

# KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

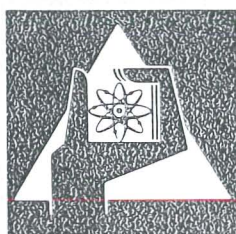
März 1977

KFK 2319  
EUR 5504d

Institut für Radiochemie  
Projekt Spaltstoffflußkontrolle

## Einsatz eines vollautomatischen Massenspektrometers in der Spaltstoffflußkontrolle

M. Wilhelmi  
Gesellschaft für Kernforschung m.b.H., Karlsruhe  
B. Brandalise, L. Koch, C. Rijkeboer, M. Romkowski  
Europäisches Institut für Transurane (EURATOM), Karlsruhe



GESELLSCHAFT  
FÜR  
KERNFORSCHUNG M.B.H.

KARLSRUHE

Als Manuskript vervielfältigt

Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

GESELLSCHAFT FÜR KERNFORSCHUNG M. B. H.  
KARLSRUHE

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

KFK 2319

EUR 5504 d

Institut für Radiochemie  
Projekt Spaltstoffflußkontrolle

Einsatz eines vollautomatischen Massenspektrometers  
in der Spaltstoffflußkontrolle

M. Wilhelmi,  
Gesellschaft für Kernforschung m.b.H., Karlsruhe

B. Brandalise, L. Koch, C. Rijkeboer, M. Romkowski,  
Europäisches Institut für Transurane (EURATOM), Karlsruhe

Gesellschaft für Kernforschung m.b.H., Karlsruhe



## ZUSAMMENFASSUNG

Die massenspektrometrische Analyse von Kernbrennstoffen, häufig kombiniert mit der Isotopenverdünnungstechnik, stellt ein wichtiges Mittel in der Qualitätskontrolle sowie der Spaltstoffflußkontrolle des Kernbrennstoffzyklus dar.

Höhere Genauigkeit, größerer Probendurchsatz bei verbesserter Objektivierbarkeit und Datenschutz bilden Kernforderungen der Spaltstoffflußkontrolle und führten zur Automation eines Massenspektrometers, die sich erstreckt auf eine kontinuierliche Probeneingabe mittels einer Hochvakuumchleuse mit nachfolgendem Aufheizen, Fokussieren und Messen der Probe, sowie der endgültigen Auswertung der Meßdaten (wobei Alphaspektrometrie und die Gewichte der Isotopenverdünnungstechnik mitberücksichtigt werden). Dazu wurde ein Serien - CH 5 - Massenspektrometer von VARIAN MAT so geändert, daß es von einem VARIAN 620/I Computer gesteuert werden konnte. Daran wurde die neuentwickelte Dreikammerhochvakuumchleuse angeschlossen. Die endgültige Auswertung der Analysen erfolgt durch eine IBM 370. Seit einem Jahr wird dieses System für die Isotopenanalyse von U, Pu und Nd angewandt. Größere Fehler in der Hardware traten nicht auf. Jedoch mußten die Rechenprogramme ständig verbessert werden, entsprechend den sich ändernden Charakteristiken der Proben.

Verglichen mit der normalen manuellen Bedienung ist der Automat betreffend Durchsatz und Analysengeschwindigkeit für Serien gleicher Proben, überlegen. Zusätzlich macht der Automat das Analysenverfahren objektiver. Die vollständige Auswertung der Analyse durch einen Rechner gewährt eine bessere Datensicherheit.

## ABSTRACT

### EMPLOYMENT OF A COMPLETELY AUTOMATED MASS SPECTROMETER IN FISSILE MATERIAL CONTROL

Mass spectrometry of nuclear fuels is frequently combined with the isotope dilution technique and constitutes an important tool in the quality control and safeguarding of the nuclear fuel cycle. The demand for higher accuracy and a shorter delay in the analysis together with better objectifiability and data security needed in safeguards, lead to the automation of a mass spectrometer. Starting with a continuous feeding of samples via a high vacuum lock and including the subsequent heating, focussing and scanning of the samples as well as the final evaluation of the source data (taking alpha spectrometry and the weights required for the isotope dilution technique into account), the mass spectrometric procedure was completely automated. For this purpose, a serial CH-5 instrument of VARIAN MAT was modified to be operated by a VARIAN 620/I computer. A newly developed three chamber high vacuum lock was attached to this system and the final evaluation is made with an IBM 370. The system has been used in operation for the isotope analysis of U, Pu and Nd for one year. Major breakdowns of the hardware did not occur, however, the computer programmes had to be steadily improved according to the changing characteristics of the samples.

Compared to manual operation, the automat is superior in its throughput and speed of analysing series of similar samples. The automatic procedure objectifies the analysis and the complete computer evaluation ensures a better data security.



## INHALTSVERZEICHNIS

		Seite
1.	Problemstellung	1
1.1	Umfang der Arbeit	1
1.2	Vorgenommene Veränderung und Neuentwicklungen	6
2.	Technische Beschreibung des automatischen Massenspektrometers	10
2.1	Aufbau der Hardware	11
2.1.1	Analoge Datenerfassung	11
2.1.2	Heizbandregelung	13
2.1.3	Fokussierung	13
2.1.4	Analoger Kontrollkreis	15
2.1.5	Magnetfeldsteuerung zur Masseneinstellung	16
2.2	Beschreibung der einzelnen Bausteine	18
2.2.1	Umschaltbarer Verstärker	18
2.2.2	Integrierendes Meßsystem	19
2.2.3	Digital-Analog-Wandler	21
2.2.4	Analog-Digital-Wandler	22
2.2.5	Relaiskontroller	23
2.2.6	Stepping Motor Controller	24
2.3	Automatische Hochvakuumschleuse	25
2.3.1	Probentransport	34
2.3.2	Heizung	36
3.	Software	38
3.1	Systemsoftware	38
3.1.1	Aufbau des EKOSMIC	39
3.1.2	Syntax des EKOSMIC	40
3.1.3	Datenformat	40
3.2	Betriebssystem KOS 3	42
3.2.1	Bedienung des Datensystems	44
3.2.2	Anwendungssoftware	46

	Seite	
3.2.2.1	Parametereingabeprogramme	46
3.2.2.2	Eichprogramme	63
3.2.2.3	Aufheiz- und Datenerfassungsprogramme	67
3.2.2.4	Verknüpfungsprogramme	78
3.2.2.5	Testprogramme	82
4.	Meßablauf	84
4.1	Hochvakuumschleusensystem	84
4.2	Automatisches Massenspektrometer	92
5.	Erfahrungsauswertung	102
5.1	Zuverlässigkeit bei Betrieb des automatischen Massenspektrometers	102
5.2	Genauigkeit der Isotopenanalyse	103
5.3	Objektivierbarkeit und Datensicherheit	104
6.	Literatur	107



## 1. PROBLEMSTELLUNG

Die Massenspektrometrie nimmt eine Schlüsselstellung bei der Analyse von Kernbrennstoffen ein. Im Brennstoffzyklus ändert sich häufig die Isotopenzusammensetzung der Kernbrennstoffe (durch Anreicherungsprozesse, Mischen während der Brennstofffabrikation und Wiederaufarbeitung, radioaktiven Zerfall in- und außerhalb des Reaktors, sowie Transmutationen im Reaktor). Deshalb ist eine Isotopenanalyse, sowohl im Rahmen einer strengen Qualitätskontrolle während der Brennelementherstellung als auch während der Spaltstoffflußkontrolle nötig. Zusätzlich benötigt man Isotopenanalysen in verschiedenen Abschnitten des Brennstoffzyklusses, um die Brennstoffeinsatzplanung zu optimieren und Abbrandverfolgungsrechnung zu kontrollieren.

Die Bedingungen für eine Analyse, die sich aus den oben erwähnten Forderungen ergeben, sind mehr oder weniger gleich. [1].

Es müssen gewährleistet sein:

- Hohe Genauigkeit
- Geringe Analysenkosten
- Großer Probendurchsatz
- Hohe Datensicherheit

Die beiden letztgenannten Kriterien sind insbesondere für eine Spaltstoffflußkontrolle von Bedeutung.

### 1.1 Umfang der Arbeit

Der Umfang einer Isotopenanalyse, die die Isotopenverdünnungstechnik mitbeinhaltet, ist aus der (Abb. 1) ersichtlich.

Beginnend mit einer chemischen Probenvorbereitung, die ein

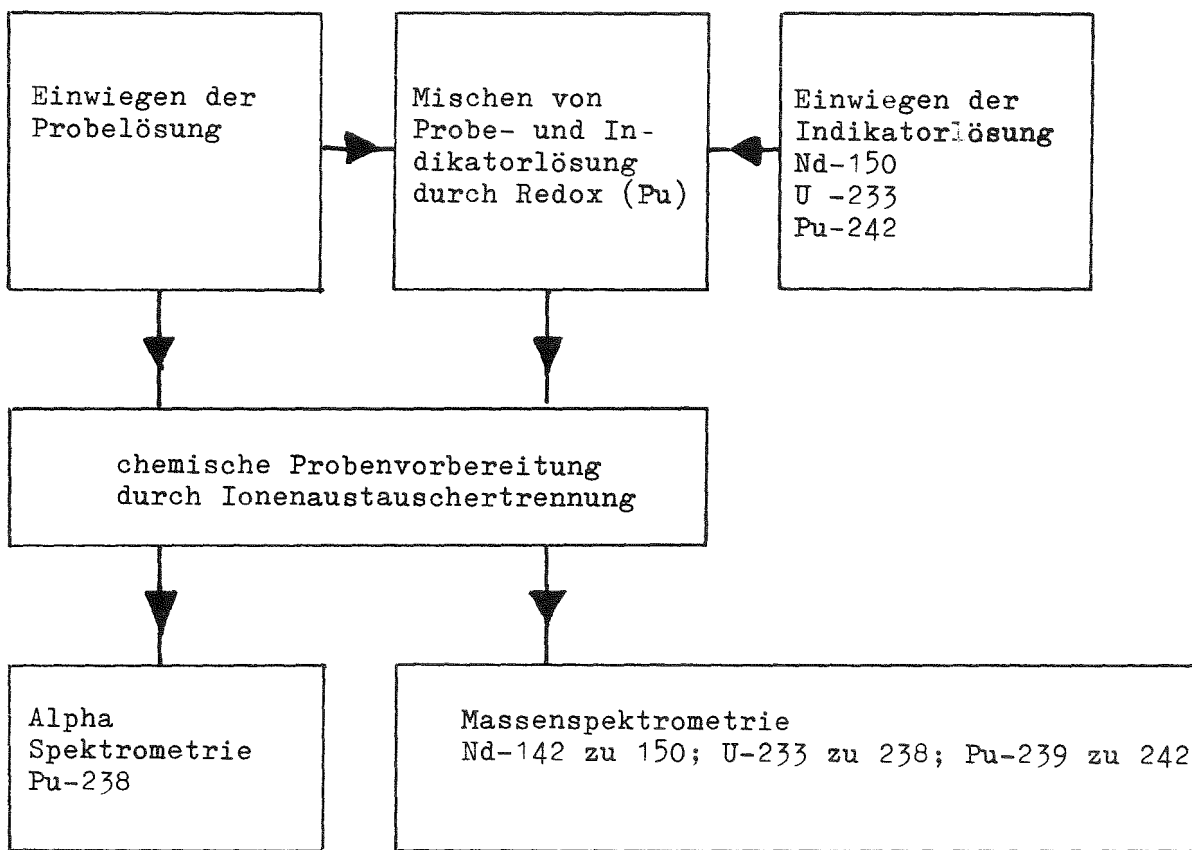
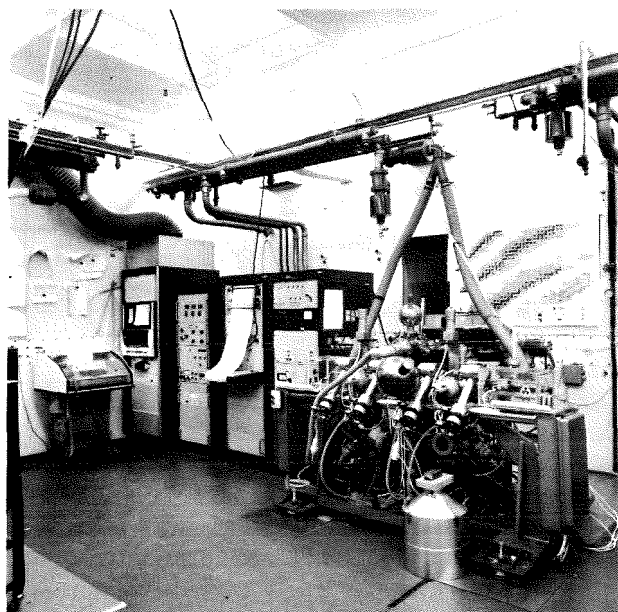


Abb. 1 Schema der Isotopenanalyse mit Isotopenverdünnung

sorgfältiges Mischen der Isotopen in Probe und Indikator erfordern, wird die Probe bzw. die Mischung aus Probe und Indikator auf das Bändchen des Massenspektrometerprobenhalters gebracht. Dies muß unter definierten Bedingungen geschehen, die sowohl die Molarität der Säure der Aufbringlösung, die Menge des zu analysierenden Elementes und die geometrische Position der Probe auf dem Bändchen beinhaltet. Die Aufeinanderfolge der einzelnen massenspektrometrischen Messungen ist bedingt durch die Proben und wurde im Einzelnen näher analysiert [2]. Die Verarbeitung der massenspektrometrischen Daten erfolgt zusammen mit denen des  $\alpha$ -Spektrometers, der Waage (Gewichte der Isotopenverdünnung) und einiger Parameter, die spezifisch für die Analyse sind.

Es gibt eine Reihe von Verfahren, die in der Vergangenheit für diese Art von Analyse entwickelt wurden u. die z.T. spezifisch für das Probenmaterial sind. Von ihnen wurden einige Verfahren ausgesucht, die sich, nachdem sie etwas modifiziert wurden, standardisieren ließen, um so eine Automation zu ermöglichen [3, 4, 5]. Dabei wurde so vorgegangen, daß man zur chemischen Vorbereitung der Proben immer dieselbe Technik (Ionenaustauscher) benutzen konnte. Das Kernstück der automatischen Analyse, das Massenspektrometer, sollte dabei in allen seinen Funktionen automatisiert werden, d.h. nicht nur die Messung selber, sondern auch die einzelnen Schritte zuvor, wie das Aufheizen der Probe, Fokussieren etc. Außerdem sollten, wenn immer möglich, von einem Bändchen mehrere Elemente auf ihre Isotopenhäufigkeit analysiert werden können, insbesondere U, Pu, Nd.

Im folgenden wird beschrieben, wie dieses Problem gelöst wurde, und zwar in enger Zusammenarbeit mit dem Europäischen Institut für Transurane, der Gesellschaft für Kernforschung (Institut für Radiochemie) und VARIAN MAT. Die Arbeit wurde zu einem großen Anteil von dem Projekt Spaltstoffflußkontrolle der Gesellschaft für Kernforschung unterstützt. Die neuen Komponenten des Massenspektrometers wurden **ebenso wie die** dazugehörige Software, bei VARIAN MAT in Bremen entwickelt. Der größte Teil der Hochvakuumschleuse wurde von NTG (Nuklear Technik) in Hailer gebaut. Im Europäischen Institut für Transurane schließlich wurden die Komponenten einzeln getestet, wenn nötig verbessert und später zusammengefügt (Abb.2).



**Abb. 2    Automatisches Massenspektrometer mit  
gekoppelter Hochvakuumschleuse**

Abb. 3

AUFHEIZUNG DES IONISIERUNGSBÄNDCHENS

VORHEIZEN DES VERDAMPFERBÄNDCHENS

FOKUSSIERN AUF DIE MASSE 187 (RHENIUM)

AUFHEIZEN DES VERDAMPFERBÄNDCHENS

FOKUSSIERN AUF URAN

PRÜFEN DER INTENSITÄT UND STABILITÄT DES IONENSTROMS schlecht

↓ gut

1. URANMESSUNG

HÖHER HEIZEN DES VERDAMPFERBÄNDCHENS

FOKUSSIERN AUF PLUTONIUM

PRÜFEN DER INTENSITÄT UND STABILITÄT DES IONENSTROMS gut

↓ schlecht

FOKUSSIERN AUF URAN

PRÜFEN DER INTENSITÄT UND STABILITÄT DES IONENSTROMS

↓ gut

2. URANMESSUNG

HÖHER HEIZEN DES VERDAMPFERBÄNDCHENS

FOKUSSIERN AUF PLUTONIUM

PRÜFEN DER INTENSITÄT UND STABILITÄT DES IONENSTROMS

↓ gut

1. PLUTONIUMMESSUNG

.  
. .  
. .  
. .

Das Verdampferbändchen wird höher geheizt und dabei geprüft, ob weitere Uran- und Plutonium-Messungen möglich sind. Sie werden ggf. wiederholt.

## 1.2 Vorgenommene Veränderungen und Neuentwicklungen

Der Ablauf massenspektrometrischer Untersuchungen von Uran-, Plutonium- und Neodymproben wurde wie folgt automatisiert: Die Proben werden eingeschleust und die dazugehörigen Daten eingegeben, wonach ohne weiteren Eingriff die fertigen Meßergebnisse ausgeworfen werden.

Umfangreiche Erfahrungen manuell gesteuerter massenspektrometrischer Analysen lagen vor. Grundlagen der Arbeiten waren Untersuchungen des Ablaufs massenspektrometrischer Messungen, ( Abb. 3 ) die in Form eines Flowsheets niedergelegt waren [2]. Einen Ausschnitt aus diesem Flowsheet zeigt (Abb. 4.1 ÷ 4.3). Ausgehend von einem kommerziellen Standard-Massenspektrometer umfaßten die Arbeiten zur Automatisierung die Veränderung bzw. Neuentwicklung folgender Einheiten:

- Das kontinuierliche Aus- und Einschleusen und Vorwärmheizen der zu messenden Proben in einer hierzu gesondert entwickelten Hochvakuumschleuse.
- Die Steuerung der Bändchenheizung.
- Die Steuerung der Quellenpotentiale für die Fokussierung der Ionenquelle.
- Erfassung der Ionenstromsignale mit Hilfe von Gleichstromverstärkern und anschließender Digitalisierung mit einem integrierenden Meßsystem.
- Eine Magnetfeldsteuerung, die ein programmgesteuertes Peak-Springen bzw. Einstellung auf die zu messende Masse erlaubt.
- Die Datenerfassung und Datenverarbeitung. Hierzu wurde eine Programmiersprache EKOSMIC entwickelt, mit deren Hilfe auch die Programmabläufe des Massenspektrometers gesteuert werden.

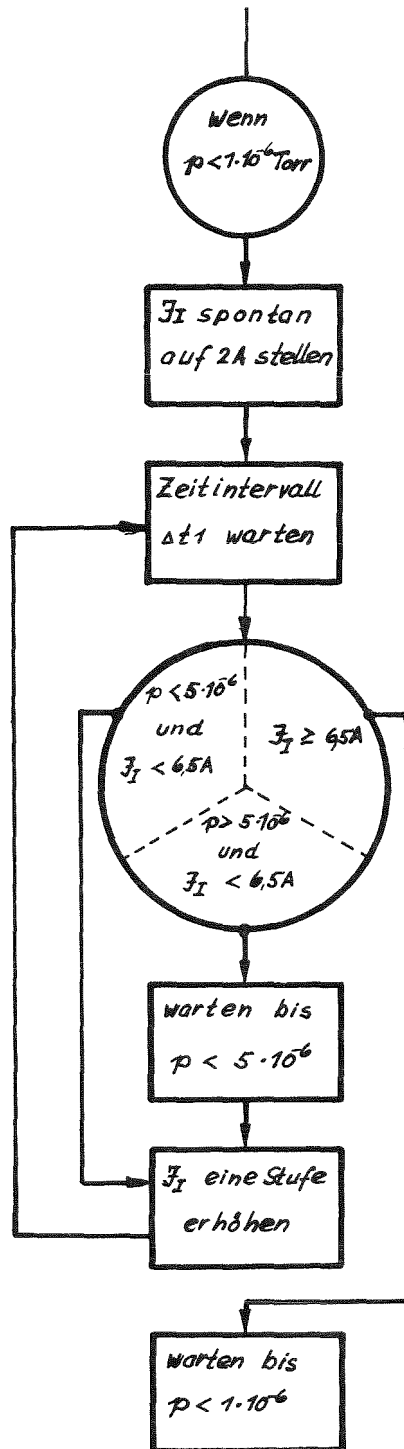
Programmteil  
Schritt Nr.

Einzelvorgang

Bemerkungen

I. Voraufheizung Ionisierungsband

1  
2  
3  
4  
5  
6  
7



Abfangen des 1. Druck-  
stosses nach Erhöhung  
von  $I_I$   $\Delta t_1 \approx 15$  sec

Der Schwellwert von  $I_I$  (mit  
6.5A angenommen) muss dem  
verwendeten Rhenium-  
bändchen entsprechend  
vorgegeben werden.

b.



II. Voraufh. Verdampfer

III. Fokussierung auf Rhenium

Abb. 4.2

8  
a,b

9

10  
a,d

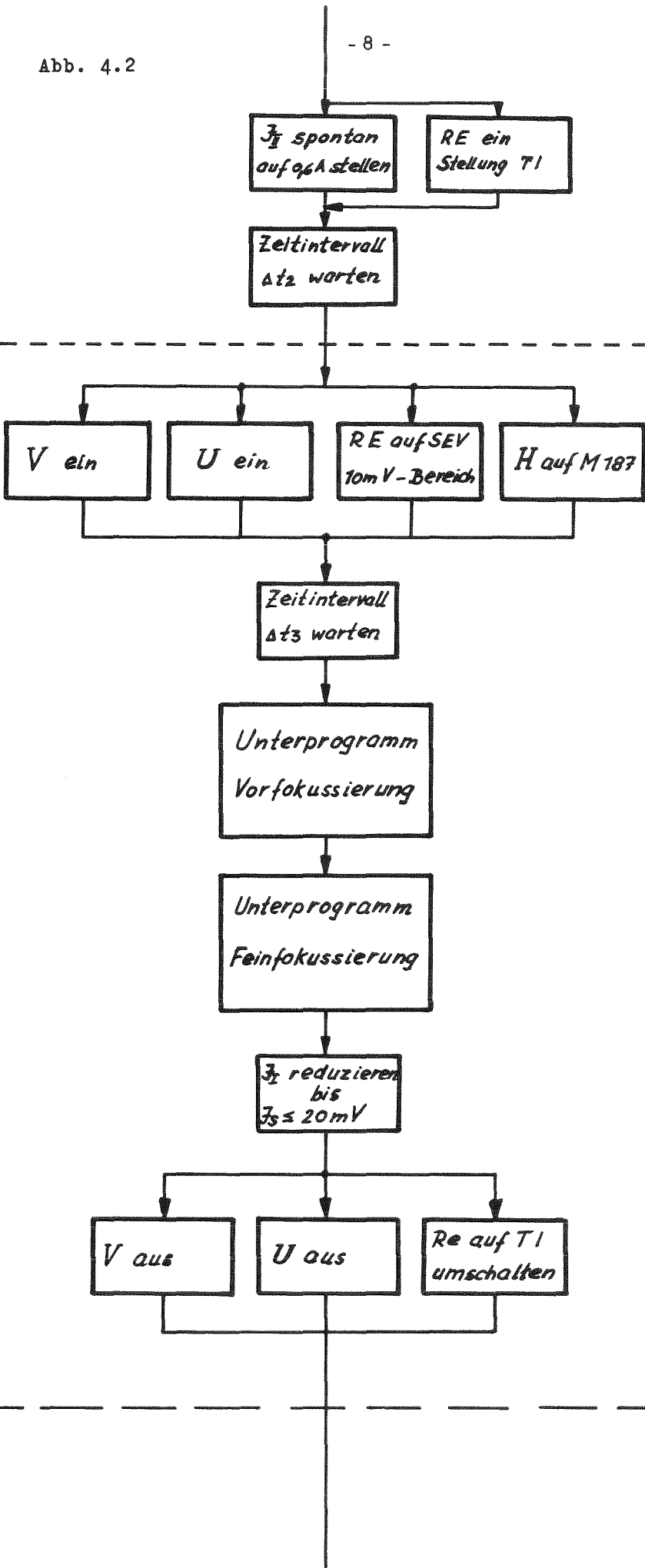
11

12

13

14

15  
a-c



Abfangen des 1. Druckstosses nach Erhöhung von  $J_f$   
 $\Delta t_2 \approx 10 \text{ sec.}$

Zeitintervall zur Stabilisierung der Geräte  $\Delta t = 10 \text{ sec.}$

Abb. 4.3

IV. Endaufheizung Verdampferband

16

17

18

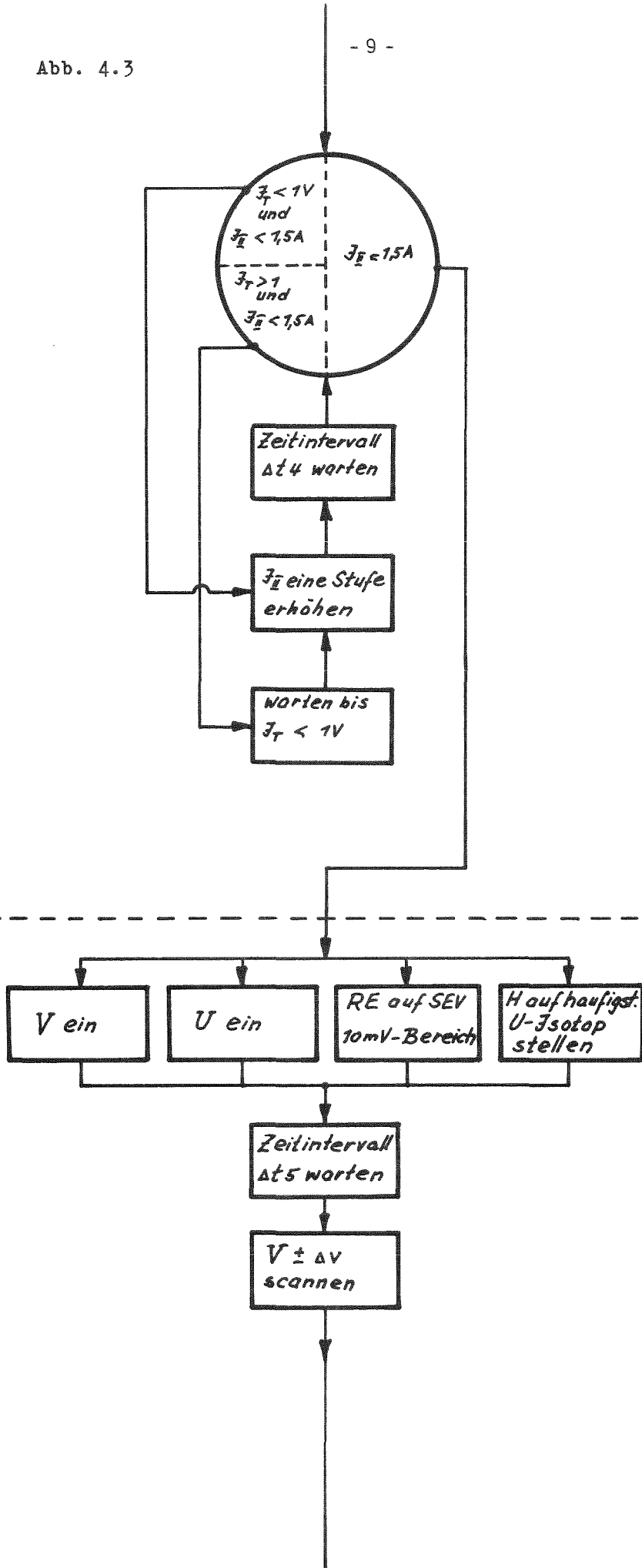
19

20  
a-d

21

22

Uran



$\Delta t_4 = 90 \text{ sec.}$

Häufigstes U-Isotop muß vorgegeben werden

Zeitintervall zur Stabilisierung der Geräte  $\Delta t_5 = 70 \text{ sec}$

Spannungsintervall  $\Delta V$  empirisch festlegen

## 2. TECHNISCHE BESCHREIBUNG DES AUTOMATISCHEN MASSENSPEKTROMETERS.

Die oben aufgezeigte Problemstellung konnte durch folgende Konfiguration gelöst werden:

- Ausgehend von einem CH 5- Thermionen Massenspektrometer \*) wurden einige Einschübe, Dreibandregler, Spannungsteiler, Hochspannungsgerät, Magnetfeldregler und eine Feldsonde so geändert bzw. neu entwickelt, daß sie durch einen Prozessrechner gesteuert werden können.
- Ein Rechnersystem bestehend aus einem VDM 620 i \*\*), ausgerüstet mit einem 12 K Kernspeicher, Power Failure Restart (PF/R), Real Time Clock (RTC), Priority Interrupt Module (PIM), Buffer Interlace Controller (BIC) dient zur Steuerung und zur Datenverarbeitung.
- Als Peripherie sind eine
  - a) Festkopffplatte, 246 K Worte Speicherkapazität
  - b) ein optischer Lochstreifenleser
  - c) eine Fernschreibmaschine (TTY) angeschlossen.
- Das Interface ist mit einem integrierenden Digitalvoltmeter ausgestattet und dient zum Abgreifen, Verstärken und Digitalisieren der Meßsignale, die es dem Rechner zuführt. Ferner empfängt es digitale Signale vom Rechner, die es zur Steuerung des Massenspektrometers analog umwandelt.

\*)VARIAN MAT, Bremen

\*\*)VARIAN DATA MACHINES, U S A

(Abb.5) zeigt den Aufbau der Hardware. Alle Module sind direkt an den Ein- und Ausgabe-Kanal (E-Bus) angeschlossen.

- Da bei einem voll ausgebauten Interface die zulässige Belastung des E-Bus überschritten wird, ist ein I/O-Party Line Expander vorgesehen.

Zur Entlastung des Rechners wird der PIM eingesetzt. Alle peripheren Einheiten, sowohl Rechner wie auch Prozessperipherie melden eine Eingabe (Input) über ein Interrupt an und melden die Ausführung einer vom Programm ausgelösten Ausgabe (Output) über ein Interrupt zurück.

## 2.1 Aufbau der Hardware

### 2.1.1 Analoge Datenerfassung

Die analoge Datenerfassung ist modular aufgebaut, aus einem Verstärker mit automatischer oder programmgesteuerter Bereichsumschaltung, vorgeschaltetem Relaismultiplexer für die Ausgangssignale des SEV-Verstärkers, des Faraday-Verstärkers, des Totalionenstromverstärkers und der Magnetfeldsonde, und dem integrierenden Meßsystem, das aus einem Spannungs-Frequenz-Wandler (UFC), einem Zähler und einer stufenweisen steuerbaren Zeitbasis besteht. Am Ausgang des Meßsystemes stehen die Ionenstromsignale digitalisiert in binär codierter Form zur Verfügung. Für eine optische Kontrolle des Meßablaufes, ist eine Anzeige der Meßergebnisse auf Nixiröhren vorhanden.

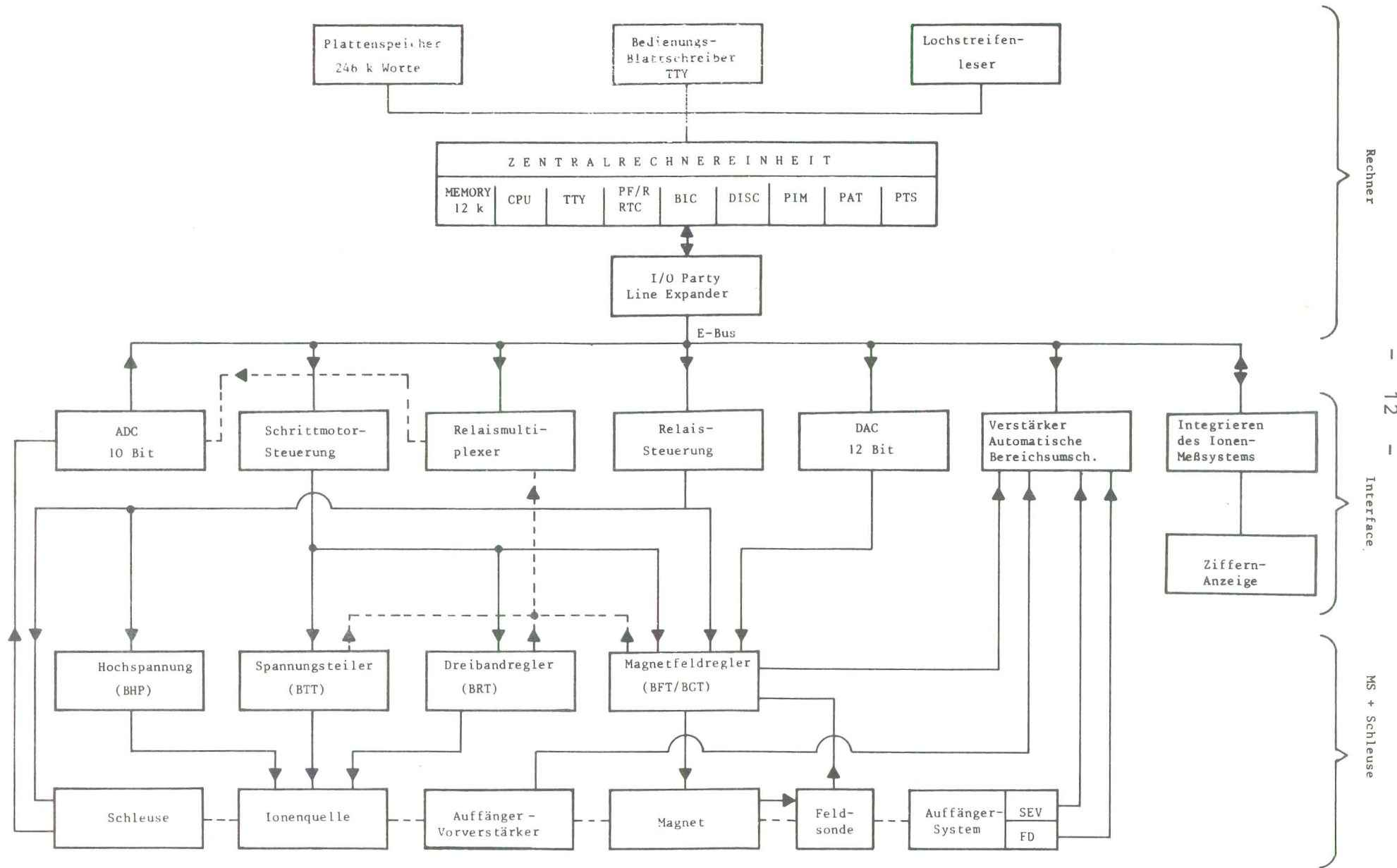


Abb. 5 Blockschaltbild des Gesamtsystems

Rechner

Interface

MS + Schleuse

### 2.1.2 Heizbandregelung

Der Einschub (BRT) enthält drei voneinander unabhängige Stromregler für die Einstellung der Bändchenströme.

Jeder Regler liefert einen kontinuierlich zwischen 0 und 10A einstellbaren Strom, dessen Stabilität über einen Referenzwiderstand gemessen, ( $2 \cdot 10^{-6}$  während 10 min.) ist.

Die Bändchenströme für die Ionisierungs- und Verdampferbändchen werden durch zehngängige Potentiometer eingestellt. Die Potentiometer sind mit Schrittmotoren gekoppelt, so daß ein programmgesteuertes Aufheizen der Heizbänder erfolgen kann.

### 2.1.3 Fokussierung

Durch Einstellen der verschiedenen Quellenpotentiale am Spannungsteiler (BTT) erfolgt die Fokussierung der Ionenquelle. Die Potentiale werden an einer Widerstandskette abgegriffen. Folgende Potentiale können geregelt werden (Abb. 6):

- Die Ziehspannung mittels zweier zehngängiger Potentiometer. Beide Potentiometer sind mit getriebeuntersetzten Schrittmotoren gekoppelt, so daß die Möglichkeit besteht, den gesamten Ziehspannungsbereich vom Rechner durchsteuern zu lassen.

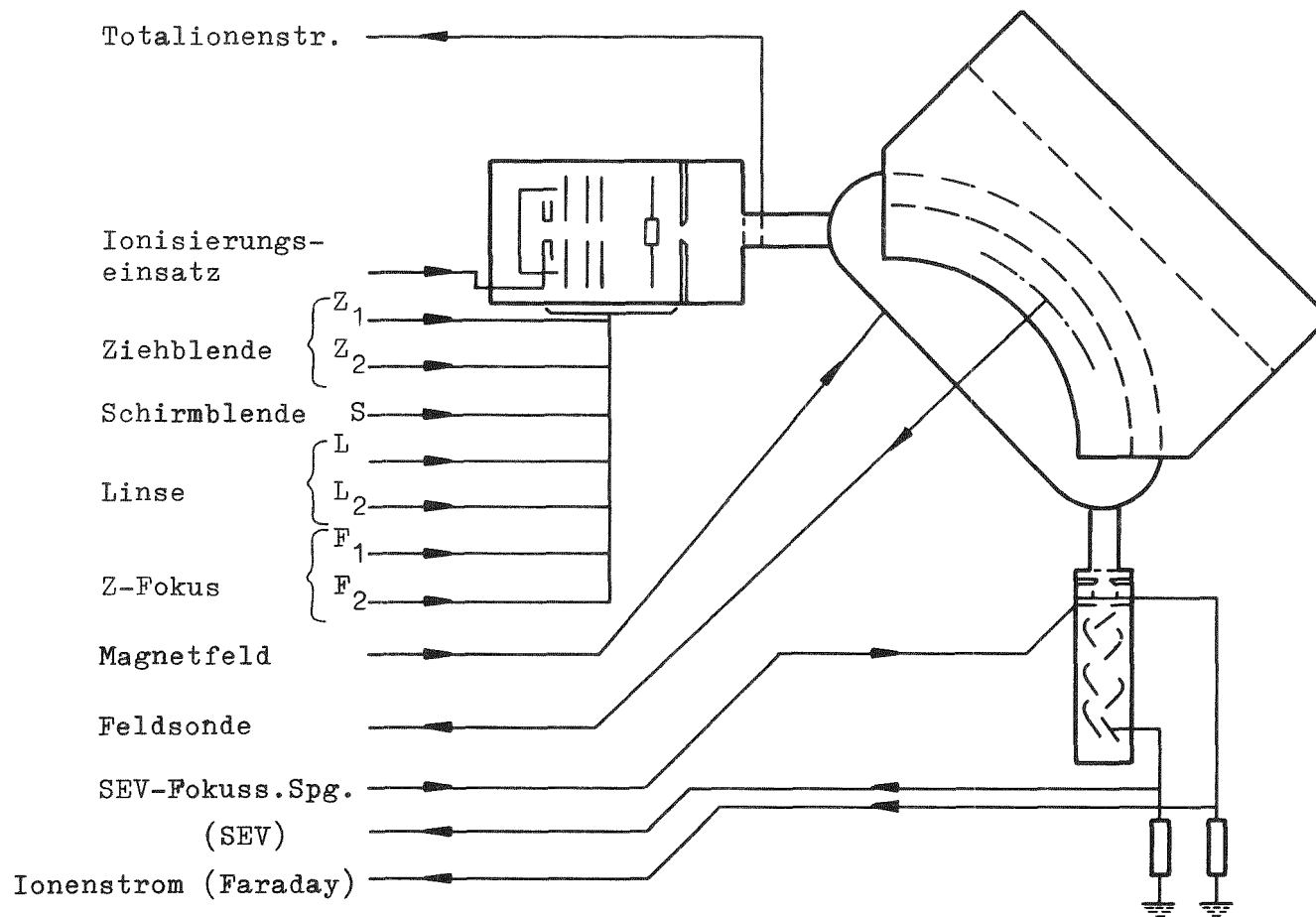


Abb. 6 Die Abbildung zeigt schematisch das Massenspektrometer und die Verknüpfung zum Datensystem.



- Die Linsenspannungen können durch zwei Bereichsschalter mit je 22 Stufen grob eingestellt werden.
- Zur Feineinstellung dienen zwei von Schrittmotoren angetriebene Potentiometer. Die Bereichsschalter sind mit Relais gekoppelt, so daß die Möglichkeit besteht einen manuell eingestellten Grobbereich vom Rechner her zum nächst höheren , bzw. nächst kleineren Bereich umzuschalten.
- Die Einstellung der Z-Ablenkung erfolgt wie bei der Linsenspannung. Die Relais bzw. Motore werden mittels spezieller Controller angesteuert.

#### 2.1.4 Analoger Kontrollkreis

Kontrollsignale des Massenspektrometers, wie Ionenquellen -  
potentiale, Bändchenströme, usw., werden von diesem Kreis  
erfaßt und an den Rechner weitergegeben. Da einige Sig-  
nale auf hohem Potential liegen, ist nur eine indirekte  
Messung möglich. Um dem Rechner die genaue Position des  
Funktionspotentiometers zu übermitteln, wird von jedem  
Schrittmotor ein mechanisch starr gekoppeltes Kontroll-  
potentiometer mit angetrieben. Alle Kontrollpotentiometer  
sind an eine Hilfsspannung angeschlossen. Die Spannung,  
die am Mittelabgriff anliegt, ist ein Maß für die Größe  
des zu messenden Signals. Mit Hilfe eines Analog-Digital-  
Converters (ADC), der über einen Relaismultiplexer Zugriff  
zu allen Meßstellen hat, können die Kontrollspannungen  
gemessen werden.

### 2.1.5 Magnetfeldsteuerung zur Masseneinstellung.

Im Steuergerät (BFT) für den Magnetfeldregler sind 16 Relais eingebaut, mit denen das Magnetfeld in 16 Stufen grob eingestellt werden kann. Zur Feineinstellung sind zwei Potentiometer vorgesehen, die durch Schrittmotore angetrieben werden. Im automatischen Betrieb geschieht die Feineinstellung jedoch durch eine externe Steuerspannung, die von einem Digital-Analog-Converter (DAC) erzeugt wird. Während die Feineinstellung des Magnetfeldes durch die Schrittmotore nur relativ langsam erfolgen kann, ist bei der Feineinstellung durch den DAC nur die Einstellungszeit des Feldreglers maßgebend.

Die Relais-Steuerung erfolgt durch einen Relais-Controller, die Aussteuerung der Schrittmotore durch einen Schrittmotorcontroller. Zur Erzeugung der analogen Steuerspannung dient ein DAC mit 12 Bit. Mit dieser Anordnung läßt sich eine Einstellgenauigkeit des Magnetfeldes auf  $1/32000$  der Endmasse erreichen.

Die bei Thermionenmessungen benutzte Peak-Sprung-Technik erfordert eine sehr genaue Reproduzierbarkeit der Magnetfeldeinstellung. Mit der üblichen Strom-Steuerung des Magnetfeldes läßt sich diese Reproduzierbarkeit bedingt durch Hysterese und Erwärmung des Magneten nicht erreichen. Es wird deshalb mit der Feldregelung gearbeitet. (Abb.7) zeigt das Funktionsprinzip des Feldreglers (BGT). Als

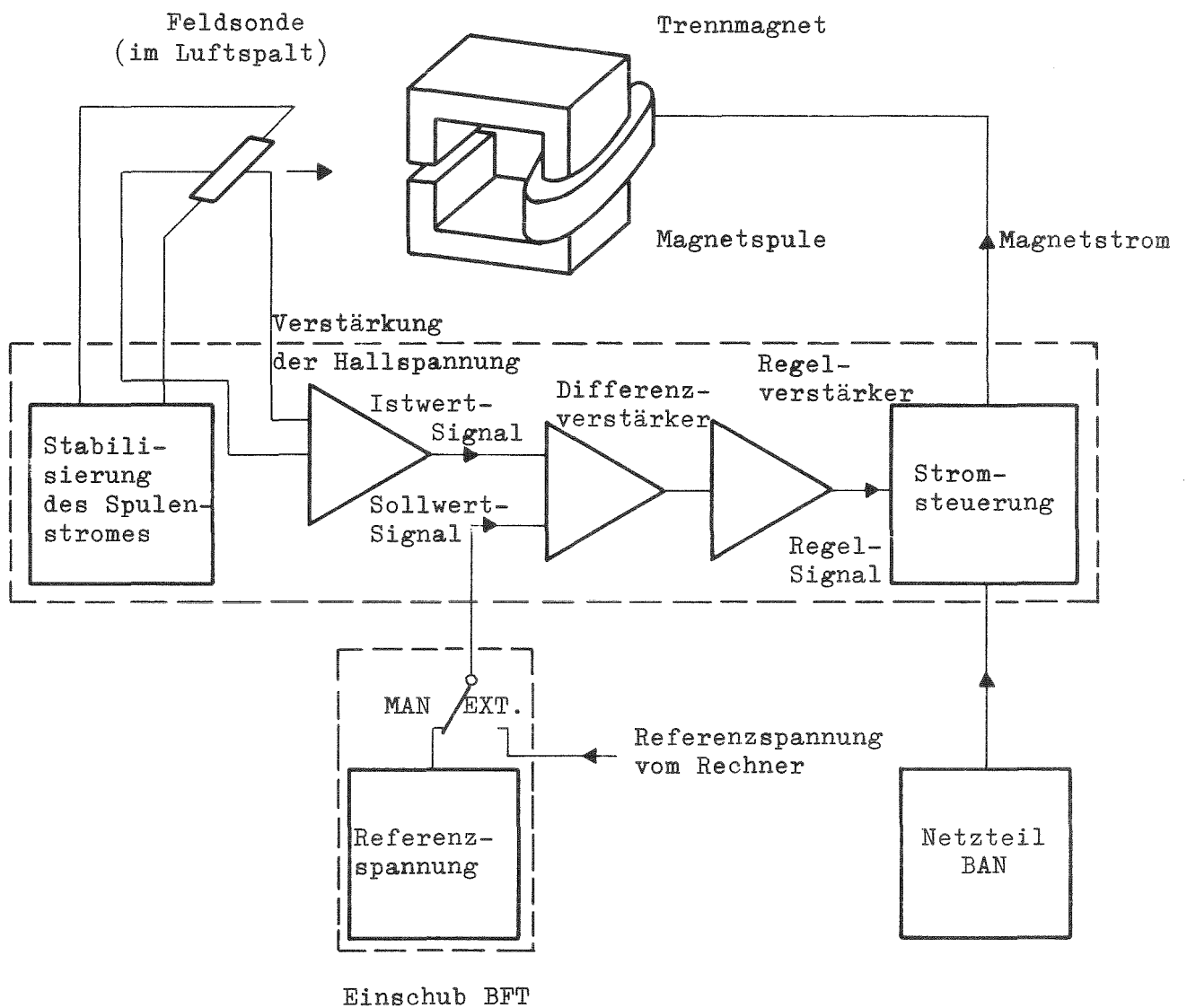


Abb.7 Funktionsschema des Feldreglers

Istwert wird eine im Luftspalt des Trennmagneten angeordnete Hallsonde verwendet. Die Ausgangsspannung der Hallsonde wird verstärkt und auf den Eingang des Differenzverstärkers gegeben. Dessen zweiter Eingang wird von einer Referenzspannung angesteuert, die den Sollwert vorgibt. Die Ausgangsspannung des Differenzverstärkers steuert einen Regelverstärker, der den Strom des Trennmagneten steuert. Durch den über die Hallsonde geschlossenen Regelkreis stellt sich der Magnetstrom immer so ein, daß die Ausgangsspannung der Hallsonde fast gleich der eingestellten Referenzspannung ist. Dadurch wird die Proportionalität zwischen Referenzspannung und Feldstärke erreicht. Der Zusammenhang zwischen Referenzspannung und Feldstärke ist in etwa linear. Der vom Feldregler geregelte Strom wird vom Netzteil (BAN) geliefert. Die Stabilität des Feldreglers beträgt  $2 \times 10^{-5}$ .

## 2.2 Beschreibung der einzelnen Bausteine

### 2.2.1 Umschaltbarer Verstärker

Dieser Verstärker dient der Anpassung der Ausgangssignale der Gleichstromverstärker (-100V bis +100V) an die Eingangsspannung des Spannungs-Frequenz-Wandlers (-10V bis +10V) im integrierenden Meßsystem. Er besteht aus einem Differenzverstärker, einem vorgeschalteten Relaismultiplexer für vier Kanäle mit Steuerlogik zum Schalten der Relais und einer Schaltung die wahlweise hardwaregesteuerte

oder programmgesteuerte Bereichswahl ermöglicht.

Um eine gute Linearität und eine höhere Temperaturstabilität zu erreichen, wurden folgende Maßnahmen getroffen:

- Die Widerstände für die Nullpunktkorrektur des Differenzverstärkers werden zusammen mit den Meßbereichen umgeschaltet.
- Um Brummspannungen zu eliminieren sind in jedem Multiplex-Kanal Kontakte für Signal, Masse und Schirm eingesetzt.
- Relaismultiplexer und Verstärker sind in einem Thermostat untergebracht.
- Um Erwärmungen zu vermeiden sind Reedrelais eingesetzt.
- Durch Fotokoppler ist der Verstärker von seiner Steuerschaltung galvanisch getrennt, Erdschleifen zwischen Massenspektrometer und Rechner werden so vermieden und Störsignale aus der Digitalschaltung gelangen nicht in den empfindlichen Analogteil.

### 2.2.2 Integrierendes Meßsystem

Die zu messende Eingangsspannung wird in eine Impulsfolge umgewandelt, deren Frequenz der Eingangsspannung proportional ist. Die Impulse werden für die Dauer eines Integrationsintervalls in einen Zähler eingezählt. Die Zählrichtung wird durch die Polarität der Eingangsspannung vorgegeben. Das Meßergebnis steht in digitaler Form am Zähler zur Verfügung.

Der zu diesem Zweck eingesetzte Spannungs-Frequenz-Wandler (UFC) besteht aus einem Integrator, dessen Integrationskondensator durch die Eingangsspannung linear aufgeladen wird. Hat dieser Kondensator nach der vorgegebenen Zeit die Grenzladung erreicht, wird er wieder entladen. So ergibt sich am Ausgang des Integrators eine Sägezahnspannung.

Der UFC ist für positive und negative Spannungen symmetrisch aufgebaut. Auf diese Weise liefert er neben der Ausgangsfrequenz auch ein Polaritätssignal.

Der Ausgang des UFC wird durch Fotokoppler von der nachfolgenden Schaltung entkoppelt. Der angeschlossene Datenzähler ist ein 22-stufiger, binärer up-down-counter, so daß auch bei der längsten vorgesehenen Integrationszeit kein Zählerüberlauf erfolgen kann. Eine quartzgesteuerte Uhr (Clock) mit einer Frequenz von 1M Hz in Verbindung mit einem Zähler dient als Zeitbasis. Während einer Meßpause von 10 msec. zwischen den einzelnen Integrationsintervallen werden von der 1MHz Clock alle Impulse als Datensatz abgegeben, die für die Steuerung der gesamten Datenerfassung benötigt werden. Insgesamt 10 Integrationszeiten können vorgewählt werden:

20 ms / 40ms / 80ms / 160ms / 320ms / 640ms / 1.28s / 2.56s  
5.12s / 10.24s.

Ein Signal der Steuerlogik meldet nach jedem Integrationsintervall dem Rechner durch ein Interrupt den jeweils abgeschlossenen Datensatz. Der Spannungs-Frequenz-Wandler hat bei einer Umwandlungskonstante von 15.625 KHz/V eine Linearität von  $\pm 3 \cdot 10^{-4}$ , bezogen auf den Meßwert.

### 2.2.3 Digital-Analog-Wandler (DAC)

Der DAC ist auf der Digitalseite mit dem Rechner und auf der Analogseite mit dem Massenspektrometer verbunden. Zur Vermeidung von Erdschleifen werden auch hier zur galvanischen Entkopplung Fotokoppler eingesetzt.

Die Übertragung von Daten und Steuersignalen wird seriell durchgeführt, da der Aufwand bei paralleler 12 Bit-Datenübertragung zu groß wäre. Das vom Rechner kommende Datenwort wird in ein Schieberegister übernommen. Der Registerinhalt wird mit Hilfe eines Schiebeimpulsgenerators über den Fotokoppler in ein zweites Schieberegister auf der Analogseite geschoben. Der Impulsgenerator erzeugt nach Übertragungsende ein Übernahmesignal, die Daten gelangen in einen Zwischenspeicher. Das Ende der Übertragung wird dem PIM gemeldet. Der Zwischenspeicher ist Bestandteil des DAC. Bei der seriellen Übertragung sind nur drei Fotokoppler erforderlich, zwei schnelle für die Daten und die Uhr (Clock) und ein langsamer für das Übernahmesignal. Ist die Frequenz des Schiebeimpulsgenerators auf 1 MHz eingestellt, so beträgt bei einer Wortlänge von 16 Bit die maximal übertragbare Wortrate etwa 60 KHz.



#### 2.2.4 Analog-Digital-Wandler (ADC)

Den ADC setzt man ein um Spannungen zu messen. Um zeitlich veränderliche Spannungen richtig erfassen zu können, wird dem ADC eine "Sample and Hold" Stufe vorgeschaltet. Diese testet die Eingangsspannung ab und lädt einen Kondensator auf den momentanen Wert der Eingangsspannung auf. Danach wird der geladene Kondensator von der Eingangsspannung abgetrennt und steht dem hochohmig angekoppelten ADC für die benötigte Digitalisierungszeit zur Verfügung. Der Eingangsspannungsbereich verläuft von  $-10 / +10$  V die Auflösung 10 Bit, das entspricht etwa 10mV. Die benutzte Betriebsart basiert auf der Einzelmessung, ausgelöst durch einen vom Programm erzeugten "Triggerimpuls".

Aus den gleichen Gründen wie schon beim DAC beschrieben, werden auch die "Sample and Hold" Stufe und der ADC galvanisch von der Steuerlogik entkoppelt. Die Datenübertragung vom ADC über die Schnittstelle erfolgt seriell. Nach Digitalisierung gelangen die Daten in ein Schieberegister, ein Schiebeimpulsgenerator wird gestartet, der den Registerinhalt über den Fotokoppler in das rechnerseitige Schieberegister überträgt. Nach Abschluß der Übertragung wird der Impulsgenerator gestoppt und dem Rechner das Ende der Messung wiederum über den PIM gemeldet.

Da die Daten der verschiedenen externen Geräte asynchron zueinander anfallen, muß die Auswahl des Multiplex-Kanals durch eine Prioritätsschaltung kontrolliert werden.

#### 2.2.5 Relaiscontroller

Für die verschiedenen Bausteine ist eine bestimmte Anzahl von Relais erforderlich. Eine sinnvolle Gliederung des Relaiscontrollers ergab eine Einteilung in Gruppen á 16 Relais. Auf der Controller-Platine ist die Steuerschaltung für sämtliche Relais und die erste Relaisgruppe untergebracht. An diese Platine können bis zu vier Erweiterungsplatinen mit je 32 Relais angeschlossen werden, die nicht mit dem E-Bus verkehren. Um eine reduzierte Steuerleistung und größere Sicherheit gegen Störungen zu erreichen, wurden impulsgesteuerte bistabile Relais verwendet. Die Relaisansteuerung erfolgt durch ein binär, codiertes Datenwort, in der Relaisgruppe, Relaisnummer und Schaltzustand angegeben sind. Das entsprechende Relais wird über den Gruppen- und Nummerndecodierer entschlüsselt und durch einen Schaltimpuls, der über die vom Nummerndecodierer freigegebene Treiberstufe kommt, geschaltet. Für Steueraufgaben sind die Umschaltkontakte der Relais auf Stecker herausgeführt. Um die Erweiterungskarte auch als Relaismultiplexer betreiben zu können, werden durch entsprechende Drahtbrücken auf der Platine die einzelnen Relais zu einem n-Kanal Multiplexer verschaltet.

### 2.2.6 Stepping Motor Controller

Wie schon beim Relaiskontroller beschrieben, wird auch der Stepping-Motor-Controller aufgeteilt. Die eigentliche Kontrollerkarte verkehrt mit dem E-Bus. Sie enthält neben der Steuerlogik die Treiberstufen für 8 Motoren und für 8 weitere Motoren eine Erweiterungskarte mit den Treiberstufen. Die Motoransteuerung erfolgt durch Ausgabe eines Datenwortes, in dem die binär codierte Motornummer und Drehrichtung übermittelt wird. Nach Decodierung der Motornummer, erzeugt die zugeordnete Steuerstufe das zum Antrieb erforderliche phasenverschobene Signal, das über die Treiberstufe auf die Wicklung des Motors gelangt. Der Motor führt daraufhin einen Schritt aus. Die benötigte Zeit ist drehmomentabhängig. Die eingesetzten Schrittmotoren erreichen ihr max. Drehmoment noch bei einer Schrittdauer von 10 msec, so daß die Motoren mit 100 Schritten pro Sekunde ansteuerbar sind. Die Rückmeldung vom Schrittmotorcontroller erfolgt über den PIM. Mehrere Motoren können unmittelbar nacheinander angesteuert werden.

### 2.3 Automatische Hochvakuumschleuse.

Um den kontinuierlichen Betrieb des automatischen Massenspektrometers zu ermöglichen und dessen Kapazität zu erweitern, wurde in Zusammenarbeit mit der Industrie \* eine automatische Schleuse entwickelt und gebaut. In dieser Schleuse werden die Proben parallel durch Ausheizen von Verunreinigungen befreit und anschließend zur Messung kontinuierlich nacheinander in die Ionenquelle des Massenspektrometers gefahren, so daß die Quelle ausschließlich zur Messung der Proben genutzt werden kann. Das System kann sowohl manuell als auch vollautomatisch betrieben werden.

Um die Montage bzw. Demontage der Hochvakuumschleuse am Massenspektrometer möglichst einfach durchführen zu können, wurde die gesamte Schleuse mit Pumpen etc. auf ein Rollensystem montiert, welches ein Verschieben in allen Richtungen ermöglicht.

Als Transportmittel durch die Schleuse dienen Kassetten, die jeweils mit bis zu 4 Massenspektrometer-Probenträgern bestückt werden. Die Probenträger sind mittels Schlitten in die Kassetten präzise positioniert und fixiert (Abb. 8).

Die Schleuse besteht aus drei, durch elektropneumatische Pendelschieber getrennte Hochvakuumkammern; (Abb.9).

Die Proben werden in Kammer 1 (K1) durch Aufheizen entgast und von Verunreinigungen befreit; In Kammer 2 (K2), die an den Analysatorkopf des Massenspektrometers angeschlossen ist, weitergeheizt und nacheinander zum Messen in die Thermionenquelle des Massenspektrometers befördert.

\*) NTG Nucleartechnik GmbH. 6462 HAILER

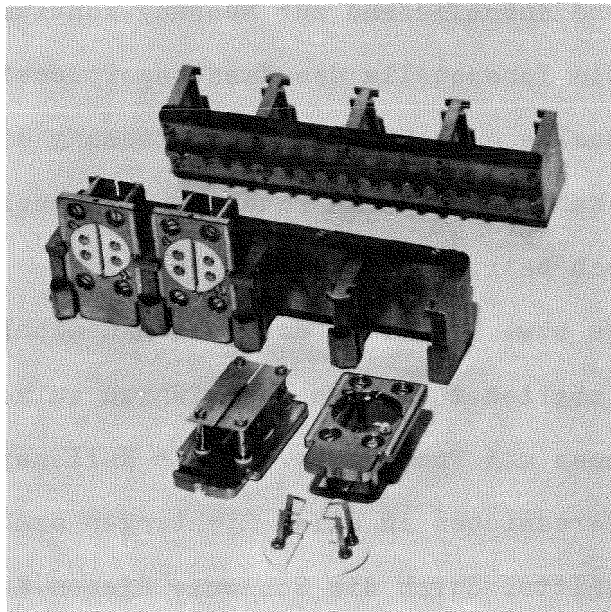
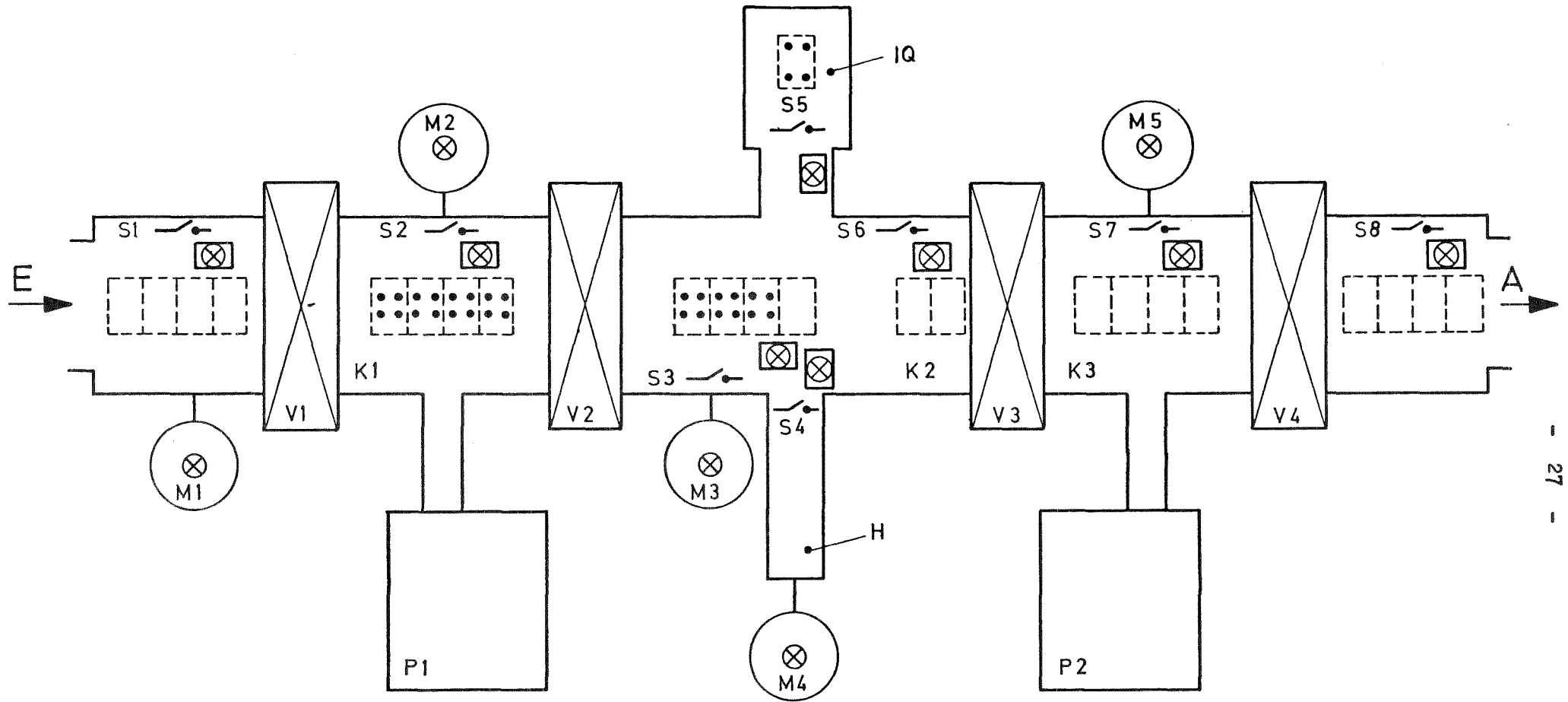


Abb. 8 zeigt Kassette, Schlitten und Probenhalter.



$K_1 - K_3$  = Schleusenkammern  
 IQ = Ionenquelle  
 $V_1 - V_4$  = Pendelschieber  
 $S_1 - S_8$  = Mikroschalter

$M_1 - M_5$  = Elektromotore mit Magnetdrehdurchführungen  
 $P_1, P_2$  = Pumpstände (Turbomolekularpumpen)  
 E = Einlaufschiene  
 A = Auslaufschiene  
 H = Hubsystem

Abb. 9 Schematische Darstellung der Hochvakuumschleuse

Nach der Messung werden sie nach Kammer 3 (K3) transportiert und von dort ausgeschleust. Zur Vermeidung von Kontamination im Labor befindet sich an den Kammern K1 und K3 eine Ein- bzw. Auslaufstrecke, die jeweils durch eine Plexiglasbox abgeschirmt ist. Die Plexiglasboxen sind an eine Unterdruckleitung des Labors angeschlossen.

Eine Turbomolekularpumpe P1 dient zum Abpumpen von K1. Eine gleiche Pumpe P2 ist an K3 angeschlossen und pumpt gleichzeitig K2 und K3 ab. Zur Verbesserung des Vakuums wurde ein Kühlfinger in K2 eingeführt. Die Ventile (V 1-4) öffnen und schließen automatisch in Abhängigkeit von einem für die einzelnen Kammern vorgegebenen variierbaren Solldruck und von der Position der Kassetten. Für die Drucküberwachung wurden an K1 und K3 je ein Penning in Verbindung mit einem druckabhängigen Schalter (TORROSTAT) eingesetzt. Um möglichst kurze Abpumpzeiten zu erzielen, wurde eine "Bypassleitung" im Hubsystem angebracht, sämtliche Sacklöcher wurden angebohrt, die innere metallische Oberfläche "glasgestrahlt" bzw. poliert und die Belüftungsventile direkt an die jeweiligen Kammern angeschlossen. (Belüftung der Kammern mit flüssigem  $N_2$  (Abb. 10, 11).

Das Massenspektrometer ist mit der Kammer K2 der Schleusenanlage über das Anschlußrohr des Analysatorkopfes verbunden. Für die Vakuumversorgung des angeschlossenen Massenspektrometers wurden alle Quecksilberdiffusionspumpen und die dazu gehörigen Drehschieberpumpen gegen Ionengetterpumpen ausgetauscht:

An den Analysatorkopf wurde getrennt durch ein Hochvakuumventil, eine 80 l/s Ionengetterpumpe angeflanscht.



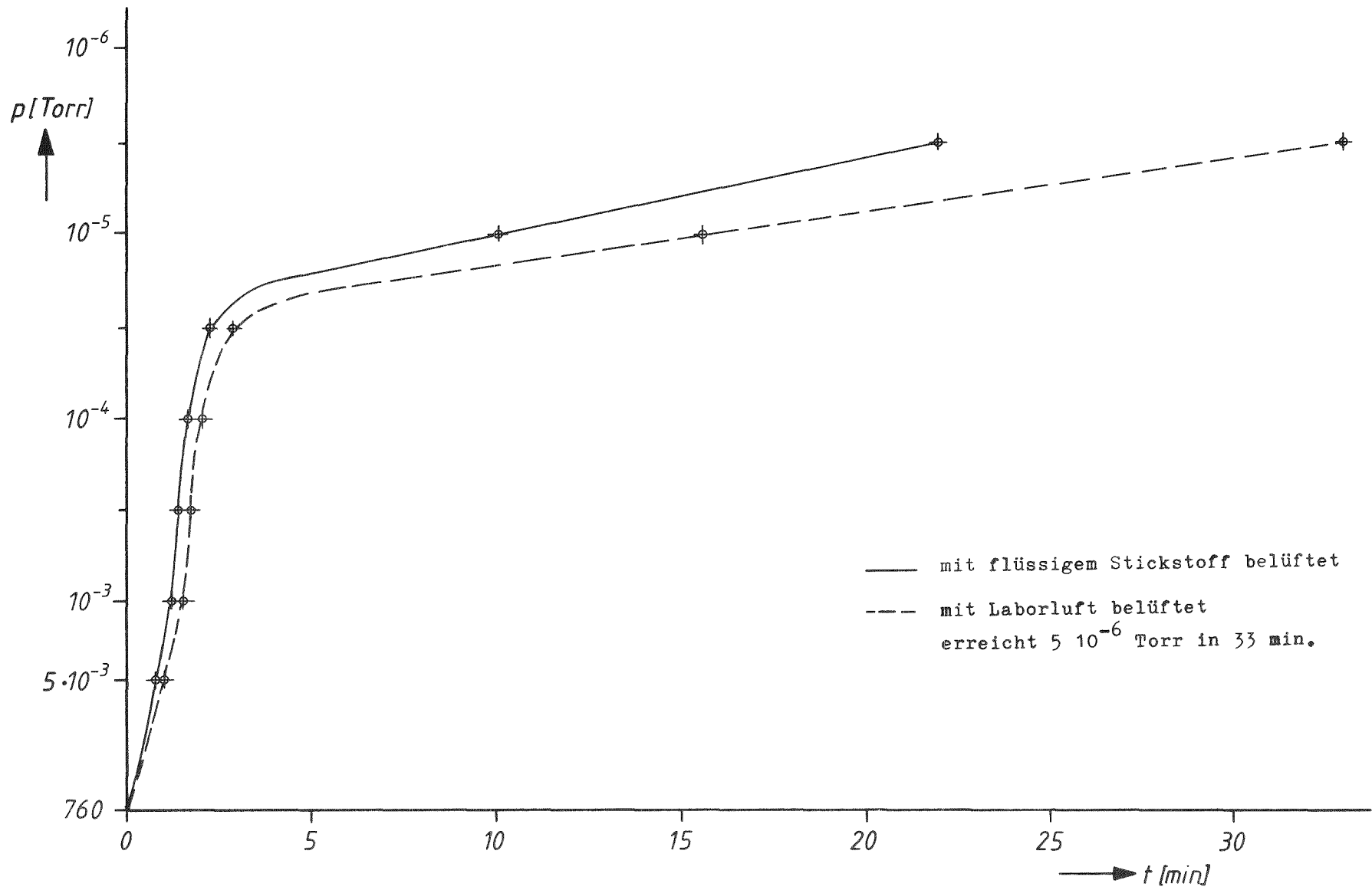


Abb. 10 PUMPVERHALTEN VON KAMMER 1

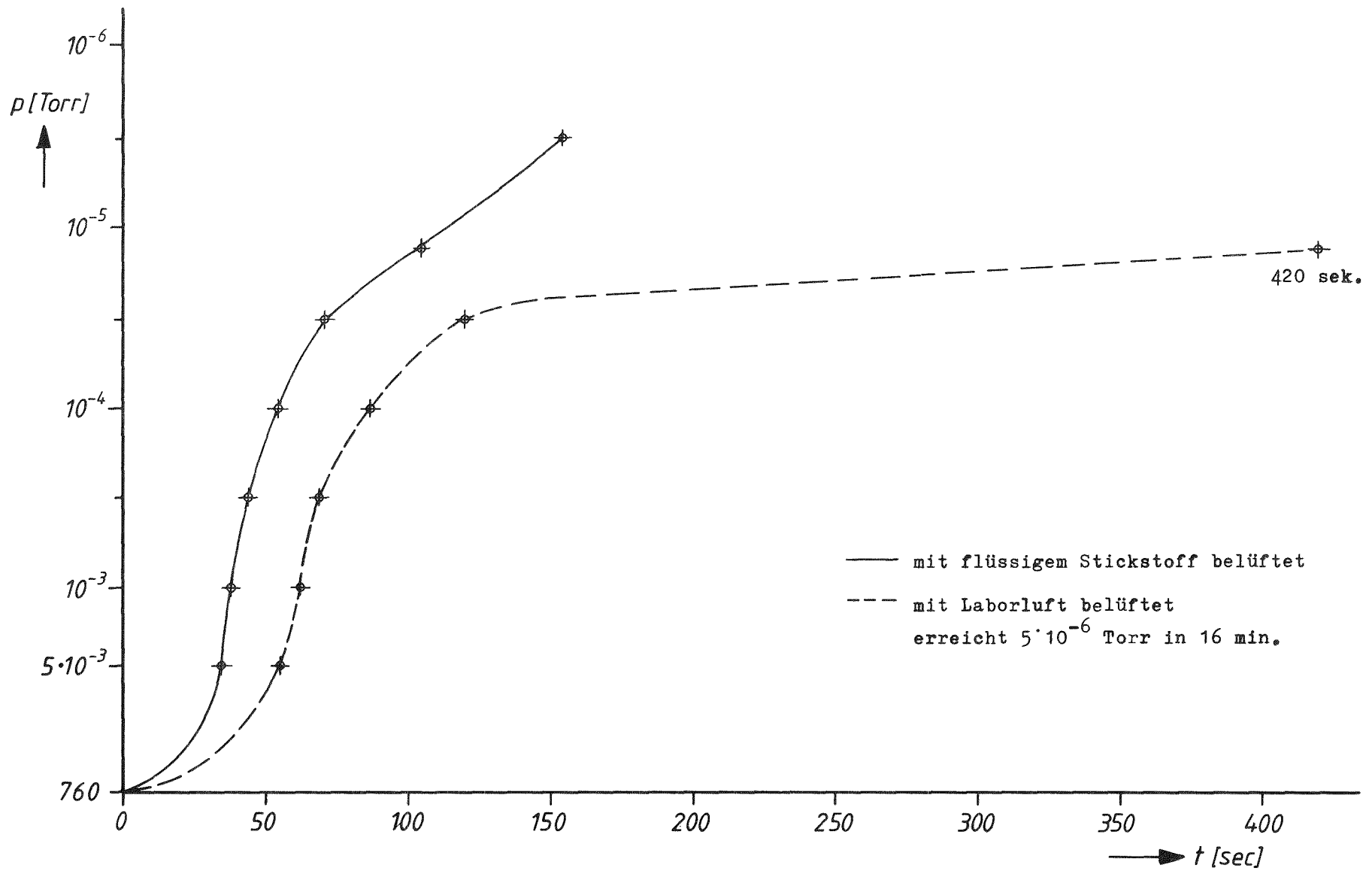


Abb. 11 PUMPVERHALTEN VON KAMMER 3

Um die Turbomolekularpumpe P 1 gegen das magnetische Streufeld dieser Pumpe abzuschirmen, mußte eine Abschirmung angebracht werden.

- Zwischen Quellenspaltsystem und Analysatorrohr wurde eine 15 l/s Ionengetterpumpe, welche ebenfalls durch ein Hochvakuumventil absperrbar ist, eingefügt.
- Zur Verbesserung der "Abundance Sensitivity" wurde am Multipliergehäuse eine 20 l/s Ionengetterpumpe angeflanscht. Zur Abschirmung von "Sputtering Ions" wurde ein lichtdichtes, vierstufiges Ionenbaffle in das Verbindungsrohr eingepaßt.

Das gesamte System ist zur Beseitigung von Verunreinigungen an den Wänden bis zu 150°C ausheizbar.

Folgende Betriebsbedingungen werden erreicht:

Analysatorkopf	. . . . .	$10^{-6}$	Torr (Penninganzeige)
Analysatorrohr	. . . . .	$5 \cdot 10^{-8}$	Torr (Anzeige Ionengetterpumpe)
Multipliergehäuse	. . . . .	$2 \cdot 10^{-8}$	Torr (Anzeige Ionengetterpumpe)

Nach Erreichen eines Druckes von  $10^{-6}$  Torr in K2 wird der in K 2 angeflanschte Kühlfinger mit flüssigem N<sub>2</sub> gefüllt.

Die näheren Zusammenhänge der verschiedenen Rezipienten mit den Pumpaggregaten sind aus dem Vakuumschema ersichtlich (Abb. 12).

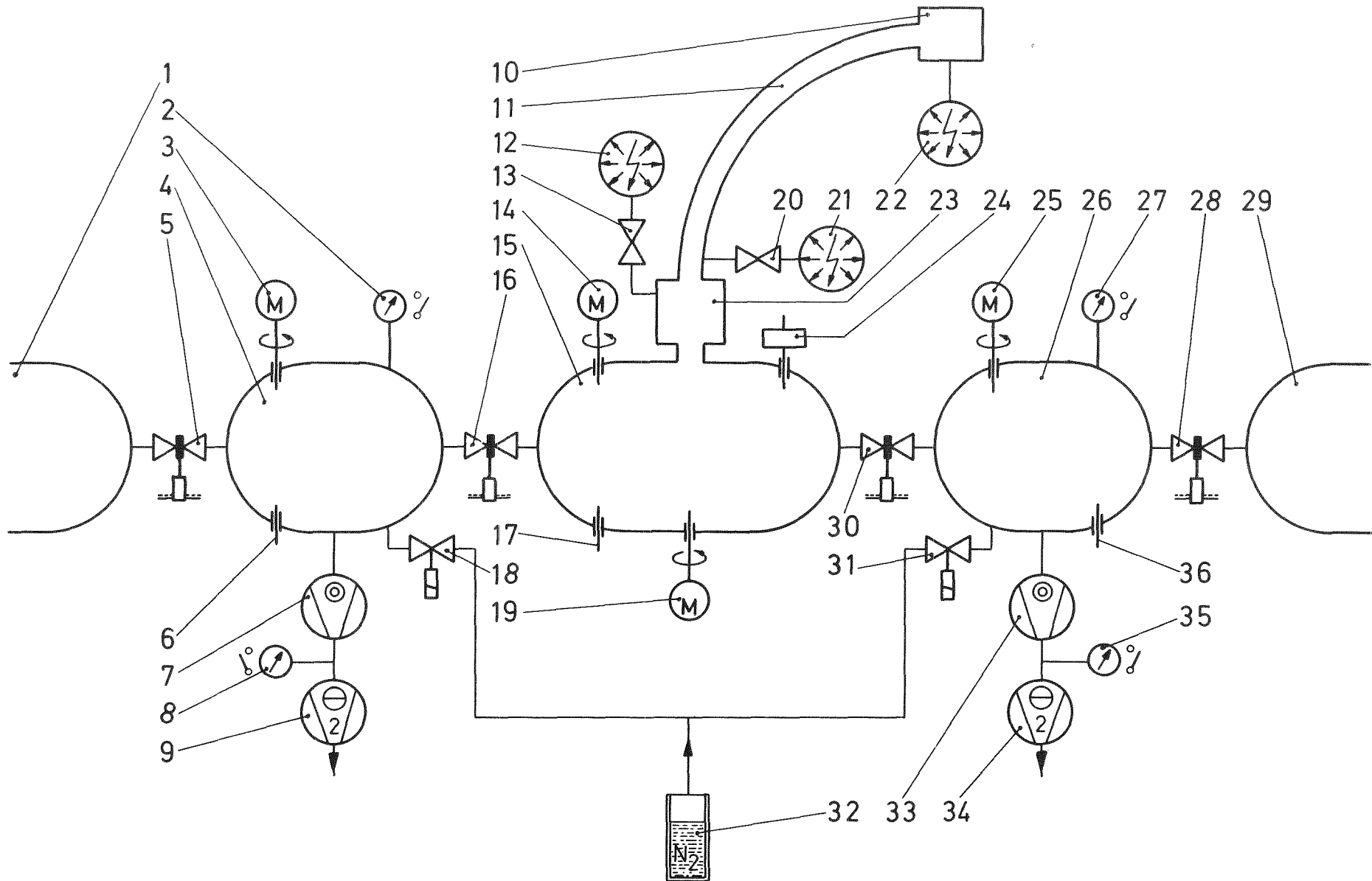


Abb. 12 Vakuumschema der Hochvakuumschleuse und des Massenspektrometers.

1. Einlaufstrecke
2. Hochvakuummeßeinheit
3. Magnetdrehdurchführung mit Motor 2 (M2)
4. Kammer 1 (K1)
5. Pendelschieber (V1)
6. Stromdurchführung
7. Turbomolekularpumpe (P1)
8. Vorvakuummeßeinheit
9. Drehschieberpumpe (P2) zweistufig
10. Auffängergehäuse
11. Analysatorrohr
12. Ionengetterpumpe 80 l/s
13. Handventil
14. Magnetdrehdurchführung mit Motor 3(M3)
15. Kammer 2 (K2)
16. Pendelschieber (V2)
17. Stromdurchführung
18. Elektromagnetisches Belüftungsventil
19. Magnetdrehdurchführung mit Motor 4 (M4)
20. Handventil
21. Ionengetterpumpe 15 l/s
22. Ionengetterpumpe 20 l/s
23. Analysatorkopf
24. Kühlfinger
25. Magnetdrehdurchführung mit Motor 5 (M5)
26. Kammer 3 (K3)
27. Hochvakuummeßeinheit
28. Pendelschieber (V4)
29. Auslaufstrecke
30. Pendelschieber (V3)
31. Elektromagnetisches Belüftungsventil
32. Stickstoffbehälter
33. Turbomolekularpumpe (P2)
34. Drehschieberpumpe (P2) zweistufig
35. Vorvakuummeßeinheit
36. Stromdurchführung

(zu Abb. 12)

### 2.3.1 Probentransport

Für den horizontalen Transport werden die Kassetten in seitlich durch die Schleusenammern laufenden U-Profilen geführt. Um im Hochvakuum bei den hohen Temperaturen gute Gleiteigenschaften zu garantieren, sind die Berührungsflächen mit Vespel \*) belegt. Der Antrieb der Kassetten erfolgt durch außerhalb der Kammern befindliche Elektromotoren. Deren Drehmoment wird durch Magnetdrehdurchführungen nach innen auf Transportketten übertragen. Diese Transportketten liefen ursprünglich völlig schmiermittelfrei, durch Schmieren mit DC 705 \*\*) konnten jedoch die Gleiteigenschaften verbessert werden, ohne daß nachteilige Effekte das Vakuum betreffend beobachtet wurden. In K1 und K2 wurde eine Getriebeuntersetzung eingebaut. Der vertikale Transport der einzelnen Proben in die Ionenquelle des Massenspektrometers erfolgt durch ein elektrisches Hubsystem. Zur genauen Positionierung des Schlittens auf der Hubstange dient eine schwalbenschwanzförmige Passung. Diese Passung ist auf ein Vespelzwischenstück montiert, um das auf 3 kV liegende Ionenquellenpotential gegen die Schleuse zu isolieren. Bis zur Beendigung der Messung hält die Hubstange den Schlitten in der Ionenquelle. Spezielle Mikroschalter garantieren sowohl beim horizontalen wie auch beim vertikalen Transport die Einhaltung genau vorgegebener Haltepositionen.

Der automatische Ablauf der Schleuse und die Verriegelung erfolgen über eine Schützensteuerung, die in einem separaten Steuerschrank untergebracht ist (Abb. 13).

\*) Du Pont

\*\*) Hochvakuum-Oel von Leybold Heraeus

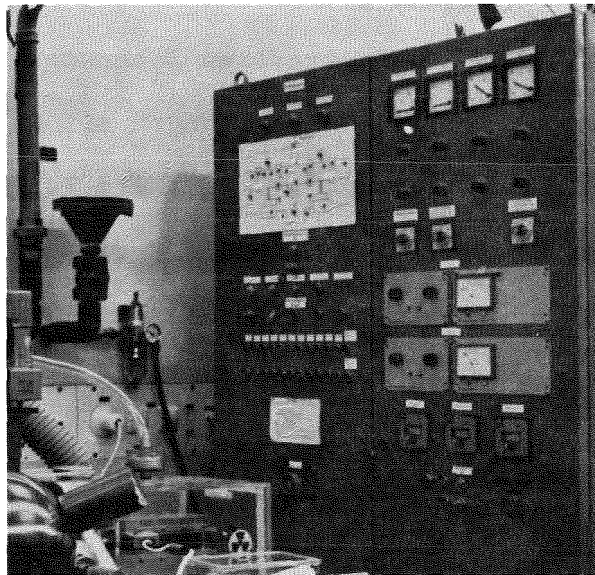


Abb. 13 zeigt den Steuerschrank, in dem die gesamte Schützensteuerung untergebracht ist.

### 2.3.2 Heizung

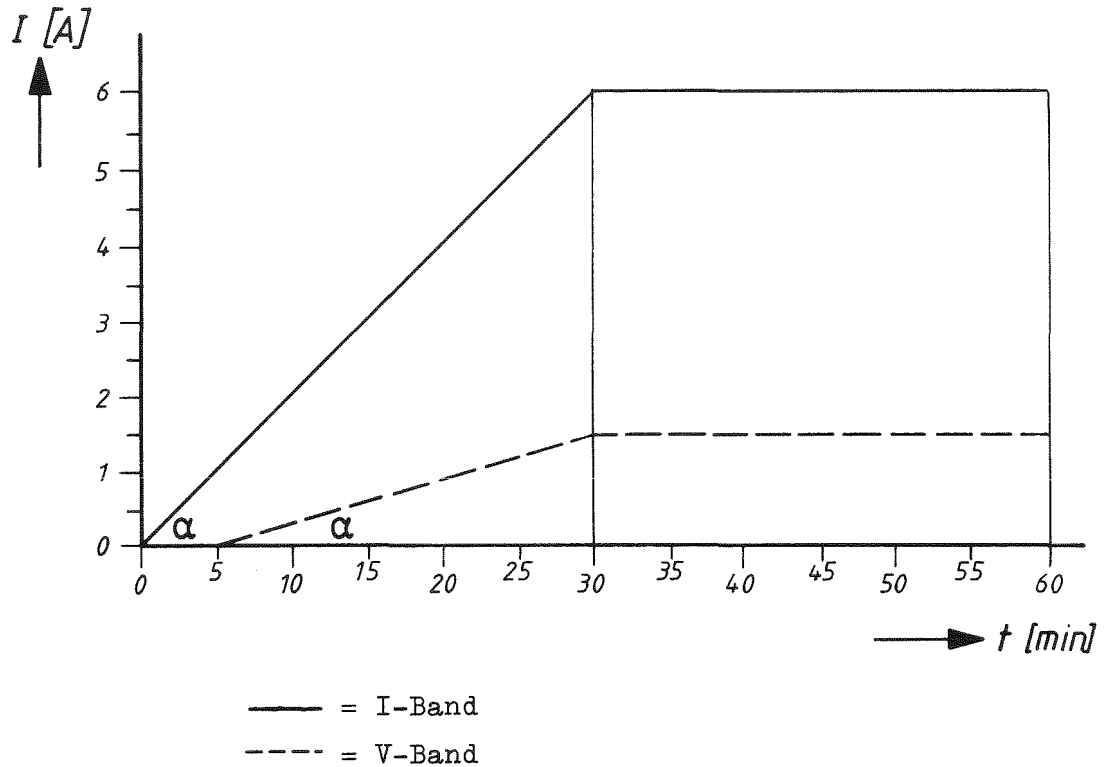
Die Heizstromzuführung für die Probenträger in K1 und K2 erfolgt über Schleifkontakte, die auf Vespelleisten montiert sind. Die Zuleitungen der einzelnen Stromkreise werden mit Hilfe von Terminalen und Glasdurchführungen in die Kammern geleitet.

Um einen anfänglich aufgetretenen Spannungsabfall beim Aufheizen zu vermeiden, wurden Leitungen mit Querschnitten von 35  $\mu$  für die I-Bänder und 4  $\mu$  für die V-Bänder verlegt. Die vier Verdampferbänder und die vier Ionisierungsbänder werden in K1 jeweils zusammengefaßt parallel aufgeheizt. Jede dieser 2 Gruppen ist unabhängig voneinander an eine separate Stromversorgung angeschlossen, die langsames Aufheizen mit einstellbarer Steilheit ermöglicht. Die Regelung erfolgt über Integratoren.

Das Ansteigen  $\alpha$  des Heizstromes, der maximale Heizstrom und die Dauer des Ausheizvorganges in K1 wurde empirisch ermittelt und kann jeweils abhängig vom Probenmaterial durch Potentiometereinstellung vorgegeben werden (Abb. 14 ).

Die Heizung in K2 ist analog K1 aufgebaut, jedoch für maximal 3 Probenträger ausgelegt, da sich jeweils 1 Probenträger in der Ionenquelle des Massenspektrometers befindet. Außerdem ist in K2 die Heizdauer abhängig von der Verweilzeit der Proben in der Ionenquelle.





Ionisierungsband (IB) max. 4 x 6 A  
Verdampferband (VB) max. 4 x 1,5 A

Abb. 14 Beispiel für den Ausheizvorgang einer Probe in Kammer 1.

### 3. SOFTWARE

Das Softwarepaket ist modular aufgebaut und gliedert sich in zwei Bereiche, die Systemsoftware und die Anwendungssoftware.

#### 3.1 Systemsoftware

Um die beschriebene Hardware des Massenspektrometers über den Prozeßrechner zu steuern, mußte eine einfach zu handhabende Programmiersprache entwickelt werden.

Diese Sprache, genannt EKOSMIC (extended keybord operating system for multi instrument chemistry) enthält alle Anweisungen, die zum Steuern des Programmablaufs in Abhängigkeit von instrumentellen oder rechnerischen Bedingungen, zum Berechnen arithmetischer Ausdrücke, zum Setzen von Sollwerten und zum Messen von Ist-Zuständen notwendig sind. Sie besteht aus bereits vorgefertigten Programmteilen, sogenannten Makros, die häufig wiederkehrende Grundprozeduren des Meßablaufs in abrufbarer Form enthalten. Das Anwendungsspektrum dieser MAKROS ist recht vielseitig und reicht von Treiberfunktionen für spezielle Experimenthardware über Abfrage- und Dialogfunktionen bis zu reinen Auswerteberechnungen. Diese Makrofunktionen sind in Assembler-Sprache oder Fortran IV geschrieben und mit Fortran Subroutinen zu vergleichen. Sie werden von einem in EKOSMIC geschriebenen Programm abgerufen.

EKOSMIC ermöglicht:

Die Unabhängigkeit der Sprachelemente von Ein/Ausgabe-Einheiten.

Die Übergabe von Daten zwischen den einzelnen Programmen und Modulen.

Echtzeitprogrammierung ohne Kenntnisse von Assembler- oder Fortransprachen.

Das Programm läuft unter der Regie eines universellen Realzeitbetriebssystems mit modularem Aufbau, des KOS 3 (Keyboard Operating System) das eigens für diesen Zweck entwickelt wurde.

Die Programmiersprache und die Steuerbarkeit des Massenspektrometers sind auch geeignet, das Verhalten des Massenspektrometers selbst auf willkürliche Zustandsänderungen zu untersuchen.

### 3.1.1. Aufbau des EKOSMIC

Jede Anweisung eines Programmes besteht aus einzelnen mit Nummern versehenen Zeilen und wird bei Übersetzungen Zeile für Zeile verarbeitet. Bei Sprüngen (GOTO) werden die Zeilennummern abgerufen.

Die Programme können wie Prozeduren aufgebaut werden, in denen die Befehle PROC und END die Grenzen bilden.

Beim Start eines Programmes (RUN) das Prozeduren enthält wird der Inhalt dieser Prozedur auf einmal in den Kernspeicher geladen. Bei der Übersetzung erhält jedes Programm einen Namen ( KOS 3 ), durch welchen es wieder abgerufen wird.

### 3.1.2 Syntax des EKOSMIC

Jede Zeile besteht aus der bereits beschriebenen Nummer, gefolgt von einer MAKRO-Funktion und anschließenden Variablen.

Das Zeichen, § vor einer Variablen bedeutet, daß diese eine COMMON - Variable und somit auf der Platte zu finden ist.

Die Variablen können indiziert sein z.B. § I (5).

Die Parameter eines MAKRO sind durch Kommata zu trennen, wobei die Parameter sowohl Variable als auch Konstante sein können. z.B.

100 RAMP, § X = 500, §Y = 1000

Jeder MAKRO braucht eine vorgegebene Anzahl von Parametern, die auch in der MAKRO-Beschreibung angegeben ist. Das Datenformat ist bei jedem MAKRO festgelegt.

EKOSMIC ermöglicht die gleichzeitige Verarbeitung von 16 MAKROS in 1 Zeile. Die einzelnen MAKROS müssen jeweils durch Doppelpunkt (:) getrennt werden.

z.B. SET, §I = 1: ADD, §J = § 1: INPUT, §K

### 3.1.3 Datenformat

Es werden verschiedene Formate, je nach MAKRO, benötigt:

- Integer: 1 Rechnerwort mit 16 Bit
- Doppel Integer: 2 Rechnerworte insgesamt 31 Bit
- Floating Point: 2 Rechnerworte mit 31 Bit, 22 Bit für die Mantisse  
8 Bit für den Exponenten und  
1 Bit für das Vorzeichen.
- Text: Gepackt 8 Bit ASCII -Codes.  
1 Rechnerwort somit 2 Zeichen pro Wort.

Im Falle eines Fehlers im Datenformat meldet sich das System mit einer ERROR - Meldung.

Es ist zu beachten, daß die Bereiche nicht überschritten werden:

- bei Integer (INT SNGL) der Bereich von - 32768 bis + 32767,
- bei Integer (INT DBLE) der Bereich von - 1 078 741 824 bis  
+ 1078741823
- bei Floating Point (FLT SNGL) der Bereich von  $\pm 10^{-38}$  bis  $10^{+38}$   
auf 6 Stellen genau
- bei Text ( TXT ) der gepackte ASC II-Code in Octal umgewandelt wird.

z.B.: A = 0301 für blank = 0200  $0301 \cdot 2^8 + 0200 = 140600$   
A1 = 0301, 0261  $0301 \cdot 2^8 + 0261 = 140661$

Das Datenformat der COMMON-Variablen kann durch den Befehl CLIST abgefragt werden.

Um EKOSMIC zu benutzen ( schreiben, übersetzen, RUN usw. ) wurde eine besondere Betriebssystem-Software, genannt KOS3, entwickelt:

### 3.2 Betriebssystem KOS3

KOS3 ist der Programmteil, der die Organisation und den Verkehr zwischen den Peripherie-Geräten ( TTY, Platte usw.) und dem Rechner steuert. Außerdem verwaltet KOS3 den Kernspeicher im Echtzeitbetrieb, d.h. KOS3 erhält die Bereitschaft jederzeit auf ein Ereignis reagieren zu können.

Beim Starten des KOS3 meldet sich das System mit READY auf der Teletype und wartet auf einen Befehl ( Abb. 15 ). Während der Ausführung eines Befehls laufen andere Programme im Foreground ab.

KOS3 hat Zugriffsmöglichkeiten zu jeder logischen Ein- und Ausgabeeinheit. Die an das System angeschlossenen Einheiten können durch den Befehl ASSIGN mit den logischen Einheiten verbunden und dadurch angesprochen werden.

KOS 3 kann verschiedene Anweisungen nehmen:

- DATE = Eingabe von Datum und Uhrzeit
- LOAD = Laden eines binären Lochstreifens
- COPY = Kopieren eines ASC II - Textes

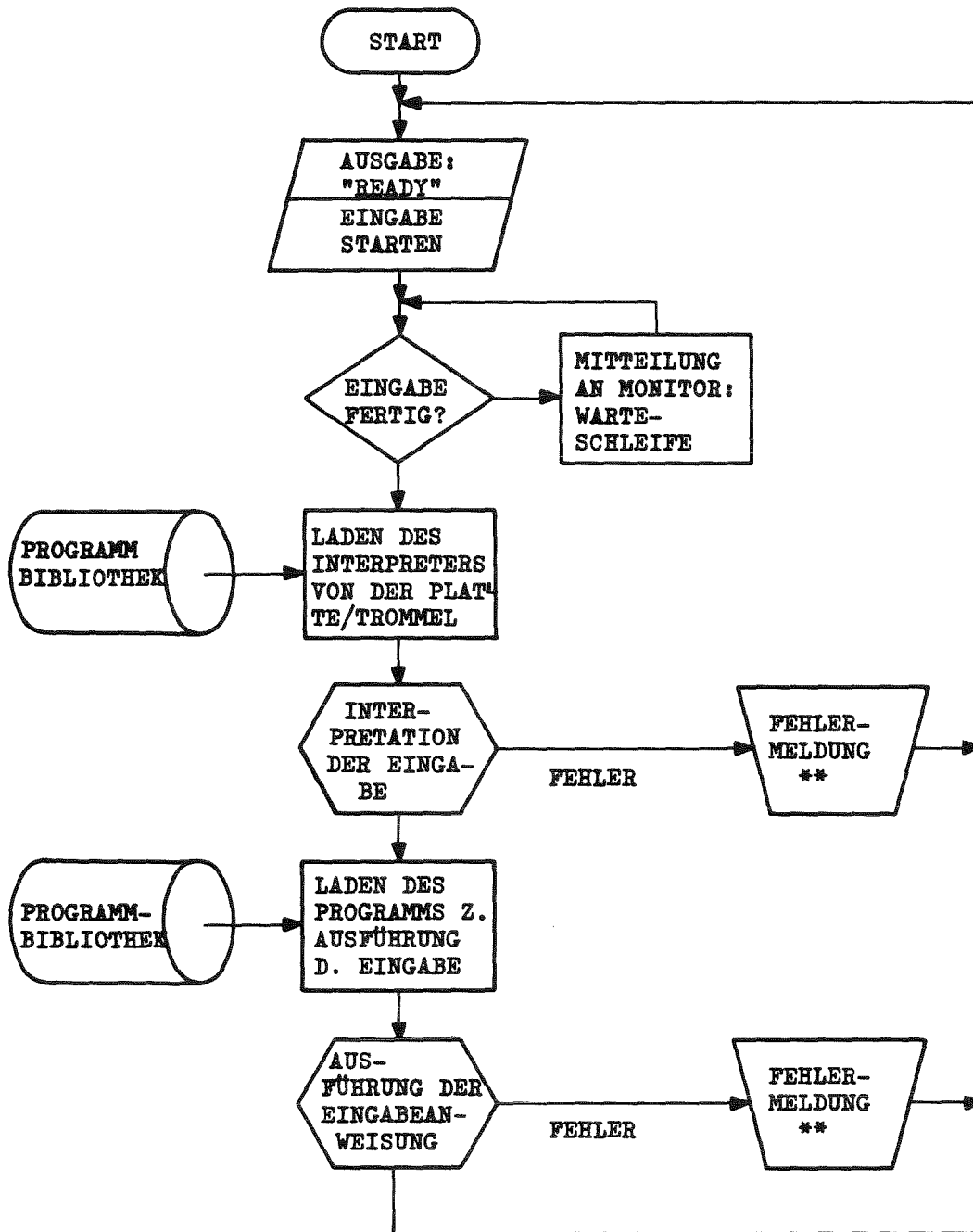


Abb. 15 Verarbeitung einer Systemanweisung

- APPEND = Programm zur Änderung der Bibliothek
- ASSIGN = Zuordnung von physikalischen Peripheriegeräten zu logischen Einheiten.
- DRUM, AID = Hilfsprogramme zum Testen
- EDIT = Text Editor ( Programme schreiben )
- IDICT = Programm zur Initialisierung des Betriebssystems
- NEW = Aufruf des EKOSMIC Kompiler
- RUN = Start eines EKOSMIC - Programmes
- FLIST = Liste der Größe der Plattenbereiche
- MLIST = MAKRO Liste
- CLIST = Systemdaten und Treiber Liste
- RLIST = Liste der Bibliotheksprogramme
- SLIST = Liste der EKOSMIC - Programme
- DSEQ = Programm zum Löschen von EKOSMIC Programmen

### 3.2.1 Bedienung des Datensystems

Der Rechner ist mit einer TTY, einem optischen Lochstreifenleser und einer Festkopfplatte mit 245 760 Worten ausgestattet. Die KOS-3 Programme werden als erste auf diese Platte gebracht mittels eines Hilfsprogramms genannt BLD (BINARY LOAD DUMP) und eines Preparationsprogramms PREPARE. Das BLD- Programm wird mittels "Bootstrap" eingelesen und dient zur späteren Verarbeitung von binären Daten im Rechner, die durch den Lochstreifenleser eingelesen werden.



Das folgende PREPARE Programm bereitet zuerst die Platte für den weiteren Ladevorgang des KOS-3 Programms vor.

Dieses Programm testet die Platte auf defekte Sektoren und gibt die Adresse des ersten Sektors an. Es fragt anschließend den ersten KOS-3 Lochstreifen ab. Beim Laden werden auch Fehler ermittelt.

Nachdem alle KOS-3 Lochstreifen eingelesen sind, wird das System geladen und der BIBLIOTHEKSKATALOG angelegt.

Die Meldung - READY - bedeutet, daß der Rechner nun das KOS-3 enthält und unter diesem System arbeiten kann.

So können die Anwendungsprogramme durch den Befehl NEW, übersetzt und nacheinander auf der Platte gespeichert werden.

Das Laden der Anwendungsprogramme dauert bei dieser Installation ca. zwei Tage; diese verhältnismäßig lange Zeit ist für die Übersetzung durch das KOS-3 erforderlich, während der KOS-3 Ladevorgang selbst ca. 45 Minuten beansprucht.

### 3.2.2 Anwendungssoftware

Die Anwendungsprogramme gliedern sich in fünf verschiedene Blöcke:

- Parametereingabeprogramme
- Eichprogramme
- Aufheiz- und Datenerfassungsprogramme
- Verknüpfungsprogramme
- Testprogramme

Die nachfolgende Aufstellung nennt die Programme, wie sie diesen Blöcken zu zuordnen sind. Ein Teil enthält keine selbständigen, sondern Unterprogramme, die von anderen Programmen gesteuert werden müssen. Diese Unterprogramme sind in Klammern gesetzt. Sie können auch vom Benutzer gestartet werden (durch RUN, XXX, wobei XXX der Name ist).

#### 3.2.2.1 Parametereingabeprogramme

IFILE	
DATA	
SYSTDATA	
SYSTFILE	
PARAST	
KONST	Eingabe der Konstanten
UKONST	Aufheizparameter, Uran
PUKONST	Aufheizparameter, Plutonium
NDKONST	Aufheizparameter, Neodym
X KONST	Aufheizparameter für andere Elemente
PARA	Steuerparameter für Datenerfassung
PARLIST	Listen der Steuerparameter für Datenerfassung
STLIST	Steuerlisten für Meßablauf
LISTAUT	

3.2.2.2. Eichprogramme

CALIB	Eichung des Feldreglers
CALAUT	_____ " _____
SCALE	Liste der aktuellen Eichung
CRHENIUM	Eichung des Ionisierungsbandstromes
VAR	Zwischenfokussierung Kühlzeiten

Die Eichprogramme werden benötigt, um systemspezifische Daten zu ermitteln.

3.2.2.3 Aufheiz- und Datenerfassungsprogramme

MESSEN	Datenerfassung
GO	Start des Aufheizprogrammes
(HEIZEN)	Aufheizprogrammsteuerung
(IBND)	Heizprogramm für Ionisierungsband
(VBND)	Heizprogramm für Verdampferband
(ACQL)	Kontrollprogramm für Eichung und Ionenquelle
(ACQ)	Datenerfassung und Liste

3.2.2.4 Verknüpfungsprogramme

PROBE	Wechselvorgang der Probe
EXT	Steuerungsprogramm für den autom. Betrieb
INIT	Start Betrieb

3.2.2.5 Testprogramme

MUX	Relaismultiplexer
ADC $\emptyset$	ADC
DAC $\emptyset$	DAC für Feldregler
MOT	Schrittmotore
UFC	Integrierendes Meßsystem
SCAN	Auflösung und Peakformtest
SONDE	Feldsondentest

Die (Abb. 16) zeigt schematisch, wie die einzelnen Programme miteinander verbunden sind.

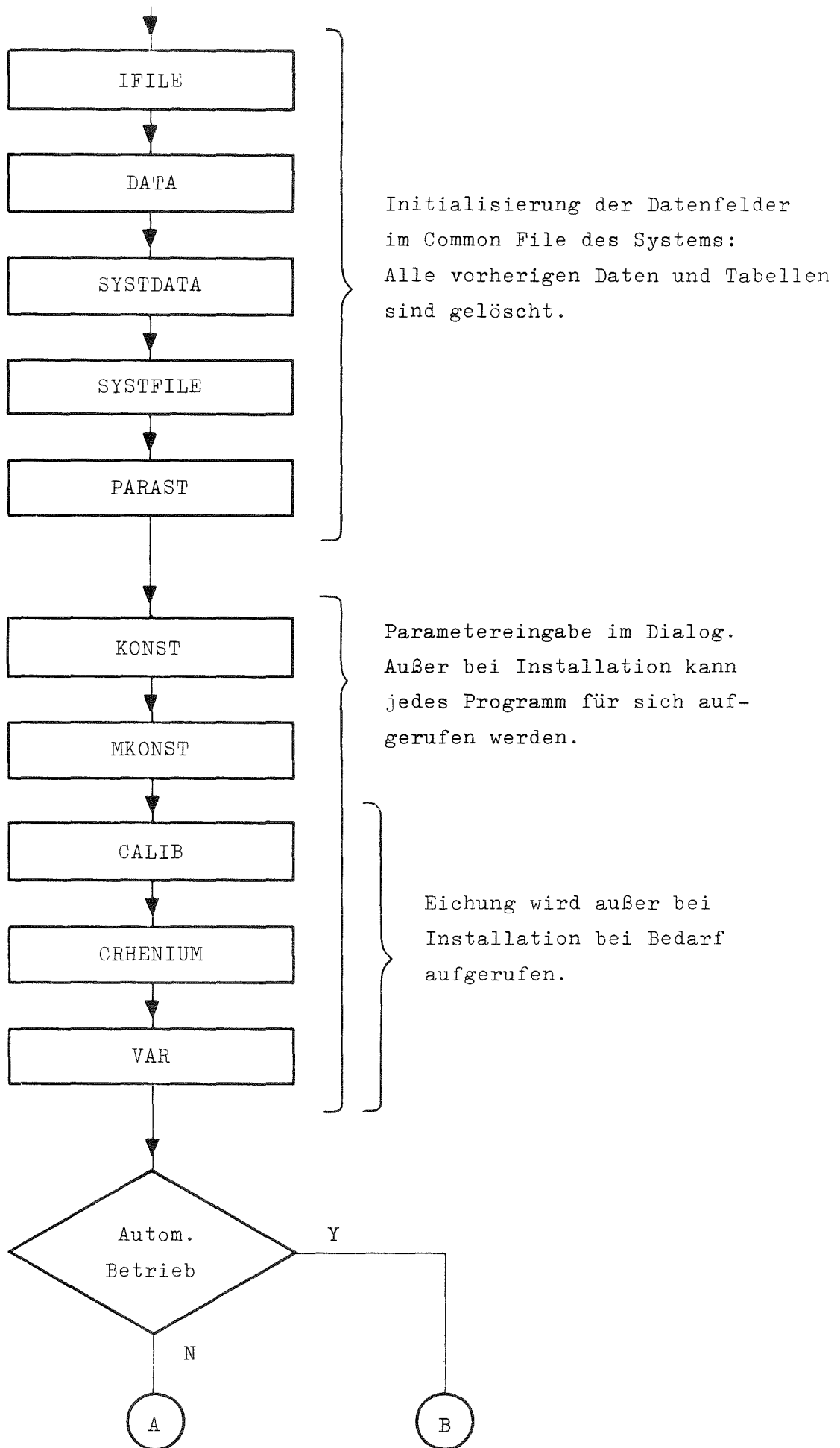


Abb. 16

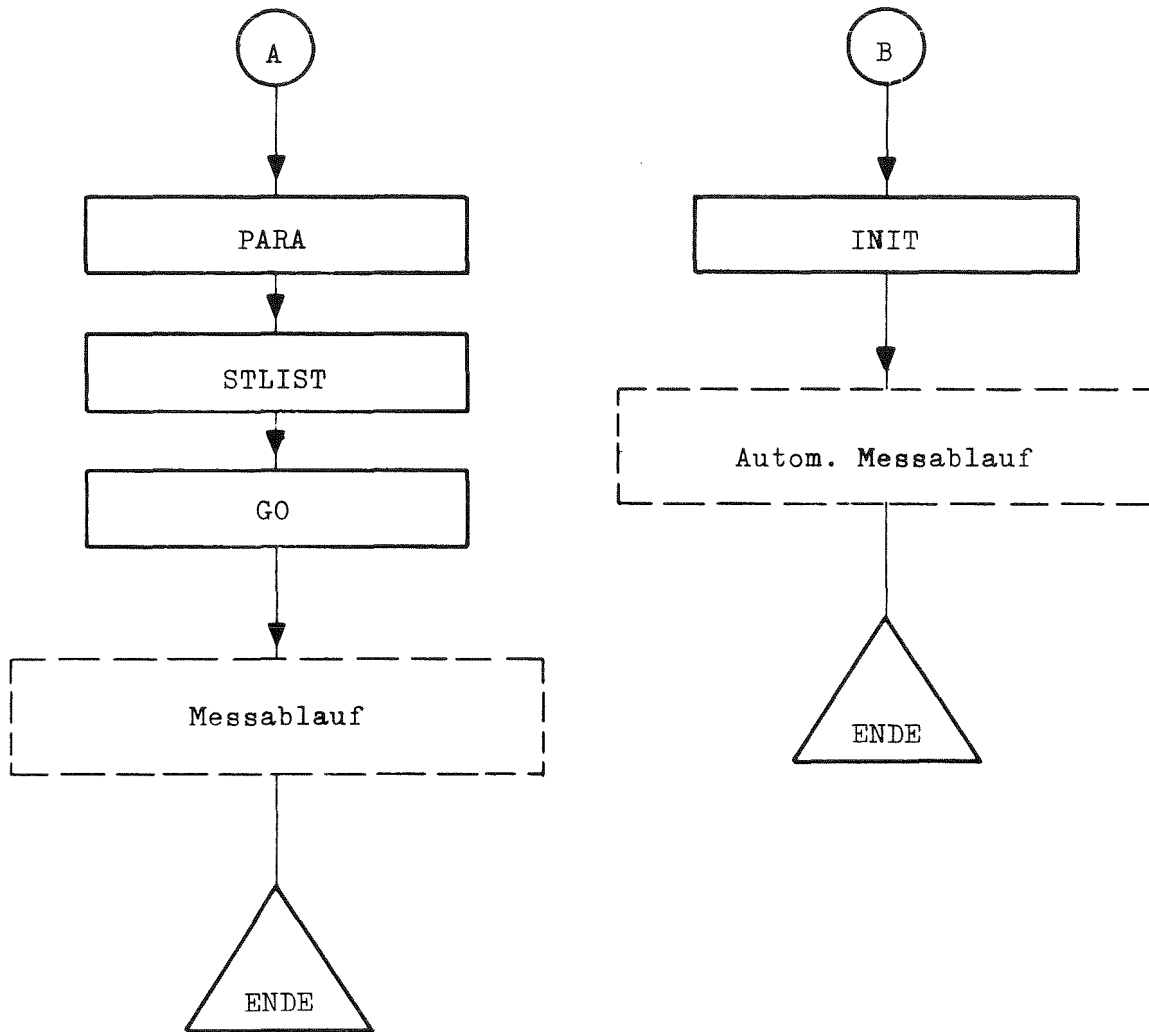


Abb. 16

### 3.2.2.1 Parametereingabeprogramme

IFILE

DATA

SYSTFILE

SYSTDATA

Bei erstmaliger Installation werden die folgenden Programme sequenziell gestartet. Sie dienen der Platzreservierung und Initialisierung auf der Platte für die "Common-Variablen" und Treiber.

PARAST

Das Programm PARAST dient der Speicherung von Parametern auf der Platte, die durch das Programm "LISTAUT" verarbeitet werden sollen. Die Parameter werden auf Lochbändern erstellt und über den Leser der TTY geladen. Nach dem Verarbeiten dieser Inputdaten gibt der Rechner eine Liste auf der TTY aus, die die entsprechende Abrufkoordinierung für "LISTAUT" und die zugeordneten Parameter enthält.

KONST

Mit dem Programm KONST werden die Konstanten für das System mittels TTY im Dialog eingegeben. Für den vollautomatischen Betrieb wurde noch die Variable "ITST" hinzugefügt (Programm EXT)

RUN, KONST (Liste der Systemvariablen)

Konstanten-Eingabe

JDLY	0
350	
IT1	0
320	
IT2	0
300	
CPRS	0
0	
IST2	0
1500	
SL	0
4	
SF	0
10	
CTHR	0
1	
MNUM	0

1  
VSTO 0  
400  
IPU 0  
1  
ITST 0  
1  
READY

Name	Bedeutung	Typische Werte
J DLY	Beruhigungszeit für Verstärker (Angabe in 0,01 Sekunden)	150 (SEV) 500 (Faraday)
IT1	Integrationszeit für die Auf- heizphasen (Angabe in ms)	320
IT2	Verweilzeit nach dem Vorheizen in Sekunden (s.Programm VOR- HEIZEN)	0- 1800
CPRS	Druckschwelle für Aufheiz- programm	abhängig vom Manometer, falls nicht gebraucht = Ø
IST2	Maximaler I- Bandstrom (ADC- Einheiten)	1500 (= 7,4 A)
SL	Schrittweite bei der Ionencuellen- optimierung der Linsen	2
SF	Schrittweite bei der Ionenquellen- optimierung der Z-Fokussierung	10
CTHR	Schwelle für die Peakerkennung bei der Eichung	1 (= 20,5 mV)
MNUM	Anzahl der Meßvorgänge einschl. Aufheizen (für automatische Schleuse)	1
VSTØ	V-Bandstrom für Vorheizphase	300(= 1,5 A)
IPU	Faktor für Pu-Kontrolle bei Uran- messungen	10
ITST	siehe Programm (EXT)	

MKONST

Die ursprünglichen Programme: UKONST, PUKONST, NDKONST, XKONST wurden aus Platzgründen auf der Platte und aus Zeitgründen beim Laden zu einem Programm MKONST zusammengefaßt. Die Eingabe der Steuerparameter für das VBND erfolgt im Dialog. Folgende Variable, deren Bedeutung in nachfolgender Tabelle erläutert sind, werden eingefragt:

- VxP1 (0) bis VxP1 (3) x = 1 für Uran (UKONST)
- VxP2 (0) bis VxP2 (4) x = 2 für Plutonium (PUKONST)
- VxP3 (0) bis VxP3 (5) x = 3 für Neodym (NDKONST)

Steuerparameter

Name	Index	Bedeutung	Typische Werte
VxP1	0	Ende der Heizphase 1 (V-Bandstrom)	300 (= 1,5 A)
	1	Ende Heizphase 2 (V-Bandstrom)	1000(= 5 A)
	2	V-Bandgrenzwert	1000(= 5 A)
	3	Start der Datenerfassung (V-Bandstrom)	500(= 2,5 A)
VxP2	0	Driftschwelle	1% von VxP2 (3)
	1	Totalionenstromschwelle	$8 \times 10^6 = 5 \text{ V}$
	2	Ende Heizphase 2 (Ionenstrom)	$1,6 \times 10^5 = 0,1 \text{ V}$
	3	Start der Datenerfassung (Ionenstrom)	10x VxP2 (2)
	4	Grenze für Weiterheizen (Ionenstrom)	0
VxP3	0	Schrittweite in Phase 2 (V-Bandstrom)	10 (= 0,05 A)
	1	Wartezeit in Phase 2 (millisekunde 10)	1000 (= 10S)
	2	Schrittweite in Phase 3	2 (= 0,01 A)



Name	Index	Bedeutung	Typische Werte
	3	Wartezeit nach Phase 2 (Millisekunden x 10)	30000 (= 5 Min)
	4	Wartezeit in Phase 3 (Millisekunden x 10)	3000 (= 30s)
	5	Wartezeit nach Phase 3 (Millisekunden x 10)	12000 (= 2 Min.)

Die nachfolgenden Listen enthalten die bei uns gebräuchlichen Heizstromkonstanten.

RUN,MKONST  
KONSTANTEN-EINGABE FUER DIE HEIZPROGRAMME  
ELEMENT NAME ?

U

V1P1

0	350
350	1
1000	2
700	3
650	

V1P2

0	16000
16000	1
4000000	2
400000	3
2000000	4
1800000	

V1P3

0	15
15	1
500	2
4	3
0	4
1000	5
0	

ELEMENT NAME ?

PU		
V1P1		
	0	320
320		
	1	1000
1000		
	2	800
800		
	3	750
750		
V1P2		
	0	16000
16000		
	1	4000000
4000000		
	2	400000
400000		
	3	2000000
2000000		
	4	1800000
1800000		
V1P3		
	0	15
15		
	1	500
500		
	2	4
4		
	3	0
0		
	4	1000
1000		
	5	0
0		

ELEMENT NAME ?

ND

V1P1

0	0
300	
1	0
1000	
2	0
900	
3	0
800	

V1P2

0	0
16000	
1	0
4000000	
2	0
200000	
3	0
2000000	
4	0
1800000	

V1P3

0	0
10	
1	0
1000	
2	0
3	
3	0
0	
4	0
1500	
5	0
0	

## PARA

Mit Hilfe des Programms PARA werden die Steuerdaten für die Datenerfassung eingegeben. Der Dialog verläuft folgendermaßen:

RUN, PARA

Eingabe der Steuerparameter

ELEMENT SYMBOL ? U (Pu, Nd)

NULL-LINIE d.h. Verstärkernullpunktmessung

MSPKT 10 Anzahl Messungen pro Sprung

INT.ZT. 320 Integrationszeit

KANAL 0 Meßkanal 0 = SEV, 1 = Faraday

MASSE 238 Massenzahl der Bezugsmasse

MSPKT 10

INT.ZT. 320

KANAL 0

usw.

## STLIST

Dieses Programm ermöglicht die Eingabe der Steuerdaten für den eigentlichen Messablauf. Die den Messablauf steuernden Daten sind die Variablen:

Liste der Elemente

Liste der Steuermassen

Liste der Messzyklen pro Messung

Liste der Wiederholungen einer Messung

Der Aufbau und die Bedeutung dieser Liste soll am folgenden

Beispiel erläutert werden:

Es soll eine Uran- und Plutonium Messung durchgeführt werden

Für Uran sei die Steuermasse 238, für Plutonium 239.

Bei jeder Messung soll das durch PARA eingegebene

Isotopenmuster 20 mal gemessen werden (= 20 Zyklen).

Die Messungen sollen je 3 mal wiederholt werden.

Der Dialog wäre folgender:

READY

RUN, STLIST

EINGABE DER STEUERLISTE

ANZAHL ELEMENTE           2

~~#~~ 1

ELEMENT                   U

STEUERMASSE               238

ANZ MSSG                   20

ANZ WDHL                   3

~~#~~ 2

ELEMENT                   PU

STEUERMASSE               239

ANZ MSSG                   20

ANZ WDHL                   3

READY

## LISTAUT

Das Programm LISTAUT ermöglicht im automatischen Betrieb das, was die Programme PARA und STLIST ausführen.

Der Abruf des Programmes LISTAUT erfolgt durch das INIT- Programm. LISTAUT erhält über den Lochstreifen der TTY kurz kodierte Daten, die zur Aufstellung der Steuer- und Parameterliste erforderlich sind. Anhand der kurz kodierten Daten stellt das Programm LISTAUT eine neue Parameter- und Steuerliste zusammen. Die Parameter werden auf der Platte mit Hilfe des Programms PARAST gespeichert. Die Verarbeitung der kurz kodierten Daten nach Einlesen vom Initialisierungslochstreifen benötigt ca. 1.5 min. Der Arbeitsaufwand für den Operator beim Erstellen des Initialisierungslochstreifens ist auf ein Minimum beschränkt, eine Fehlermöglichkeit, wie Verwechslung oder Lesefehler, sind fast ausgeschlossen. (Weitere Einzelheiten siehe in nachfolgender Tabelle).

Die in der Tabelle angegebenen Werte \*\*+ (0 bis 7) sind die einzigen, die vom Operator anstelle von PARA und STLIST anzugeben sind. Handelt es sich um eine Doppelmessung, so wird für eine U/Pu Probe mit den Referenzisotopen  $^{238}/^{239}$  \*\* + 0 + 4 geschrieben.

RUN, PARAST  
INPUT PARAMETER STORAGE  
U -ELEMENT  
4 ANZAHL ISOTOPE  
15 MESSPUNKTE  
320 INTEGRATIONSZEIT  
10 ANZAHL SCANS  
1 -" - RUNS  
0 KANAL (SEV)  
238  
235  
234  
236  
0  
U  
4  
15  
320  
10  
1  
0  
235  
238  
234  
236  
0  
U  
2  
10  
320  
10  
1  
0  
233  
238  
0  
U  
2  
10  
320  
10  
1  
0  
233  
235  
0



PU  
4  
15  
320  
10  
3  
0  
239  
240  
241  
242  
0  
PU  
2  
10  
320  
10  
3  
0  
242  
239  
0  
ND  
10  
15  
320  
8  
3  
0  
148  
143  
144  
145  
146  
150  
152  
149  
142  
140  
0  
ND  
10  
15  
320  
8  
3  
0  
150  
143  
144  
145  
146  
148  
152  
149  
142  
140  
0  
\*\*

INPUT PARAMETERS LIST DUMP

\*\*\*0 U  
4 15 320 10 3 0 0 0 0 0  
238 235 236 234 0 0 0 0 0 0

\*\*\*1 U  
4 15 320 10 3 0 0 0 0 0  
235 238 236 234 0 0 0 0 0 0

\*\*\*2 U  
2 10 320 10 3 0 0 0 0 0  
233 238 0 0 0 0 0 0 0 0

\*\*\*3 U  
2 10 320 10 3 0 0 0 0 0  
233 235 0 0 0 0 0 0 0 0

\*\*\*4 PU  
4 15 320 10 3 0 0 0 0 0  
239 240 241 242 0 0 0 0 0 0

\*\*\*5 PU  
2 10 320 10 3 0 0 0 0 0  
242 239 0 0 0 0 0 0 0 0

\*\*\*6 ND  
10 15 320 8 3 0 0 0 0 0  
148 143 144 145 146 150 152 149 142 140

\*\*\*7 ND  
10 15 320 8 3 0 0 0 0 0  
150 143 144 145 146 148 152 149 142 140

EXIT9999

READY

### 3.2.2.2 Eichprogramme

#### CALIB

Das Programm CALIB dient der Eichung der Massenskala. Es werden in den Feldern Systemvariablen für die Massen, Grobbereiche und Feineinstellungen bis zu 30 Eichwerte angelegt.

Das Verfahren der Eichung wird anhand des Dialoges erläutert: Zur Vorbereitung müssen die Grobeinstellungen des Feldreglers auf EXT und die Feineinstellpotentiometer auf 0 gestellt werden. Der Verstärkernullpunkt ist besonders sorgfältig einzustellen. Das Interface ist auf Rechnersteuerung zu schalten.

RUN, CALIB

EICHUNG DER MASSENSKALA

APR:05:1975

MASSENBEREICH (GROB) ? 14

Die einzugehende Zahl entspricht der Grobeinstellung der Handbetätigung des Feldreglers. Der entsprechende Grobbereich wird vom Rechner eingestellt. Nunmehr fährt das Programm mit dem DAC den Bereich relativ grob (in Schritten von 4 Einheiten) durch, wobei das SEV-Signal gemessen wird. Wird ein Signal größer als CTHR gemessen, dann setzt das Programm um 20 Punkte zurück und fährt langsam über den Peak. Zur Peakmittenbestimmung werden alle Abtastwerte größer als CTHR benutzt. Daraus geht hervor, daß die Peakabstände größer als 20 Punkte sein müssen. Ist das Peakende erkannt (Abtastwert kleiner als CTHR), fährt das Programm mit der Peaksuche fort. Wird im ganzen Bereich kein Peak gefunden, dann erfolgt die Meldung

KEIN PEAK

und das Programm fragt den nächsten Massenbereich ein.

Werden Peaks gefunden, wird eine Positionsliste gedruckt und die zugehörige Massenzahl eingefragt.

#### POSITIONSLISTE

LFD	DAC
0	2003
1	2216

MASSENZUORDNUNGEN

LFD	0	MASSE	<u>235</u>
LFD	1	MASSE	<u>238</u>

MASSENBEREICH (GROB) ? 0

Das Programm wird bei der Einfrage der Grobbereiche fortgesetzt. Gibt man als Grobbereich ' $\emptyset$ ' ein, wird die "Nullposition", d.h. die Einstellung des Feldreglers, bei der der Verstärkernullpunkt gemessen werden soll, eingefragt.

NULLPOSITION

GROB	<u>14</u>
DAC	500

Nach der Eingabe der Nullposition wird gefragt, ob zusätzliche Massenzahlen eingegeben werden sollen. Dieses kann notwendig sein, wenn die Intensitäten der Peaks kleiner als CTHR sind oder aus anderen Gründen eine Eichung nicht wünschenswert ist (z.B. Plutoniummassenzahlen können durch Extrapolation hinreichend genau aus der Uraneichung errechnet werden).

In dem Beispiel wurden die Massen 234 und 236 des Urans nicht von der Eichung erfaßt. Durch lineare Interpolation ergeben sich die DAC-Werte  $M=234/DAC=1932$  und  $M=236/DAC=2074$ .

ZUSÄTZLICHE MASSEN ? Y

MASSE	<u>234</u>
GROB	<u>14</u>
DAC	<u>1932</u>
MASSE	<u>236</u>
GROB	<u>14</u>
DAC	<u>2074</u>
MASSE	<u><math>\emptyset</math></u>
READY	

Der Dialog wird durch Eingabe der "Massenzahl" Null beendet. Die eingegebenen und gemessenen Werte werden anschließend im "File" abgespeichert.

Die Eichentabelle kann über das Programm SCALE aufgelistet werden. Da die Aufheizprogramme die Eichung laufend überwachen und korrigieren, ist eine Eichung nur dann erforderlich, wenn eine Änderung der Hochspannung oder der Magnetjustierung durchgeführt wurde. Ist die Verschiebung der Eichung kleiner als etwa 2 Masseneinheiten, dann genügt die Eichung der Rheniumlinie und eine parallele Verschiebung der übrigen Eichwerte durch Eingabe als "Zusätzliche Massen".

## CALAUT

Das Programm CALAUT ermöglicht eine automatische Calibrierung. Nach geometrischer Veränderung des Magneten und der Feldsonde (z.B. nach dem Ausheizen) sind in der Regel die bestehenden Eichungswerte nicht mehr brauchbar. Das bedeutet, eine neue Calibrierung muß durchgeführt werden. Das Programm CALAUT ermöglicht eine schnelle automatische Eichung. Dafür wird das IBND auf "Re- Temperatur" geheizt, nach Start des Programmes CALAUT werden die neuen DAC- Werte für die Massen 185 und 187 ermittelt. Das Programm bildet automatisch die Differenz zwischen den neuen- und alten DAC- Werten. Alle in der Eich-tabelle befindlichen Massen werden entsprechend linear korrigiert und gespeichert. Zur Kontrolle werden die neuen Werte in Form einer Tabelle auf der TTY ausgedruckt.

## CRHENIUM

Das Programm CRHENIUM wird benutzt, um bei der Arbeitstemperatur des Ionisierungsbandes den zugehörigen Ionenstrom zu messen. Der Feldregler wird von Hand auf die Masse 187 gestellt und der Ionisierungsbandstrom soweit erhöht, daß die Temperatur der Bändchen etwa  $1950^{\circ}$  bis  $2050^{\circ}$  beträgt, das entspricht einem Ionenstrom von etwa  $10^{-13}$  A ( abhängig vom Material). Anschließend wird durch RUN, CRHENIUM der Ionenstrom gemessen und in der Variablen CRHE im File abgespeichert. Die Stellung des I- Bandpotentiometers wird ebenfalls gemessen und um einen reduzierten Betrag von 6,25 % in der Variablen IST1 im File abgelegt.

## VAR

Das Programm VAR enthält Variable für folgende Programme, die im Dialog eingegeben werden:

- 1) "VBND", hier werden während der Aufheizphase Zwischenfokussierungen vorgenommen.
- 2) "PROBE", hier werden Wartezeiten für die Abkühlung vor dem Herunterfahren des Schlittens vorgegeben.

### 3.2.2.3 Aufheiz- und Datenerfassungsprogramme

#### MESSEN

Das Programm MESSEN fragt im Dialog den Elementnamen und die Anzahl Zyklen pro Messung ein und startet die Datenerfassung.

RUN, MESSEN

ELEM : U

NMES : 10

Dieses Programm ist erforderlich, um bei schwierigen Proben in den "Handbetrieb" überzugehen, aber dann doch die Datenerfassung automatisch zu betreiben.

#### GO

Das Programm GO ist der Startbefehl für den Beginn einer automatischen Messung.

Das Programm GO setzt den DAC und Grobbereich des Feldreglers auf den Wert, der in der Eichung als "Nullposition" eingegeben wurde. Eine Kontrolle zeigt an, ob alle Potentiometer der Bändchenstromeinstellungen auf Null stehen, wenn nicht erfolgt diese Einstellung. Eine Steuervariable wird Null gesetzt und das Programm HEIZEN gestartet.

## HEIZEN

Aus dem Ablaufschema der Heizprogramme ist die steuernde Funktion des Programmes HEIZEN erkennbar. Die interne Struktur ist aus dem Flußdiagramm (Abb. 17) ersichtlich. Entsprechend dem aktuellen Wert einer Konstanten wird das Programm IBND oder das Programm VBND gestartet. Die Steuerdaten der zu messenden Elemente werden dabei vom File geholt und dem Programm VBND durch die speziellen Steuerdaten übergeben. Das Programm Heizen schreibt auf der Dialog-Output-Einheit (TTY), welches Programm gestartet wird.

## IBND

Vom Programm HEIZEN wird das Programm IBND gestartet, um den Strom durch das Ionisierungsband (rechtes Bändchen) auf den durch CRHENIUM geeichten Wert zu fahren. Danach kehrt das Programm IBND zum Programm HEIZEN zurück.

Mit Hilfe des Flußdiagramms ( Abb. 18) wird der Ablauf in dem Programm IBND erläutert. Das Einstellpotentiometer für den Ionisierungsstrom wird mittels MAKRO "SET" auf einen Heizstromwert von 5A gefahren. Danach wird der Aufheizprozeß unter Kontrolle des ADC bis zum Wert von IST1 stufenweise weitergeheizt.

Anschließend wird eine Grobfokussierung der Linsensymetrie und die Peakzentrierung durchgeführt. Der Wert des Bändchenstromes wird langsam erhöht, bis der Ionenstrom der Masse 187 entweder größer als der Wert von CRHE oder größer als der Wert von IST2 ist. Im letzten Falle wird die Messung mit der Fehlermeldung xx KEIN MESS-SIGNAL abgebrochen, im ersten Fall wird nochmals eine Peakzentrierung durchgeführt. Da hierbei der Ionenstrom



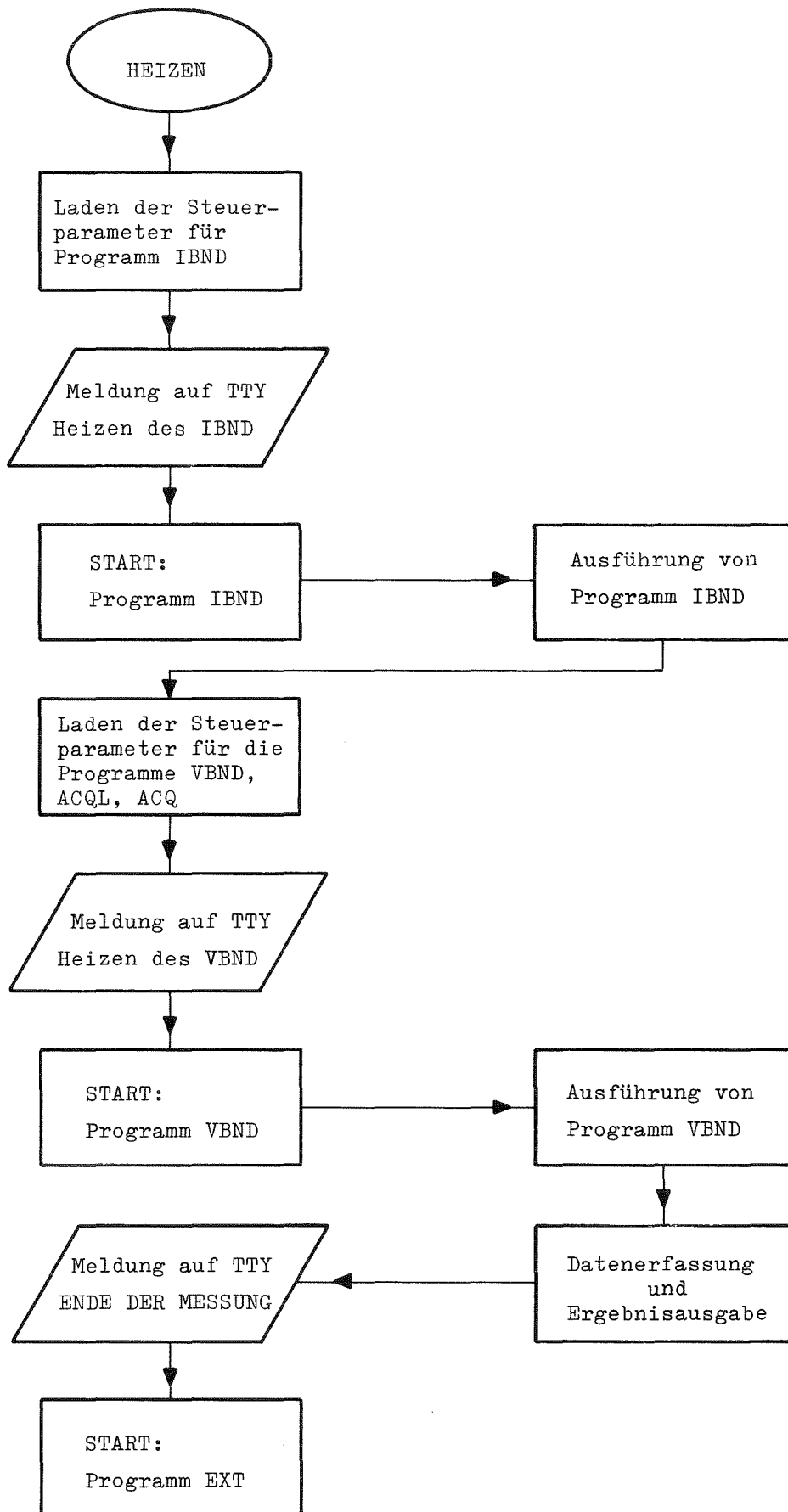


Abb. 17

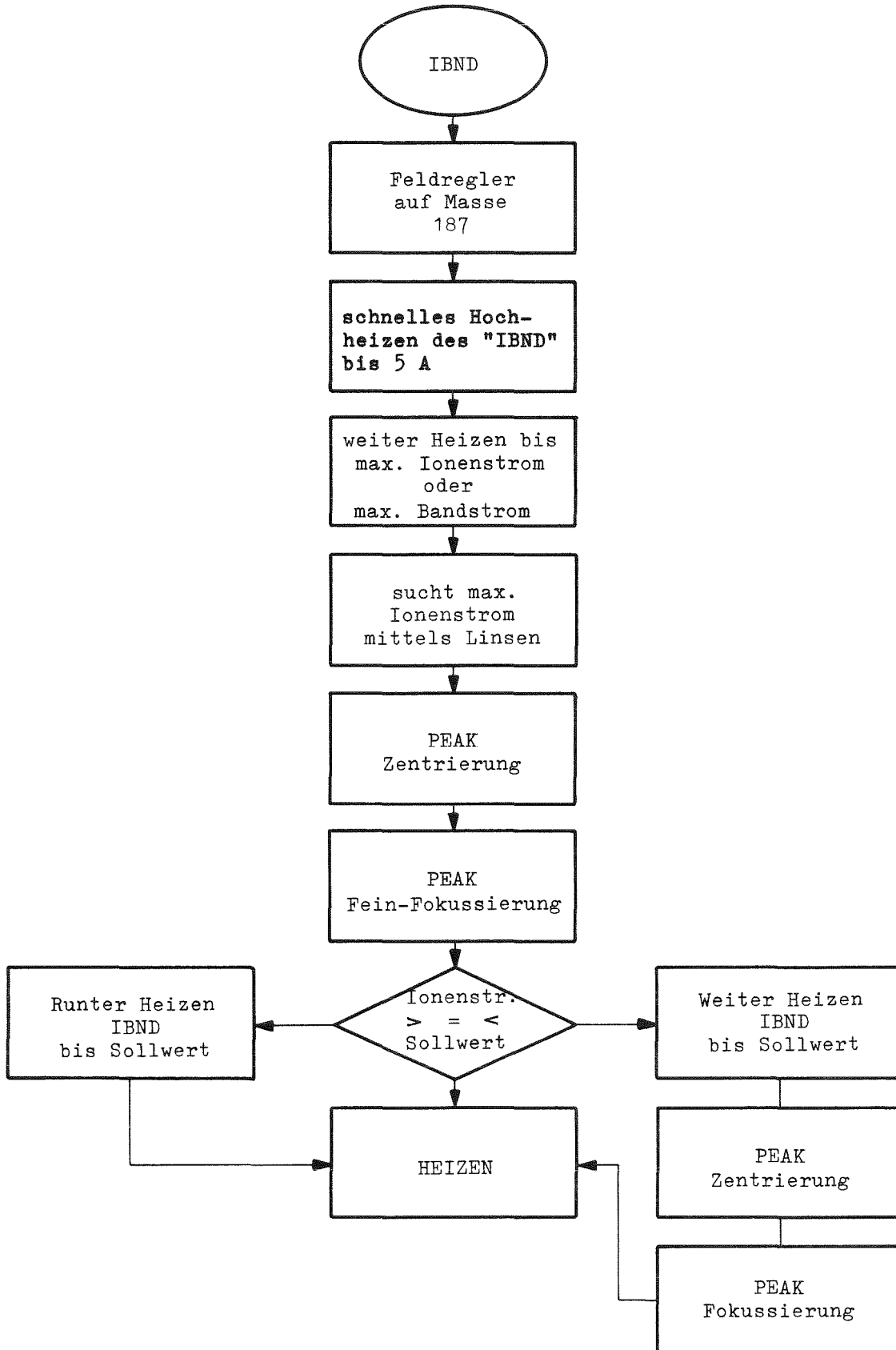


Abb. 18

noch ansteigen kann, wird zum Schluß der Bändchenstrom soweit zurückgedreht, bis er den Wert von CRHE unterschreitet. Das Programm kehrt zum Programm HEIZEN zurück.

VBND

Das Programm VBND ( Abb. 19 ), welches durch das Programm HEIZEN gestartet wird, ist das eigentliche Aufheizprogramm für das Verdampferband. Die Aufheizung der Probe auf dem Verdampferband erfolgt in drei Phasen:

Phase I            Abdampfen von Verunreinigungen und  
Entgasung der Probe unter Kontrolle  
des totalen Ionenstromes

Phasen II, III    Aufheizen der Probe

In der Phase I wird durch Messung des Totalionenstromes die Aufheizgeschwindigkeit bestimmt. Die Temperatur des Bändchens am Ende dieser Heizphase sollte deutlich unter dem Wert liegen, der während der Messung benötigt wird. Trotzdem kann schon ein Ionenstrom (z.B. auf dem Schreiber) registriert werden, wenn sehr viel Probe aufgetragen wurde.

Die Heizphase II unterscheidet sich von der sich anschließenden Heizphase III durch die Parameter- Schrittweite für Bandstrom und Wartezeit. Wenn ein Ionenstromschwellwert überschritten ist, wird zunächst eine Ionenquellenfokussierung durchgeführt. Während der Heizphase III wird das Ionenstromsignal analysiert und die Drift gemessen. Zwischen den Messungen der Ionenströme wird der Peak ausgeblendet, der Bandstrom erhöht und gewartet, indem der Feldregler auf die Nullposition gestellt wird. Bei vorgegebenem Ionenstromschwellwert wird eine Zwischen-

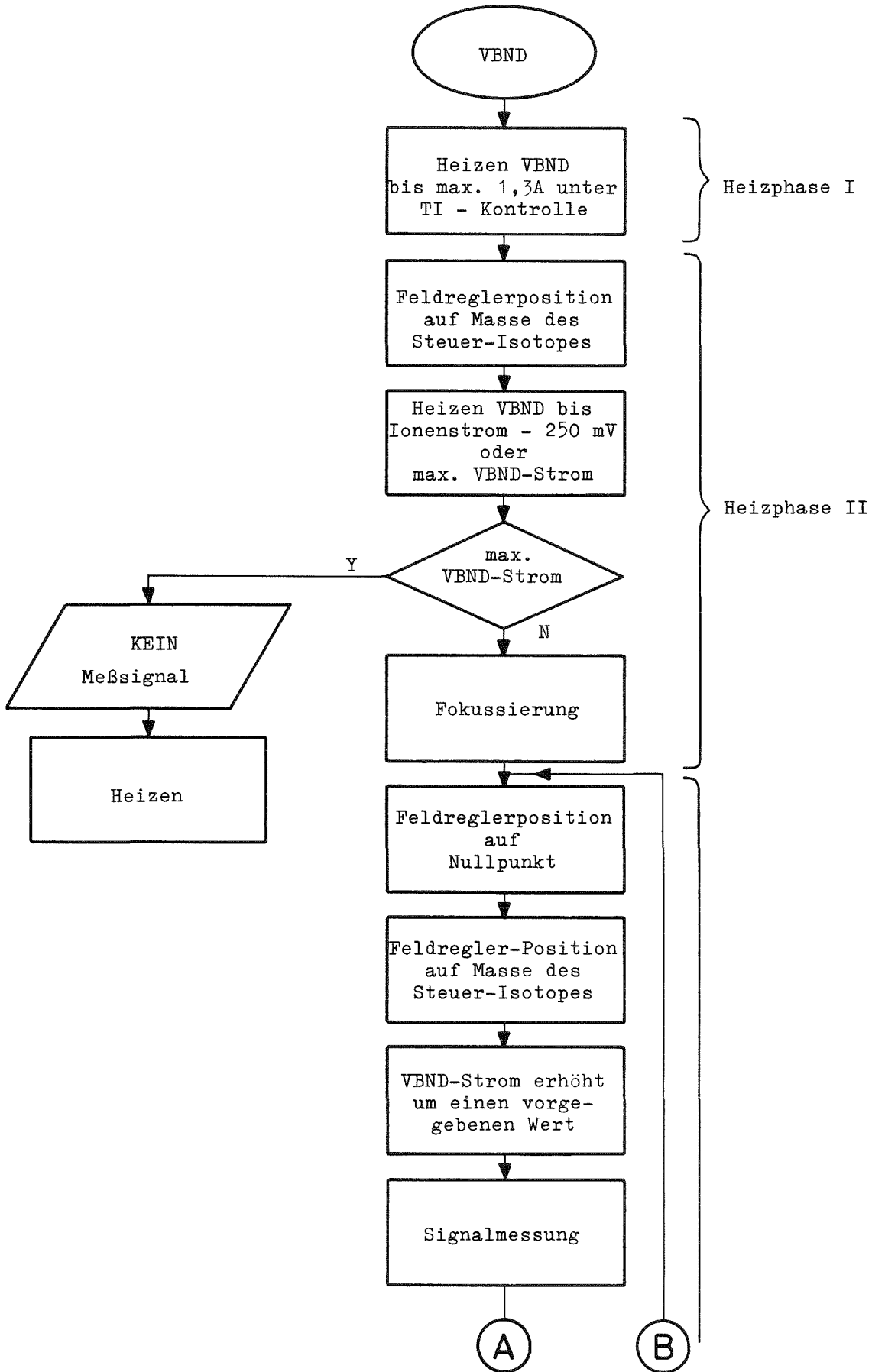


Abb. 19

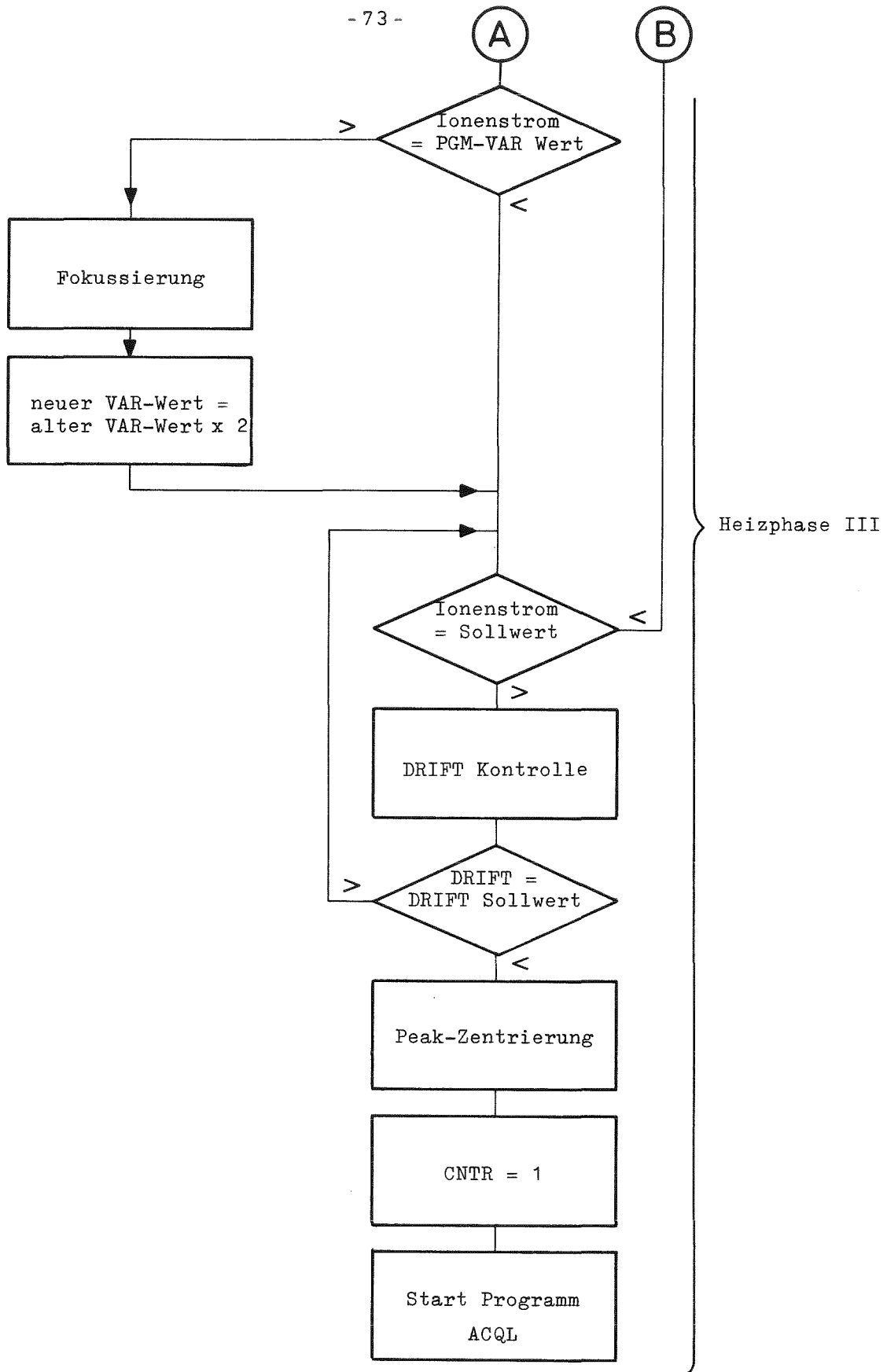


Abb. 19

fokussierung mit den Linsen und der Z- Ablenkung durchgeführt. Je nach Verdopplung des Ionenstromwertes wiederholt sich dieser Vorgang. Der Ionenstromschwellwert ist eine Variable und wird mit Hilfe des Programms "VAR" eingegeben.

Die Heizphase III wird beendet und die Datenerfassung gestartet, wenn entweder der Ionenstrom seinen vorgegebenen Sollwert oder der Bandstrom seinen Grenzwert überschritten hat. Der Bandstrom wird so lange nicht weiter erhöht, bis er einen bestimmten Schwellenwert unterschreitet oder innerhalb eines Driftwertes bleibt. Wird der Schwellwert jedoch unterschritten, so wird weitergeheizt, andernfalls wird eine Peakzentrierung und Ionenquellenfokussierung durchgeführt, bevor das Programm ACQL gestartet wird.

#### ACQL

Das Programm ACQL ist mit den Programmen ACQ und HEIZEN eng verknüpft. Als erstes wird eine Feinfokussierung durchgeführt. Darauf folgt die Abfrage, ob es sich um eine U-Probe handelt. Im Falle einer U- Probe werden die Ionenstromintensitäten der Isotope U- 238 und Pu- 239 gemessen, nullpunktkorrigiert und auf der TTY ausgegeben (zwecks späterer Beurteilung siehe Abschnitt Meßablauf) Hiernach erfolgt eine Abfrage des Zählers  $CNTR > 0$ . Falls ja wird das Programm ACQ gestartet. Das Programm ACQ setzt den Zähler  $CNTR=0$ . Ist die Ergebnisausgabe beendet, wird das Programm ACQL erneut durchlaufen. Die U- bzw. Pu- Ionenstromintensitätsmessung und Ausgabe wird wiederholt. Da der Zähler  $CNTR=0$  ist, erfolgt der Rücksprung ins Programm HEIZEN (Abb. 20).

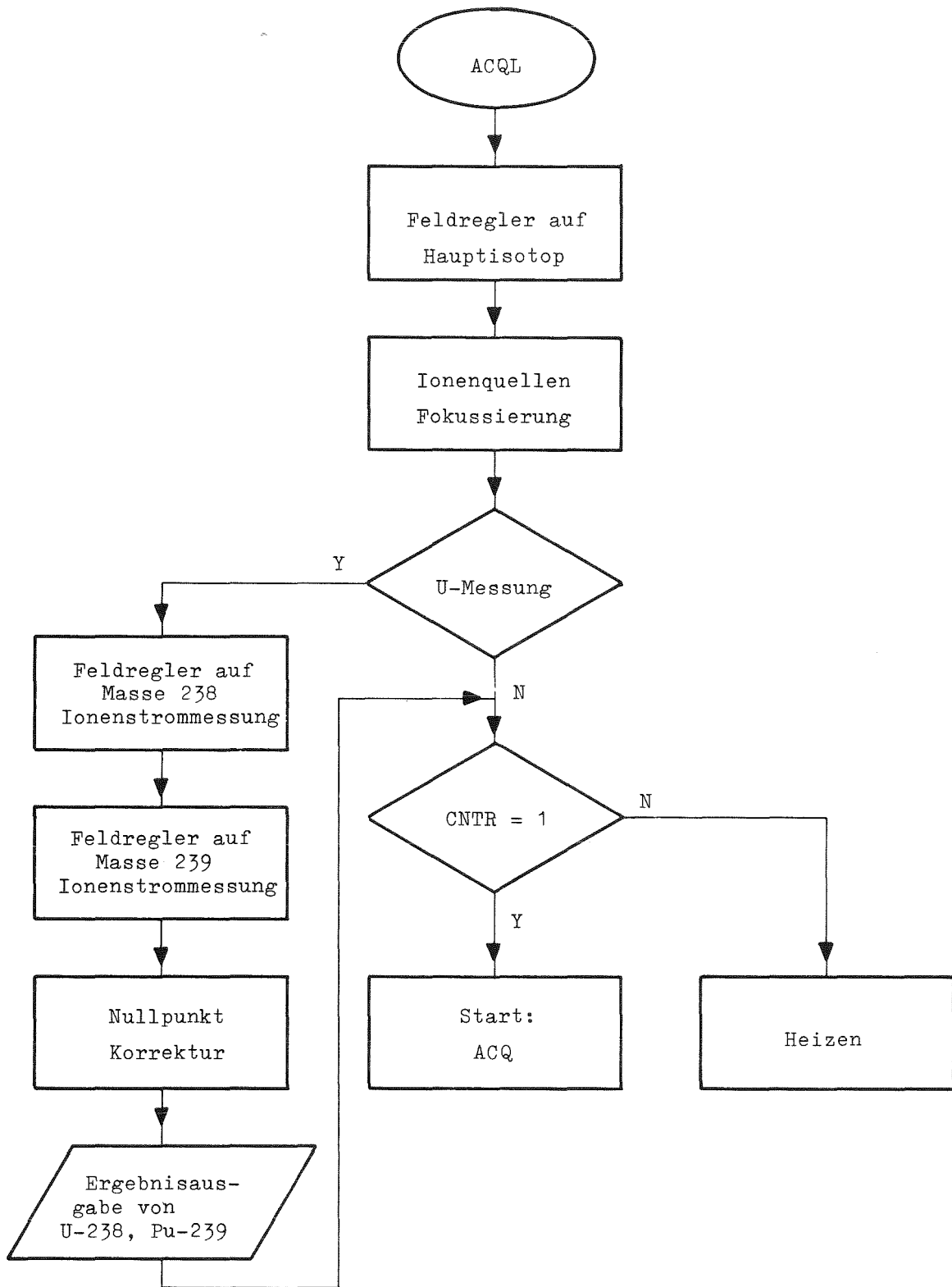


Abb. 20

## ACQ

Das Programm ACQ ( Abb. 21 ) wird von dem Programm ACQL gestartet. Es dient der Messung der Ionenströme durch Peakspringen. Bei dieser Meßmethode wird für jede Masse der Ionenstrom gemessen. Da die Nulllinie des Verstärkers driften kann, muß auch der Nullpunkt überprüft werden. Die Reihenfolge eines Peaksprungzyklus ist durch die Liste der Steuerparameter (eingetragen durch das Programm LISTAUT, PARA) vorgegeben. Wie oft der Zyklus wiederholt werden soll, ist durch den Wert von NMES vorgegeben.

Das Produkt aus der Anzahl der Isotope einschließlich der Nullpunktmessung (NISO) und der Anzahl Zyklen (NMES) darf den Wert 99 nicht übersteigen.

Nachdem die Ionenströme gemessen wurden, wird eine Nulllinienkorrektur durch lineare Interpolation (Makro INTPOL) durchgeführt. Die nullpunktkorrigierten Werte werden im File abgespeichert. Eine Driftkorrektur schließt sich an (Makro ICOR). Die driftkorrigierten und auf die Bezugsmasse berechneten Verhältnisse werden ebenfalls im File zwischengespeichert (Masse: IMAS, Verhältnis: IRAT, Standardabweichung : IDEV).

Die Ergebnisse werden auf 100 % normiert und als Atom- und Gewichtsprozentanteile für jedes Isotop berechnet, wobei das Datum, das Element, die Anzahl der Isotope und die berechneten Daten aus der Messung aufgelistet werden. Diese Liste wird gleichzeitig auf Lochstreifen ausgestanzt. Nach Ausgabe des Ergebnisses wird das Programm ACQL zurückgekehrt.



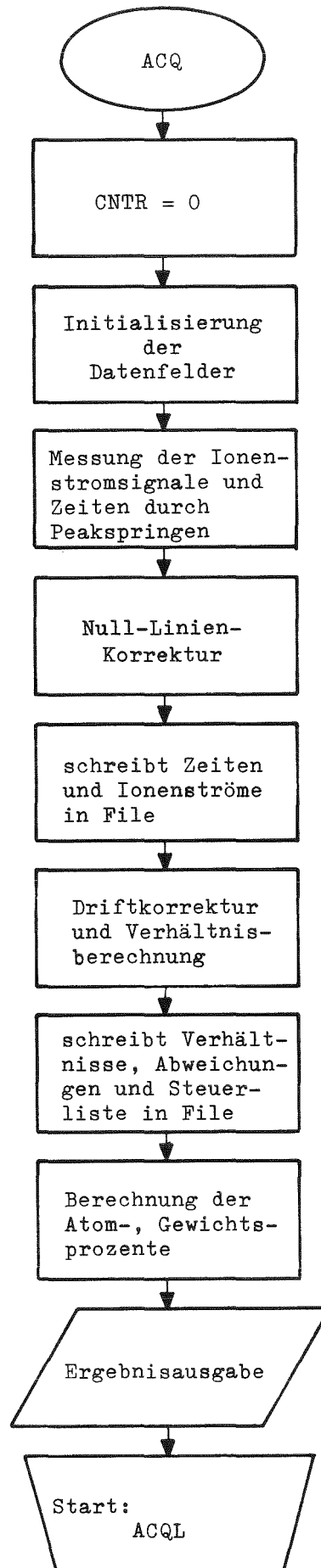


Abb. 21

#### 3.2.2.4 Verknüpfungsprogramme

##### PROBE

Das Programm PROBE koordiniert das Zusammenwirken der automatischen Schleuse mit dem automatischen Massenspektrometer unter Kontrolle des ADC.

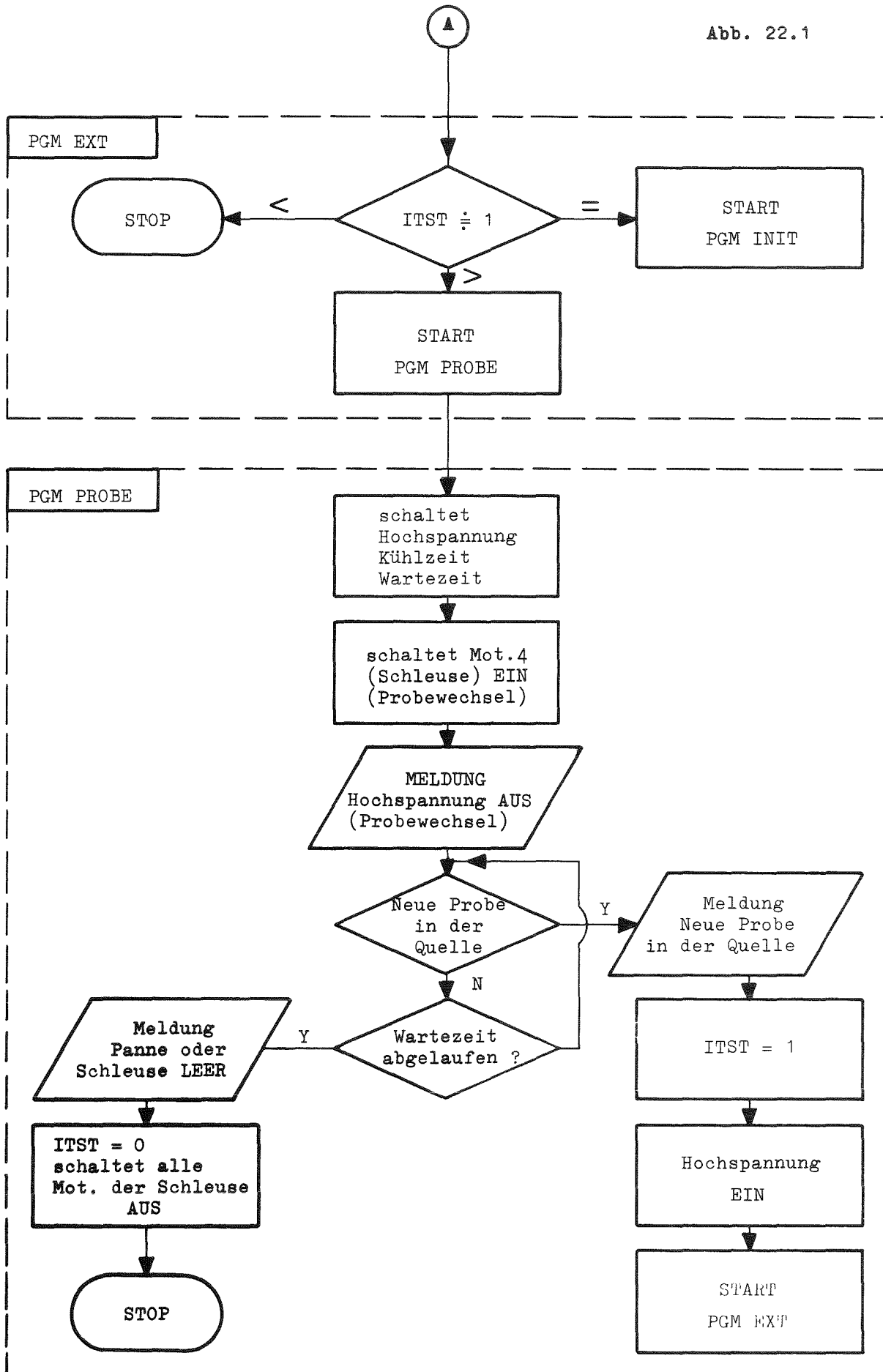
Nach Beendigung des automatischen Meßablaufs oder nach einer Fehlermeldung z.B. "kein Mess- Signal" erfolgt ein Rücksprung in das Programm EXT (Abb. 22.1). Dieses startet das Programm PROBE, da die Variable ITST = 2 ist. Das Programm PROBE setzt ITST = 1, die Hochspannung HSP der Ionenquelle wird ausgeschaltet. Danach wird die Kühlzeit für die Probe abgewartet (siehe Programm VAR), anschließend erfolgt der Wechselvorgang durch das Einschalten des Motors (M4) an der Schleusenanlage. Der nachfolgende Schlittenwechsel erfolgt durch den automatischen Ablauf der Schleuse. Nach Beendigung dieses Wechselvorgangs gibt die Schleuse über den ADC eine Meldung an den Rechner. Der Kommentar auf der TTY lautet:

" Neue **Probe** in der Quelle "

Die Hochspannung HSP wird wieder eingeschaltet, es folgt ein Programmsprung nach EXT.

Bekommt der Rechner von der Schleuse über den ADC keine Meldung, so schaltet er nach einer Wartezeit (siehe Programm VAR) sämtliche Schleusenatriebe aus und setzt ITST= 0. Das Programm EXT stoppt alle Vorgänge im Automaten.

Abb. 22.1



## EXT

Das Programm EXT wird im vollautomatischen Betrieb nach Abarbeitung jedes Programmes aufgerufen. Das Programm EXT beeinflusst den weiteren Ablauf des automatischen Betriebes je nach Wert von ITST (Abb. 22.1).

Beispiel:	ITST	=	0	EXT	(STOP)
	"-	=	1	INIT	
	"-	=	2	Probe	

## INIT

Das Programm INIT (Abb 22) ist das einzige Programm, das zu Beginn des vollautomatischen Betriebes durch Eingabe von RUN, INIT auf der TTY eingegeben werden muß.

Es setzt zuerst den Wert der Variablen ITST = 1, danach werden sequenziell alle Daten vom Initialisierungslochband der TTY eingelesen und verarbeitet. Beim Einlesen der Zeichen "\*\*\*" startet INIT das Programm LISTAUT. Beim Einlesen anderer Programmnamen wird das entsprechende Programm gestartet und durchgeführt. Durch den Rücksprung in das Programm EXT wird INIT wieder gestartet und zwar solange wie der Wert der Variablen = 1 ist. Erst beim Einlesen des Befehls "GO" wird ITST = 2 gesetzt und das Programm GO gestartet.

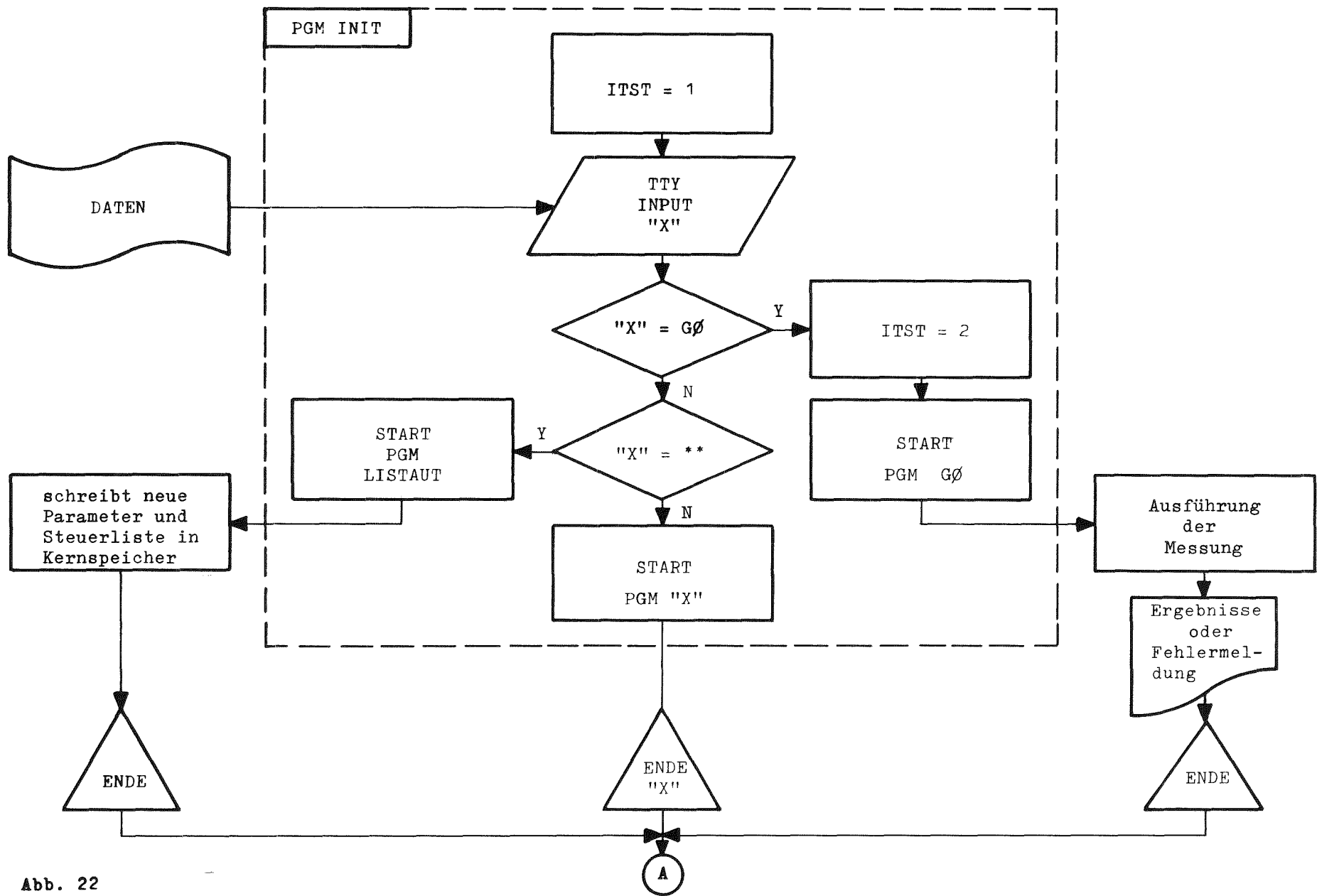


Abb. 22

### 3.2.2.5 Testprogramme

#### MUX

Mit diesem Programm können alle Relais des Multiplexers gesetzt werden, auch die aller Grobbereiche des Feldreglers. Das Programm fragt die Relaisnummern ein. Eine positive Zahl größer als Null bedeutet, daß das entsprechende Relais einzuschalten ist. Eine negative Zahl bedeutet, daß das Relais abzuschalten ist. Die Eingabe Null bedeutet Zurücksetzen aller Relais.

#### DACØ

Mit diesem Programm kann der DAC auf jeden Wert zwischen 0 und 10V Ausgangsspannung (entsprechend der Eingabe 0 bis 4095) gesetzt werden.

#### ADCØ

Mit diesem Programm werden laufend die vom ADC gelieferten Werte aufgelistet. Im Zusammenhang mit dem Programm MUX können die Kontrollpotentiometer an den Betriebsgeräten des MS (Feldregler, Ionenquellbetriebsgerät, Bändchenstrombetriebsgerät) getestet werden.

#### MOT

Mit diesem Programm können alle Schrittmotore angesteuert werden. Das Programm fragt nach STEP MOT und der Anzahl der Steps. Die Anzahl Steps bedeutet nicht, wieviel Schritte der Motor machen, sondern auf welche Position er drehen soll. An folgendem Beispiel sei das verdeutlicht:

## RUN, MOT

STEP MOT     8     Motor des rechten Bändchens  
          STEPS 100   Der Motor dreht 100 Schritte  
STEP MOT     8  
          STEPS 70   Der Motor dreht von Position 100 auf  
                          Position 70, also 30 Schritte rückwärts.

## UFC

Mit diesem Programm kann das integrierende Meßsystem getestet werden. Das Interface muß auf "RECHNER" stehen. Es wird im Dialog die zu verwendende Integrationszeit und der Kanal eingefragt. Anschließend werden zehn Worte aufgelistet.

## SCAN

Dieses Programm erlaubt einen Scan. Der Grobbereich kann entweder manuell oder mit dem Programm MUX eingestellt werden. Das Programm SCAN fragt den Scananfang (DAC-Wert) ein und listet den DAC-Wert und das Ionenstromsignal auf. Der DAC-Wert wird nach jeder Messung um einen Wert erhöht. Mit diesem Programm kann die Auflösung, die Güte des Plateau und die "Abundance Sensitivity" gemessen werden.

## SONDE

Dieses Programm entspricht dem Programm SCALE. Der zugehörige Meßwert der Sondenspannung wird jedoch gemessen und mitgelistet.

#### 4. MESSABLAUF

##### 4.1 Hochvakuumschleusensystem (Abb. 9)

Im Ausgangszustand sind Schieber V1 auf, V2 zu, V3 auf und V4 zu.  
Die Gesamtanalyse wird wie nachfolgend beschrieben gestartet:

1. Hauptschalter in Stellung " ein "
2. Einschalten der Steuerspannung
3. Schlüsselschalter auf Stellung "Einrichten ein"
4. Die Kassette mit den zu messenden Proben wird  
manuell in die Einlaufstrecke geschoben. Der  
Motor M1 und damit der Kettenantrieb wird so-  
lange eingeschaltet bis die Kassette den Mikro-  
schalter S1 erreicht.
5. Schieber V1 zu, V2 zu, V3 auf, V4 zu  
( Grundstellung )
6. Schlüsselschalter in Stellung "Einrichten aus"
7. Schalter " Automatik " ein
8. Schalter " Automatik " Start

Mit Position 8 beginnt der automatische Ablauf des Hochvakuum-  
Schleusensystems; wie er in nachfolgendem Ablaufschema detailliert  
aufgeführt ist.



### Ablaufschema

#### I Ausgangszustand:

Alle drei Kammern sind leer und stehen unter  $HV < 10^{-6}$   
Torr. V1, V2, V4, MV5, MV6 geschlossen. V3 geöffnet.  
Hubstange unten. Kassette (A) in Einlaufschiene.

#### II Beladen von Kammer (K1) mit Kassette (A)

1. M(1) ein ( Handbetätigung )
2. Mikroschalter (1) ein
3. P (1) aus
4. MV (5) auf
5. K(1) auf 1at belüftet
6. V(1) auf
7. M(1); M(2) ein [Fördersystem transportiert Kassette(A) nach K(1)]
8. Mikroschalter (2) ein
9. M(1), M(2) aus
10. V(1); MV(5) zu  $\longrightarrow$  Pos.(1)
11. P(1) ein
12. p (K1)  $5 \cdot 10^{-6}$  Torr
13. Heizung für ProbenKassette (A) hochregeln \*
14. Heizung aus( nach Ende der Heizzeit)
15. V2 auf
16. M(2); M(3) ein [Fördersystem transportiert Kassette (A) nach K(2)]
17. Mikroschalter (3) ein [Schlitten (A1) über Hubstange]
18. M(2); M(3) aus
19. V2 zu  $\longrightarrow$  Pos. (3)

### III Messen

20. M(4) ein [Hubsystem transp. (A1) in die Quelle des Massenspektrometers]
21. Mikroschalter (5) ein
22. M(4) aus
23. (A1) ( Anfang der Messung )
24. (A2), ( A3), (A4) Heizung an \*\*
25. (A1) Ende der Messung [Signal vom Computer an Schleuse]
26. (A2); (A3); (A4) Heizung aus
27. M(4) ein [Hubsystem transp. A 1) zurück in Kassette (A)]
28. Mikroschalter (4) ein
29. M(4) aus
30. M(3) ein (Schlitten(A2) über Hubstange)
31. Mikroschalter (3) ein
32. M(3) aus → Pos. (20)

Die Schritte 20.÷ 32.wiederholen sich für (A3) und (A4)

### IV Ausschleusen

33. [Nachdem (A4) in die Kassette zurückgefahren wurde]
34. M(5) ein
35. Mikroschalter (7) ein
36. M(3); M(5) aus
37. V(3) zu
38. P(2) aus
39. MV(6) auf
40. K(3) auf 1at belüftet
41. V(4) auf

- 42. M(5) ein
- 43. Mikroschalter (8) ein [Kassette (A) Ausstoß]
- 44. M(5) aus
- 45. V(4); MV(6) zu
- 46. P(2) ein
- 47.  $p(K3) < 10^{-6}$  Torr
- 48. V(3) auf  $\rightarrow$  Pos. (15)

\*  $p(K1) > 1 \cdot 10^{-5}$  Torr Heizstromunterbrechung

\*\*  $p(K2, K3) > 5 \cdot 10^{-6}$  Torr Heizstromunterbrechung

Der Pumpstand P2 schaltet sich ein, gleichzeitig öffnet Schieber V1 und die Motoren M1 und M2 befördern mittels Kettenantrieb die 1. Kassette in Kammer K1. Der Mikroschalter S2 stoppt den horizontalen Transport exakt an den Berührungspunkten der Probenträgerkontakte mit den Scheitelpunkten der Schleifkontakte. Der Pendelschieber V1 schließt, P1 läuft an und K1 wird evakuiert. Beim Erreichen des vorzugebenden Solldruckwertes (z.Zt.  $5 \cdot 10^{-6}$  Torr) schaltet die Stromversorgung der beiden Heizkreise für die Ionisationsverdampfer-Bänder ein. Durch Ausheizen wird das Probenmaterial von Verunreinigungen befreit. Außerdem diffundiert durch entsprechend langsames Aufheizen der V-Bänder die Probe in das Bändchenmaterial. Dieses ist von Vorteil für einen stabilen Ionenstrom.

Die Heizparameter, wie Aufheizgeschwindigkeiten, maximale Heizstromwerte und Heizdauer werden in Abhängigkeit vom Probenmaterial vorgegeben. Sie resultieren aus langjährigen Erfahrungen im manuellen Betrieb.

Der V-Band-Heizstrom wird verzögert eingeschaltet, um einen zu großen Druckanstieg durch Ausgasen von Lösungsmittel und Verunreinigungen zu vermeiden. Ein Ausheizvorgang in K1 ist in (Abb. 14) wiedergegeben. Ein Solldruckwertgeber unterbricht bei plötzlichem Druckanstieg, hervorgerufen z.B. durch ein Leck oder durch Gaseruptionen, die Heizstromversorgung und schaltet sie erst nach Erreichen des vorgegebenen Druckwertes wieder ein. Ein Durchbrennen der Bändchen kann so vermieden werden.

Ist die Heizzeit in K1 beendet und der Solldruck von  $\leq 10^{-6}$  Torr in K2 erreicht, wird der angeflanschte Kühlfinger manuell mit flüssigem  $N_2$  gefüllt und der horizontale Transport erneut gestartet. Der Pendelschieber V2 öffnet, die Motoren M2 und M3 transportieren die Kassette nach K2. Die Kassette betätigt den Mikroschalter S3, welcher den horizontalen Transport stoppt und V2 wieder schließt. Der erste Schlitten der Kassette befindet sich nun in der schwalbenschwanzförmigen Passung des vertikalen Hubsystemes, und die Heizkontakte der 3 restlichen Probenträger drücken, wie in K1 beschrieben, auf die Schleifkontakte.

Der Motor M4 fährt mittels einer Spindel die Hubstange mit dem Schlitten in die Quelle ein.

Der Mikroschalter S5 stoppt den vertikalen Hub. Während der anschließenden massenspektrometrischen Messung werden die I- und V-Bänder der anderen Proben in K2 (analog zu K1) aufgeheizt. Ist die Messung beendet, wird der Motor M4 durch den Rechner eingeschaltet und das Hubsystem mit dem Schlitten aus der Ionenquelle in die Kassette zurückgefahren. Gleichzeitig werden die Heizströme der I- und V-Bänder ausgeschaltet. Sobald die Hubstange den Mikroschalter S4 anfährt, stoppt der vertikale Transport.

Der Schlitten mit der gemessenen Probe befindet sich in der Kassette. Diese wird durch Motor M3 soweit transportiert, bis der zweite Schlitten in die Hubposition gelangt. Danach wiederholt sich der vertikale Transport. Fehlt ein Schlitten in der Kassette, dann muß die Leerstelle im Initialisierungslochband angegeben sein, so daß die unbeladene Hubstange aus der Quelle zurückfährt, um mit dem folgenden Schlitten beschickt zu werden. Diese Vorgänge wiederholen sich, bis der 4. Schlitten aus der Quelle kommend in die Kassette zurückgefahren wird. Danach fährt die Kassette in Richtung Kammer K3. Sobald der Mikroschalter S6 angefahren wird, schaltet der Motor M5 ein, der den Kettenantrieb in K3 übernimmt. Die Kassette wird jetzt in K3 weitertransportiert, wo beim Erreichen des Mikroschalter S7 der Transport gestoppt wird. Der Pendelschieber V3 wird geschlossen, der Pumpstand P2 ausgeschaltet und K3 über das Magnetbelüftungsventil MV6 mit Hilfe von verdampfendem Stickstoff aus einer Kühlfalle geflutet. Nach Erreichen von 1 atm. in K3 wird der Pendelschieber V4 geöffnet und die Kassette fährt, durch den Motor M5 getrieben in die Auslaufstrecke. Dieser Transport wird nach Erreichen des Mikroschalter S8 gestoppt. Pendelschieber V4 und Belüftungsventil MV6 werden geschlossen und der Pumpstand P2 wieder gestartet. Nach Erreichen des Solldruckes von  $5 \cdot 10^{-6}$  Torr in K3 öffnet Pendelschieber V3. Der Ausgangszustand in K2 ist somit wieder erreicht, und die nächste vorgeheizte Kassette wird übernommen.

Der Zeitaufwand für die einzelnen Zyklen ist variabel und wurde auf Grund unserer Erfahrungen wie folgt eingestellt:

In K1 dauert die Abpumpzeit, um den Solldruck zu erreichen, ungef. 30 min. Die sich anschließende Ausheizzeit bedingt durch den Verschmutzungsgrad der Proben, liegt bei ca. 1 Stunde.

In K2 betragen die während der letzten Monate bei Uran- oder Plutonium Messungen festgestellten Verweilzeiten der Proben in der Quelle ungefähr 50 min.

Für das Ausschleusen einer Kassette von K2 über K3 in die Auslaufstrecke und Übernahme einer neuen Kassette von K1 nach K2 werden etwa 10 min. benötigt (Abb. 9,11).

#### 4.2 Automatisches Massenspektrometer

Wie bereits beschrieben, wird jeweils ein Schlitten mit einer Probe vom Hubsystem in die Ionenquelle des Massenspektrometers gefahren. Die Schleuse meldet über das Interface ( ADC ) dem Rechner, daß die Messung begonnen werden kann. Alle weiteren Vorgänge laufen danach rechnergesteuert ab.

Auf der TTY erscheint der Kommentar

NEUE PROBE IN DER QUELLE

MESSUNG FOLGT

H S P EIN

Vom Operator wird nunmehr das Initialisierungslochband mit den nachfolgend aufgeführten Daten eingelegt.

\*\*+4

ANUM

ANALYSEN NUMMER :

221/4-AV

GO

[ Diese Daten können jedoch auch dialogartig über die TTY eingegeben werden ].

Nach dem Einlesen der Daten antwortet der Rechner:

HEIZEN DES I-BANDES

15:51:11

Das benutzte Verfahren zur Ermittlung der benötigten Ionisierungsenergie wird über das Meßsignal des Re 187 Isotopes gesteuert. Das abdampfende und gleichzeitig ionisierende Rhenium des Filaments ist proportional der Temperatur und somit der Energie. Dieses Verfahren wird seit Jahren



praktiziert und wurde als Regelgröße in das Software-Programm "IBND" mit eingefügt. Die Ermittlung der Ionisierungsenergie durch Messung der Temperatur mittels eines Pyrometers erschien für den "Automatischen Betrieb" zu umständlich und aufwendig.

Danach springt der Feldregler aus der Nullposition Grob 14 DAC 500 auf den Wert Grob 13 DAC 360, der dem Plateau der Rhenium Masse 187 aus dem Bändchenmaterial entspricht.

Die Nullposition (eine nicht belegte Masse) wird vom Programm " CALIB " vorgegeben. Sie befindet sich in einem Massenbereich, in dem kein Ionenstrom zu beobachten ist. Das Datenerfassungssystem steht dabei auf Kanal "0", das bedeutet, es wird kontinuierlich das Ionenstromsignal mit dem "SEV" gemessen.

Das I-Band wird in einer 1. Phase innerhalb von 48 Sekunden auf einen Heizstrom von ca. 4,8 A aufgeheizt. In einer 2. Phase erfolgt ein schrittweises Weiterheizen von 10 mA bis zu einem Wert, der durch die Konstante "CRHENIUM" vorgegeben ist.

Je nach Position der Potentiometer am Spannungsteiler, und zwar haben diese die Position der letzten Messung, oder man muß davon ausgehen, daß das Massenspektrometer manuell grob vorjustiert war, ist nun ein mehr oder minder großes Rhenium-Signal vorhanden. Sollte das Rhenium-Signal schon während der 2. Phase seinen vorgegebenen Sollwert (siehe CRHENIUM) erreichen, so wird der Aufheizvorgang sofort beendet.

Der Feldregler springt auf die Nullposition (GROB 14 DAC 500) zurück, um eine eventuell auftretende Drift zu berücksichtigen. Danach springt er erneut auf den Re-Peak und die Grobfokussierung der Linsen beginnt:

- Schrittmotor L1 dreht auf linken Anschlag
- Schrittmotor L2 dreht auf einen vorgegebenen Wert (Progr.)
- Schrittmotor L1 dreht über den gesamten Potentialbereich.

Dabei speichert der Rechner über den UFC und ADC die Signalhöhe und die dazugehörige Potentiometerposition mittels eines Kontrollpotentiometers, welches potentialfrei ist.

- Schrittmotor L1 dreht auf die Position mit höchster Ionenstromintensität zurück.

Mit Hilfe des Zentrierprogrammes ( MAKRO - CENTER ) wird die Peaklage der Masse 187 genau ermittelt und alle in der Eich-tabelle befindlichen Massen werden entsprechend korregiert. Die Stabilität der Masseneinstellung beträgt  $< 5 \times 10^{-6}$  für 2 h bei konst. Raumtemperatur, das bedeutet, daß der Ionenstrom auf allen Stellen des Peakplateaus  $< 1$  ‰ konstant ist.

Die Feinfokussierung der Z-Ablenkung und der Linsen geschieht durch gegeneinander Verstellen der beiden jeweiligen Potentiometer mittels Schrittmotoren. Sollte das Rhenium-Signal nach der Feinfokussierung größer sein als der vorgegebene Wert von CRHE, so wird der Heizstrom unter Kontrolle des UFC und ADC soweit reduziert bis sein Wert  $< CRHE$  ist. Sollte das Rhenium-Signal noch nicht dem gewünschten Wert entsprechen, so wird der Heizstrom des IBND stufenweise erhöht und zwar bis zum Wert von IST 2 (siehe Liste der Systemvariablen). Ist bis zum Wert von IST 2 der geforderte Ionenstrom-Wert von CRHE noch nicht erreicht, so wird das Programm mit der Fehlermeldung \*\* kein Mess-Signal abgebrochen.

Dieses kann mehrere Ursachen haben, z.B. falsche Eichung der Massenskala, durchgebranntes Heizbändchen, Fehlen der Hochspannung, fehlerhafter Schlitten usw. Genügt die Ionenstromintensität den Anforderungen, dann erfolgt die Meldung auf der TTY:

```
" HEIZEN DES V-BANDES - - ELEMENTNAME "  
" UHRZEIT "
```

Der Feldregler springt von der Masse 187 auf die Nullposition Grob 14 DAC 500, und danach auf die Position der Steuermasse [Programm STLIST] Grob 14 DAC ...

Die Steuerparameter der jeweiligen Elemente sind Variable und werden mit Hilfe des Programmes "MKONST" eingegeben. Das Aufheizprogramm des Verdampferbandes (VBND) ist in drei Teile gegliedert. Der erste Teil des Aufheizprogrammes heizt das V-Band, abhängig vom Element "MKONST" unter Kontrolle des totalen Ionenstroms "TI" bis ca. 1.3 A auf. Ist das TI-Signal kleiner als der Grenzwert, so wird das VBND relativ schnell aufgeheizt; ist das TI-Signal größer als der Grenzwert, stoppt der Heizvorgang. Das bedeutet, daß das Meßsignal am Auffänger des totalen Ionenstromes als Regelgröße für den ersten Teil des Aufheizprogrammes benutzt wird. Der Auffänger des totalen Ionenstromes "TIC" befindet sich hinter dem Analysatorkopf an einer Stelle vor dem Ablenken des Ionenstrahlbündels durch das Magnetfeld. Dieses Verfahren hat sich in langjähriger Praxis als sehr nützlich erwiesen. Ein unkontrolliertes Aufheizen einer mit Verunreinigungen behafteten Probe würde in der Regel einen unstabilen Ionenstrom ergeben.

In der 2. Heizphase wird der Kanal vom "TI" auf das Datenerfassungssystem SEV zurückgeschaltet, von diesem Zeitpunkt ab wird nur noch das Signal der Steuermasse gemessen. Das Aufheizen verläuft stufenweise bis zum Grenzwert von ca. 250 mV. Die Aufheizamplitude und Wartezeiten sind Erfahrungswerte, die, wie beschrieben, als Variable mit Hilfe des Programmes "MKONST" eingegeben werden. Zur Ermittlung der wirklichen Amplitude springt der Feldregler auf die Nullposition und wieder zurück auf das Plateau der Steuermasse. Es erfolgt die Feinfokussierung des Meßsignals durch die Linsen und die Z-Ablenkung, wie bereits für IBND beschrieben.

Im Unterschied zur 2. Heizphase springt in der 3. Heizphase der Feldregler nach jedem Aufheizvorgang zur Nullposition und nach einer Wartezeit wieder zurück. Der Strahl des Steuerisotopes wird hierdurch zwischenzeitlich ausgeblendet, um den SEV zu schonen, und dadurch dessen Lebensdauer zu verlängern. Nach einer Beruhigungszeit, Meßzeit und weiterer Aufheizung wiederholt sich der Zyklus. Das so entstehende Muster ist in (Abb. 23) zu erkennen. Die Aufheizamplitude und Wartezeit unterscheiden sich in ihrer Höhe und Länge gegenüber denen der Heizphase 2. Auch hier handelt es sich um Erfahrungswerte, die als Variable mit Hilfe des Programmes "MKONST" eingegeben werden. Dieser Aufheizvorgang wird bis zum Ionenstrom -Sollwert ("MKONST") fortgesetzt und 3 mal zwecks Nachfokussierung unterbrochen. Das Nachfokussieren bei verschiedenen Höhen des Meßsignals hat sich als sehr nützlich erwiesen, da sich der Fokus infolge geometrischer Veränderungen, bedingt durch erhöhte Temperatur, verändern kann.

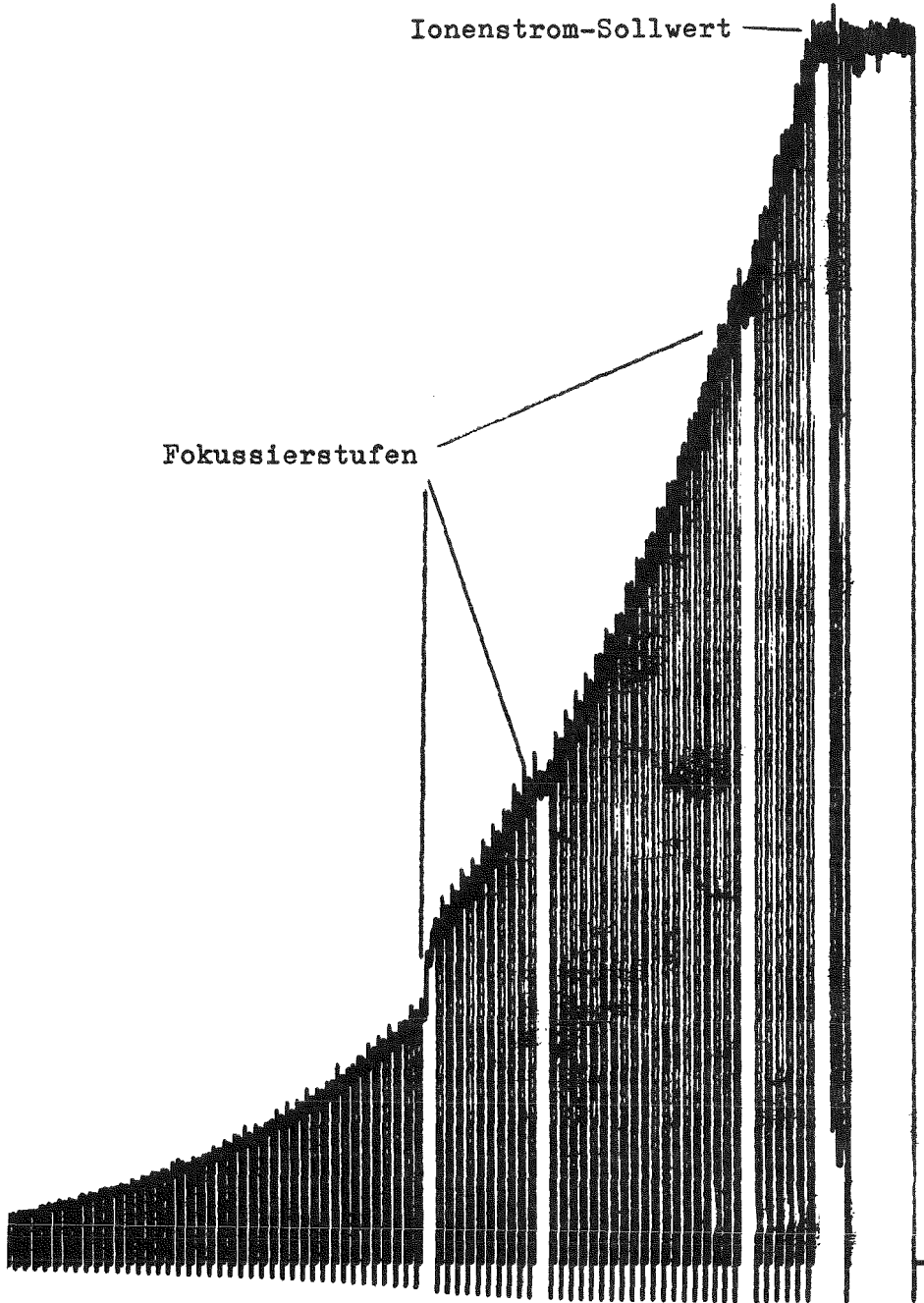


Abb. 23 Typischer Aufheizvorgang

Die verschiedenen Fokussierstufen sind Variable und werden mit Hilfe von Programm " VAR " eingegeben. Der Sollwert des Ionenstromes beträgt etwa  $1,2 \cdot 10^{-13} \text{A}$ , und ist absichtlich niedrig gehalten, da bei höheren Strömen sich ein "Aktivierungseffekt" am Multiplier einstellt, der zu größeren Meßfehlern führt.

Nach dem Erreichen des Ionenstromsollwertes  $\lfloor \text{MKONST} \rfloor$ , erfolgt zunächst eine Driftkontrolle des Steuerisotopenstromes durch zwei Messungen im Abstand von 30 sek. Bei einer negativen Drift ( $> 1\%$  vom Ionenstrom-Sollwert) wird die Driftkontrolle solange wiederholt, bis sie  $\leq 1\%$  ist. Sollte der Ionenstrom stark abfallen und  $90\%$  des Sollwertes unterschreiten, so wird der periodische Aufheizprozeß wieder gestartet, bis der Sollwert erneut erreicht ist. Eine nochmalige Peakzentrierung schließt sich an. Wie schon im Programmteil IBND beschrieben, wird vor Beginn der Datenerfassung die Peakmitte genau ermittelt und alle in der Eich-tabelle befindlichen Massen entsprechend korrigiert. Danach geschieht wieder eine Feinfokussierung. Bei Uranmessungen erfolgt vor und nach der Datenerfassung eine Plutoniumkontrolle,

z.B. TTY - Ausdruck

ANALYSE NUMMER	250/5-WV	
URAN 238 IONENSTROM	=	2741416
PU 239 IONENSTROM	=	73968

d.h. es werden die Ionenstromsignale der Massen 238 und 239 gemessen und ausgedruckt. Diese Plutoniumkontrolle ist für die spätere Beurteilung der Ergebnisse von großer Bedeutung. Übersteigt bei einer U/Pu Doppelmessung das Pu-239 Signal mit  $10\%$  das der Masse 238, so kann bei Anwesenheit von Pu-238, das bis zu  $1\%$  im Plutonium vorhanden sein kann, ein Meßfehler entstehen.

Für die Datenerfassung sind durch die Programme  $\lfloor \text{LISTAUT, PARA, STLIST} \rfloor$  die Massen, Leermasse, Meßpunkte, Integrationszeit, Anzahl der Messungen (Scans) und Wiederholungen der Meßzyklen (Runs)

vorgegeben. Folgende Bedingung muß wegen der Speicherkapazität erfüllt sein:

$$\lfloor a + 1 \rfloor * b \leq 99$$

mit a = Anzahl der Isotope, b = Anzahl der Scans

Der Feldregler springt von der Nullposition auf die Referenzmasse und danach auf die anderen Massen des zu messenden Elementes. Jeweils 15 Meßpunkte a' 320 ms Integrationszeit werden erfaßt. Auf dem Analogschreiber ist ein typischer Meßablauf zu erkennen (Abb. 24). Dieser Vorgang wiederholt sich 8 - 10 mal. Die Berechnung der Isotopenverhältnisse, bezogen auf ein vorgewähltes Referenzisotop, und der Häufigkeiten in Atom% und Gewichts%, sowie deren Standardabweichungen schließen einen Meßzyklus ab. Diese Werte sind nullpunkt- meßzeit- und drift-korrigiert. Etwa 30 s nach Erfassen des letzten Scans wird das komplette Analysenergebnis, auf der TTY und auf einem Lochstreifen für eine weitere Datenverarbeitung ausgegeben. Falls kein weiterer Meßzyklus folgt, regelt der Rechner die Heizströme des IBND und VBND auf Null zurück. Der Rechner meldet sich über die TTY mit :

" ENDE der MESSUNG "

Der Probenwechsel wird durch nachfolgend aufgeführte Schritte angezeigt:

```
ENDE DER MESSUNG
  H S P   AUS
PROBE KÜHL-ZEIT
PROBE WECHSELN
WARTE NÄCHSTE PROBE
NEUE PROBE IN DER QUELLE
MESSUNG FOLGT
  H S P   EIN
```

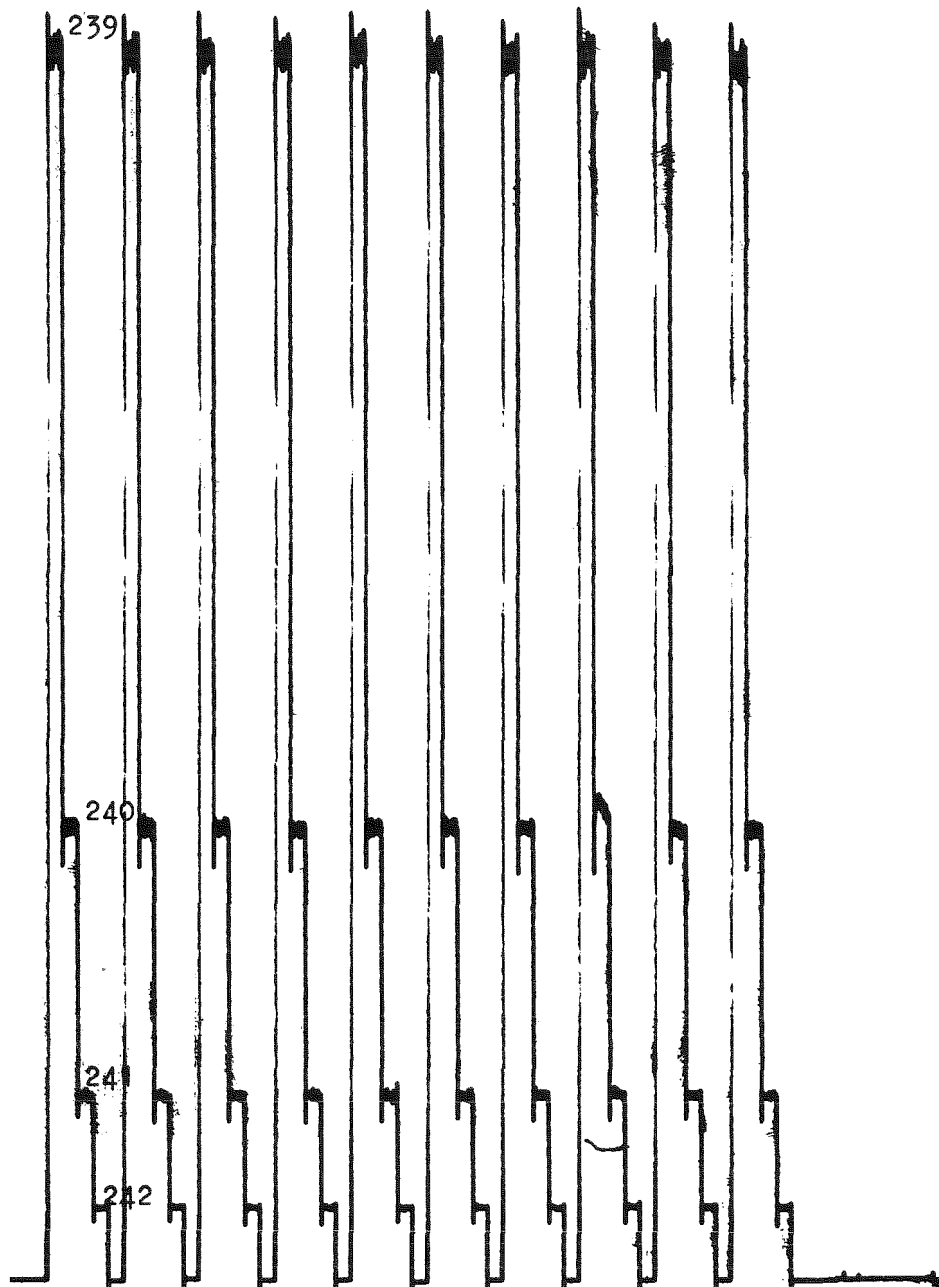


Abb. 24 Datenerfassung einer Pu-Probe durch  
Plateau-Sprung-Technik



Die Hochspannung wird durch den Rechner über das Interface ( REEX ) abgeschaltet, danach wird über REEX ein Stromkreis im Schleusen-Steuer-Schrank geschlossen, so daß das Hubsystem den Schlitten aus der Ionenquelle herausfährt. In der Schleuse wird ein neuer Schlitten mit neuer Probe in die Ionenquelle gefahren und ein neuer Ablauf beginnt.

## 5. ERFAHRUNGS-AUSWERTUNG

Die Arbeiten zur Automation der Isotopenanalyse und insbesondere des Massenspektrometers reichen zurück bis in das Jahr 1970 [ 6 ] . Anhand der eingangs erwähnten Systemanalyse der massenspektrometrischen Analyse wurde ein Konzept für ein automatisches Instrument entwickelt. Die dazu erforderliche Modifikation eines CH 5 Massenspektrometers geschah durch VARIAN MAT in Bremen. Die gleiche Firma wurde auch beauftragt die beschriebene Software zu entwickeln. Das Konzept der automatischen Hochvakuumschleuse wurde später geboren und an die Firma NTG in Hailer vergeben. Schon bereits während dieser 1. Bauphase mußte das ursprüngliche Konzept öfters der inzwischen gewonnenen Erfahrung angepaßt werden, die sowohl aus veränderten Analysenbedingungen, als auch aus der Entwicklung der Komponenten resultierte. Im Jahre 1974 wurde das automatische Massenspektrometer zum ersten mal mit radioaktivem Material im Europäischen Institut in Karlsruhe in Betrieb genommen. Zum gleichen Zeitpunkt begannen inaktive Tests mit der automatischen Hochvakuumschleuse an gleicher Stelle. Beide Komponenten zusammen sind seit 1975 in Betrieb.

### 5.1. Zuverlässigkeit bei Betrieb des automatischen Massenspektrometers

Die geänderten elektronischen Komponenten des CH 5 Massenspektrometers wurden sorgfältig sowohl im manuellen Betrieb, als auch in Kombination mit dem VARIAN 620 I - Prozessorrechner getestet. Seit März 1974 wurden routinemäßig Analysen an Kernbrennstoffen mit diesem Gerät durchgeführt. Während dieser Zeit mußten die Rechenprogramme öfters geändert werden, sowohl um die veränderten Probenzusammensetzungen für die U, Pu und Nd - Analyse anzupassen,

als auch Fehler im Programm selber zu beheben. Größere Unterbrechungen bedingt durch Reparaturen der neuentwickelten Hardwarekomponenten traten nicht auf. Dennoch muß bemerkt werden, daß Reparaturen oder Austausch von Elektronikeinschüben sehr zeitraubende Anpassungen zwischen Computer, dem Interface und dem Gerät selbst benötigten. Ende 1975 wurde eine Verfügbarkeit des Gerätes von 80 % erreicht.

Die neuentwickelte automatische Hochvakuumschleuse war so gebaut worden, daß sie unabhängig vom Massenspektrometer und dem Prozessrechner getestet werden konnte. Zu diesem Zweck war auf die Schleuse ein Ionenquellenkopf des Massenspektrometers montiert worden, mit dessen Hilfe die Messung von mehr als 1000-massenspektrometrischer Messung simuliert werden sollte. Während dieser Untersuchung stellte sich heraus, daß man entscheidende Verbesserungen am System einführen mußte, wie z.B. größere Turbomolekularpumpen, ein Austauschen der ölgedichteten Kupplungen durch Magnetkupplungen zum Antrieb der Kassetten in der Schleuse, neue Ventile etc. Schließlich wurde auch für diese Geräte eine Zuverlässigkeit von 80% erreicht.

Anschließend wurden beide Teile - automatisches Massenspektrometer und automatische Hochvakuumschleuse - zusammengekuppelt und sie konnten mit der erwarteten Zuverlässigkeit zur Analyse von Kernbrennstoffproben eingesetzt werden. Probleme die danach auftraten hatten ihre Ursache hauptsächlich in unvollständigen Rechenprogrammen, die des öfteren an die sich ändernden Meßbedingungen angepaßt werden mußten.

## 5.2. Genauigkeit der Isotopenanalyse

Es ist im Rahmen dieses Berichtes nicht möglich alle die verschiedenen Fehlerquellen zu diskutieren, die bei der Thermionenmassenspektrometrie beobachtet werden. Deshalb soll nur der Einfluß

der Automation auf die Genauigkeit beschrieben werden.

Offensichtlich hängen die Schwierigkeiten einer Automation zusammen mit dem Grad der Standardisierbarkeit einer Methode, d.h. je besser die einzelnen Schritte einer Messung charakterisiert werden können, um so einfacher ist es einen Automaten zu programmieren. Auf der anderen Seite aber führt diese Voraussetzung folgerichtig zu einer Verbesserung der Genauigkeit; denn die chemische Probenvorbereitung und die Bedingungen unter denen eine Probe in das Massenspektrometer eingebracht werden, beeinflussen die Genauigkeit wie z.B. die Massendiskriminierung und die Stabilität des Ionenstromes. Deshalb kann man davon ausgehen, daß eine automatische und reproduzierbare chemische Probenvorbereitung die Reproduzierbarkeit der Messung verbessert. Von gleicher Bedeutung für die Genauigkeit ist das Verfahren, mit dem die Proben im Instrument hochgeheizt werden. Geschieht dies automatisch und daher reproduzierbar, so erhöht es die Gesamtgenauigkeit ebenfalls. In der gegenwärtigen Form sind die EKOSMIC - Rechenprogramme bei der Auswertung der Spektren noch nicht vollständig, es fehlen noch die angemessenen Korrekturen im Falle, daß die Messung unter Bedingungen erfolgte in denen der Ionenstrom sehr instabil ist. Dieser Effekt tritt jedoch nur dann auf, wenn die Proben oder die Probenvorbereitung nicht der sonst üblichen Qualität entspricht.

### 5.3. Objektivierbarkeit und Datensicherheit

Wie eingangs erwähnt, geschah die Entwicklung dieses Automaten unter den Gesichtspunkten der Spaltstoffflußkontrolle. Aus diesem Grunde wurde den beiden Kriterien Objektivierbarkeit der Messung und Datensicherheit große Bedeutung beigemessen. Es ist bekannt, daß die normale Massenspektrometrie alchimistische Züge trägt. Deshalb kann man davon ausgehen, daß eine Automation diese Messungen für die Außenwelt transparenter und objektivierbarer macht.

Die Datenverarbeitung des Massenspektrometers und der anderen Instrumente, die an der Isotopenverdünnungsanalyse beteiligt werden [7], ist in dem vorliegenden Automat vollständig auf die Rechner übertragen worden, d.h. keiner der Laboranten oder Operatoren des Gerätes hat einen direkten Zugang zu den Meßdaten. Solch eine Datensicherheit ist notwendig, besonders in den Fällen, bei denen Analysen in einem Zentrallaboratorium durchgeführt werden, an Proben aus verschiedenen Anlagen, aus denen man sensitive technologische Informationen erhalten könnte.

#### 5.4. Vergleich des automatischen Massenspektrometers mit einem manuell bedienten Gerät.

Aus der bisher gewonnenen Erfahrung kann man schließen, daß das automatische Gerät einem manuell bedienten immer dann überlegen ist, wenn es gilt große Serien ähnlicher Proben zu analysieren.

Im Einzelnen können folgende Vorteile beobachtet werden.

- Die höheren Investitionskosten lassen sich durch den weitaus größeren Probendurchsatz rechtfertigen. Diesen erreicht man auf zwei Wegen, einmal durch einen 24 Stunden-Betrieb des Gerätes und durch die Vorbehandlung der Proben in der ersten Kammer, die die eigentliche Meßzeit im Gerät erheblich verkürzt.

- Die Analysenresultate können in einer wesentlich kürzeren Zeit erhalten werden und durch die oben erwähnten Vorkehrungen können sie vertraulich behandelt werden.

- Wie bereits erwähnt, kann eine weitaus bessere Reproduzierbarkeit der Messung erzielt werden, allerdings nur für eine Serie von Proben, die eine ähnliche Zusammensetzung aufweisen.

Bei der jetzigen Version sind noch einige Nachteile zu beobachten:

- Der jetzige Automat in dieser Konzeption besitzt nicht inkompatible Module, d.h. der Austausch von Einschüben zwischen verschiedenen Automaten ist leider nicht möglich.

- Die momentan vorhandenen Rechenprogramme sind ziemlich inflexibel und auf eine definierte Klasse von Probenmaterialien zugeschnitten. Dennoch kann eine Vergrößerung und Verbesserung der Rechenprogramme nur dann gerechtfertigt erscheinen, wenn dafür auch ein großer Analysenbedarf für einen neuen Probentyp in Aussicht ist. Für Proben, die nicht den Spezifikationen der Rechenprogramme voll genügen, kann ein erfahrener Operator eine bessere Messausbeute erzielen, d.h. in solchen Fällen, wo der Automat die Proben zurückweist wegen schlechter Probenqualität, kann man im manuellen Betrieb noch ein ausreichend gutes Resultat erzielen.

Der beschriebene Automat wird z.Z. erfolgreich in einem zentralen Labor eingesetzt, das Isotopenanalysen im Rahmen der EURATOM Spaltstoffflußkontrolle durchführt. Aber auch größere kerntechnische Anlagen würden von einer solchen Installation profitieren.

LITERATUR

- [1] L. Koch, K. Brachmann, B. Brandalise, G. Heinen,  
C. Rijkeboer, M. Romkowski, M. Wilhelmi,  
7th International Mass Spectrometry Conference,  
Florence, August 30 - September 3, 1976  
Proceedings in press.
- [2] Projekt Spaltstoffflußkontrolle  
Jahresbericht 1970, KFK 1429 (1971)
- [3] L. Koch, G. Cottone, M.W. Geerlings,  
Radiochim. Acta 10, (1968) 122
- [4] L. Koch,  
Radiochim. Acta 12, (1969) 160
- [5] L. Koch, T. Moy, D. Steinert,  
Radiochim. Acta 19, (1973) 94 - 96
- [6] M. Wilhelmi, W. Beyrich, F. Gerin, M. Romkowski,  
H.A. Tasman,  
IAEA Symp. on Progress in Safeguards Techniques,  
Karlsruhe, 6 - 10 July 1970
- [7] B. Brandalise, G. Cottone, A. Cricchio, F. Gerin,  
L. Koch,  
EUR-5669 (1976)