac{z'}{\sqrt{z'^2 + \alpha^2}} \cdot \arctg\left(\sqrt{\frac{1-\alpha^2}{z'^2 + \alpha^2}}\right) \right]$$

Voor waarden van $z' \ll \alpha$ of $z \ll a$ herleidt zich dit tot

$$V(z) = \frac{2V_b}{\pi} \left[\gamma \cdot \arctg \frac{b}{z} + \frac{1-\gamma}{\alpha} \cdot \frac{z}{b} \cdot \arctg \sqrt{\frac{1-\alpha^2}{\alpha^2}} \right]$$

en het veld langs de z-as wordt dan

$$E(z) = \frac{2V_a}{\pi} \cdot \frac{b}{z^2 + b^2} + \frac{V_a - V_b}{\alpha \cdot b} \cdot \arctg \sqrt{\frac{1 - \alpha^2}{\alpha^2}}$$

Aangezien we ondersteld hebben dat $z \ll a$ en $a < b$ geldt zeker $z \ll b$ zodat in eerste benadering mag geschreven worden

$$E(z) = \frac{2V_a}{\pi b} + \frac{V_a - V_b}{\alpha \cdot b} \arctg \sqrt{\frac{1 - \alpha^2}{\alpha^2}}$$

of met de notatie $\beta = \frac{1}{\alpha} \arctg \sqrt{\frac{1 - \alpha^2}{\alpha^2}}$

$$E(z) = \frac{2V_a}{\pi \cdot b} + \beta \cdot \frac{V_a - V_b}{b}$$

Stellen we dat er geen potentiaalverschil is tussen de cryopomp en het plasma, dat we op potentiaal nul veronderstellen, dan is $V_b = 0$ zodat de driftsnelheid dicht bij de flens wordt :

$$v_d = K.E. = c \cdot V_a \cdot K$$

waar

$$c = \frac{2}{\pi \cdot b} + \frac{\beta}{b}$$

Vergelijken we dit tenslotte met de voorwaarde

$$v_d = v_s = \frac{Q}{2 \cdot \pi \cdot z_0^2}$$

Dan komt er met de waarde van de mobiliteit

$$K = K_0 \cdot \frac{1013}{p}$$

K_0 is hier de gereduceerde mobiliteit (van de orde van 2 à 3 cm²/Volt. sec) en p is uitgedrukt in mbar

$$z_0 = \xi \cdot \sqrt{\frac{Q \cdot p}{V_a}}$$

waarbij

$$\xi = (2026 \cdot \pi \cdot c \cdot K_0)^{-1/2}$$

In principe zouden we nu dezelfde berekeningen kunnen herhalen voor punten die niet op de z -as liggen. Op die manier zouden we r_0 waarden vinden waar $v_s = v_d$ en uiteindelijk zouden we een omwentelingsoppervlak bekomen. De gevonden z_0 waarde is nu een maat voor het volume binnen dit omwentelingsoppervlak. Hoe groter z_0 hoe groter dit volume. Voor een gekozen V_a waarde (positieve inlaatpotentiaal) en gegeven druk (meteen gegeven debiet) is het volume tussen de inlaatflens en het omwentelingsoppervlak een maat voor de stroom die we meten. We zien nu in de uitdrukking voor z_0 dat naarmate de druk stijgt, dit volume vergroot, maw. de waarde van V_a die we moeten aanleggen om de stroom te onderdrukken moet stijgen. Tevens merken we, dat bij konstante druk de stroom daalt (het volume waarvan z_0 een maat is) naarmate V_a stijgt.

Voorgaand eenvoudig model geeft dus een kwalitatieve verklaring van de waarnemingen. Een meer kwantitatieve verklaring vinden, zou een verder doorgedreven modelberekening vereisen en tevens zouden hierbij volgende verbeteringen moeten aangebracht worden, zoals,

- verfijning van het stromingsmodel van Parkes
- rekening houden met diffusie
- balans opmaken van productie der ionen in het testvat door foto-ionisatie.

Aangezien het niet in onze bedoeling lag een ijking van de massaspectrometer uit te voeren, werd dit niet gedaan. Het besluit van deze simulatieproeven is echter wel dat voor een ballonvlucht, de inlaatpotentiaal moet instelbaar zijn, daar de invloed van verschillende factoren (o.a. horizontale winden, die een supplementaire stromingssnelheid betekenen) niet a priori gekend is.

7.5. Resolutietest door middel van ionen geproduceerd door fotoïonisatie

Eén van de laatste testen die de stratosferische massaspectrometer ondergaat vooraleer hij het laboratorium verlaat om gelanceerd te worden, bestaat er in dat hij geplaatst wordt op de proefopstelling die we in 7.1 besproken hebben. Daarbij wordt zijn gevoeligheid en zijn resolutie nagegaan met behulp van ionen geproduceerd door de speciale krypton U.V. lampen. In het simulatievat van figuur 7.1 wordt er dan een gasmengsel binnengelaten en op konstante druk gehouden; twee voor dit doel geschikte gasmengsels zijn bijvoorbeeld : NO in N₂ of NO in A. Het stikstofoxyde heeft namelijk een lage ionisatiedrempel (9,25 eV) en kan via een mechanisme⁽⁶⁰⁾, dat niet in appendix A vermeld is en in de stratosfeer (waarschijnlijk) slechts een tweederangsrol speelt, aanleiding geven tot NO-hydraten met structuur NO⁺(H₂O)_y, die verder met water reageren tot er protonhydraten H⁺(H₂O)_x ontstaan. Het is daarvoor voldoende dat er sporen waterdamp in het moedergas N₂ of A zitten. Komen er ook kleine hoeveelheden ammoniak voor in de NO-reserve dan krijgen we eventueel ook ionen met structuur NH₄⁺(H₂O)_i(NH₃)_j en NO⁺(NH₃)_k(H₂O)_l. De families ionen die we, bij drukken van enkele mbar, met deze ionenbron kunnen produceren in het massagebied 0 tot 109 A.M.U., zijn :

- 1) NO⁺ en NO⁺NO met massa's 30 en 60 A.M.U.
- 2) de groep NO⁺(NH₃) en NO⁺(H₂O) met massa's 47 en 48,
- 3) de familie NO⁺(NH₃)₂ tot NO⁺(H₂O)₂ met massa's 64 tot 66,
- 4) de ionen NO⁺(NH₃)₃ tot NO⁺(H₂O)₃ met massa's tussen 81 en 84,
- 5) NO⁺(NH₃)₄ tot en met NO⁺(H₂O)₄ met massa's 98 tot 102,
- 6) het ion H₃O⁺ met massa 19 A.M.U.,
- 7) de groep H⁺(NH₃)₂ tot H⁺(H₂O)₂ met massa's gaande van 35 tot 37,
- 8) de familie H⁺(NH₃)₃ tot H⁺(H₂O)₃ met massa's van 52 tot 54,
- 9) de ionen H⁺(NH₃)₄ tot H⁺(H₂O)₄ met massa's 69 tot 73,
- 10) de groep H⁺(NH₃)₅ tot H⁺(H₂O)₅ met massa's 86 tot 91,
- 11) de ionen H⁺(NH₃)₆ tot H⁺(H₂O)₆ lopende van 103 tot 109 A.M.U..

Figuur 7.12 toont een typisch testspectrum met deze deze ionenbron, opgenomen bij een inlaatpotentiaal van rond de - 2 V. De hoogste massapieken komen van NO⁺, NO⁺(NH₃), H⁺(NH₃)(H₂O)₂, NO⁺(H₂O)₂ en

$H^+(NH_3)_2(H_2O)_2$, terwijl ook $H^+(NH_3)(H_2O)$, $H^+(H_2O)_2$, $NO^+(H_2O)$, $H^+(H_2O)_3(NH_3)$, $H^+(H_2O)_4$ en de groepen 5 en 11 voorkomen.

Het spectrum werd opgenomen bij een verhouding $U_c/V_c = 0,176$, die toelaat massa's van de groep 9 nog van elkaar te onderscheiden. De horizontale massaschaal op de figuur is verdeeld in 350 kanalen en bestrijkt het massagebied 18 tot ca. 107 A.M.U.. De controlespanning V_c verloopt daarbij volgens de wet :

$$\begin{aligned} V_c &= V_{co} + (N-1) \cdot \Delta V_c \\ &= (605 + (N-1) \cdot 10) \cdot \frac{10 \text{ Volt}}{4096} \quad \text{met } N = 1, \dots, 350 \end{aligned}$$

zodat

$$V_{co} = 1,48 \text{ Volt en } \Delta V_c = 24,4 \text{ mV}$$

In principe zou het mogelijk zijn dit spectrum voor een absolute ijking van de massaschaal te gebruiken, maar de ervaring heeft ons geleerd dat de massainstelling van de toegepaste kwadrupoolvoeding temperatuurafhankelijk is. In de praktijk proberen we daarom de structuur van elk spectrum apart te herkennen en daarin typische ionen met bekende massa terug te vinden. Bij wijze van voorbeeld geven we toch aan hoe zo'n ijking zou kunnen gebeuren. In het spectrum van figuur 7.12 is het ion NO^+ evenals leden van de familie $H^+(NH_3)_2(H_2O)_2$ tot $H^+(H_2O)_4$ duidelijk te herkennen. Het ion $H^+(NH_3)_2(H_2O)_2$ met massa 71 A.M.U. komt op kanaal $N = 207$ voor, terwijl NO^+ massa 30 heeft bij $N = 46$. 161 kanalen komen dus overeen met 41 A.M.U. massaverschil, zodat we als interpolatieregel mogen invoeren :

$$\text{Massa} = 30 + 41 \cdot \frac{N - 46}{161}$$

Toepassing van de regel liet toe de massapijken op figuur 7.12 te identificeren omdat de massa in een lineair verband staat tot de stuurspanning V_c .

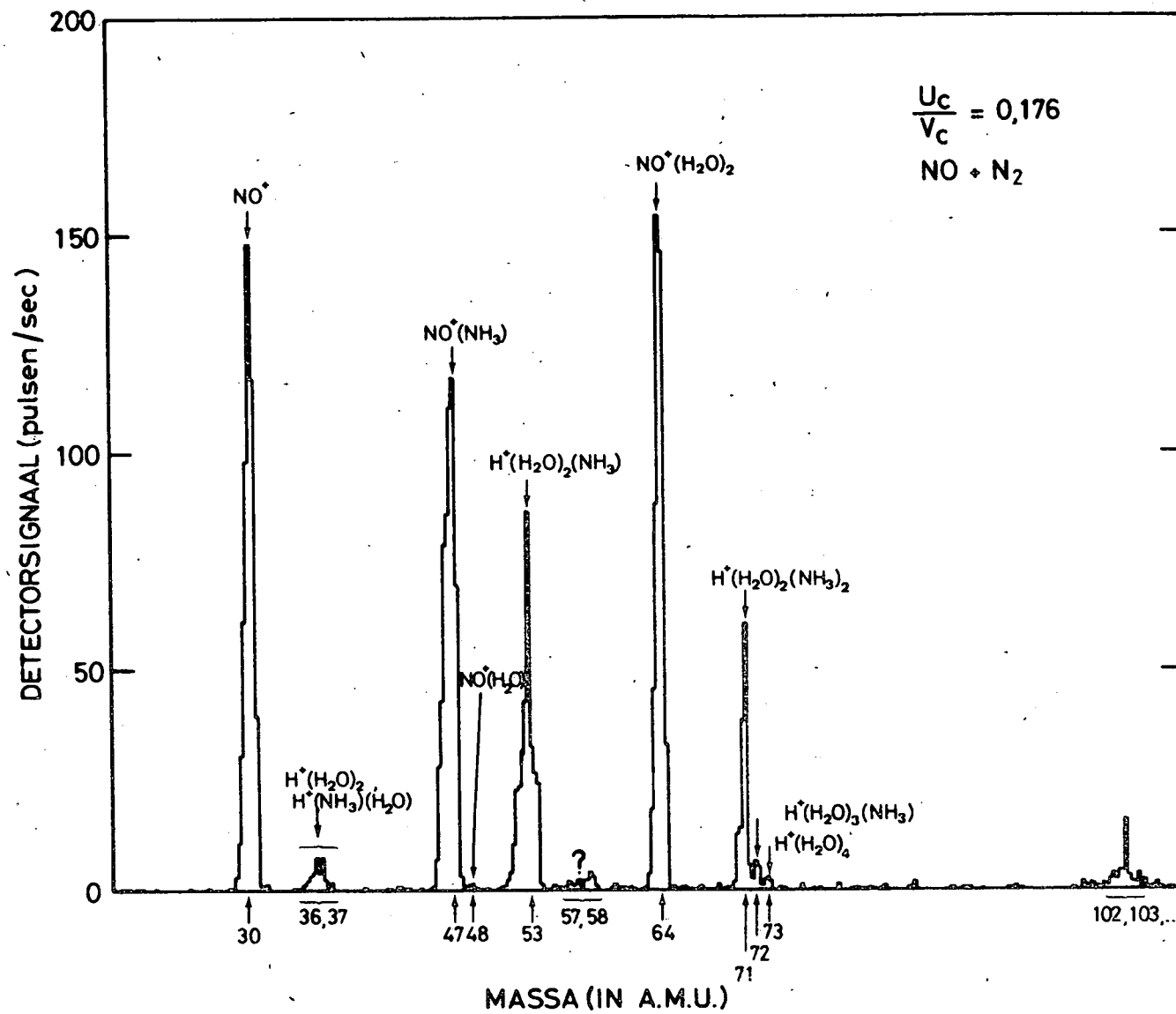


Fig. 7.21.- Spectrum verkregen door fotoïonisatie van NO

7.6. Meting van de ladingsdichtheid in het simulatievat

Eén van de grootste problemen die er bij de metingen van de ionen in de stratosfeer komt kijken is de absolute ijking van de gevoeligheid van het instrument. Het zou inderdaad interessant zijn indien we voor elke gedetecteerde massa het aantal pulsen dat de detector ontving zouden kunnen omrekenen naar een concentratie van de betreffende ionensoort. De voornaamste hinderpaal voor een absolute gevoeligheidsijking is dat het zo moeilijk is een theoretisch model op te bouwen dat het detectierendement van deze massaspectrometer beschrijft. De verschillende factoren die dit rendement beïnvloeden zijn⁽⁶¹⁾⁽⁶²⁾ :

- a) het massa- en drukafhankelijke transportmechanisme van stratosferische ionen naar het inlaatlek (zie eerder 7.4)
- b) het massaafhankelijke lenseffect rond het lek tengevolge van het doordringen van de potentiaal van de electrostatische lens tot buiten het lek
- c) de massaafhankelijke transmissie van de ionenlens plus massafilter
- d) eventuele bijkomende reacties bij de expansie van het gas in het lek
- e) het eventuele massaafhankelijk zijn van het rendement van de ionendetector.

Omdat een theoretische benadering voorlopig nog te ingewikkeld is, lijkt een ijking door middel van onze proefopstelling meer aangewezen. We zouden daarbij gebruik kunnen maken van de Langmuirprobe die in de opstelling ingebouwd zit. De 2 soorten ionenbronnen die we ter beschikking hebben produceren bij een druk van enkele mbar echter steeds een hele resem positieve ionen, zodat de Langmuirprobe daarvoor telkens de totale concentratie zal meten en niet de concentratie van elke ionensoort afzonderlijk.

Een absolute ijking van de gevoeligheid zal daarom pas mogelijk worden als we in staat zullen zijn, bij enkele mbar druk en op verschillende punten van de massaschaal, één bepaalde soort ionen te produceren zonder noemenswaardige bijproducten. Veelbelovende ionenbronnen⁽⁶³⁾ zijn bijvoorbeeld : Pt-Rh filamenten bekleed met Na-zeoliet waarin eventueel Na vervangen is door K of Cs; deze zenden onder hoogvacuüm enkel Na^+ , K^+ of Cs^+ ionen uit met massa 23, 39 of 133. Ook

ionenproductie door middel van thermoionische emissie⁽⁶⁴⁾ van positieve ionen uit alkali-tantalaten komt in aanmerking. Spijtig genoeg zijn we nog niet in staat geweest na te gaan of deze ionen bij hogere drukken reageren met de gebruikelijke moedergassen N_2 en A.

Om ondertussen de techniek van de Langmuirprobe onder de knie te krijgen hebben we metingen uitgevoerd van de ladingsdichtheid in het simulatievat. Daarbij werd gebruik gemaakt van de probe van figuur 7.6 en van de symmetrische ionenbron van figuur 7.3. De schijf 1 van de probe wordt op dezelfde potentiaal gebracht (hier -13 V) als de inlaatflens zodat de ionenfluxen uit de ionenbron naar probe en naar inlaatflens gelijk zijn. Het tweede rooster 2 staat nog negatiever ingesteld omdat anders de positieve ionen ionenrooster 1 niet voorbij komen. De collector, die volgt na beide roosters, veranderen we van spanning tussen - 60 en + 40 Volt, terwijl de collectorstroom met een vlottende elektrometer gemeten wordt. Van de onder deze voorwaarden gemeten stroom moet nog het aandeel afgetrokken worden dat voortkomt van fotoëmissie en secundaire ionisatie binnen de probe. Dit aandeel bepalen we door alle primaire ionen uit te schakelen; rooster 2 komt daarvoor op + 30 Volt. Het verschil van beide stromen geeft kurve 3 op figuur 7.13; deze kurve satureert voor de gegeven ionenproductie bij $8,8 \cdot 10^{-11}$ A.

Volgens de theorie van de vlakke negatieve sonde⁽⁶⁵⁾ wordt deze verzadigingsstroom voor de positieve ionen gegeven door volgende formule :

$$I_+ = \frac{1}{4} \cdot n_+ \cdot q \cdot v_+ \cdot S$$

met

- n_+ = densiteit van de positieve ionen boven de inlaatflens of de probe
- q = elementaire lading
- v_+ = gemiddelde snelheid van het ion
- S = oppervlakte van de probe ($0,28 \text{ cm}^2$)

De gemiddelde energie van de ionen ligt hier heel dicht bij de gemiddelde thermische energie van de omringende moleculen⁽⁵⁷⁾⁽⁶⁶⁾ : dus

$$v_+ = (8kT/\pi m)^{1/2}$$

met m = massa van het ion in kg.

Er komt dan :

$$I_+ = \frac{1}{4} \cdot n_+ \cdot q \cdot S (8kT/\pi m)^{1/2} = n_+ \cdot q \cdot S \cdot (kT/2\pi m)^{1/2}$$

Deze formule is uiteraard niet exact toepasbaar als we te maken hebben met meer dan één ionensoort, want m is dan a priori niet te berekenen zolang we de spectrometer niet geijkt hebben. Als de massa tussen 30 en 100 A.M.U. ligt, verandert v_+ tussen 248 en 452 m/sec. Overeenkomstig zal n_+ dan liggen tussen $0,99 \cdot 10^5$ en $1,71 \cdot 10^5 \text{ cm}^{-3}$ (bij $T = 293^\circ\text{K}$).

We zijn dus in staat geweest om de ionenconcentratie, die heerst voor het inlaatlek, te schatten op een factor 2 na. Voorlopig is dat meer dan voldoende om de gevoeligheid van de massaspectrometer in de hoog-doorlaatmode te verifiëren.

7.7. Volledige simulatie van een ballonvlucht

Tot besluit van het hoofdstuk over simulaties en ijkingen, spreken we kort over de meest complete simulatie die voor het experiment denkbaar is.

Voor elke werkelijke vlucht wordt de kant-en-klare massaspectrometer, in zijn volledige vluchtconfiguratie, in een simulatiekamer gebracht waarin we de druk en de temperatuur (tot 0°C) kunnen laten variëren zoals bij een echte vlucht in de stratosfeer. Het enige technologische verschil ligt hierin dat er, inplaats van de telemeting- en telecommando-apparatuur die voor de vlucht bestemd is, een rechtstreekse kabelverbinding bestaat tussen experiment en experimentator omdat we niet over een telecommandozender beschikken. De vluchtsimulatie vraagt wel enkele speciale voorzorgen :

- a) er zijn geen natuurlijke ionen in de simulatiekamer en daarom wordt er NO gemengd bij het gas in de kamer zodat we met behulp van U.V. fotoionisatielampen ionen kunnen produceren.

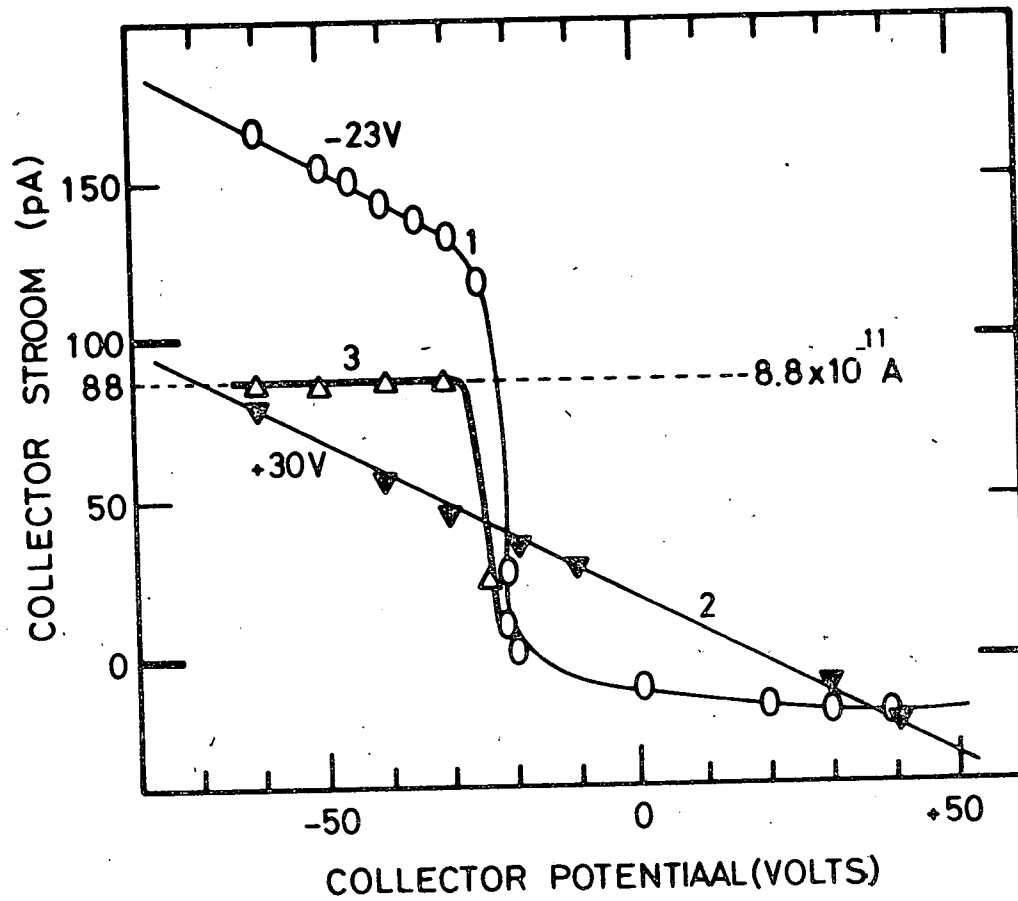


Fig. 7.13.- Collectorstroom in functie van de collector-spanning: kurve 3; fotostroom: kurve 2.

- b) de heliumuitlaat van de cryopomp mag niet in de simulatiekamer uitmonden, omdat anders het heliumgas via het lek in de cryopomp terecht komt die geen helium kan wegpompen; daarom wordt deze uitlaat via een doorvoer verbonden met een rotatiepomp buiten de simulatiekamer.

HOOFDSTUK 8 : Metingen tijdens stratosfeervluchten

8.1. Resultaten van 3 technologische vluchten

In deze paragraaf geven we een kort relaas over 3 ballonvluchten met prototypes die qua meetresultaten weinig opgeleverd hebben, maar die ons heel wat technologische kennis hebben bijgebracht. Typische gegevens over deze vluchten - zoals lanceerplaats en -uur, vluchtduur, bereikte hoogte enz. - zijn verzameld in appendix C.

De allereerste vlucht van een prototype van de stratosferische massaspectrometer greep plaats op 17 mei 1974. Dit model dat nog niet was uitgerust met het afdichtingssysteem beschreven in 4.3, maakte een vlucht van 22 minuten op 28 km hoogte. Hoewel de telecommandocode werd doorgestuurd om het lek vrij te maken konden we geen signaalbijdrage vinden te wijten aan eventuele stratosferische ionen. Er is altijd onzekerheid blijven bestaan of in deze vlucht het openingssysteem al dan niet op bevel was opengegaan. Op dat ogenblik ontbrak in de prototypes nog de mogelijkheid tot detektie van de positie van het afdichtingssysteem en ook de drukmeting op de cryopomp was nog niet voorzien. Desalniettemin konden we uit deze vlucht positieve zaken afleiden. In de eerste plaats werd de transmissie van PCM-signalen over lange afstanden aan de praktijk getoetst en ten tweede werden de apparatuur en de software (zie 8.4), die in reële tijd de PCM-signalen verwerken, getest gedurende een werkelijke vluchtsituatie. Bovendien kregen we voor de eerste keer een idee over de temperatuur (rond 0°C) en de druk die binnen het experiment heersten.

Een tweede prototypevlucht - nu bij 3,6 mbar druk - greep plaats een jaar na de eerste (2 mei 1975). Ondertussen was het experiment uitgerust met een monitorschakeling voor het afdichtingssysteem, die onmiddellijk goede diensten bewees; want opnieuw kwam er geen reactie op het bevel om het lek vrij te maken. Na recuperatie van het experiment is gebleken dat het openingssysteem geklemd had gezeten. Ook in deze vlucht werkte het elektronisch gedeelte naar behoren.

Nog in 1975 werd een derde vlucht gemaakt bij 4,7 mbar (22 september). Deze keer werkte het openingssysteem perfect. Gedurende

enkele ogenblikken was er toen signaal, maar heel vlug nam het aantal ionen/seconde dat we telden af tot op het niveau van de achtergrondpulsen. Een analyse van de vlucht heeft later aangetoond dat het plotseling wegvallen van signaal te maken had met het feit dat een film van pompolie was afgezet op onderdelen die een vitale rol spelen voor wat betreft de transmissie van de massaspectrometer. Vooral de elektrostatische lens werd op dit punt verdacht.

Na deze derde vlucht hadden we dus het probleem van het openen van het afdichtingssysteem achter de rug, maar onderwijl was er een nieuw probleem gerezen : koolwaterstoffen, afkomstig uit de pompgroep die het voorvacuüm verzorgt.

De ervaring van 3 technologische vluchten rijker werd er besloten de stratosferische massaspectrometer opnieuw kritisch te gaan bekijken om er alle zwakke punten uit te halen. Het nieuwe ontwerp dat hieruit voortkwam werd in voorgaande hoofdstukken uit de doeken gedaan en verschilt in volgende punten van de prototypes :

- 1) Het vacuümsysteem werd uitstookbaar gemaakt om oliefilms te kunnen kraken en afpompen. Dit betekende ondermeer de bouw van een nieuwe cryopomp (zie 4.4) die tot 250°C kon opgewarmd worden. Ook de inlaatflens werd steviger en uitstookbaar gemaakt (4.2.2).
- 2) Het afdichtingssysteem werd tot zijn meest eenvoudige vorm teruggebracht (zie 4.3).
- 3) De kwadрупool plus ionenlens werden zo dicht mogelijk bij het inlaatlek gemonteerd om het detektierendement te verhogen.
- 4) Er werd een simulatiekamer gebouwd (zie 7.5) waarmee de resolutie en de transmissie van de massaspectrometer voor elke vlucht kunnen nagegaan worden aan de hand van ionen met thermische energie.
- 5) Ook werd van toen af aan elke vlucht gesimuleerd in een testvat (zie 7.7) waarin het drukprofiel van de atmosfeer kon nagebootst worden.
- 6) De mogelijkheid werd geschapen om gedurende een vlucht meer technologische gegevens door te sturen via telemeting; o.a. 2 standen van de heliumvoorraad van de cryopomp, de waarde van de inlaatpotentiaal, de druk in de cryopomp en de druk en de temperatuur binnen het experiment.

8.2. Resultaten van de lanceringen gedurende de campagne van 1977

Bijna 2 jaar na de eerste reeks proefvluchten was er een gemodificeerde massaspectrometer klaar. Daarmee werden in 1977 3 vluchten gemaakt waarvan het succes in stijgende lijn ging (vluchtgegevens in appendix C).

8.2.1. De vlucht van 12 juni 1977

Voor de eerste maal kregen we gelegenheid te toetsen of het werkingsprincipe van de massaspectrometer werkelijk klopte. De vluchtomstandigheden waren echter opnieuw bijzonder ongunstig : de ballon plafondeerde heel laag (131 mbar of 14 km hoogte) en gedurende slechts enkele minuten. Ondanks de hoge omgevingsdruk zijn we er toch in geslaagd het afdichtingssysteem te openen en ionen waar te nemen. Gedurende de korte meettijd die toen nog overbleef konden 3 belangrijke proefnemingen afgehandeld worden. Eerst werd per telecommando aan de massakontroleëenheid opdracht gegeven een meetprogramma in te schakelen waarbij de massaspectrometer als hoogdoorlaat massafilter werkte vanaf een vaste massa van 10 A.M.U. ($U_c/V_c = 0$, $V_c = 0,83$ Volt, $\Delta V_c = 0$ en het telvenster = 120 sec.).

Terwijl dit programma liep werd de potentiaal van de inlaatflens stapsgewijze afgelopen in de hoop een maximaal elektrometersignaal te krijgen. In figuur 8.1 staat een uittreksel uit het verloop van enkele telemetingsignalen die op deze fase betrekking hebben : in het midden staat de curve van de inlaatpotentiaal, terwijl we bovenaan het minstgevoelige elektrometerkanaal vinden. De curve onderaan de figuur is het verloop van de druk in de cryopomp zoals die gemeten werd met de Penning-drukmeetkop. Het punt A op de figuur stemt overeen met het vrijmaken van het lek in de inlaatflens : de druk in de pomp verandert dan plots van minder dan 10^{-7} mbar tot meer dan 10^{-4} mbar (10^{-2} N/m²). Onmiddellijk na moment A begint de afregelprocedure van de inlaatpotentiaal : we merken dat voor oplopende waarden (van - 13,8 tot - 6,29 Volt) ook het elektrometersignaal stijgt. Wegens tijdsgebrek werd de procedure op - 6,9 V stopgezet. Op moment B werden - als tweede proef - 2 krypton fotoionisatielampen aangestoken die normaal alleen tijdens vluchtsimulatie

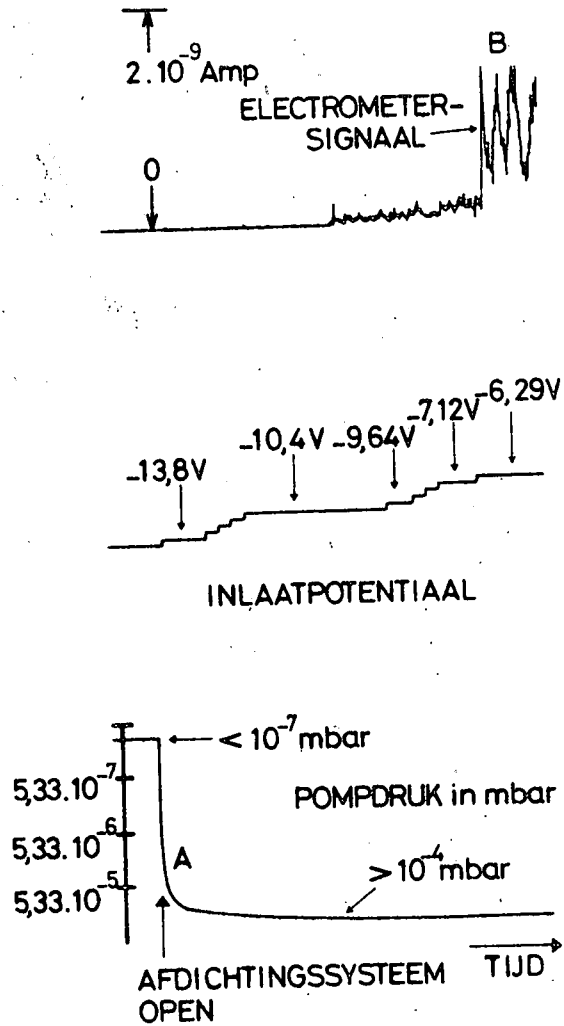


Fig. 8.1.- Detectorsignaal bij verschillende inlaatpotentiaalen; vlucht 12.6.77

(7.7) gebruikt worden, maar die voor deze vlucht en voor de volgende gemonteerd werden omdat er toendertijd verwacht werd dat men er NO-concentraties mee zou kunnen aantonen. Inderdaad werd er in de hoogdoorlaat-mode een signaaltoename gemeten, die echter zo groot was dat ze moeilijk alleen aan NO-ionisatie kon toegeschreven worden. Tot besluit van deze uiterst korte vlucht werd een klein gedeelte van het massagebied 0 tot 106 A.M.U. afgetast bij 2 verschillende resoluties, $U_c/V_c = 0$ en 0,164. Wegens hun geringe resolutie en signaalsterkte konden deze 2 stukjes spectrum niet in aanmerking komen voor interpretatie.

Als konklusie voor deze vlucht mochten we aannemen dat inderdaad voor de eerste maal het werkingsprincipe van de stratosferische massaspectrometer was uitgetest en goed bevonden. Diverse gebreken van de prototypes waren blijkbaar definitief van de baan: het openingsysteem werkte uitstekend en er was eindelijk een stabiel signaal aanwezig, afkomstig van ionen uit de atmosfeer. Ter verduidelijking merken we nog op dat de diameter van het inlaatlek bij deze vlucht 0,1 mm bedroeg.

8.2.2. De vlucht van 11 september 1977

Na de lancering van juni 1977, die tegenviel omdat de ballon op de verkeerde hoogte plafondeerde (overgangsgebied troposfeer-stratosfeer), werd met dezelfde massaspectrometer en met het zelfde lek van 0,1 mm een nieuwe poging gewaagd op 11 september 1977. Ditmaal bereikte het experiment een plafond van 40 km (3,1 mbar) waar het meer dan 2 uur bleef hangen.

Opnieuw werd dezelfde procedure als vroeger gevolgd. Eerst werd het afdichtingssysteem open gegooid en daarna werd het massafilter in de hoogdoorlaat-mode gezet. De afregeling van de inlaatpotentiaal via afstandsbesturing leverde een optimale waarde op die bij -12,1 Volt lag (figuur 8.2). Hierdoor was meteen de ionenenergie ingesteld op ca. 3 eV (opm. bij deze vluchten stond de potentiaal op de kwadrupoolas op - 15 V, i.p.v. op 5,7 V zoals nu).

Gedurende de afregelprocedure werd een merkwaardig fenomeen waargenomen. Zoals figuur 8.2 laat zien komt men bij herhaling van deze

procedure soms tot een veel lagere waarde van het elektrometersignaal voor een waarde van de inlaatpotentiala die eerst optimaal was gebleken (- 12,1 V). Dergelijke variaties van het signaal vonden we ook in de spectra die bij deze inlaatpotentiala werden opgenomen. Omdat deze spectra precies door het optreden van het genoemde verschijnsel niet erg geschikt waren voor interpretatie en bepaling van de massa der gemeten ionen, geven we hier alleen bij wijze van voorbeeld een spectrum dat het massagebied 0 tot 106 A.M.U. bestrijkt in 100 stappen (zie 8.2.3 voor een omschrijving) en dat bij $U_c/V_c = 0,123$ werd opgenomen. Op figuur 8.3 is het signaal van beide kanalen van de elektrometer weergegeven. Op de 2 kurven ziet men duidelijk het optreden van hetzelfde verschijnsel als hierboven aangehaald : op de momenten die met pijlen aangeduid zijn zakt plotseling het signaal tot op een waarde die zeker 2 decaden lager ligt. Nog merkwaardiger is de regelmaat waarmee zulks gebeurt; het is net alsof met een konstante periode de ionen belet worden de massaspectrometer binnen te treden. Een verklaring voor het plots wegvallen van het elektrometersignaal werd gevonden in de aanwezigheid van de 2 krypton lampen. Deze waren gemonteerd op een profiel dat haaks op het vlak van de inlaatflens stond; ze vormen op die manier een obstakel dat de vrije aanvoer van ionen belette. Door de rotatie, die door de ballon en het ophangstelsel op het experiment geïnduceerd wordt, komt deze hindernis met konstante tussenpozen in eenzelfde positie te staan t.o.v. de stratosferische wind die de ionen aanvoert. De eliminatie van de 2 U.V. lampen in verdere vluchten heeft ervoor gezorgd dat dit fenomeen compleet verdween.

De spectra, die tijdens de vlucht van 11 september werden geregistreerd, hebben ons geleerd dat :

- 1) de fotoionisatielampen een hinderpaal vormden voor de detectie van de natuurlijke ionen.
- 2) een lek van 0,1 mm diameter wel voor voldoende signaal zorgt bij lage resoluties ($U_c/V_c = 0,123$), maar dat bij hogere resoluties (0,164) de signaalsterkte onvoldoende was.
- 3) zoals de omhullende van het elektrometersignaal op figuur 8.3 toont er op 40 km hoogte waarschijnlijk verschillende groepen ionen met massa's vanaf 50 A.M.U. aanwezig zijn. Deze figuur vertoont

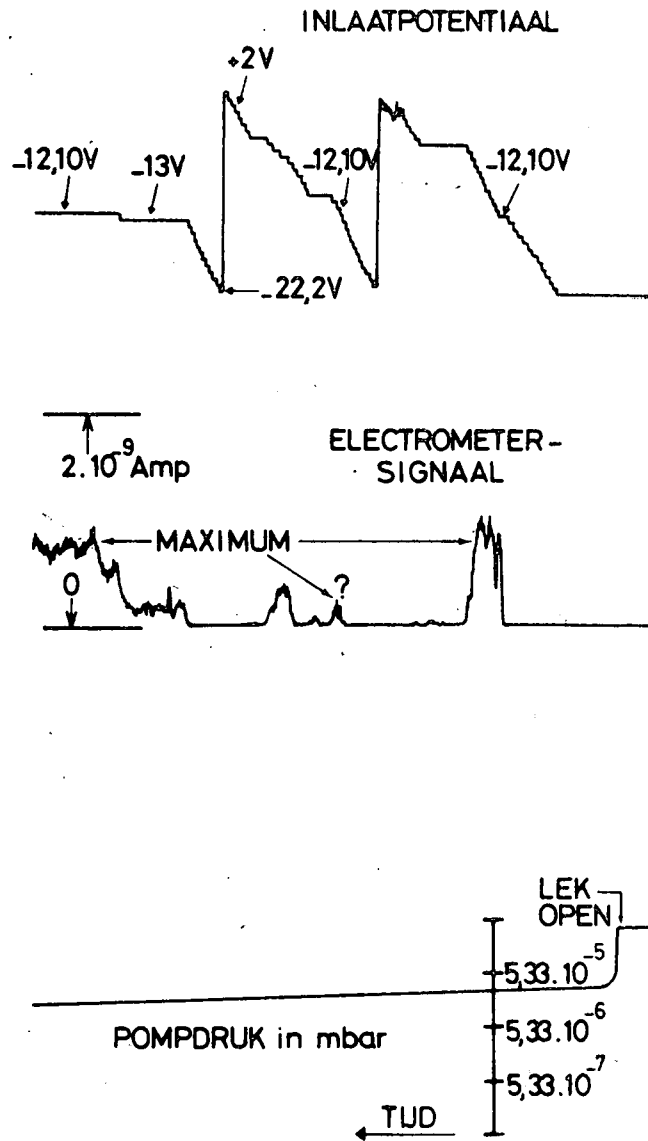


Fig. 8.2.- Afregelprocedure van de inlaatpotentiaal; vlucht
11.9.77.

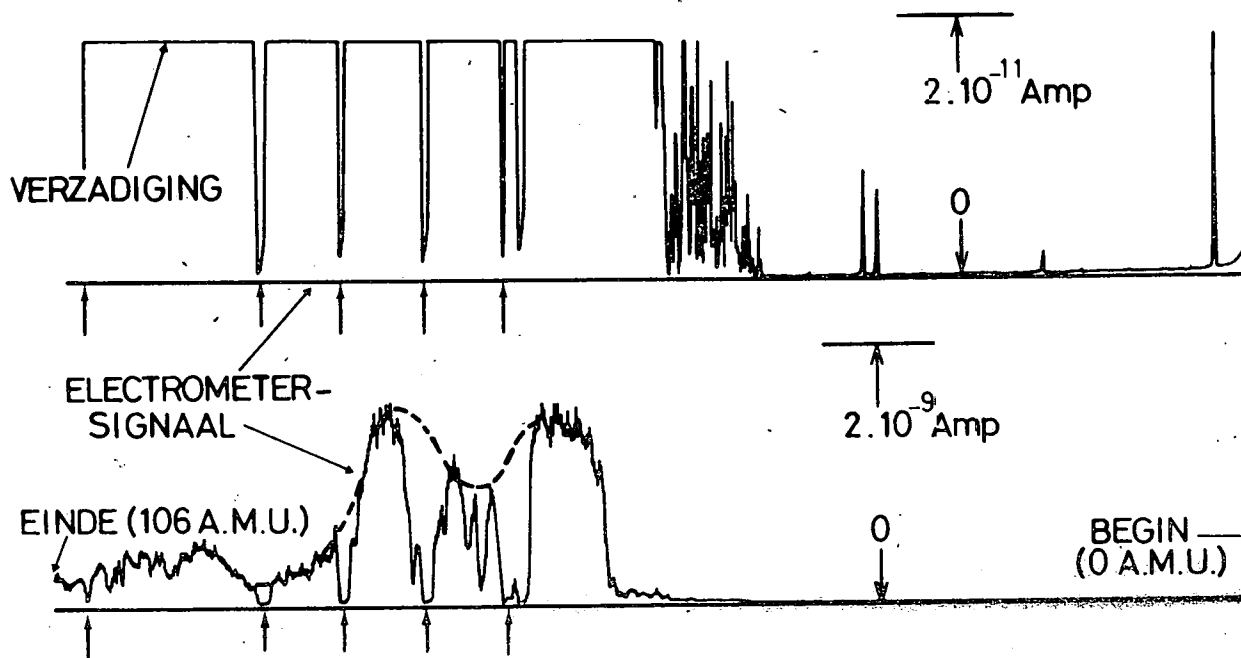


Fig. 8.3.- Electrometersignaal voor een spectrum met $U_c/V_c = 0,123$; vlucht 11.9.77.

namelijk veel gelijkenis met figuur 8.5 die we in 8.2.3 zullen bespreken en die ook de weergave is bij een lage resolutie (0,134) van een aantal ionen met massa's vanaf grosso modo 50 A.M.U. .

8.2.3. De vlucht van 30 september 1977

De 2 vorige vluchten hadden ons 2 dingen bewezen : a) de kinderziekten van de prototypes waren overwonnen b) het was mogelijk ionen te detecteren in de stratosfeer. Een derde vlucht, die meer dan 3 uur duurde zou de zaak rond maken. Op 30 september 1977 werd voor de proefneming een historisch moment bereikt: voor de eerste maal werd op een hoogte van 35 km of 5.1 mbar een bruikbaar massaspectrum van ionen in de stratosfeer opgemeten door middel van een massaspectrometer meegevoerd door een ballon. In tegenstelling met de 2 eerder vermelde proeven, was de derde massaspectrometer uitgerust met een lek van 0,2 mm diameter en dit met de bedoeling de signaalsterkte op te drijven. Ondanks een buiten'druk van 5,1 mbar en een groter lek bleef de druk in de cryopomp lager dan 10^{-4} mbar (10^{-2} N/m²), wat voldoende laag was voor een goede werking van het massafilter. Eerst werd de afregelprocedure van de inlaatpotentialaal gevolgd, die we ook bij vorige vluchten aangewend hebben (figuur 8.4). Met het massafilter in de hoogdoorlaat-mode werd een zo groot mogelijk elektrometersignaal gezocht. Dit leverde - 13 V op voor de potentialaal; wat overeenkomt met een ionenenergie van 2 eV, een erg lage waarde. Daarna werden onder deze voorwaarden spectra opgenomen in een massabereik van 0 tot ca. 106 A.M.U. en bij verschillende U_c/V_c waarden (verschillende resoluties). De massakontroleëenheid werd daarvoor zodanig geprogrammeerd dat voor elk spectrum de stuurspanning V_c 100 gelijk gespatiëerde waarden aannam, beginnende vanaf 0 Volt en tot 9,9 Volt, volgens de betrekkingen :

$$V_c = V_{co} + (N-1) \cdot \Delta V_c$$

$$\Delta V_c = 0,1 \text{ Volt}$$

$$V_{co} = 0 \text{ Volt}$$

$$N = 1, \dots, 100 \text{ (kanaalnummer)}$$

telvenster = 6 seconden.

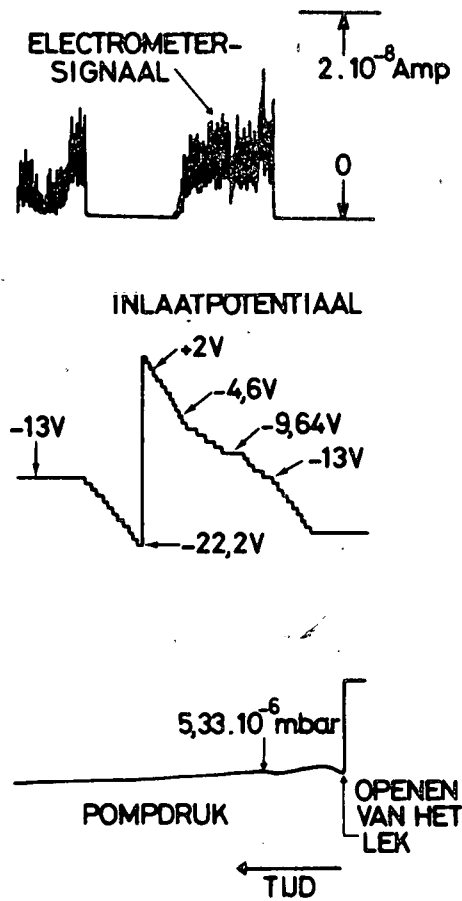


Fig. 8.4.- Afregelprocedure van de inlaatpotential voor maximum signaal; vlucht 30.9.77.

Het lineair verband tussen V_c en de massainstelling (zie 7.2) garandeert dat we met deze methode ook 100 gelijkgespatieerde massawaarden zullen ingesteld hebben waarop we gedurende telkens 6 seconden ionen tellen. Voor het eerste spectrum dat gemeten werd kozen we voorzichtig een lage resolutie ($U_c/V_c = 0,134$) om zeker voldoende signaal te hebben. Zoals figuur 8.5 toont komt de hoogste piek overeen met ca. 30 pulsen/seconde. Behalve het feit dat zo'n spectrum haast geen informatie biedt over de werkelijke massa's van de ionen in de stratosfeer, betekende dit resultaat toch dat we bij hogere resoluties nog een redelijk signaal konden verwachten. Onmiddellijk daarna werd een spectrum opgenomen bij $U_c/V_c = 0,154$ (figuur 8.6); nog steeds bij een inlaatpotentiaal van - 13 V. Daaruit kunnen we reeds vermoeden dat er werkelijk verschillende massa's zullen te voorschijn komen als we de resolutie nog opdrijven. De piekwaarde van het spectrum was ondertussen gereduceerd tot ongeveer 14 pulsen/seconde. Tenslotte werd een behoorlijke scheiding tussen de verschillende massapijken bekomen in de volgende spectra die bij $U_c/V_c = 0,164$ werden opgenomen (figuur 8.7; gemiddelde van 7 spectra). Hierop hebben we 6 pieken aangeduid die verder bij de interpretatie ter sprake komen: M3, M4, M6, M7, M8 en M11. De hoogste massapijk M3 komt in het histogram overeen met ongeveer 4 pulsen/seconde, wat niet bijzonder veel is voor een serieuze interpretatie. We mogen immers niet vergeten dat het aantal ionen/seconde dat we tellen op een bepaalde massa een stochastische veranderlijke is en dat de spreiding op deze veranderlijke toeneemt als het aantal pulsen afneemt. Dit betekent dat in het histogram pijken kunnen verdwijnen en ook dat valse pijken kunnen verschijnen bij een te klein signaal. Daarom werd tijdens dezelfde vlucht nog geëxperimenteerd met de waarde van de inlaatpotentiaal. Er werd een veel lagere instelling gekozen, namelijk - 4,6 V. De ionen-energie belooft dan ongeveer 10 eV; de ionen bewegen dus met een hogere snelheid door het massafilter zodat ze minder gefilterd worden. Het gevolg daarvan is meer signaal en een lagere resolutie (zie ook 7.4 en B.3) in de spectra, terwijl het signaal in de hoogdoorlaat-mode merkwaardig genoeg afneemt (figuur 8.4). Bij deze nieuwe inlaatpotentiaal werden verscheidene spectra genomen bij $U_c/V_c = 0,164$ en $0,168$. Figuren 8.8 en 8.9 zijn de weergave op verschillende schalen van het eerste histogram voor $U_c/V_c = 0,164$, terwijl figuren 8.10 en 8.11 het gemiddelde tonen van 6 dergelijke spectra. Ook op deze figuren zijn een aantal

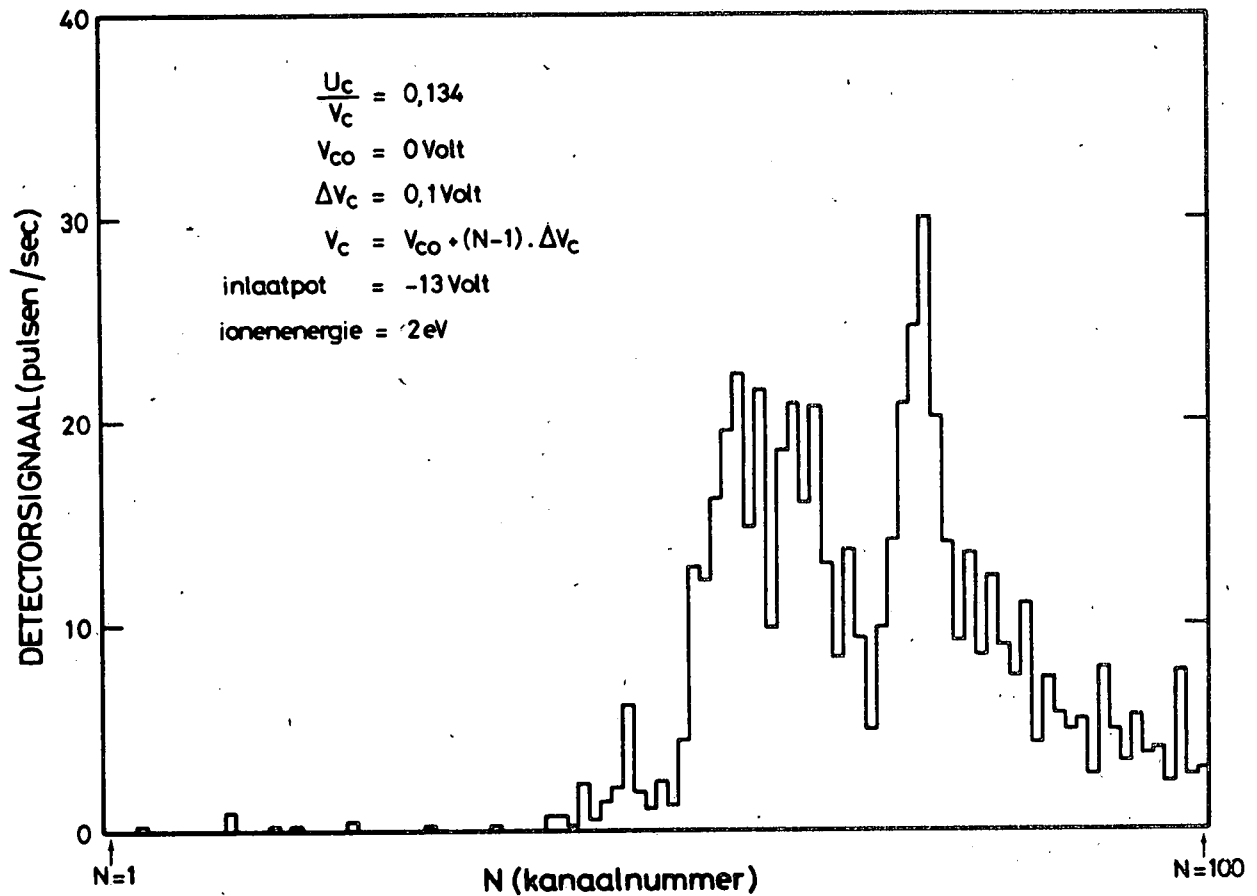


Fig. 8.5.- Eerste spectrum bij lage resolutie ($U_c/V_c = 0,134$) en ionenergie 2eV.

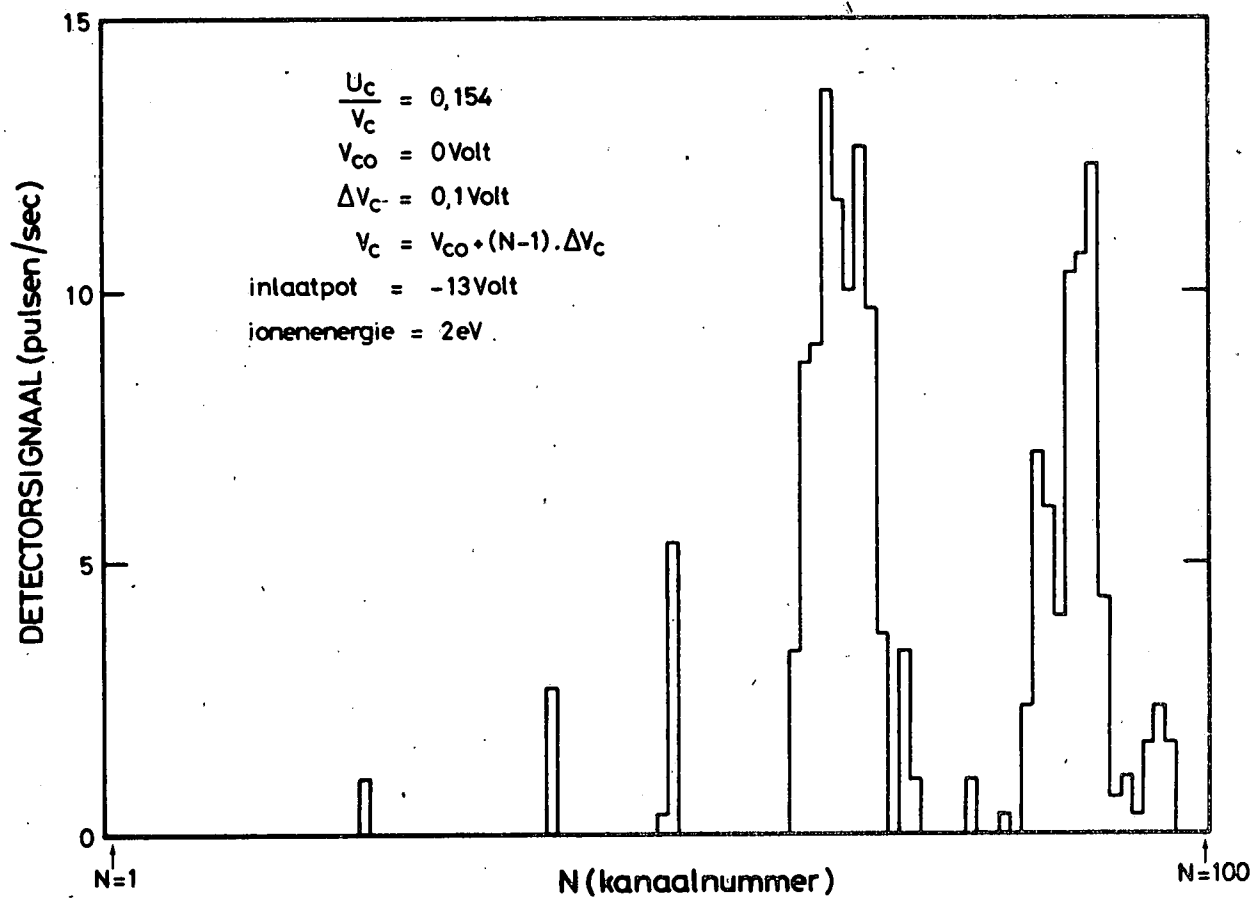


Fig. 8.6.- Spectrum bij $U_C/V_C = 0,154$ en 2 eV ionenenergie.

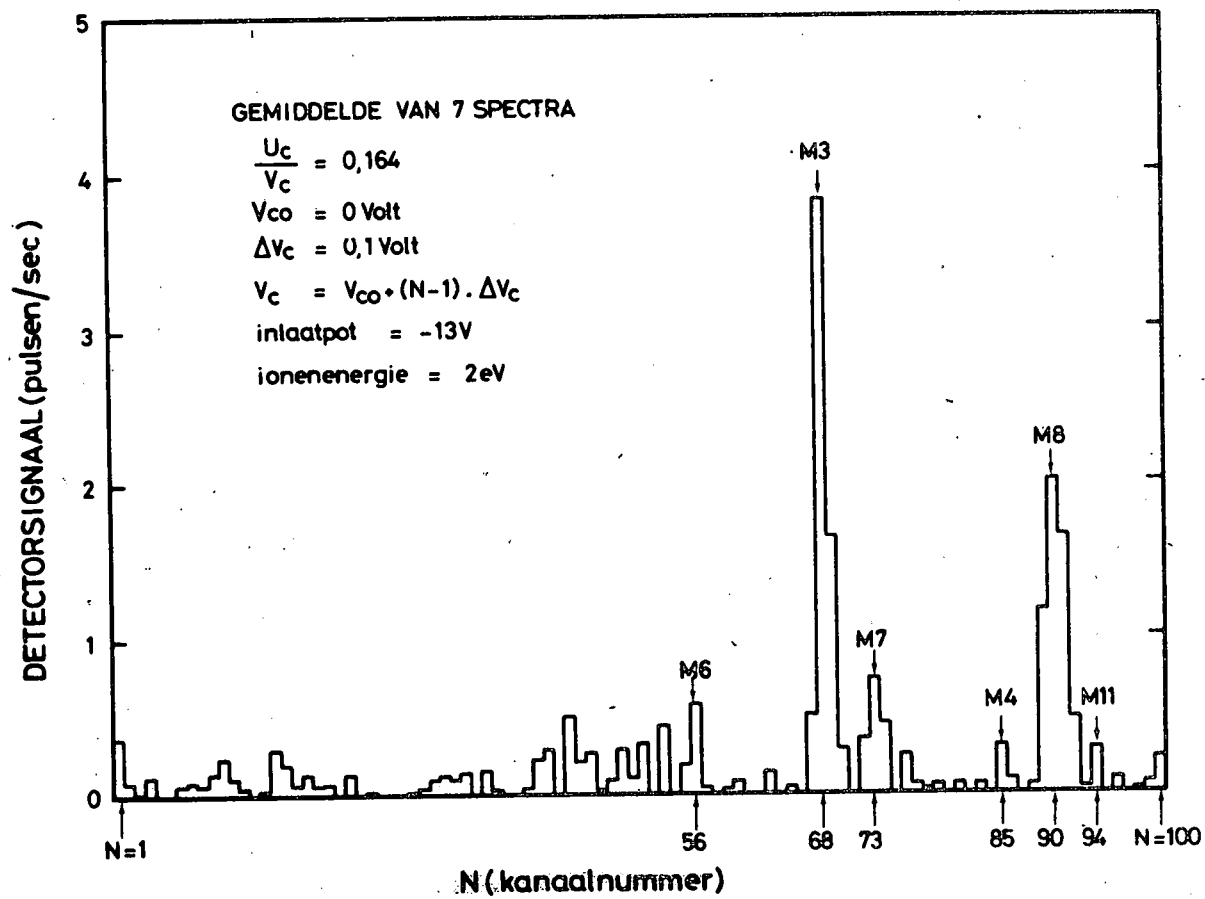


Fig. 8.7.- Gemiddelde van 7 spectra bij $U_c/V_c = 0,164$ en 2 eV ionenenergie.

pieken te onderscheiden : M1, M2, M3, M4, M5, M6, M7, M8, M9, M10 en M11. Tot slot van de reeks staan op figuur 8.12 het gemiddelde van 3 spectra bij $U_c/V_c = 0,168$. Deze spectra besloegen niet de complete massaschaal; de massakontroleëenheid was zodanig geprogrammeerd dat deze histogrammen precies passen op de tweede helft van alle voorgaande figuren. Kanalen 1 en 50 uit figuur 8.12 vallen dus samen met kanaal 51 en 100 in de andere spectra.

Uit dit pakket van gemeten spectra kunnen we volgend verband vastleggen tussen de pieken en het kanaalnummer N: zie tabel 8.1. Pieken die slechts eenmalig voorkomen of die met te weinig pulsen/seconde overeenkomen hebben we met een vraagteken aangeduid.

Tot besluit stellen we voor een vergelijking te maken tussen figuren 8.8 en 8.7 en tussen figuren 8.13 en 8.8. Daarbij valt op dat :

- a) De ionenenergie, zoals verwacht, een enorme invloed heeft op de transmissie van kwadrupool. Piekhoogtes in beide spectra verschillen namelijk ongeveer 2 decades.
- b) Het analoge signaal, zoals we het op de elektrometeruitgang zien, veel minder bruikbaar is om er nauwkeurig de plaats van de pieken mee te bepalen.

Piek	Kanaalnummer
M1	34
M2	51 of 34 + 17
M3	68 of 34 + (17x2)
M4	85 of 34 + (17x3)
M5	38 ?
M6	56 of 39 + 17
M7	73 of 39 + (17x2)
M8	90 of 39 + (17x3)
M9	46 ?
M10	77-78
M11	93-94

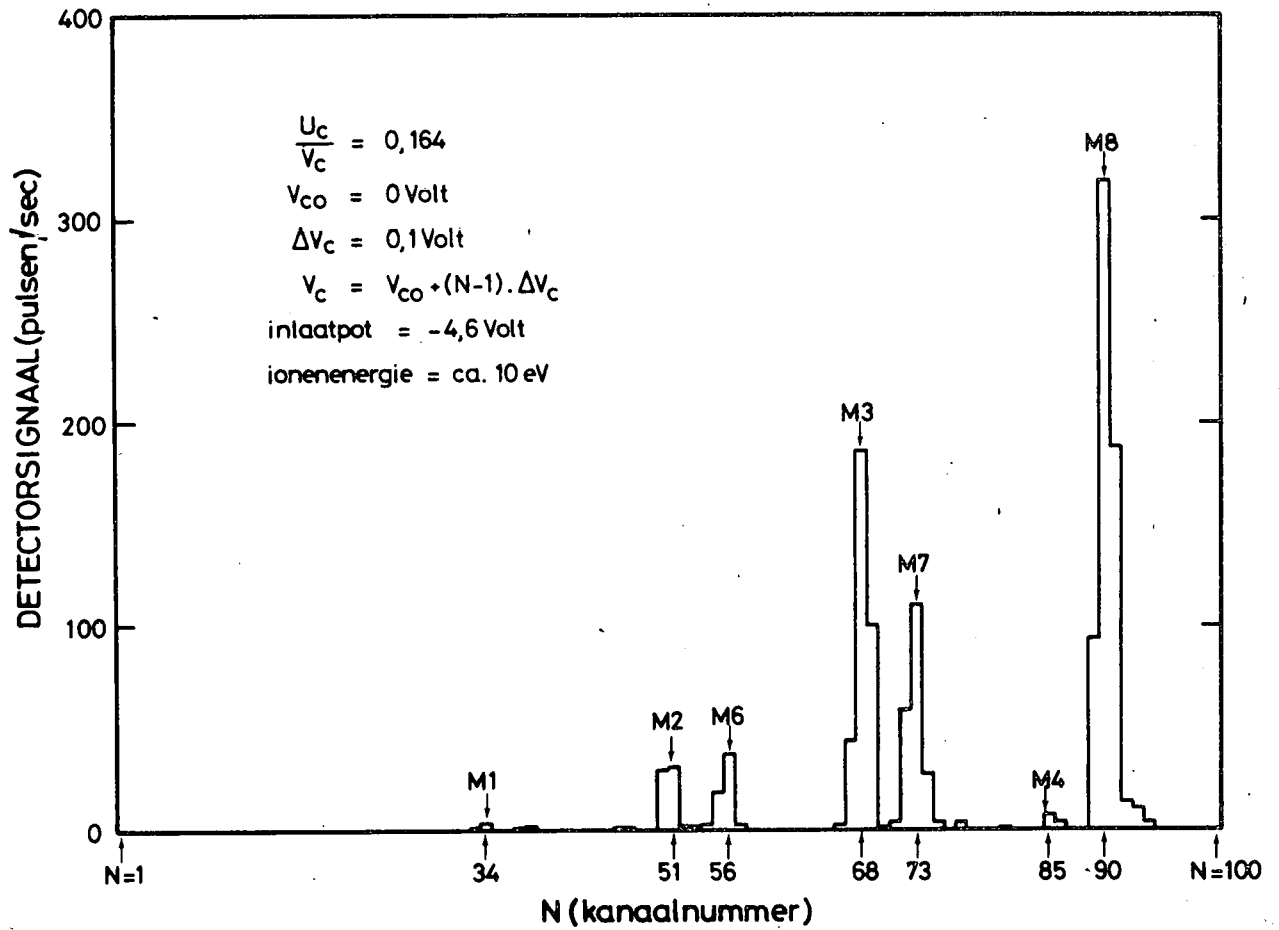


Fig. 8.8.- Eerste spectrum bij $U_c/V_c = 0,164$ en een ionenenergie van 10 eV .

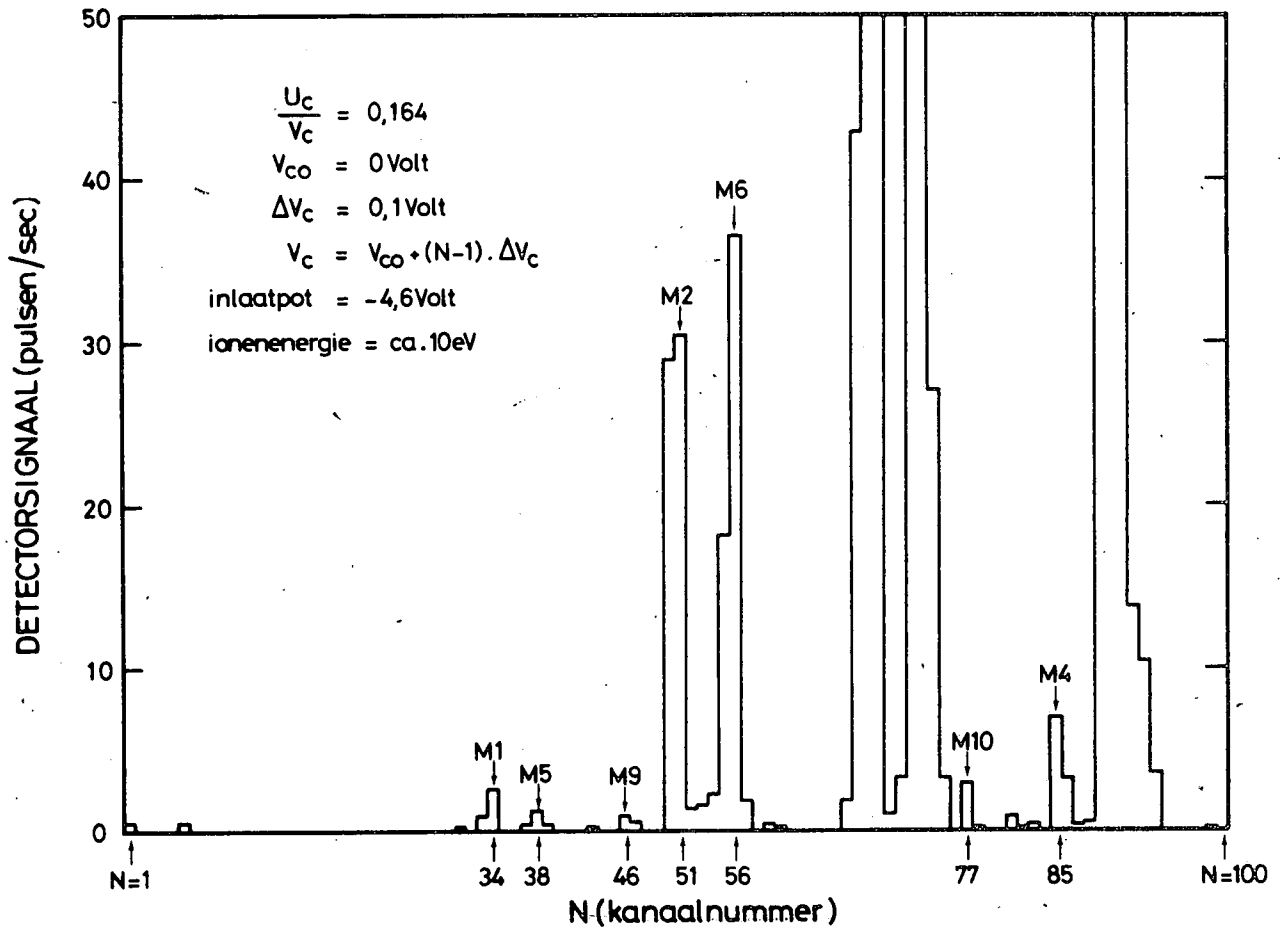


Fig. 8.9.- Idem als figuur 8.8, maar met andere verticale schaal.

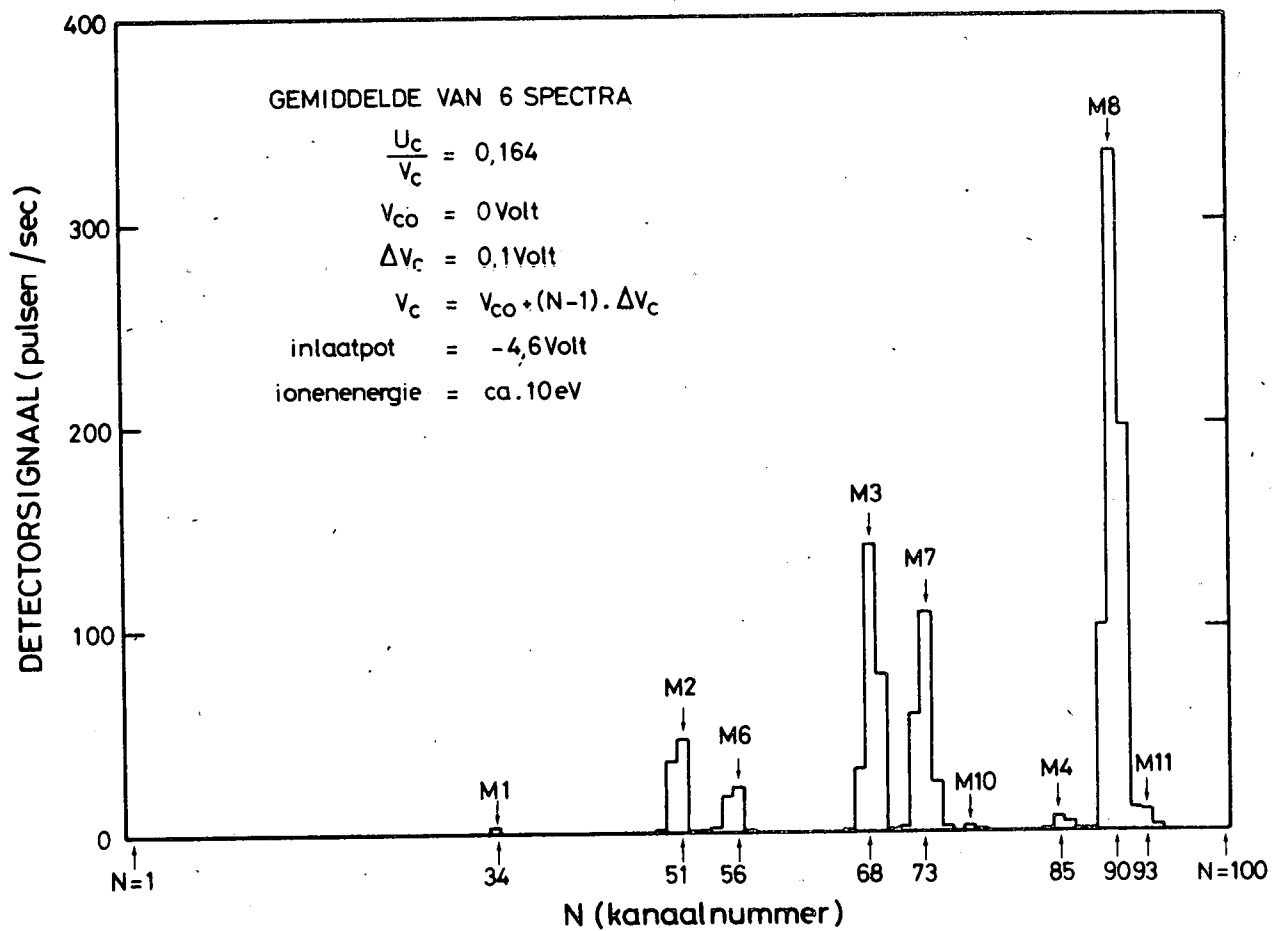


Fig. 8.10.- Gemiddelde van 6 spectra bij $U_c/V_c = 0,164$ en een ionenenergie van 10 eV .

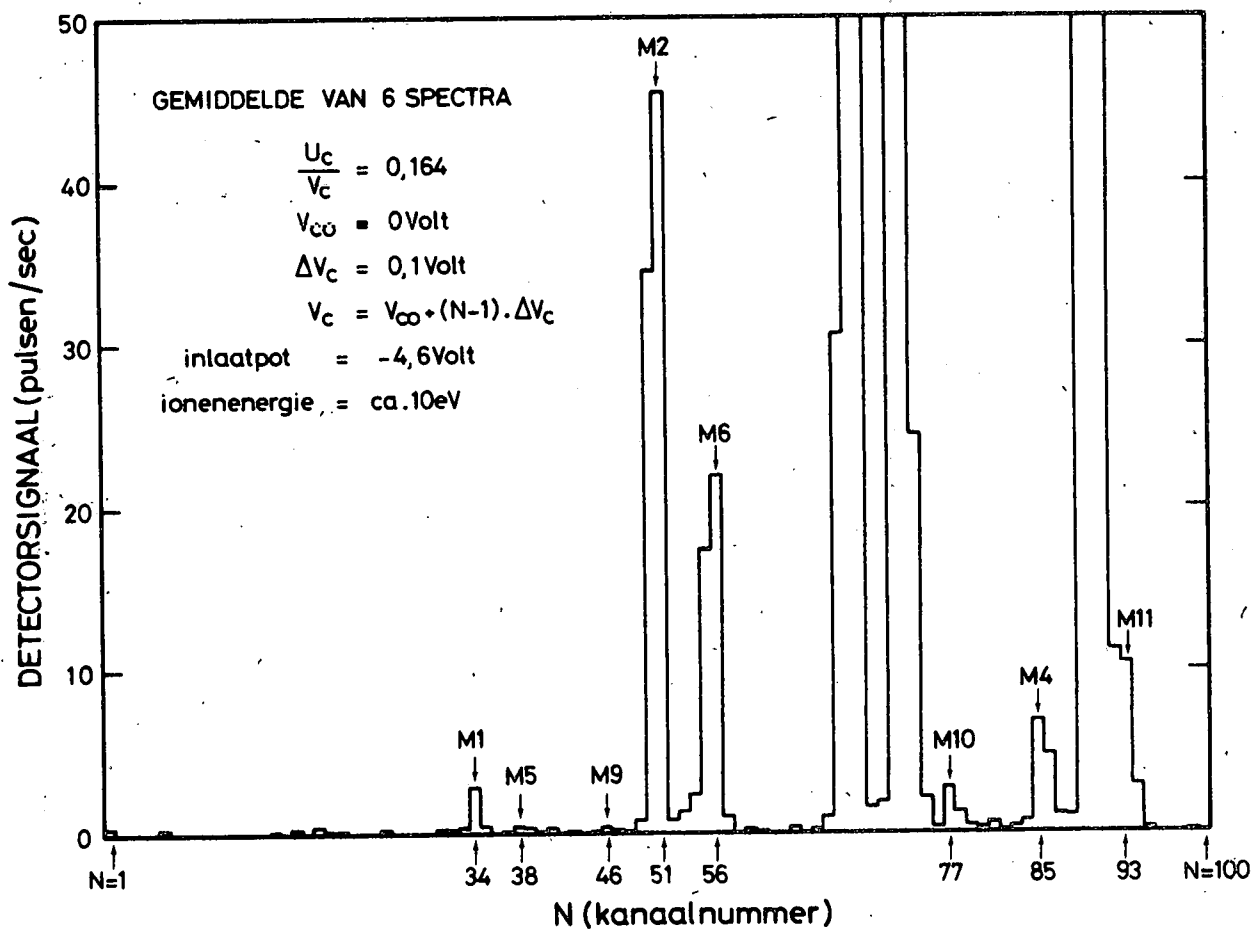


Fig. 8.11.- Idem als figuur 8.10., maar met andere verticale schaal.

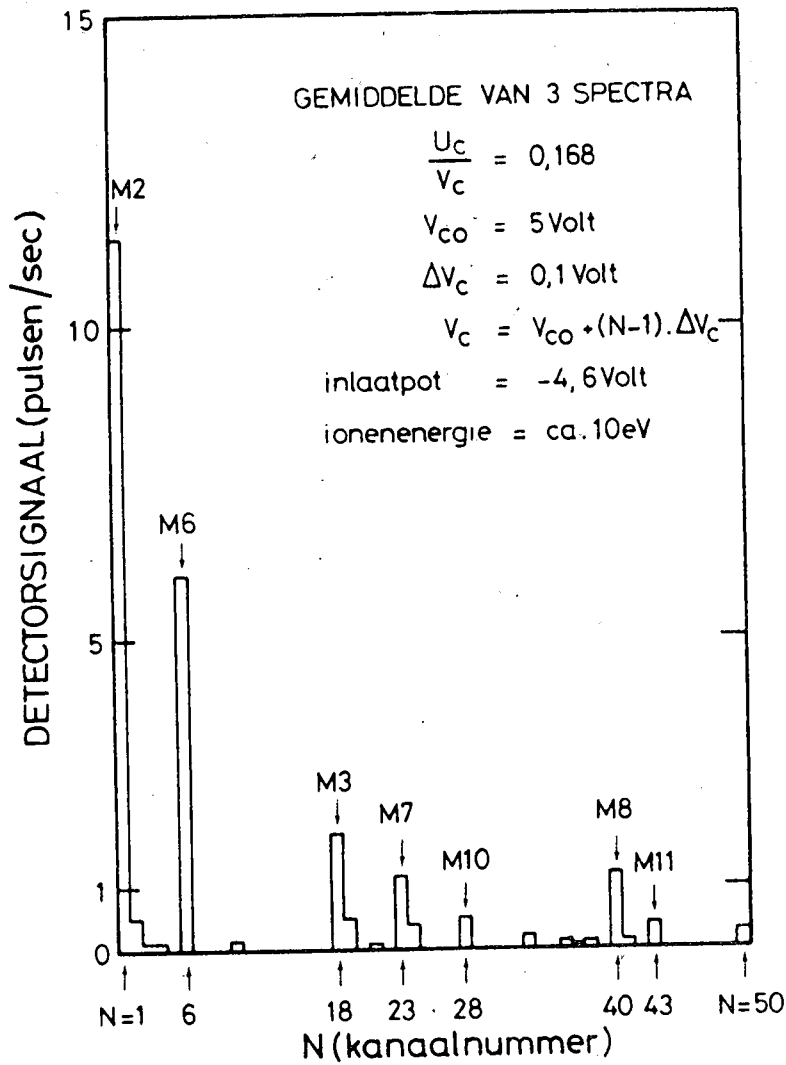


Fig. 8.12.- Gemiddelde van 3 spectra bij $U_c/V_c = 0,168$ en een ionenenergie van 10 eV .

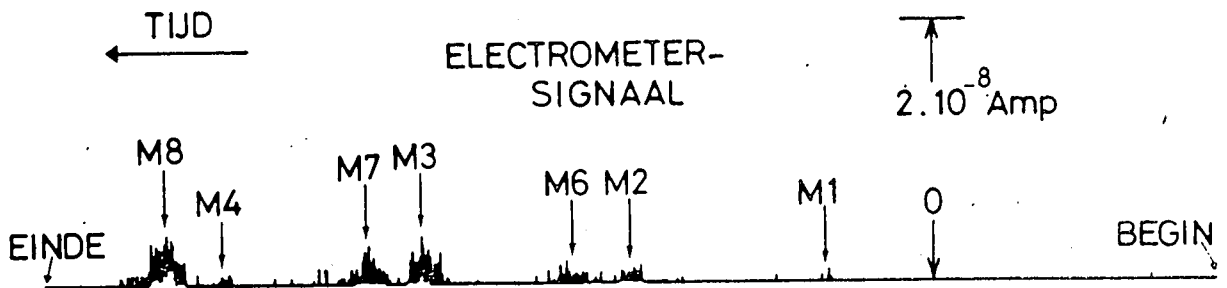


Fig. 8.13.- Analoge versie van het spectrum van figuur 8.8; $U_c/V_c = 0,164$ en ionenenergie = 10 eV .

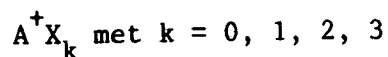
8.3. Kwalitatieve interpretatie

Voor wat volgt moeten we beslist herhalen dat we het massagebied 0 tot 106 A.M.U. om verschillende redenen in slechts 100 massapunten verdeeld hebben. Deze keuze is in directe tegenspraak met de stelling van Shannon⁽⁶⁷⁾ die stelt dat, als we van een grootheid stalen willen nemen, we dat moeten doen met een frekwentie die minstens het dubbele is van de hoogste frekwentiekomponent van die grootheid. In ons geval zou dit tot gevolg hebben dat we theoretisch het gebied van 106 A.M.U. in minstens 212 kanalen (en in de praktijk meer) zouden moeten ingedeeld hebben om geen zogenaamde "aliasing"-fout te begaan.

Een spectrumindeling in een groter aantal kanalen - bijvoorbeeld 300 - zou echter een spectrumduur van 35 minuten ($300 \times (6 + 1)$ seconden) vragen, zodat in een vlucht maximaal 5 spectra zouden kunnen opgenomen worden. Daardoor blijft er wel erg weinig tijd over voor experimenteren met verschillende resoluties en inlaatpotentialen. Mede door het feit dat het tijdens deze vluchten niet in de bedoeling lag om reeds tot het uiterste te gaan voor wat betreft de massa-resolutie, leek het ons billijk een verdeling in slechts 100 kanalen te accepteren en de eventuele fout die we daardoor maken op de koop toe te nemen, liever dan over 300 kanalen te meten en informatie tekort te komen door tijdsgebrek.

Bovendien is, zoals we reeds in hoofdstuk 7 opmerkten, de temperatuurstabiliteit van de kwadrupoolvoeding niet voldoende voor langdurende spectra.

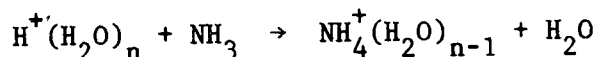
In de tabel 8.1, die we uit de spectra hebben afgeleid, kunnen we minstens 2 families van ionen ontdekken. Bij de ene familie liggen de pieken M1, M2, M3 en M4 op kanaalnummers die voldoen aan de regel : $N = 34 + k \cdot 17$ met $k = 0, 1, 2, 3$. De tweede familie M6, M7, M8 vormt een gelijkaardige serie : $N = 39 + \ell \cdot 17$ met $\ell = 1, 2, 3$. Nemen we aan dat ook piek M5 (kanaal 38) met grote waarschijnlijkheid tot de laatste familie behoort, dan kunnen we stellen dat er in de stratosfeer op 35 km hoogte 2 reeksen ionen bestaan met volgende structuur :



De massa van het fragment X zou dan overeenkomen met 17 kanalen in het histogram.

Volgens het mechanisme dat in appendix A uitgelegd staat verwacht men theoretisch dat er in de stratosfeer proton-hydraten (PH) met structuur $H^+(H_2O)_n$ zullen bestaan. Als we van nu af aannemen dat een afstand van 17 kanalen in een histogram een massaverschil van 18 A.M.U. betekent of m.a.w. dat het fragment X van A^+X_k en B^+X_ℓ een watermolecule voorstelt, dan kunnen we beide families respectievelijk als A- en B-hydraten beschouwen.

De reeks $A^+(H_2O)_k$ begint bij kanaal 34. Steunende op het lineair verband tussen de stuurspanning V_c (of het kanaalnummer N) en de massa zou men dan kunnen afleiden dat kanaal 34 overeenkomt met een massa van 36 A.M.U.. De opeenvolgende massa's uit de familie zijn dan : 36, 54 72 en 90 A.M.U., en de massa van het fragment A^+ wijkt dan 1 A.M.U. af van wat de theorie over de PH voorspelt : $A^+ = H^+(H_2O)_2$ of 37 A.M.U.. Een mogelijke uitleg hiervoor zou kunnen zijn dat de protonhydraten volgens de reactie



(die ook in appendix A vermeld staat) een watermolecule verliezen en aangerijkt worden met ammoniak. Deze reactie kan principiëel doorgaan omdat NH_3 een grotere proton-affiniteit heeft dan H_2O , op voorwaarde natuurlijk dat de concentratie van NH_3 in de stratosfeer groter zou wezen dan ongeveer $5 \cdot 10^5 \text{ cm}^{-3}$ (zie A.2). Over dit laatste punt is nog niet aangetoond of het al dan niet mogelijk is.

Het fragment A^+ heeft onder deze voorwaarden de structuur $H^+NH_3H_2O$, zodat de familie A^+X_k er uitziet als $H^+NH_3(H_2O)_{k+1}$ met $k = 0, 1, 2$ en 3 .

De tweede groep ionen zou dan de structuur $B^+(H_2O)_\ell$ bezitten. De massa's van deze groep kunnen we bepalen door een lineaire interpolatie tussen de massawaarden van de eerste groep; dit geeft achtereenvolgens : 41,29 ; 59,29 ; 77,29 ; 95,29 A.M.U.. Het fragment B^+ zou dus een massa hebben die dicht bij 41 A.M.U. ligt.

We kunnen de zaak ook anders bekijken en aannemen dat de theorie, die PH's voorspelt, klopt. Het fragment is dan $H^+(H_2O)_2$ of $H_3^+(H_2O)$ en de eerste familie ionen wordt in dit geval : $H_3^+(H_2O)$, $H_3^+(H_2O)_2$, $H_3^+(H_2O)_3$ en $H_3^+(H_2O)_4$ met massa's 37, 55, 73 en 91. De massa M van de tweede familie volgt dan uit de interpolatieregels :

$$M = 37 + (N - 34) \cdot 18/17 = 1 + N \cdot 18/17$$

waarin N het kanaalnummer voorstelt.

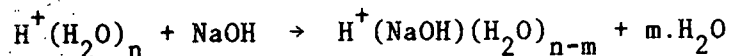
Dit levert op als massa's : 42,29 ; 60,29 ; 78,29 ; 96,29 A.M.U.. Met deze tweede redenering krijgt het fragment B^+ een massa toegewezen van ongeveer 42 A.M.U..

Beide redeneringen samenvattend komen we tot de slotsom dat we in de stratosfeer op 35 km hoogte 2 families ionen hebben gedetecteerd, waarvan de ene een theoretisch voorspelde is en de structuur $H_3^+(H_2O)_k$ ofwel $NH_4^+(H_2O)_k$ heeft en waarvan de andere $B^+(H_2O)_l$ is, met een massa van 41 of 42 A.M.U. voor het fragment B^+ .

Omtrent de aard van het fragment B^+ zijn na het uitvoeren van deze metingen⁽⁶⁸⁾ 2 hypothesen geopperd. De eerste reactie kwam van Arnold, Böhringer en Henschen⁽⁶⁹⁾ die met gelijkaardige ballonvluchten tot vrijwel analoge resultaten kwamen. Zij vonden in het massagebied 0 tot 100 A.M.U. volgende massa's : 55, 73 ± 1 , 91 ± 1 en 78 ± 1 , 96 ± 1 A.M.U. en bovendien in het domein 100 tot 150 A.M.U. : 100 ± 1 , 114 ± 1 , 118 ± 1 , 136 ± 2 en 140 ± 2 A.M.U.. De lagere waarden stemmen goed overeen met wat wij vonden, behalve dan dat deze onderzoekers noch massa 37, noch massa's 42 en 60 konden detecteren, waarschijnlijk bij gebrek aan voldoende signaal. In hun publicatie schrijven ze de massa's 78 ± 1 en 96 ± 1 toe aan ionen van de vorm $H^+Y(H_2O)_n$ waarvan het fragment Y een massa van 41 ± 1 A.M.U. heeft. Hun hypothese omtrent Y was : CH_3CN of acetonitrile dat een protonaffiniteit⁽⁷⁰⁾ bezit van $779 \cdot 10^3$ J.mol⁻¹ of 186 kcal.mol⁻¹ in plaats van $709 \cdot 10^3$ J.mol⁻¹ voor water. Acetonitrile heeft een massa van 41 A.M.U. en $H^+(CH_3CN)$ van 42 A.M.U.. De ionen met structuur $H^+(CH_3CN)(H_2O)_m$ zouden dus ook passen in onze spectra op voorwaarde dat we de massaonzekerheid van 1 A.M.U. blijven aannemen.

Een tweede hypothese omtrent het fragment B^+ werd geformuleerd door Ferguson⁽⁷¹⁾. Deze constateert - voorlopig terecht - dat er geen enkel produktieproces voor CH_3CN bekend is in de stratosfeer en zoekt een andere uitleg. Volgens Ferguson heeft de familie van de non-protonhydraten (NPH) als structuur $H^+(NaOH)(H_2O)_n$, steunende op volgende argumenten :

- 1) NaOH heeft als massa inderdaad 40 A.M.U.
- 2) NaOH's proton-affiniteit⁽⁷²⁾ bedraagt $1038 \cdot 10^3 \text{ J.mol.}^{-1}$ of $248 \text{ kcal.mol}^{-1}$,
- 3) Er bestaat een produktiemechanisme voor Na in de mesosfeer. Rond 90 km hoogte ligt er een concentratiepiek van enkele maal 10^3 Na atomen per cm^3 die heel waarschijnlijk voortkomt van de afbraak van meteorieten⁽⁷³⁾⁽⁷⁴⁾; zie ook 1.3. Onder deze piek - in de stratosfeer dus - worden volgens Ferguson de Na atomen omgezet in o.a. NaOH moleculen, die op de volgende manier de protonhydraten zouden aantasten :



Voorlopig zijn er dus maar 2 mogelijke kandidaten voor de NPH, namelijk :

$H^+(CH_3CN)(H_2O)_m$ en $H^+(NaOH)(H_2O)_m$. Nochtans blijft de mogelijkheid open dat nog andere moleculen voor de rol van het fragment B^+ in aanmerking komen zolang er geen nieuwe massaspectra beschikbaar zijn met grotere resolutie en meer signaal. Onze conclusie uit deze bespreking moet daarom zijn dat nieuwe vluchten met een meer preciese massaspectrometer zeker nodig zijn voor de toekomst.

In onze massaspectra komen ook nog enkele pieken voor - M9, M10 en M11 - die noch thuishoren in de reeks van de PH, noch in de familie van de NPH. Met behulp van onze interpolatieregels kan hun massa berekend worden als : 48,71 à 49,71; 81,53 à 83,59; en 98,47 à 100,53 A.M.U.. De piek M11 werd ook door Arnold et al.⁽⁶⁹⁾ gevonden en is volgens hen het ion $H^+(CH_3CN)_2(H_2O)$, terwijl het volgens Ferguson⁽⁷¹⁾ om $H^+(NaOH)_2(H_2O)$ zou gaan. Met veel goede wil zouden we de piek M10 ook tot een dergelijke serie kunnen rekenen als we het de structuur $H(NaOH)_2$ of $H^+(CH_3CN)_2$ aanmeten, zodat men zou kunnen

vermoeden dat er nog een reeks ionen bestaat die zich tot boven 106 A.M.U. uitstrekt, namelijk een familie $H^+(NaOH)_2(H_2O)_j$ of $H^+(CH_3CN)_2(H_2O)_j$. De piek M9 behoort tot de serie uiterst kleine pieken die we in alle spectra vinden en die voorlopig nergens thuis te wijzen zijn.

We willen er tot slot nog op wijzen dat Ferguson⁽⁷¹⁾ nog andere anorganische moleculen met hoge proton-affiniteit naar voren schuift als kandidaten die op andere hoogten in de stratosfeer de rol van NaOH kunnen overnemen; dit zijn KOH en MgOH.

8.4. Verwerking der spectra in reële tijd

De figuren 8.5 tot en met 8.12 zijn histogrammen die we afgeleid hebben uit het PCM-signaal dat via de telemeting interface (6.6) en het telemetingkanaal E werd doorgestuurd naar het ontvangstation te Aire-sur-Adour, Frankrijk. Daar ter plaatse hadden we een gegevenverwerkingssysteem opgesteld dat in reële tijd de PCM signalen behandelde (figuur 8.14). Dit systeem bestond in de eerste plaats uit 2 apparaten die door ons gebouwd werden; een bit synchronisator en een frame synchronisator. Het eerste toestel ontvangt de bipolaire PCM pulstrein uit de telemeting, leidt er een synchroon kloksignaal uit af en zet de bipolaire PCM om in een NRZ (no-return-to-zero) PCM signaal. De frame synchronisator gebruikt het kloksignaal om de seriële informatie van het PCM signaal terug te ordenen in 16-bit parallelle informatie en controleert meteen of het synchronisatiepatroon op de juiste plaats verschijnt. Dit laatste toestel is verbonden met een Hewlett-Packard 21MX minicomputer via een HP "Data Source Interface" (DSI). De computer werd zodanig geprogrammeerd dat hij onder interrupt van de DSI-kaart de parallelle data van de frame synchronisator aanneemt en opstapelt in zijn geheugen. De duur van eventuele onderbrekingen in het telemeting-signaal worden berekend via interrupts van een "Time Base Generator"-kaart en wordt in aanmerking genomen bij de gegevenverwerking.

Het hoofdprogramma van de minicomputer rafelt de gestockeerde data uit elkaar, bekijkt de meegestuurde statusinformatie en klasseert de inhoud van de ionenteller in een tabel die niets anders is dan het ge-

wenste spectrum of histogram. De actuele staat van het spectrum wordt in reële tijd op een terminal met beeldscherm geplot, terwijl bij afloop van het spectrum het complete histogram geponst wordt op papierband. Door deze manier van werken kan men tijdens een vlucht onmiddellijk zien hoe het experiment werkt en reageert op de telecommandobevelen. Bovendien heeft men dan een copie op ponsband van het spectrum dat geplot werd, zodat latere "off-line" verwerking van het spectrum mogelijk blijft.

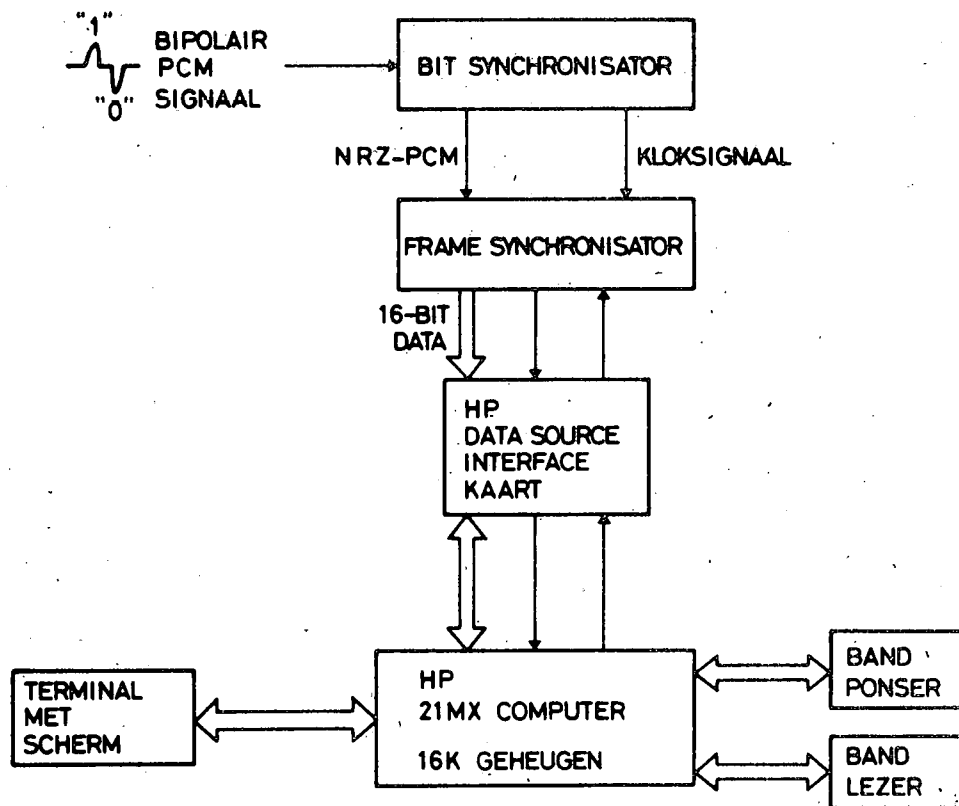


Fig. 8.14.- Gegevenverwerkingsysteem in reële tijd.

HOOFDSTUK 9 : Toekomst van de stratosferische massaspectrometer

9.1. Eisen voor de volgende generatie massaspectrometers

Bij de start van dit werk hebben we ons om twee redenen beperkt tot de meting van de positieve ionen in de stratosfeer. Zoals we in hoofdstuk 2 bespraken was er in de eerste plaats zeker een reden om positieve ionen te meten : er was namelijk een uitbreiding nodig van de bestaande metingen die voorheen praktisch allemaal in de mesosfeer waren gebeurd. Anderzijds stond toen het onderzoek van negatieve ionen in de atmosfeer nog in zijn kinderschoenen en rezen er bij de meting ervan heel wat extra meettechnische problemen (zie verder § 9.2) die we in eerste instantie nog wilden uit de weg gaan tot de meettechniek voor positieve ionen op punt stond.

Nadat we in 1977 met succes de detectie van positieve ionen in de stratosfeer onder de knie kregen⁽⁶⁸⁾ en met deze techniek interessante spectra konden opmeten, lag het wel in de lijn der ontwikkelingen dat uit dit experiment een nieuwe massaspectrometer zou groeien die zowel de positieve als de negatieve ionen in de stratosfeer zou kunnen meten. De behoefte in een dergelijk experiment neemt inderdaad toe omdat men meer en meer beseft dat men weinig weet over de vorming van negatieve ionen en de reacties tussen positieve en negatieve ionen in de stratosfeer.

Naast de eis dat een nieuwe massaspectrometer ionen van beide polariteiten zal moeten aankunnen, bestaan er nog enkele andere desiderata. Onder andere is het wenselijk het bestrijkbare massagebied, dat om technologische redenen beperkt was tot 100 A.M.U. (atoommassa eenheden), uit te breiden tot 300 A.M.U. omdat men uit metingen⁽⁶⁹⁾ en op theoretische gronden⁽⁷¹⁾ mag verwachten in de stratosfeer ionen te vinden met massa's boven de 100 A.M.U.. Deze uitbreiding kan alleen maar gebeuren via de bouw van een nieuwe kwadrupoolvoeding waarin de LC-kring, waar de kwadrupool deel van uitmaakt, een hogere opslingering (Q-faktor) kan realiseren. Ook zal in deze voeding de potentiaal van de kwadrupoolas (de "pole bias") uitwending moeten gestuurd kunnen worden tussen - 15 en + 15 Volt; daarmee kan dan de energie waarmee positieve of negatieve ionen de kwadrupool binnentreden geregeld worden tussen 0

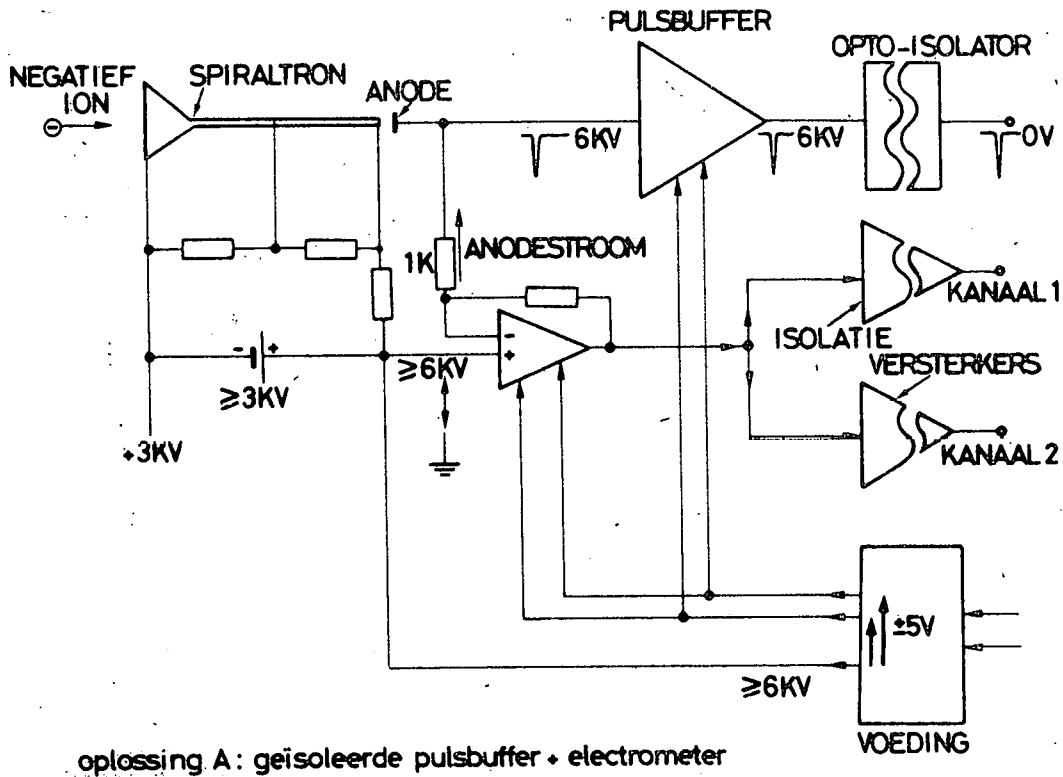
en 15 eV. Daarnaast vertoonde de kwadrupoolvoeding van de eerste generatie de neiging om op lange termijn (enkele uren) te gaan drijven qua massainstelling. Ook aan dit euvel zullen we in de toekomst moeten sleutelen omdat een lagere temperatuurgevoeligheid noodzakelijk is om met betere precisie de massa van onbekende zware ionen te bepalen. Daaraan zal verholpen worden door een stabielere en nauwkeurige detectieschakeling voor de hoogfrequentie component van de kwadrupoolspanningen. Nog andere middelen staan ter beschikking om tot een nauwkeuriger massabepaling te komen; in § 9.3 volgt meer hierover.

Als laatste punt op onze verlanglijst van verbeteringen staat de bouw van een nieuwe vluchtkontroleëenheid die de meeste functies van de massakontroleëenheid (uit § 6.4) overneemt en daaraan een hele gamma van door software bepaalde nieuwe mogelijkheden toevoegt. Daarover schrijven we in de laatste paragraaf van dit hoofdstuk.

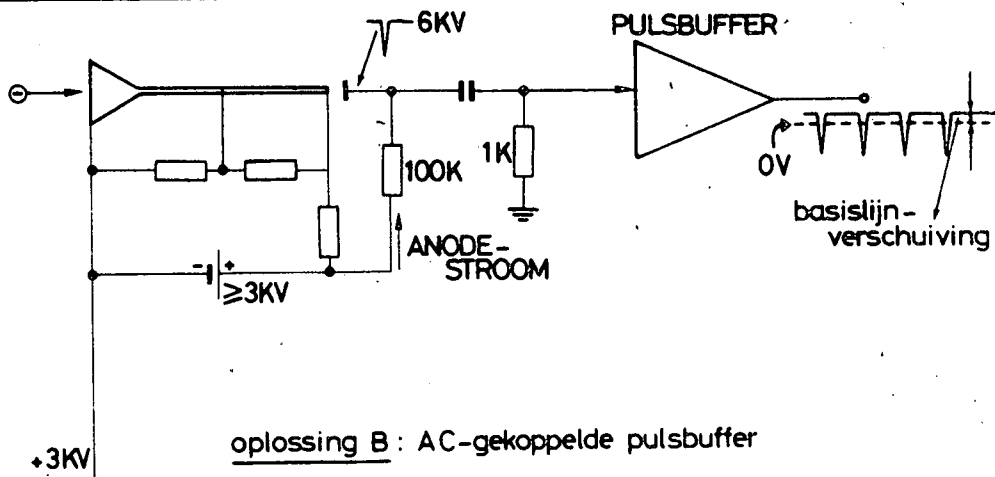
9.2. Problemen bij de meting van negatieve ionen

Keren we om te beginnen terug naar figuur 5.2 uit hoofdstuk 5, dan zien we dat voor positieve ionen de anode van de ionendetector gewoon (virtueel) aan de massa mag liggen. De trompet van de spiraltron ligt dan op -3 KV, een waarde die een grote versterkingsfaktor en een goed detectierendement garandeert. Voor negatieve ionen echter moet de trompet van de spiraltron dan op bijvoorbeeld + 3 KV liggen zodat de anode, voor een eenzelfde versterking van de pulsen, op + 6 KV of hoger komt. Hiermee zien we meteen al dat de pulsbuffer/elektrometer van figuur 5.7 grondig zal gewijzigd moeten worden. Het elektrometergedeelte dat de gemiddelde stroom meet op de anode wordt nu zeer moeilijk te realiseren. Dit probleem kan in principe opgelost worden via een vlottende elektrometer die van de massa is geïsoleerd. Vanzelfsprekend moet dan ook de pulsbuffer van de massa geïsoleerd worden. De signaaloverdracht tussen de elektrometer en andere onderdelen van het experiment zou dan moeten gebeuren via versterkers met gescheiden in- en uitgangsgedeelte die meer dan 6 KV spanningsverschil kunnen verdragen ("isolation amplifiers"). Ook de voeding van de combinatie pulsbuffer/elektrometer zou problemen scheppen; ook daar staat er 6 KV tussen primaire en secundaire. De pulsbuffer tenslotte zou door middel van een opto-isolator, die maar dan 6 KV kan verdragen en die snel genoeg is om de anode-

pulsen door te geven, moeten gekoppeld worden met de pulshoogtediscriminator en de ionenteller. Dit zou dan oplossing A uit figuur 9.1 zijn die zowel voor positieve als negatieve ionen kan werken. Het volstaat enkel de polariteit van trompetspanning om te draaien. Een veel eenvoudiger oplossing (oplossing B uit figuur 9.1) bestaat er in de pulsbuffer via een hoogspanningscondensator AC te koppelen met de anode, zodat opnieuw alle pulsbufferklemmen op laagspanning staan. Daarmee verliezen we de meting van de anodestroom omdat die nu rechtstreeks weglekt naar de hoogspanningsvoeding en niet meer te meten is met een laagspanningscircuit. De AC koppeling voldoet zolang de pulsherhalingsfrequentie op de anode voldoende laag blijft, zodat de gemiddelde waarde van de anodepulsen (gesuperponeerd op de hoogspanning) klein blijft t.o.v. de pulsamplitude. Omdat deze DC komponent niet doorgekoppeld wordt naar de pulsbuffer zal er aan de uitgang van deze laatste een met de pulsherhalingsfrequentie evenredige verschuiving van de basislijn van de ionenpulsen bestaan. Indien deze te hoog oploopt zal de pulshoogtediscriminator (§ 6.6) om de tuin geleid worden voor wat de pulshoogte betreft. Toch blijft oplossing B voor ons aantrekkelijk omdat ze ook voor zowel positieve als negatieve ionen werkt en ze veel eenvoudiger is om te realiseren. Het verlies van de anodestroom-meting weegt daar niet tegen op. Een tweede probleem dat rijst als een negatieve ionen willen detecteren is het omschakelen van de hoogspanning. Zoals uit het voorgaande reeds blijkt moet de trompet van de ionendetector qua spanning kunnen veranderen van - 3 KV naar + 3 KV als we negatieve i.p.v. positieve ionen willen detecteren. De eenvoudige hoogspanningsvoeding van figuur 5.3 voldoet daarvoor niet meer, maar wordt vervangen door de ompoolbare van figuur 9.2. Hierin wordt een vlottende hoogspanningsmodule (Venus Scientific F-50) toegepast die van 3000 tot 4000 v kan ingesteld worden en waarvan de doorslagspanning tussen primaire en secundaire minimum 7500 V bedraagt. Op de negatieve klem van deze module wordt naargelang de polariteit van de ionen + of - 3 KV gesuperponeerd. Deze hoogspanning komt van een tweede hoogspanningsmodule (Venus Scientific Q-30) die 3000 V kan leveren. De enige belasting voor de laatste module bestaat in de ionenstroom (= trompetstroom) die van de orde 10^{-14} Ampère is of kleiner. Het eigenlijke omschakelen geschiedt door 2 miniatuur hoogspanningsrelays, Kilovac model H-4. Tot slot een laatste opmerking in verband met andere spanningen waarvan de polariteit dient omgewisseld. Ook de potentiaal van het inlaatlek, de potentiaal op de kwadru poolas (zie



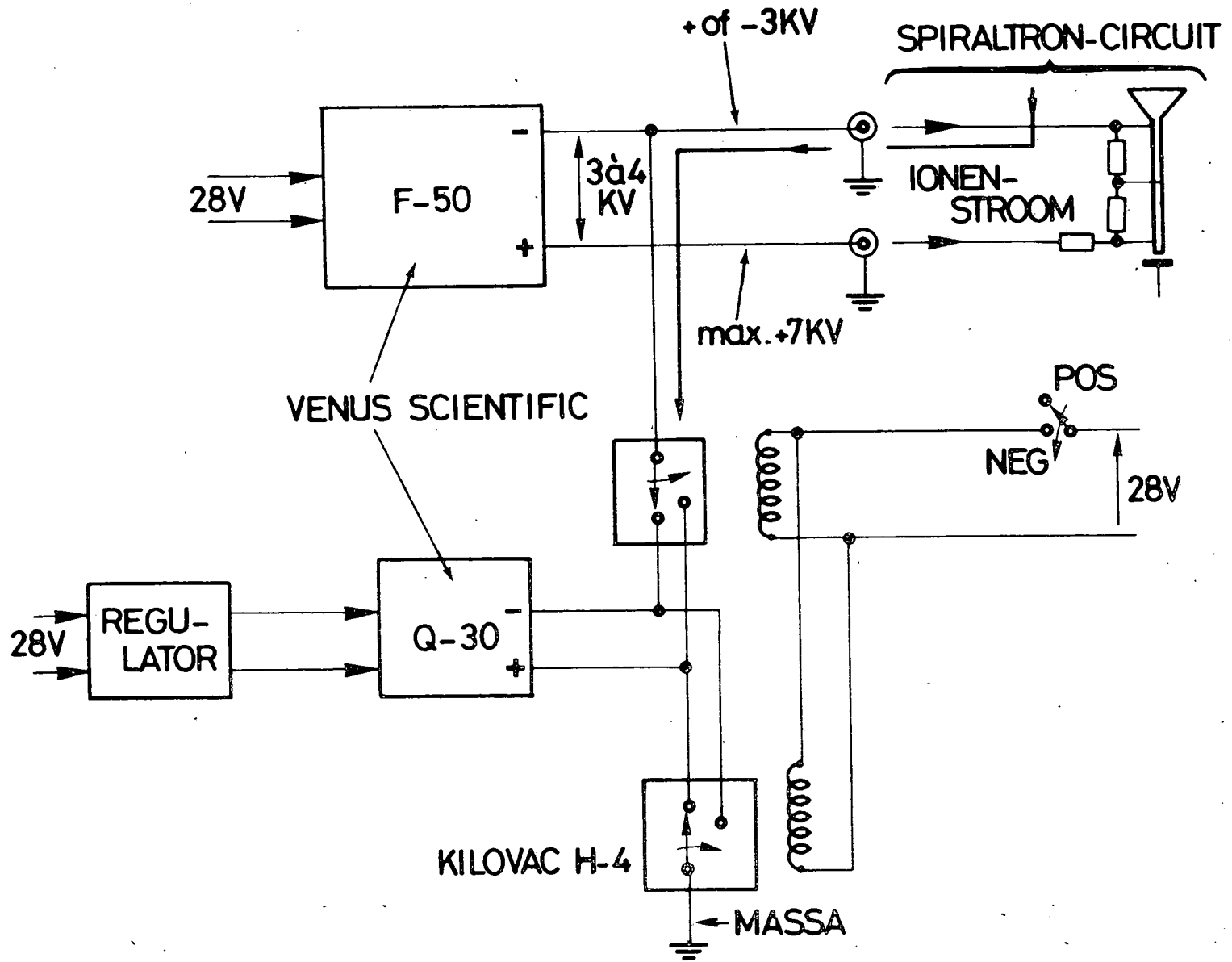
oplossing A: geïsoleerde pulsbuffer + electrometer



oplossing B: AC-gekoppelde pulsbuffer

Fig. 9.1.- Oplossingen voor de detectie van negatieve ionen.

Fig. 9.2. - Ompoolbare hoogspanningsvoeding.



ook §9.1) en de lensspanningen moeten net als de spanningen op de ionendetector veranderen van polariteit als we deze van de ionen inverteren. De lensspanningsvoeding kunnen we met gemak ompolen met behulp van een bistabiel relay, terwijl we de inlaatspanning en de potentiaal op de kwadropoolas uitsturen via 2 bipolaire 8-bits digitaal-naar-analoog converters (zie verder § 9.4). Op deze wijze kan dus de complete potentiaalverdeling van aan de inlaat tot aan de detector automatisch worden omgeklapt van negatief naar positief en vice versa.

9.3. Naar een meer preciese massabepaling

In §9.1 noemden we als een van de middelen om de kwaliteit van de massabepaling op te drijven, de verbeteringen die we in de kwadropoolvoeding kunnen aanbrengen. Er zijn echter nog andere factoren die ook een rol spelen. Een zeer belangrijke faktor is bijvoorbeeld het feit dat het aantal ionen per tijdseenheid dat we op een welbepaalde massa m detecteren een stochastische veranderlijke is. Daarom : hoe kleiner het aantal ionen dat aan het massafilter aangeboden wordt, hoe groter de spreiding op het waargenomen aantal ionen van massa m . Dit geldt even goed voor andere massawaarden. Tenslotte zal dus een opgenomen spectrum slechts een steekproef zijn van het "werkelijke" spectrum dat we willen kennen. Zo kan het gebeuren dat in spectra met hoge resolutie er bij gering signaal (enkele pulsen per massa-eenheid) gewoon massapijken ontbreken. Bij de interpretatie van spectra met minder resolutie, waarin 1 optredende massa normaal een piek geeft die breder is dan 1 A.M.U., kunnen bij laag signaalniveau interpretatiefouten gemaakt worden. Schommelingen in het spectrum zijn dan ofwel stochastische schommelingen van het signaal van 1 massa, ofwel wijzen ze op 2 dicht bij elkaar gelegen massa's. Om aan de stochastische spreiding tegemoet te komen moet men dus het aantal pulsen per A.M.U. proberen op te drijven. Drie voor de hand liggende remedies zijn de volgende : 1) meer ionen en moleculen binnenlaten door het lek; 2) een langere meettijd voor een spectrum; 3) een lens met meer rendement. Men kan echter nog op een ander vlak optimaliseren; we hebben immers nog de resolutie van het massafilter in de hand. De theoretische waarde van de resolutie wordt bepaald door de verhouding U/V en is dus bij vaste U/V massaonafhankelijk. De praktische resolutie wordt ook nog beïnvloed door de ionenenergie. We kunnen nu zowel U/V als de ionenenergie functie laten worden van de massa-

instelling en beide parameters zo instellen dat er voor elke massa een optimaal compromis heerst tussen resolutie en signaalsterkte. Dit is dan belangrijk voordeel t.o.v. de eerste generatie massaspectrometers die we besproken hebben in voorgaande hoofdstukken en waarin zowel de resolutie als de ionenenergie over een gans spectrum konstant gehouden worden.

9.4. De nieuwe vluchtkontroleëenheid

Als sluitstuk van dit hoofdstuk en van dit werk willen we beschrijven wat de rol zal zijn van de vluchtkontroleëenheid in de stratosferische massaspectrometer van de tweede generatie.

In eerste instantie zien we deze eenheid als een emulator van de bestaande massakontroleëenheid, zoals we die in hoofdstuk 6 uitvoerig hebben besproken. Deze laatste eenheid voerde een aantal, weliswaar programmeerbare, opdrachten uit volgens een door bedrading (hardware) opgelegde sekwentie. In de nieuwe controleëenheid, die gebaseerd is op een microprocessorsysteem, zullen we echter elke meetopdracht beschouwen als de uitvoering van een subroutine in een overkoepelend programma (operating system); m.a.w. we verkiezen van nu af aan een soepele software benadering boven een vastliggende hardware oplossing. Dit moet ons toelaten de complexiteit van de proefneming te laten groeien zonder telkens de hardware te moeten herontwikkelen. In de tweede plaats zullen in de nieuwe controleëenheid een aantal extra faciliteiten ingebouwd worden.

We denken hierbij onder andere aan hetgeen in §9.3 ter sprake kwam. In de massakontroleëenheid van de eerste generatie konden we namelijk alleen de 2 controlespanningen U_c en V_c van de kwadrupoolvoeding laten toenemen volgens de wet :

$$V_c = V_{c0} + n \cdot \Delta V_c \quad n = 0, 1, \dots, N-1$$

$$U_c / V_c = \text{konstante}$$

waarbij V_{co} , ΔV_c , U_c/V_c en N programmeerbaar waren voor een bepaald massagebied. In de nieuwe eenheid zullen we U_c , V_c en de ionenenergie (bepaalde door het spanningsverschil inlaatflens-kwadropoolas) doen veranderen volgens :

$$V_c = V_{co} + n \cdot \Delta V_c \quad n = 0, 1, \dots, N-1.$$

$$U_c/V_c = f_1(V_c) = f_2(m)$$

$$\text{ionenenergie} = \varphi_1(V_c) = \varphi_2(m)$$

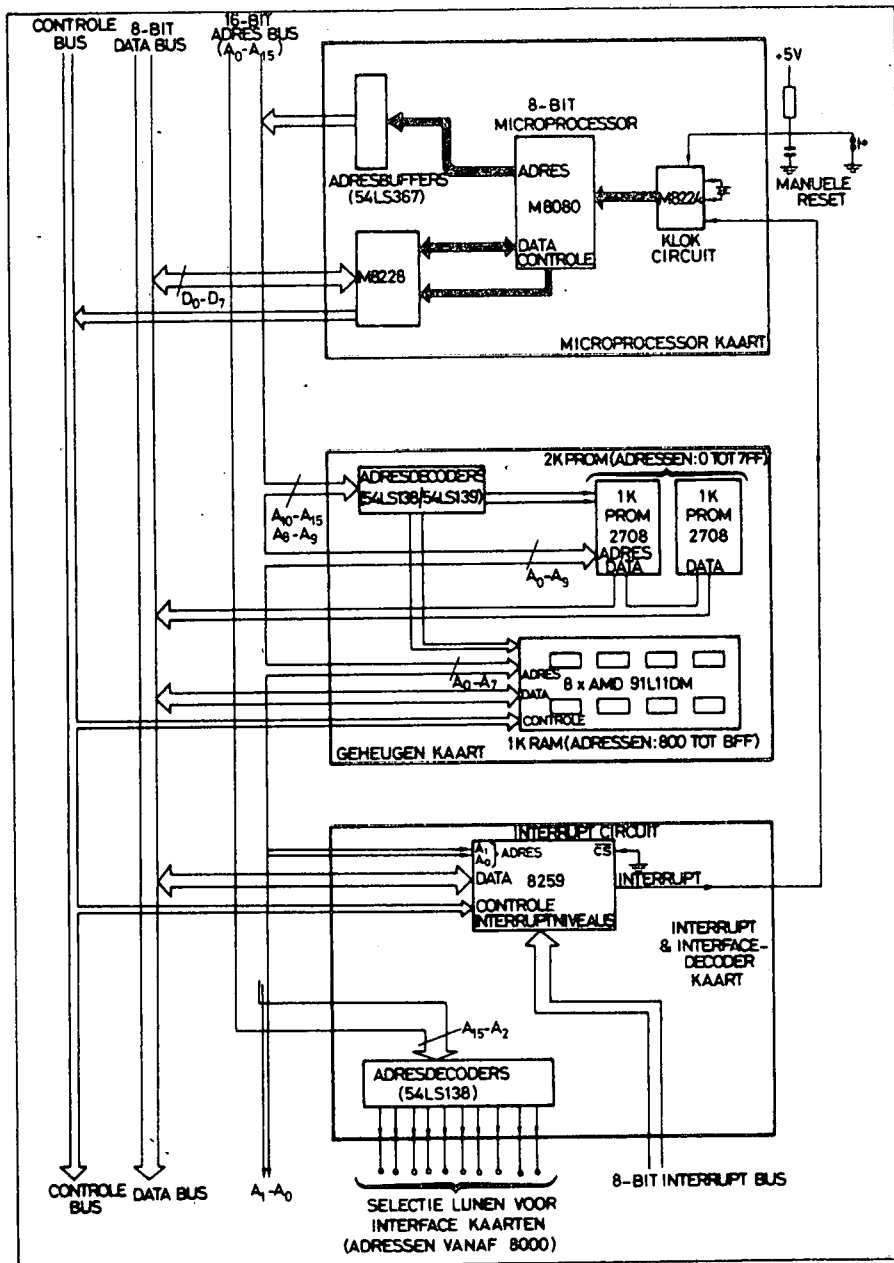
zodat voor elke massa m een andere verhouding U/V en een andere waarde van de ionenenergie kunnen gerealiseerd worden die een optimaal spectrum geven voor wat betreft signaalsterkte en resolutie.

Ook voor de gegevenverwerking is er een andere benadering gekozen. In de massaspectrometer die we in dit werk behandelen wordt de informatie omtrent een opgemeten spectrumonderdeel elke seconde in binaire vorm doorgestuurd over een PCM-kanaal. Deze manier van werken heeft als gevolg dat op elk moment dat de massaspectrometer in bedrijf is er een PCM-gegevenverwerkingssysteem (zie hoofdstuk 8) nodig is dat ons een spectrum in leesbare vorm bezorgt. Daarom willen we bij de nieuwe massaspectrometer, parallel met het uitzenden van het PCM-signaal, een gegevenverwerking laten gebeuren in de vluchtkontrole-eenheid zelf; "on board" dus. Een aantal binaire bewerkingen uitgevoerd door de microprocessor en digitaal-naar-analoog conversies laten ons toe de digitale informatie uit de ionenteller om te zetten in bijvoorbeeld 3 analoge signalen met een verschillende schaalfactor. Deze 3 signalen kunnen gemakkelijk over 3 analoge telemetingkanalen doorgestuurd worden. Het testen van het experiment kan dus gebeuren zonder dat er PCM-apparatuur bij te pas komt. Dit punt is vooral van belang bij lange afstandsvluchten; dan liggen de lanceerplaats van een ballon en zijn experiment en de plaats van het telemetingstation doorgaans ver uit elkaar.

Een derde punt waar we in toekomst meer aandacht willen aan besteden is het decoderen van telecommandosignalen. De aanwezigheid van een microprocessor in de volgende controle-eenheid zal de mogelijkheid

openen de codes die ons aangeboden worden door de telecommandoapparatuur (S.I.T.T.E.L. uit §6.1) te onderzoeken op hun geldigheid, rekening houdend met reeds vroeger doorgestuurde codes. Daarmee bedoelen we dat de uitvoering van codes die onomkeerbare effecten veroorzaken - zoals het bekrachtigen van het openingssysteem door pyrotechniek - kan belet of toegelaten worden, afhankelijk van eerder gegeven sleutelcodes. Ook het automatisch aanschakelen van een aantal apparaten (hoogspanningen en voedingen) bij het onder spanning komen van microprocessor rekenen we daaronder.

Om tot een klaar inzicht te komen van de structuur van de nieuwe vluchtkontroleëenheid bespreken we achtereenvolgens de blokschema's van figuren 9.3 tot en met 9.6. De hoofdrol wordt gespeeld door de microprocessorkaart (figuur 9.3). Deze is opgebouwd met de militaire versies van de microprocessorkomponenten uit de 8080-familie van Intel. Naast de M8080 microprocessor bevat de kaart de M8224 en M8228 hulpcircuits en een TTL-adresbuffer. Vanuit de microprocessorkaart vertrekken een 16-bit adresbus, een bidirectionele 8-bit databus en een controlebus, die strobepulsen stuurt gedurende lees- en schrijfoperaties in het geheugen of de interfacekaarten, of gedurende interrupt. De microprocessor haalt zijn instructies uit 2 PROM-geheugens (AMD 9708DM) die op de geheugenkaart staan (figuur 9.3) en die in adressen 0 tot $7FF_{16}$ het hoofdprogramma en de subroutines kunnen bevatten. Op diezelfde kaart staan ook 1K bytes RAM-geheugen van adres 800_{16} tot BFF_{16} , die gebruikt worden om bewerkingsresultaten op te slaan. Voorlopig nemen we slechts COO_{16} bytes in van de 8000_{16} mogelijke plaatsen die we aan het geheugen hebben toegewezen in de adresruimte. De overige 8000_{16} bytes hebben we gereserveerd voor interfacekaarten die we adresseren net alsof ze deel uitmaken van het geheugen ("memory mapping" techniek). Daartoe levert de derde kaart van figuur 9.3 een aantal selectiesignalen (chip selects) voor de verschillende interfacekaarten, die dan zelf praktisch geen decoderingslogika nodig hebben. Deze kaart bevat ook een interruptcircuit (Intel 8259) dat aangesloten is op een interruptbus die langs alle interfacekaarten loopt en dat via een interruptlijn aan de 8080-microprocessor meldt welke interfacekaart attentie vraagt. De 3 kaarten van figuur 9.3 vormen samen het basissysteem van de controleëenheid. De uiteindelijke bedoeling is via dit systeem data uit te wisselen met interfacekaarten die



A890

Fig. 9.3.- Blokschema van het basissysteem : de microprocessorkaart, de geheugenkaart en de interrupt/interface decoderkaart.

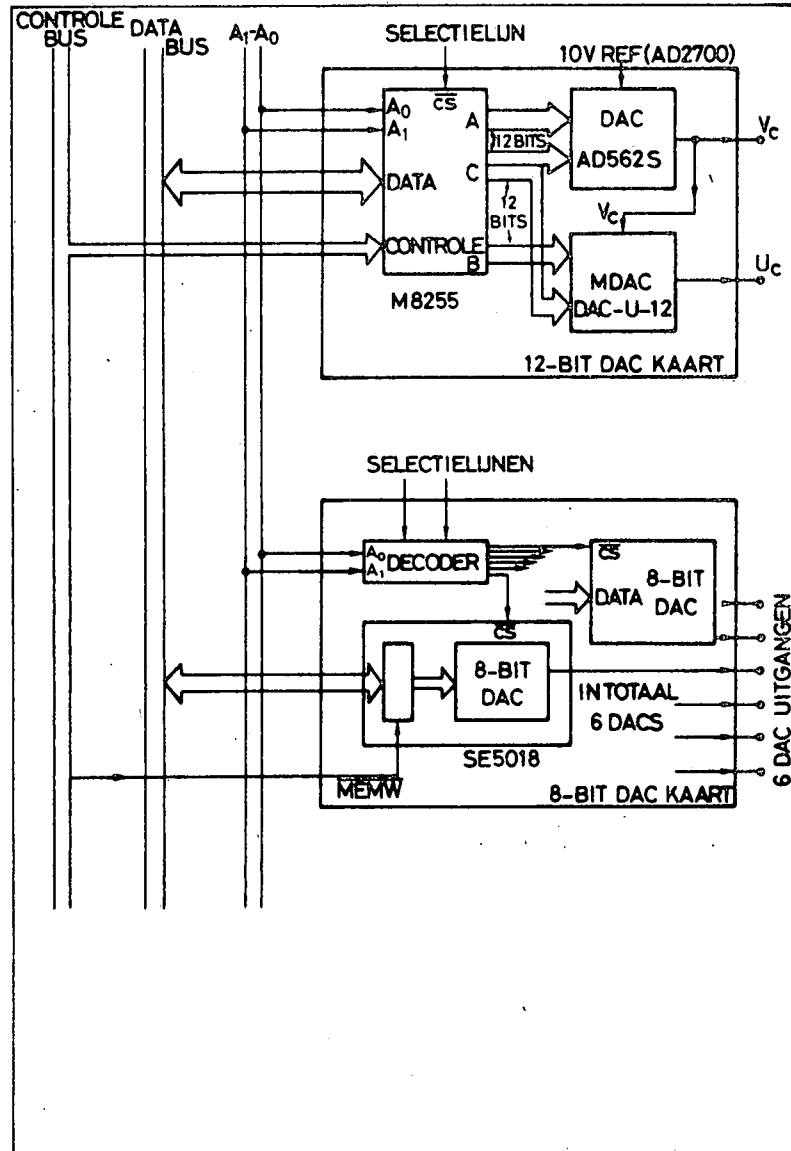
acces hebben tot de databus, de controlebus, adresbits A_0 en A_1 , de selektielijnen, de interruptbus en de buitenwereld.

Het blokschema van 2 interfacekaarten die digitaal-naar-analoog converters of DAC's bevatten vinden we in figuur 9.4. De ene kaart bevat een M8255 (programmable peripheral interface van Intel) die via zijn poorten A, B en C in totaal 24 bits informatie levert aan een 12-bits DAC en aan een 12-bits vermenigvuldigende DAC (MDAC). Beide DAC's zorgen voor de stuursignalen U_c en V_c voor de kwadrupoolvoeding; de DAC, type AD562 van Analog Devices, bepaalt V_c en de MDAC, type DAC-12-U van DDC werkt als digitaal gestuurde potentiometer die de verhouding U_c/V_c bepaalt.

De tweede kaart bevat 6 8-bit DAC's, type SE5018 van Signetics, die elk inwendig voorzien zijn van een dataregister en een referentie spanning.

Drie ervan kunnen dienen voor analoge spectrum output volgens 3 verschillende schaalfactoren. Twee andere DAC's zullen de inlaatpotentiaal en de potentiaal op de kwadrupoolas bepalen en dus onrechtstreeks ook de ionenenergie; terwijl een laatste DAC overblijft om nog een vierde analoge telemetingskanaal te voorzien van omgezette digitale informatie.

De volgende kaart (figuur 9.5) is de ionentellerkaart. De vroegere basisklok, de meettijdteiler en de ionenteller (§6.4 en 6.6) zijn gereduceerd tot één enkele kaart die gebouwd is rond een Intel 8253 drievoudige, multi-mode 16-bit teller. In de 8253 is teller 2 geprogrammeerd als frekwentiedeler (mode 2) die een klok van 1 MHz deelt en klokpulsen afgeeft met periodes instelbaar van 1 μ sec tot $2^{16}-1$ μ sec. Teller 1 werkt als programmeerbare monostabiele multivibrator (mode 1) en bepaalt de meetduur van de ionenteller als een veelvoud van de klokperiode gegenereerd door teller 2 (max. $2^{16}-1$ klokperiodes). Teller 0, die als "event"-teller gedefiniëerd is (mode 0), telt de pulsen afkomstig van de pulshoogtediscriminator en werkt dus als ionenteller. Als laatste onderdeel van de vluchtcontroleeenheid bespreken we de kaart van figuur 9.6. Deze kaart huisvest 2 verschillende functies. Bovenaan op de figuur staat de PCM-generator. Deze schakeling is gebaseerd op een M8251 van Intel, een

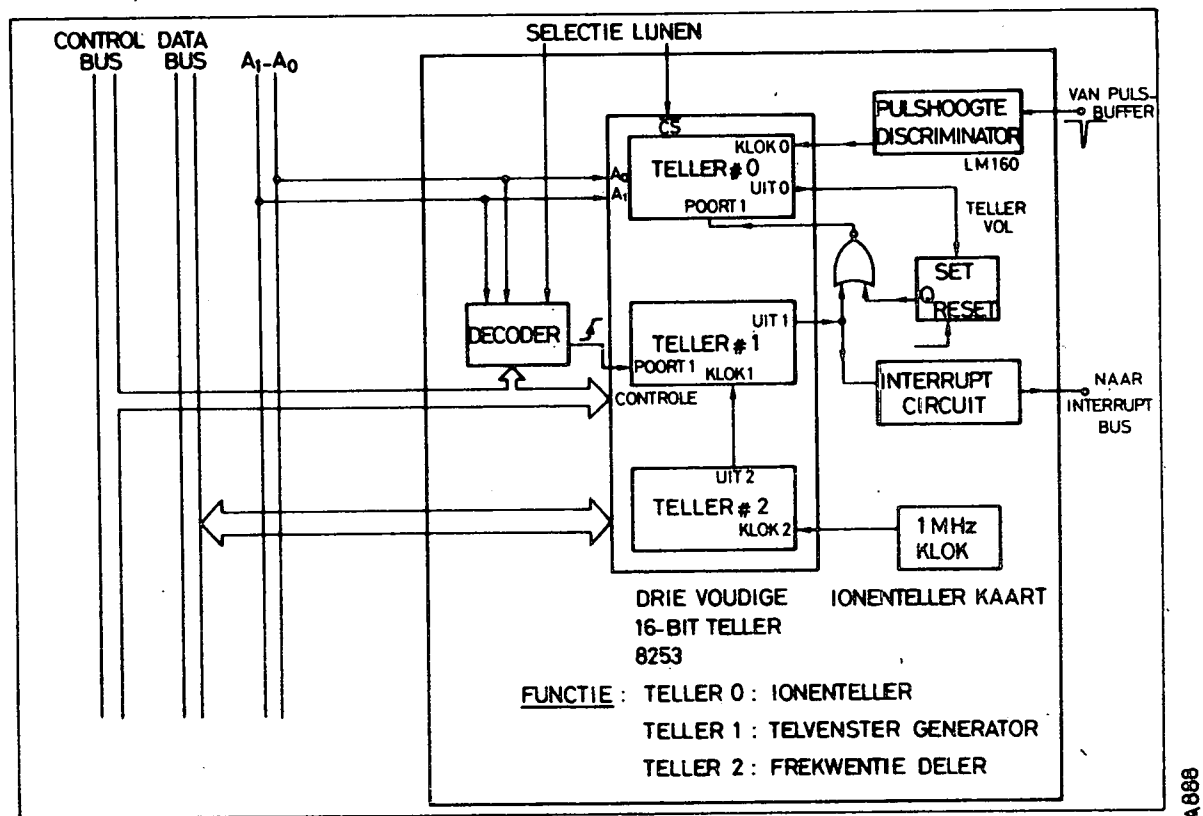


A887

Fig. 9.4.- Blokschema van de interface-kaarten met 8-bit en 12-bit DACS.

USART (universal synchronous & asynchronous receiver transmitter). De USART, die hier alleen als synchrone zender gebruikt wordt, levert een NRZ-gecodeerd (no-return-to-zero) PCM-signaal af dat omgezet wordt in een bifase-gecodeerde PCM-golfvorm die compatibel is met de meeste PCM-apparatuur (via een biphase encoder CD4020 van RCA). De schakeling onderaan figuur 9.6 bestaat enkel uit een M8255 (zie vroeger) waarmee we via poort A telecommandosignalen inlezen en via poort C stuursignalen kunnen leveren voor relays die dienen voor het op- en afschakelen van een ionenbron, U.V.-lampen, hoogspanning, etc. en voor het ompolen van de polariteit van de lensspanningen.

De mogelijkheden van het systeem, zoals we ze hier in dit hoofdstuk over de toekomst van de stratosferische massaspectrometer naar voor hebben gebracht, zijn verre van uitgeput. Bijkomende interfacekaarten en verdere softwareontwikkeling zullen nieuwe regelmogelijkheden voor het experiment doen ontstaan die onmogelijk waren met de vorige generatie.



888A

Fig. 9.5.- De ionenteller-kaart.

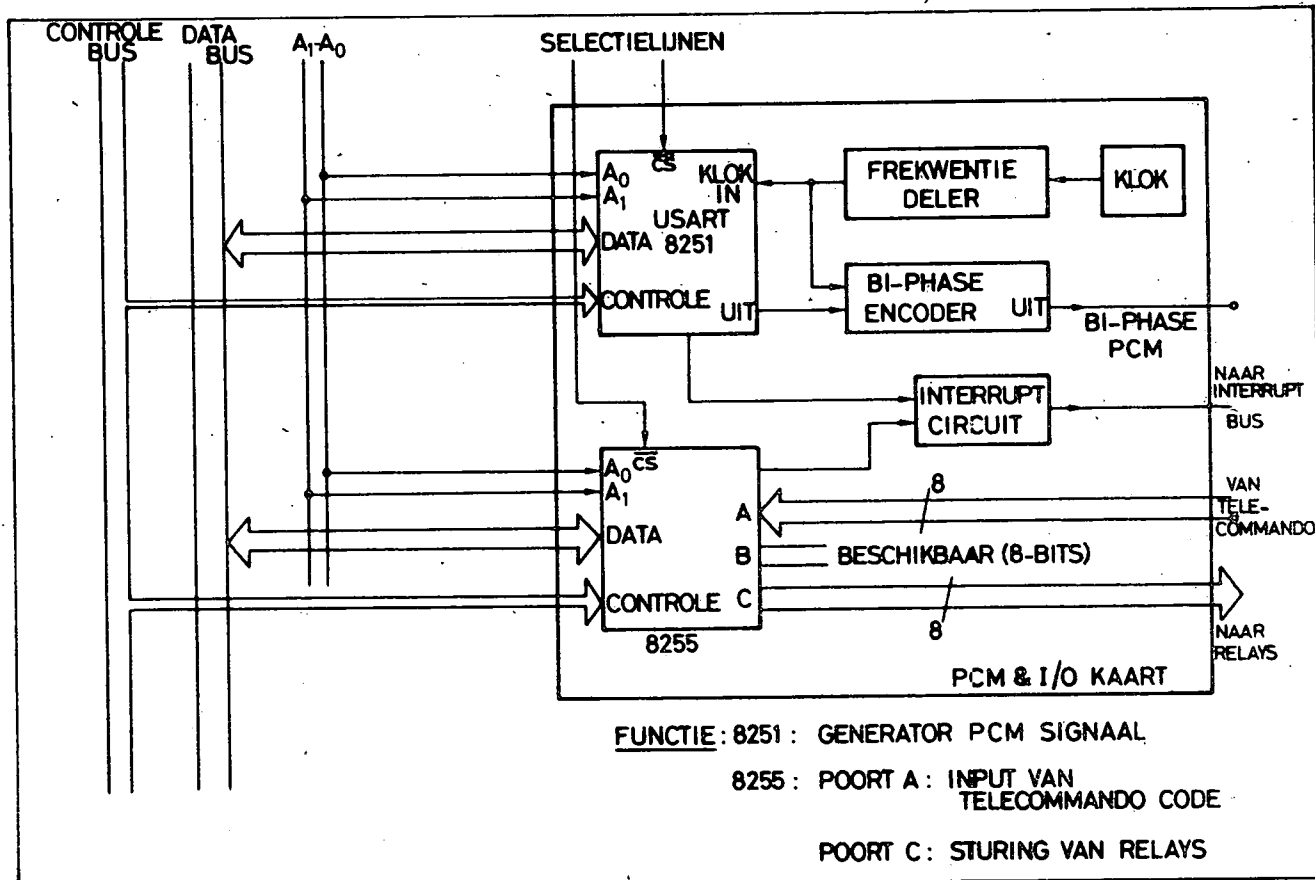


Fig. 9.6.- De PCM-generator en de input/output kaart.

APPENDIX A : Ion-moleculaire chemie van de stratosfeer

Het doel van deze appendix is een inzicht te geven in de verschillende processen die verantwoordelijk zijn voor de ionaire samenstelling van de stratosfeer. We willen ons daarbij beperken tot die processen waarin positieve ionen tussenkomen, omdat onze proefnemingen enkel dit domein bestrijken. Ook zullen we de meest recente opvattingen over de stratosferische ion-moleculaire chemie hier werven daar deze beter te pas komen in hoofdstuk 8 bij de interpretatie van onze meetresultaten. In hetgeen volgt zal daarom de situatie geschetst worden zoals die voor 1977 bekend was. We wijzen er ook nog op dat de theorie van de ion-moleculaire chemie van de stratosfeer een extrapolatie is van de modellen die ontwikkeld werden voor de D-laag van de ionosfeer. Deze zijn uitvoerig behandeld in de literatuur⁽¹⁰⁾⁽⁷⁵⁾⁽⁷⁶⁾⁽⁷⁷⁾ en werden vooral door Ferguson⁽³⁶⁾ aangepast voor de stratosfeer.

A.1. Productie en levensduur van de positieve ionen

Alvorens in A.2. de ion-moleculaire chemie aan te pakken, bekijken we even hoe het zit met de productie en de levensduur van de positieve ionen in de stratosfeer. De primaire productie van positieve ionen gebeurt bijna volledig voor rekening van de kosmische stralen (protonen, alfadeeltjes en zwaardere kernen met energieën vanaf 10^9 eV) die in de atmosfeer de zogenaamde "Bremstrahlung" en het verval van muonen en foton-electron cascades veroorzaken. In de lagere atmosfeer is vooral het laatste fenomeen belangrijk⁽⁹⁾. Daar in de homosfeer N_2 en O_2 overwegen qua densiteit bestaat de primaire ionenproductie hoofdzakelijk uit N_2^+ en O_2^+ in mindere mate uit N^+ en O^+ , a rato van 0,1 à 1 ion/ sec. cm^{-3} ⁽⁷⁶⁾⁽⁷⁸⁾. In de stratosfeer, waar de dichtheid van het gas hoog is, zullen de elektronen die bij dit productieproces vrijkomen zich zeer snel hechten aan sterk elektronegatieve moleculen (O_2 , NO_3 , enz.) en zo negatieve ionen vormen. Op een hoogte van 35 km is daarom de concentratie van de negatieve ionen reeds 1000 keer groter dan deze van de elektronen⁽⁷⁸⁾. Niet alleen de aard en het productieritme van de primaire ionen is belangrijk, ook hun levensduur als positief ion speelt een voorname rol omdat langlevende ionen heel wat kans krijgen om via allerlei reacties te reageren met andere positieve ionen en moleculen. De ge-

middelste levensduur van de positieve ionen kunnen we afleiden met volgende redenering. De concentratie van de positieve ionen n_+ is gelijk aan het produkt van hun gemiddelde levensduur τ en van de produktie P :

$$P \cdot \tau = n_+$$

Langs de andere kant weten we dat in een stratosfeer in dynamisch evenwicht de produktie van ionen gelijke tred moet houden met het verliesproces. Het verlies van positieve ionen gebeurt bijna uitsluitend door recombinitie met negatieve ionen, die zoals gezegd veel talrijker zijn dan de elektronen. Noemen we α de geschikte recombinitiecoëfficiënt⁽⁷⁹⁾ en n_- de concentratie der negatieve ionen, dan geldt dus :

$$P = \alpha \cdot n_+ \cdot n_-$$

met $\alpha = 7,5 \cdot 10^{-8} \text{ cm}^3 \text{ sec}^{-1}$.

Steunen we verder op de neutraliteit van de stratosfeer dan mogen we zeggen dat :

$$n_+ = n_-$$

zodat $P = \alpha \cdot (n_+)^2$

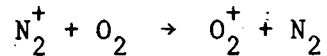
en $\tau = \frac{1}{\alpha \cdot n_+}$

De concentratie n_+ is bekend van een aantal totale ionendichtheidsmetingen⁽¹¹⁾⁽⁸⁰⁾⁽⁸¹⁾ en wordt geschat op 10^3 à 10^4 cm^{-3} . Zodoende kunnen we berekenen dat de gemiddelde levensduur van de populatie positieve ionen zal liggen tussen ongeveer 10^3 en 10^4 seconden.

A.2. Ion-molecule chemie

Gedurende deze lange levensduur beweegt een positief ion (N_2^+ , O_2^+) zich met thermische energie doorheen het gas van de stratosfeer. Het heeft dus al de tijd om deel te nemen aan te reacties die we nu bespreken.

We zullen eerst onderzoeken wat er met de N_2^+ ionen gebeurt. Bij botsing van zo'n ion met een O_2 molecule (na N_2 de hoogste concentratie in de stratosfeer) grijpt er een ladingsoverdracht plaats :



waarvan de reactieconstante k_1 gelijk is aan⁽⁸²⁾ $6 \cdot 10^{-11} \text{ cm}^3 \text{ sec}^{-1}$.

Aangezien er per tijdseenheid evenveel O_2^+ ionen geproduceerd worden door deze reactie als er N_2^+ ionen verdwijnen, moet er gelden dat :

$$-\frac{d}{dt} [N_2^+] = \frac{d}{dt} [O_2^+]$$

([] betekent concentratie)

En daar bovendien de theorie over reactiesnelheden ons voorhoudt dat

$$\frac{d}{dt} [O_2^+] = k_1 \cdot [N_2^+] \cdot [O_2]$$

komt er :

$$\frac{d}{dt} [N_2^+] + k_1 \cdot [N_2^+] \cdot [O_2] = 0$$

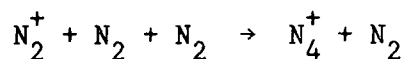
In de veronderstelling dat $[O_2]$ konstant blijft is dit een lineaire differentiaalvergelijking van de eerste orde met als oplossing :

$$[N_2^+] = [N_2^+]_0 \cdot e^{-t/\tau_1}$$

met
$$\tau_1 = \frac{1}{k_1 \cdot [O_2]}$$

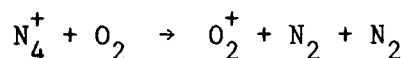
De tijdsconstante τ_1 van de reactie is dan bekend. Op 35 km hoogte is $[O_2]$ bijvoorbeeld gelijk aan $3 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-3}$, zodat $\tau_1 = 0,55 \mu\text{sec}$. In de veronderstelling dat deze reactie die enige zou zijn waardoor N_2^+ ionen verdwijnen zou het primair ion na luttele seconden omgezet zijn in een O_2^+ ion. Het zal nu duidelijk zijn dat door de lange levensduur van de positieve ionen als groep een primair ion zeer snel van identiteit kan veranderen.

De N_2^+ ionen verdwijnen ook nog via andere reacties. Er bestaat ondermeer een reactie waarbij N_2^+ zich aan N_2 gaat hechten en een dimeer vormt⁽⁸³⁾ :



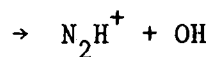
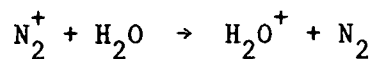
reactieconstante $k_2 = 5 \text{ à } 8 \cdot 10^{-29} \text{ cm}^6 \text{ sec}^{-1}$.

De N_4^+ ionen wisselen verder lading uit met O_2 moleculen volgens de reactie⁽⁸⁴⁾ :



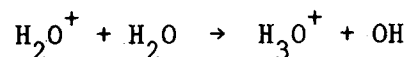
met reactieconstante $k_3 = 2,5 \cdot 10^{-10} \text{ cm}^3 \text{ sec}^{-1}$.

Ook reageert een klein gedeelte van de N_2^+ ionen met waterdamp⁽⁸⁵⁾ :

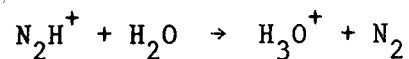


reactieconstante $k_4 = 2,2 \cdot 10^{-9} \text{ cm}^3 \text{ sec}^{-1}$.

De reactieproducten verdwijnen op hun beurt door tussenkomst van water en geven als eindproduct H_3O^+ ionen⁽⁸⁶⁾⁽⁸⁷⁾ :

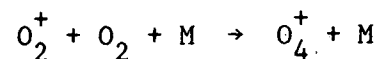


reactieconstante $k_5 = 1,7 \cdot 10^{-9} \text{ cm}^3 \text{ sec}^{-1}$.



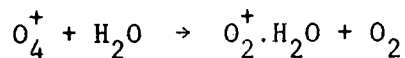
reactieconstante $k_6 = 5 \cdot 10^{-9} \text{ cm}^3 \text{ sec}^{-1}$.

Ook het andere primaire ion O_2^+ ondergaat een aantal identiteitsveranderingen. Een eerste reactie⁽⁸³⁾ waardoor de O_2^+ concentratie afgebouwd wordt is de dimeer-reactie van O_2^+ en O_2 met tussenkomst van een derde molecule $M(N_2, O_2, \text{enz.})$:



reactieconstante $k_7 = 2,5 \cdot 10^{-30} \text{ cm}^6 \text{ sec}^{-1}$.

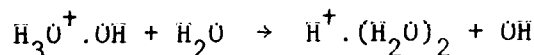
Aan deze reactie nemen natuurlijk ook de O_2^+ ionen deel die voortkwamen uit de reacties met N_2^+ . De dimeren O_4^+ verdwijnen vervolgens door een reeks reacties met water⁽⁸⁸⁾ :



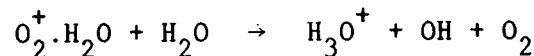
$$k_8 = 1,5 \cdot 10^{-9} \text{ cm}^3 \text{ sec}^{-1}$$



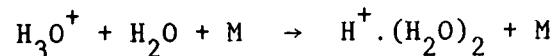
$$k_9 = 10^{-9} \text{ cm}^3 \text{ sec}^{-1}$$



$$k_{10} = 1,4 \cdot 10^{-9} \text{ cm}^3 \text{ sec}^{-1}$$



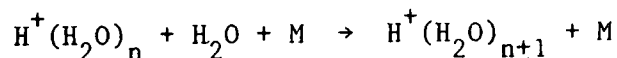
$$k_{11} = 2 \cdot 10^{-10} \text{ cm}^3 \text{ sec}^{-1}$$



$$k_{12} = 3,4 \cdot 10^{-27} \text{ cm}^6 \text{ sec}^{-1}$$

Als eindproduct van zowel de primaire ionen N_2^+ als O_2^+ hebben we dus via een serie opeenvolgende reacties en met de tussenkomst van H_2O ionen bekomen van de gedaante H_3O^+ en $H^+(H_2O)_2$, de zogenaamde proton-hydraten.

Nog verdere "cluster"-reacties met water zijn mogelijk die proton-hydraten opleveren met hogere massa⁽⁸⁶⁾ zijn mogelijk :



$$k_{13} = 2 \text{ à } 3 \cdot 10^{-27} \text{ cm}^6 \text{ sec}^{-1}$$

Mohnen⁽⁸⁹⁾ berekende de distributie van de massa der proton-hydraten voor verschillende hoogten en temperaturen in de atmosfeer :

Distributie van $H^+(H_2O)_n$ in % uitgedrukt
voor $n = 3, 4, 5, 6, 7$ en 8

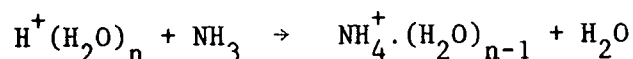
H	T	P	3	4	5	6	7	8
10	223	$2,67 \cdot 10^{-2}$	-	-	0,7	24,4	56	18,9
20	217	$5,20 \cdot 10^{-4}$	-	0,4	34,9	60,7	4	-
30	226	$3,33 \cdot 10^{-4}$	-	4,5	70,5	24,4	0,6	-
40	250	$5,86 \cdot 10^{-5}$	3,9	87,1	8,9	-	-	-

H = hoogte in km

T = temperatuur in °K

P = partiële druk van H_2O in mbar.

Bij al hetgeen voorafging is verondersteld dat alleen H_2O in aanmerking zou komen om zwaardere ionen te helpen vormen. Tot voor 1977 was de enige andere kandidaat waarvan sprake, NH_3 . Ammoniak⁽⁹⁰⁾⁽⁹¹⁾ heeft namelijk een hogere protonaffiniteit dan water en zal daarom protonhydraten kunnen afbreken tot ammonia-hydraten :



$$k_{14} = \text{ca. } 2 \cdot 10^{-9} \text{ cm}^3 \text{ sec}^{-1}$$

Het is niet uitgesloten dat NH_3 inderdaad in de stratosfeer voorkomt, maar daarvan is met de huidige analysetechnieken (infra-rood absorptie, luminescentie, e.d.) niets waargenomen. Bovendien is de hoeveelheid NH_3 die nodig is opdat bovenstaande reactie sneller zou verlopen dan de recombinitie met negatieve ionen, gelijk aan $5 \cdot 10^5 \text{ cm}^{-3}$, wat enorm weinig is. Immers, de tijdconstante τ_{14} moet dan kleiner zijn dan 10^3 seconden, of :

$$\tau_{14} = \frac{1}{k_{14}[NH_3]} < 10^3 \text{ sec.}$$

Vandaar dus :

$$[\text{NH}_3] > 5 \cdot 10^5 \text{ cm}^{-3}$$

Bovendien verschillen protonhydraten $\text{H}^+(\text{H}_2\text{O})_n$ en ammonia-hydraten $\text{NH}_4^+(\text{H}_2\text{O})_{n-1}$ slechts in 1 A.M.U. zodat het zeer moeilijk is deze van elkaar te onderscheiden in massaspectra met lage resolutie.

Tot besluit kunnen we zeggen dat er in de stratosfeer theoretisch protonhydraten te verwachten zijn en eventueel ammonia-hydraten, en dat de waarneming van deze laatste kan gebruikt worden om NH_3 te detecteren.

APPENDIX B : Theorie betreffende kwadrupolaire massafilters⁽⁹²⁾⁽⁹³⁾⁽⁹⁴⁾

B.1. Bewegingsvergelijking

De elektrodynamische, kwadrupolaire massafilters werden door Paul en al.⁽¹⁸⁾ voor het eerst toegepast, nadat vroeger al kwadrupolaire, magnetische velden waren gebruikt voor de focusering van ondermeer protonenbundels. Een elektrisch kwadrupoolveld heeft een potentiaalverdeling die in een assenstelsel (x, y, z) gegeven is door

$$\phi(x, y, z) = V_0 \cdot \frac{x^2 - y^2}{r_0^2}$$

In zo'n veld bekomt men als bewegingsvergelijking van een geladen deeltje met massa m en lading e :

$$\vec{F} = e \cdot \vec{E} = m \cdot \frac{d^2 \vec{r}}{dt^2} \quad \text{of} \quad \frac{d^2 \vec{r}}{dt^2} = \frac{-2e \cdot V_0}{mr_0^2} \cdot [x \cdot \vec{i}_x - y \cdot \vec{i}_y]$$

Dit leidt tot een stelsel van 3 differentiaalvergelijkingen tussen de 3 coördinaten x , y en z :

$$\ddot{x} + \left(\frac{2eV_0}{mr_0^2} \right) \cdot x = 0$$

$$\ddot{y} - \left(\frac{2eV_0}{mr_0^2} \right) \cdot y = 0$$

$$\ddot{z} = 0$$

Als het deeltje positief is en V_0 konstant en positief is, betekent dit dat het deeltje eenparig blijft bewegen in de z -richting, in de x -richting een harmonische beweging beschrijft en in de y -richting divergeert van de z -as. Indien men echter V_0 periodisch met de tijd laat variëren, dan zal het deeltje zowel in de x -as als in de y -richting harmonisch proberen te

bewegen en eventueel een stabiele baan beschrijven. Een geschikte keuze is $V_0 = U - V \cdot \cos \omega_0 t$, dus de som van een gelijkspanning en een wisselspanning met hoekfrequentie ω_0 .

In zo'n geval worden de bewegingsvergelijkingen van het geladen deeltje van de vorm :

$$\ddot{x} + \left[\frac{2 e U}{m r_0^2} - \frac{2 e V}{m r_0^2} \cdot \cos \omega_0 t \right] \cdot x = 0 \quad (1)$$

$$\ddot{y} - \left[\frac{2 e U}{m r_0^2} - \frac{2 e V}{m r_0^2} \cdot \cos \omega_0 t \right] \cdot y = 0 \quad (2)$$

$$\ddot{z} = 0$$

Beide differentiaalvergelijkingen (1) en (2) zijn terug te voeren tot een canonische vorm van de differentiaalvergelijking van Mathieu :

$$\frac{d^2 u}{dv^2} + (a - 2q \cdot \cos 2v) \cdot u = 0 \quad (3)$$

Inderdaad, stellen we

$$\omega t = 2\xi$$

en
$$a_x = \frac{8eU}{m \omega_0^2 r_0^2} = - a_y$$

en
$$2q_x = \frac{8eV}{m \omega_0^2 r_0^2} = - 2q_y$$

dan bekomen we :

$$\frac{d^2 x}{d\xi^2} + (a_x - 2q_x \cdot \cos 2\xi) \cdot x = 0$$

$$\frac{d^2 y}{d\xi^2} + (a_y - 2q_y \cdot \cos 2\xi) \cdot y = 0$$

B.2. Differentiaalvergelijking van Mathieu; stabiliteit

We mogen dus besluiten dat via de oplossing van 1 differentiaalvergelijking van Mathieu de bewegingsvergelijking van zowel de x- als de y-richting op te lossen is, zij het dan met verschillende a en q coëfficiënten. De oplossingen van de differentiaalvergelijking (3) volgen uit de toepassing van de stelling van Floquet en zien er uit als volgt :

$$u(v) = A \cdot e^{\mu v} \cdot \sum_{n=-\infty}^{+\infty} c_{2n} \cdot e^{j2nv} + B \cdot e^{-\mu v} \cdot \sum_{n=-\infty}^{+\infty} C_{2n} \cdot e^{-j2nv}$$

met A en B integratieconstanten.

Dergelijke oplossingen beschouwen we voortaan als stabiel indien $u(v)$ eindig blijft voor v -waarden strevende naar $+\infty$. De stabiliteit van $u(v)$ wordt enkel bepaald door de factoren $e^{\mu v}$ en $e^{-\mu v}$, omdat de andere factoren al periodieke functies in v zijn. Onstabiele oplossingen treden zeker op als μ reëel ($\neq 0$) of complex is want dan naderen $e^{\mu v}$ of $e^{-\mu v}$ zeker naar ∞ . Is μ daarentegen zuiver imaginair dan zijn de oplossingen zeker eindig. Is μ dus gelijk aan $j\beta$ en is β niet geheel dan stelt de som

$$\sum_{n=-\infty}^{+\infty} c_{2n} \cdot e^{j(2n+\beta)v}$$

alleen een periodieke functie voor (met periode $2\pi h$), als β een rationale breuk g/h is. In het andere geval (β niet rationeel) is de som geen periodieke functie. Waarden $\mu = j\beta$ met β geheel leveren periodieke functies met periode π of 2π op. We zullen deze periodieke oplossingen gebruiken om die waarden van a en q te bepalen die een randgeval van stabiliteit vormen. We zoeken nu verder zo'n periodieke functies $u(v)$. Daarvoor geldt :

$$u(v, a, q) = u\left(v + \frac{\pi}{2\pi}, a, q\right) \text{ voor alle } v.$$

Daarmee wordt het duidelijk dat voor de periodieke oplossingen er betrekkingen tussen a en q moeten bestaan. Alle a en q waarden van de differentiaalvergelijking (3) die deze oplossingen geven liggen dus in een (a, q) vlak op kurven die we hierna zullen berekenen. We kunnen zo'n verband $a(q)$ schrijven als een reeksontwikkeling :

$$a = \alpha_0 + \alpha_1 \cdot q + \alpha_2 \cdot q^2 + \dots = \sum_{k=0}^{\infty} \alpha_k \cdot q^k$$

Hierin is $\alpha_0 = a(q=0)$. $u(v, \alpha_0, 0)$ is dus een oplossing van de differentiaalvergelijking :

$$\frac{d^2 u}{dv^2} + \alpha_0 \cdot u = 0 \quad (4)$$

Ze levert een periodieke oplossing van de vorm $u(v) = \cos m v$ of $\sin m v$ indien $\alpha_0 = m^2$ met m geheel. $a = m^2$ is dus telkens een punt op a -as van de kurven $a(q)$ die we bedoelen. De betrekkingen $a(q)$ worden nu :

$$a(q) = m^2 + \sum_{k=1}^{\infty} \alpha_k \cdot q^k$$

Elke m waarde zal een periodieke oplossing opleveren. Nemen we als voorbeeld $m = 1$. De differentiaalvergelijking (4) heeft dan oplossingen van de vorm $u(v) = \cos v$ of $\sin v$. Proberen we $u(v) = \cos v$ en stellen we dat (4) niets anders is dan (3) waarin $q = 0$, dan mogen we schrijven dat :

$$u = \cos v + q \cdot f_1(v) + q^2 \cdot f_2(v) + q^3 \cdot f_3(v) + \dots \quad (5)$$

$$\text{en } \frac{d^2 u}{dv^2} = -\cos v + q \cdot f_1''(v) + q^2 \cdot f_2''(v) + q^3 \cdot f_3''(v) + \dots \quad (6)$$

$$\text{en } -2q \cdot \cos 2v \cdot u = -2q \cdot \cos 2v \cdot (\cos v + q \cdot f_1 + q^2 \cdot f_2 + q^3 \cdot f_3 + \dots) \quad (7)$$

Aangezien de som van de termen moet voldoen aan (3) voor alle waarden van q , moeten de coëfficiënten van de termen in q , q^2 , $q^3 \dots$ alle nul zijn. Dit laat toe de functies f_1 , f_2 , enz. te bepalen. Stellen we bijvoorbeeld de term in q gelijk aan nul, dan krijgen we :

$$f_1'' + f_1 - \cos 3v + (\alpha_1 - 1) \cdot \cos v = 0 \quad (8)$$

$f_1(v)$ moet ook periodisch zijn opdat tenslotte $u(v)$ periodisch zou wezen; daarom moet $\alpha_1 = 1$. Dan wordt (8) :

$$f_1'' + f_1 = \cos 3v$$

Dit geeft als oplossing :

$$f_1(v) = -\frac{1}{8} \cdot \cos 3v$$

Door op deze manier verder te werken voor de termen in q^k komt er tenslotte als oplossing $u(v, m=1)$:

$$u = \cos v - \frac{1}{8} \cos 3v \cdot q + q^2 \cdot \left(-\frac{1}{64} \cos 3v + \frac{1}{192} \cos 5v\right) + \dots$$

De daarmee overeenkomende betrekking tussen a en q , die we noteren als a_1 heeft dan de gedaante :

$$a_1(q) = 1 + q - \frac{1}{8} q^2 - \frac{1}{64} q^3 - \frac{1}{1536} q^4 + \dots$$

Analoog vindt men betrekkingen tussen a en q voor de andere waarden van m . Deze noteert men als $a_m(q)$, zo bijvoorbeeld :

$$a_2(q) = 4 + \frac{5}{12} q^2 - \frac{763}{13824} q^4 + \dots$$

Anderzijds kan men ook de periodische oplossingen $u(v)$ zoeken die zich herleiden tot $\sin mv$ voor $q = 0$, en dat voor verschillende waarden van m . Opnieuw krijgt men dan een aantal betrekkingen tussen a en q , die nu genoteerd worden als $b_m(q)$. Onder andere :

$$b_1(q) = 1 - q - \frac{1}{8} q^2 + \frac{1}{64} q^3 - \frac{1}{1536} q^4 + \dots$$

$$b_2(q) = 4 - \frac{1}{12} q^2 + \frac{5}{13824} q^4 + \dots$$

Het geval $m = 0$ is een speciaal geval. Indien men $u(v) = \text{konstante}$ nog als een periodieke functie aanneemt, dan is daarmee inderdaad nog aan (4) voldaan. De oplossing $u(v, q)$ ziet er dan uit als volgt :

$$u(v) = 1 - \frac{1}{2} q \cos 2v + \frac{1}{32} q^2 \cos 4v - \dots$$

De bijbehorende betrekking $a(q)$ is dan :

$$a_0(q) = -\frac{1}{2} q^2 + \frac{7}{128} q^4 - \frac{29}{2304} q^6 + \dots$$

In de literatuur bewijst men dat deze betrekkingen a_m en b_m in het a, q vlak gebieden begrenzen met (a, q) waarden die aanleiding geven tot stabiele oplossingen van de differentiaalvergelijking van Mathieu. Zo stelt figuur B.1 het stabiliteitsgebied voor van de vergelijking (3).

Keren we nu terug naar ons oorspronkelijk uitgangspunt, en noemen we nu voortaan

$$a = \frac{8eU}{m\omega_o^2 r_o^2} \quad \text{en} \quad q = \frac{4eV}{m\omega_o^2 r_o^2}$$

dan zien we dat we het stabiliteitsdiagramma van de x-richting en dat voor de y-richting in een a, q vlak kunnen tekenen op voorwaarde dat we het laatste diagramma spiegelen om de a- en de q-as (immers $a_x = -a_y$ en $q_x = -q_y$). Daar de stabiliteit moet bestaan voor beide componenten te samen, verkrijgen we het uiteindelijke stabiliteitsdiagramma van de beweging in een kwadrupolair veld door de intersectie van beide diagrammen.

B.3. Afwijkingen van de theorie

Tot nu toe hebben we de mathematische stabiliteit van de oplossingen bekeken. In de praktijk wordt het veld met potentiaal

$$\phi(x, y, z) = V_o \cdot \frac{x^2 - y^2}{r_o^2}$$

gerealiseerd door het metaliseren van de equipotentiaaloppervlakken gelegen op afstanden r_o langs de x- en de y-as. Deze electrodes worden daartoe gevoed met spanningen $U - V \cdot \cos \omega_o t$ en $-(U - V \cdot \cos \omega_o t)$. Hier ligt

de eerste afwijking tussen theorie en praktijk in besloten. Bij het stabiliteitsonderzoek werden de bewegingen van een geladen deeltje niet door materiële oppervlakken belemmert. In de realiteit zal een geladen deeltje, dat zich op een stabiele baan bevindt die een elektrode raakt, zijn lading verliezen en dus uit de circulatie verdwijnen. Alle mathematisch stabiele banen zijn daarom in de werkelijkheid niet allemaal stabiel. In de praktische konstruktie van kwadrupolen past men, in de plaats van de elektrodes met hyperbolische doorsnede, liever staven toe met cirkelvormige doorsnede die gemakkelijker te vervaardigen zijn. De equipotentiaaloppervlakken van dit veld benaderen echter zeer dicht de hyperbolische oppervlakken als de straal van de staven gekozen wordt als $1,148 r_0$.

Bovendien zal een werkelijk massafilter in de z-richting niet oneindig lang doorlopen, maar een zekere lengte bezitten. Aan beide kwadrupooluiteinden ontstaan daardoor franjevelden die de theorie komen verstoren. Ook beweegt een ion van een zekere massa maar een eindige tijd, die funktie is van de ionenergie, door het massafilter. Het is dus duidelijk dat, naast de verhouding U/V , ook de ionenergie een faktor is die de resolutie mee bepaalt.

APPENDIX C : VluchtgegevensC.1. Vlucht van 17 mei 1974 :

Lanceerplaats : Centre de lancement de ballons stratosphériques van de CNES (Centre National d'Etudes Spatiales) te Aire sur l'Adour, Landes, Frankrijk. (ASA)

Lanceertijd : 19.30 UT (universele tijd)

Stijgduur : 4h 35

Plafonddruk : 12,5 mbar

Plafondduur : 22 minuten

Terugkeer per parachute : 00.27 UT

Landingsplaats : Brassempoy.

C.2. Vlucht van 2 mei 1975 :

Lanceerplaats : ASA

Lanceertijd : 22.26 UT

Stijgduur : 2h 19

Plafonddruk : 3,6 mbar

Plafondduur : 2h 55

Terugkeer per parachute : 03.40 UT

Landingsplaats : Castelnaudary.

C.3. Vlucht van 22 september 1975 :

Lanceerplaats : ASA

Lanceertijd : 19.06 UT

Stijgduur : 2h 45

Plafonddruk : 4,7 mbar

Plafondduur : 2h 42

Terugkeer per parachute : 00.33 UT

Landingsplaats : Naucelle.

C.4. Vlucht van 12 juni 1977 :

Lanceerplaats : Centre de lancement de ballons stratosphériques van de
CNES te Gap-Tallard, Frankrijk.

Lanceertijd : 21.51 UT

Stijgduur : 1h 22

Plafonddruk : 131 mbar

Plafondduur : 29 minuten

Terugkeer per parachute : 23.42 UT

Landingsplaats : Pic du Grand Miceau in de Alpen.

C.5. Vlucht van 11 september 1977 :

Lanceerplaats : ASA

Lanceertijd : 18.06 UT

Stijgduur : 2h 09

Plafonddruk : 3,1 mbar

Plafondduur : 2h 10

Terugkeer per parachute : 22.25 UT

Landingsplaats : Mees.

C.6. Vlucht van 30 september 1977 :

Lanceerplaats : ASA

Lanceertijd : 18.26 UT

Stijgduur : 1h 36

Plafonddruk : 5,1 mbar

Plafondduur : 3h 26

Terugkeer per parachute : 23.38 UT

Landingsplaats : Brassac.

REFERENTIELIJST

- (1) M. NICOLET, Géophysique, Encyclopédie de la Pléiade, 1971, Ed. Gallimard.
- (2) P.M. BANKS en G. KOCKARTS, Aeronomy, deel A, 1973, Academic Press, New York.
- (3) S.L. VALLEY, Handbook of Geophysics and Space Environments, Mc Graw Hill, 1965, New York.
- (4) T. SHIMAZAKI en R.C. WHITTEN, A comparison of One-Dimensional Theoretical Models of Stratospheric Minor Constituents, Rev. Geophys. Space Phys., volume 14, 1976, blz. 1-12.
- (5) D.H. EHHALT, In Situ Measurements of Stratospheric Trace Constituents, Rev. Geophys. Sp. Phys., volume 16, 1978, blz. 217-224.
- (6) E.V. APPLETON en M.A.F. BARNETT, On some direct evidence for downward atmospheric reflection of electric rays, Proc. Roy. Soc., A109, 1925, blz. 621.
- (7) G. BREIT en M. TUVE, A test of the existence of the conducting layer, Phys. Rev., 28, 1926, blz. 554.
- (8) B. ROSSI, Cosmic Rays, 1964, Mc Graw-Hill Paperbacks in Physics, New York.
- (9) A.E. SANDSTROM, Cosmic Ray Physics, North Holland Publ. Co, Amsterdam, 1965, blz. 394.
- (10) L. THOMAS, The Lower Ionosphere, J. Atm. Terr. Phys., volume 33, 1971, blz. 157-195.
- (11) L.C. HALE, D.P. HOULT en D.C. BAKER, A summary of blunt theory and experimental results, Space Research VIII, 1968, North Holland, Amsterdam.
- (12) E.A. MECHTLY, L.G. SMITH en G.W. HENRY, Rocket Observations of the winter anomaly, Cospar Plenary Meeting, 1973, Constance.
- (13) G.W. PALTRIDGE, Experimental Measurements of the Small-Ion Density and Electrical Conductivity of the Stratosphere, J. Geoph. Res., volume 70, 1965, blz. 2751-2761.
- (14) H.U. WIDDEL, G. ROSE en R. BORCHERS, Results of Concentration and Mobility Measurements of Positively and Negatively Charged Particles Taken by a Rocket-Borne Parachuted Aspiration (Gerdien) Probe in the Height Region from 72 to 39 km, Pure Appl. Geophys., volume 84, 1971, blz. 154-160.

- (15) Charles CROSKEY, In situ measurements of the mesosphere and stratosphere, 1976, Scientific Report 442, Ionospheric Research Lab., Penn. State University
- (16) C.Y. JOHNSON, E.B. MEADOWS en J.C. HOLMES, Ion composition of the arctic ionosphere, J. Geophys. Res., 63, 1958, blz. 443-444.
- (17) R.S. NARCISI en A.D. BAILEY, Mass spectrometry in the D-region ionosphere - Apparatus, techniques en measurements, Environmental Research Papers, nr. 82, 1965, Air Force Cambridge Laboratories.
- (18) W. PAUL, H.P. RHEINHARD en U. Von ZAHN, Das elektrische Massenfilter als Massenspektrometer und Isotopentrenner, Z. Physik, 1958, blz. 143-182.
- (19) R.S. NARCISI, Mass spectrometer measurements in the ionosphere, Physics and Chemistry of the Upper Atmosphere, 1973, Reidel Publishing Co. Dordrecht.
- (20) R.S. NARCISI, A.D. BAILEY, L.E. WLODYKA en C.R. PHILBRICK, Ion composition measurements in the lower ionosphere during the November 1966 and March 1967 solar eclipses, J. Atmosph. Terres. Ph., vol. 34, 1972, blz. 647-658.
- (21) A.C. AIKIN en R.A. GOLDBERG, Metallic Ions in the Equatorial Ionosphere, J. Geoph. Res., volume 78, 1973, blz. 734-745.
- (22) R.A. GOLDBERG en A.C. AIKIN, Subsonic sampling of positive ion composition in the ionospheric D-region, EOS Trans. AGU, volume 53, 1972, blz. 1077.
- (23) P.A. ZBINDEN, M.A. HIDALGO, P. EBERHARDT en J. GEISS, Mass spectrometer measurements of the positive ion composition in the D- and E-regions of the ionosphere, Planet. Space Sci., vol. 23, 1975, blz. 1621-1642.
- (24) D. KRANKOWSKY, F. ARNOLD, H. WIEDER en J. KISSEL, The elemental and isotopic abundance of metallic ions in the lower E-region as measured by a cryogenically pumped mass spectrometer, Int. J. Mass Spectrom. Ion Phys., volume 8, 1972, blz. 379-390.
- (25) M. NICOLET and A.C. AIKIN, The formation of the D-region of the ionosphere, J. Geophys. Res., volume 65, 1960, blz. 1464-1483.
- (26) F.C. FEHSENFELD en E. FERGUSON, Origin of water cluster ions in the D-region, J. Geophys. Res., volume 74, 1969, blz. 2217 tot 2222.

- (27) R.S. NARCISI, Ion and neutral composition, measurements in the lower ionosphere, Cospar Symposium on Lower Ionospheric Structure, 1974, Akademie-Verlag, Berlin.
- (28) R.S. NARCISI, C. SHERMAN, C.R. PHILBRICK, D.M. THOMAS, D. BAKER en FREDERICO, Negative ion composition of the D- and E-regions during a PCA, Proc. Cospar Symp. on Solar Proton Event of November 1969.
- (29) R.S. NARCISI; A.D. BAILEY, L. DELLA LUCCA, C. SHERMAN en D.M. THOMAS, Mass spectrometric measurements of negative ions in the D- and lower E-regions, J. Atmos. Terres. Phys., volume 33, 1971, blz. 1147-1159.
- (30) F. ARNOLD; J. KISSEL, D. KRANKOWSKY, H. WIEDER en J. ZAHRINGEN, Negative ions in the lower ionosphere : a mass-spectrometric measurement, J. Atmos. Terres. Phys., volume 33, 1971, blz. 1169-1175.
- (31) D. KRANKOWSKY en F. ARNOLD, The Nature of Stratospheric Positive Ions, International Symposium on Solar Terrestrial Physics, 1974, Sao Paulo, Brazilië.
- (32) R.S. NARCISI en W. SWIDER, Mesospheric Neutral Constituents Deduced from PCA Ion Composition Measurements, EOS Trans. AGU, volume 54, 1973, blz. 382.
- (33) F. ARNOLD en D. KRANKOWSKY, Measurements of $H_2O_2^+$ in the D-region and Implications for the Mesospheric H_2O_2 , Geophys., Res. Letters, volume 1, 1974, blz. 243-245.
- (34) T.J. KENESHEA, R.S. NARCISI en W. SWIDER, Diurnal Model of the E-Region, J. Geophys. Res., volume 75, 1970, blz. 845-854.
- (35) F. ARNOLD, D. KRANKOWSKY en K.H. MARIEN, First mass spectrometric measurements of positive ions in the stratosphere, Nature, volume 267, 1977, blz. 30-32.
- (36) E.E. FERGUSON, Ion chemistry of the normal earth's stratosphere, The natural stratosphere of 1974, CIAP Monograph 1, 1974, blz. 5.24-5.54.
- (37) P. WARNECK, Cosmic radiation as a Source of Odd Nitrogen in the Stratosphere, J. Geophys. Res., volume 77, 1972, blz. 6589-6591.
- (38) Middle Atmosphere Program (MAP) Planning document, Planning Conference 21-24 juni 1976, Aeronomy Lab., Univ. Illinois.
- (39) G.C. REID, Ice particles at the summer polar mesopause, AM. Geophys. Union, volume 55, 1974, blz. 376.

- (40) E.T. CHESWORTH, The role of ice particulates in the electrofocation of the air in the mesosphere, Ph. D. thesis, Penn. State Univ., Department of Physics.
- (41) R. SIKSNA, Relations between general and atmospheric physics, particularly concerning atmospheric ions, *Aerosol Science*, Volume 2, 1971, blz. 141-144.
- (42) R. SIKSNA, Water clathrates II, Report of Uppsála Universitet, 1973, Institutet för Högspänningsforskning.
- (43) R.S. NARCISI, Composition Studies of the Lower Ionosphere, in *Physics of the Upper Atmosphere*, 1971, Editrice Compositori, Bologna.
- (44) V.A. MOHNEN en C.S. KIANG, Assessment of ion-induced stratospheric aerosol formation, inwendig rapport van : Atmospheric Sciences Research Center Univ. of New York, Albany.
- (45) U.S. Standard Atmosphere, 1976.
- (46) A. ROTH, *Vacuum Technology*, 1976, North-Holland Publ. Co., Amsterdam.
- (47) R.P. HENRY, Cours de Science et Technique du Vide - Génie du Vide, Supplement bij "Le Vide", volume 24, 1969.
- (48) S. DUSHMAN, Scientific foundations of vacuum technique, J. Wiley and Sons, 1962, New York.
- (49) R.O. WOODS en T.K. DEVLIN, A cryopumping system for a balloon borne mass spectrometer, *Rev. Sci. Instr.*, volume 45, 1974, blz. 136-127.
- (50) F.E. WHITE, Fast opening high vacuum valve for atmospheric sampling, *Rev. Sci. Instr.*, volume 47, 1976, blz. 641.
- (51) C.Y. JOHNSON et al., A method for measuring temperature directly in the upper atmosphere with a rocket borne magnetic mass spectrometer, *Geophys. Res.*, volume 65, 1960, blz. 2996.
- (52) R.B. THORNESS en A.O. NIER, Device for remote opening of vacuum system, *Rev. Sci. Instr.*, volume 33, 1962, blz. 1005.
- (53) H.J. ARENDS en A.A. GONFALONE, Mechanical opening system for vacuum tubes in space environment, *Rev. Sci. Instr.*, volume 47, 1976, blz. 153.
- (54) J. INGELS, E. ARIJS, D. NEVEJANS, H.J. FORTH en G. SCHAFER, Liquid helium cryopump and reliable opening device for a balloon-borne mass spectrometer, *Rev. Sci. Instrum.*, volume 49, 1978, blz. 782-784.

- (55) P.A. ZBINDEN, "Ein Massenspektrometer mit Cryopumpe zur Messung der positiven Ionen in der unteren Ionosphäre", 1971, Inaugural-dissertation, Universität Bern.
- (56) E. ARIJS en D. NEVEJANS, Programmable control unit for a balloon-borne quadrupole mass spectrometer, Rev. Sci. Instrum., Vol. 46, 1975, blz. 1010 tot 1015.
- (57) G.H. WANNIER, Motion of ions in strong electric fields, Bell System Tech. J., volume 32, 1953, blz. 170-254.
- (58) D.A. PARKES, Electron Attachment and Negative Ion-Molecule Reactions in Pure Oxygen, Transactions of Faraday Society, volume 67, 1971, blz. 711-729.
- (59) C. SHERMAN en L.W. PARKER, Potential due to a Circular Double Disk, J. Appl. Phys., volume 42, 1971, blz. 870-872.
- (60) L.J. PUCKET en M.W. TEAGUE, Production of $H_3O^+ + nH_2O$ from NO^+ Precursor in $NO-H_2O$ Gas Mixtures, J. Chem. Phys., volume 54, 1971, blz. 2564-2572.
- (61) H.B. MILLOY en M.T. ELFORD, Mass Discrimination in Ion Sampling from Drift Tubes, International Journal of Mass Spectrometry and Ion Physics, volume 18, 1975, blz. 21 tot 31.
- (62) J.B. HASTED, Mass-Spectrometric monitoring of ions in plasmas and swarms, International Journal of Mass Spectrometry and Ion Physics, volume 16, 1975, blz. 3 tot 14.
- (63) R.F. WEBER en L.F. CORDES, A luminosilicate Alkali Ion Sources, Rev. Sci. Instr., volume 37¹, 1966, blz. 112-113.
- (64) E.H. HIRSCH en I.K. VARGA, Thermoionic emission of positive ions from alkali tantalates, J. Phys. D., Appl. Phys., volume 7, 1974, blz. 2355.
- (65) L. TONKS, H.M. MOTT-SMITH en I. LANGMUIR, Phys. Rev., volume 28, 1926, blz. 104.
- (66) R. KRONIG, Leerboek der Natuurkunde, 1966, blz. 624, Scheltema en Holkema NV, Amsterdam.
- (67) B.M. OLIVER, J.R. PIERCE en C.E. SHANNON, Philosophy of PCM, Proc. IRE, volume 36, 1948, blz. 1324.
- (68) E. ARIJS, J. INGELS en D. NEVEJANS, Mass spectrometric measurement of the positive ion composition in the stratosphere, Nature, Volume 271, N° 5646, 1978, blz. 642-644.

- (69) F. ARNOLD, H. BOHRINGEN en G. HENSCHEN, Composition Measurements of Stratospheric Positive Ions, *Geophysical Research Letters*, volume 5, 1978, blz. 653-656.
- (70) M.A. HANEY en J.L. FRANKLIN, Mass spectrometric determination of proton affinities of various molecules, *J. Phys. Chem.*, volume 73, 1969, blz. 4328.
- (71) E. FERGUSON, Sodium Hydroxide Ions in the Stratosphere, *Geophysical Research Letters*, zal weldra verschijnen.
- (72) P. KEBARLE, Ion Thermochemistry and Solvation from Gas Phase Ion Equilibria, *Ann. Rev. Phys. Chem.*, volume 28, 1977, blz. 445-476.
- (73) G. MEGIE, F. BOS, J.E. BLAMONT en M.L. CHANIN, Simultaneous nighttime lidar measurements of atmospheric sodium and potassium, *Planet. Space Sci.*, volume 26, 1978, blz. 27-35.
- (74) G. MEGIE en J.E. BLAMONT, Laser sounding of atmospheric sodium, interpretation in terms of global atmospheric parameters, *Planet. Space Sci.*, volume 25, 1977, blz. 1093-1109.
- (75) G.C. RAID, Ion Chemistry in the D-region, *Adv. in Atomic and Molecular Phys.*, volume 12, 1976, blz. 375-413.
- (76) L. THOMAS, Recent developments and outstanding problems in the theory of the D-region, *Radio Science*, volume 9, 1974, blz. 121-136.
- (77) F. ARNOLD en D. KRANKOWSKY, Ion composition and Electron and Ion Loss Processes in the Earth's Atmosphere, *Dynamical and Chemical Coupling between the Neutral and Ionized Atmosphere*, 1977, D. Reidel Publ. Co.
- (78) W. WEBBER, The production of Free Electrons in the Ionospheric D-Layer by Solar and Galactic Cosmic Rays and the Resultant Absorption of Radio Waves, *J. Geophys. Res.*, volume 67, 1962, blz. 5091-5106.
- (79) D. SMITH en M.J. CHURCH, Ion-ion recombination rates in the Earth's atmosphere, *Planet. Space Sci.*, volume 25, 1977, blz. 433-439.
- (80) L. SMIRNYKH, Experimental Determination of Ion Concentration, in Nigth Time D-region, *Cosmic Res.*, 1976, blz. 145-148.
- (81) G. ROSE en H.V. WIDDEL, Results of concentration and mobility measurements for positively and negatively charged particles taken between 85 km and 22 km in sounding rocket experiments, *Radio Science*, volume 7, 1972, blz. 81-87.

- (82) E.E. FERGUSON, D.K. BOHME, F.C. FEHSENFELD en D.B. DUNKIN, Temperature Dependence of Slow Ion-Atom Interchange Reactions, *J. Chem. Phys.*, volume 50, 1969, blz. 5039-5040.
- (83) A. GOOD, Third Order Ion-Molecule Clustering Reactions, *Chem. Rev.*, volume 75, 1975, blz. 561-583.
- (84) D.B. DUNKIN, F.C. FEHSENFELD, A.L. SCHMELTEKOPF en E.E. FERGUSON, Three-Body Association of NO^+ with O_2 , N_2 and CO_2 , *J. Chem. Phys.*, volume 54, 1971, blz. 3817-3822.
- (85) C.J. HOWARD, H.W. RUNDLE en F. KAUFMAN, Gas Phase Reaction Rates of Some Positive Ions with Water at 296°K, *J. Chem. Phys.*, volume 53, 1970, blz. 3745-3751.
- (86) A. GOOD, D.A. DURDEN en P. KELARLE, Ion Molecule Reactions in Pure Nitrogen and Nitrogen Containing Traces of Water at Total Pressure of 0,5 - 4 Torr. Kinetics of Clustering Reactions Forming $\text{H}^+(\text{H}_2\text{O})_n$, *J. Chem. Phys.*, volume 52, 1970, blz. 212-222.
- (87) J.A. BURT, J.L. DUNN, M.J. McEWAN, M.M. SUTTON, A.E. ROCHE en H.I. SCHIFF, Some Ion-Molecule Reactions of H_3^+ and the Proton Affinity of H_2 , *J. Chem. Phys.*, volume 52, 1970, blz. 6062-6075.
- (88) C.J. HOWARD, V.M. BIERBAUM, H.W. RUNDLE en F. KAUFMAN, Kinetics and Mechanism of the Formation of Water Cluster Ions from O_2^+ and H_2O , *J. Chem. Phys.*, volume 57, 1972, blz. 3491-3497.
- (89) V.A. MOHNEN, Discussion of the formation of major positive and negative ions up to the 50 km level, *Pure and Applied Geophysics*, volume 89, 1971, blz. 141-153.
- (90) R. YAMDAGNI en P. KELARLE, Gas-Phase Basicities and Proton Affinities of Compounds between Water and Ammonia and Substitued Benzenes from a Continuous Ladder of Proton Transfer Equilibria Measurements, *J. Am. Chem. Soc.*, volume 98, 1976, blz. 1320-1324.
- (91) F.C. FEHSENFELD en E.E. FERGUSON, Thermal energy positive ion reactions in a wet atmosphere containing ammonia, *J. Chem. Phys.*, volume 59, 1973, blz. 6272-6276.
- (92) A. ANGOT, Compléments de mathématiques, Ed. de la Revue d'Optique, 1965, Parijs, blz. 469-477.
- (93) N.W. McLACHLAN, Theory and Application of Mathieu Functions, Dover Publications, Inc., 1964, New York.
- (94) P.H. DAWSON, Quadrupole Mass Spectrometry and its Applications, Elsevier Scientific Publ. Co., 1976, Amsterdam.