

19



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



11 Numéro de publication: **0 430 774 A1**

12

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

21 Numéro de dépôt: **90403304.0**

51 Int. Cl.⁵: **H01J 49/28, H01J 49/26**

22 Date de dépôt: **22.11.90**

30 Priorité: **24.11.89 FR 8915478**

43 Date de publication de la demande:
05.06.91 Bulletin 91/23

84 Etats contractants désignés:
BE CH DE ES GB IT LI NL Bulletin 1

71 Demandeur: **Devienne, Fernand Marcel**
Chemin des Saouves, BP 2
F-06530 Peymeinade(FR)

72 Inventeur: **Devienne, Fernand Marcel**
Chemin des Saouves, BP 2
F-06530 Peymeinade(FR)

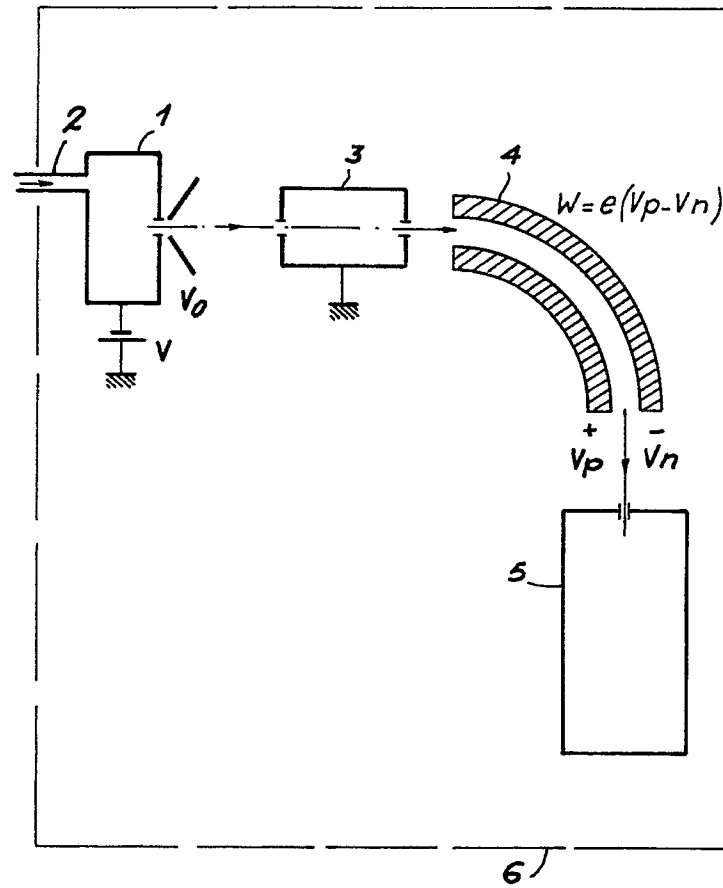
74 Mandataire: **Mongrédien, André et al**
c/o SOCIETE DE PROTECTION DES
INVENTIONS 25, rue de Ponthieu
F-75008 Paris(FR)

54 **Appareil et procédé de détection dans une atmosphère à surveiller d'un corps chimique de masse M connue et dont on connaît les fragments de dissociation.**

57 Procédé de détection dans une atmosphère à surveiller d'un corps chimique de masse M connue, à l'aide d'un appareil d'ionisation de cette atmosphère et de dissociation, filtration et détection des ions formés, comportant, dans une enceinte sous vide et dans cet ordre sur la trajectoire des ions :

- une source d'ions (1),
- une boîte de dissociations (3) portée au potentiel de la masse,
- un analyseur électrostatique (4),
- un détecteur (5) des ions ayant parcouru l'appareil précédent, caractérisé en ce que :
- l'on fixe à une valeur constante la tension d'extraction V_0 des ions de la source d'ions (1) ;
- on fait varier le niveau énergétique W de filtration de l'analyseur électrostatique (4) de façon à déceler éventuellement dans le détecteur (5) les fragments ioniques $m_1, \dots, m_k$ de dissociation du corps de masse M qui franchissent l'analyseur électrostatique aux énergies $(m_1/M)eV_0 = W_1$, $(m_2/M)eV_0 = W_2 \dots (m_k/M)eV_0 = W_k$ et permettent d'affirmer la présence du corps de masse M.

EP 0 430 774 A1



APPAREIL ET PROCÉDE DE DETECTION DANS UNE ATMOSPHERE A SURVEILLER D'UN CORPS CHIMIQUE DE MASSE M CONNUE ET DONT ON CONNAIT LES FRAGMENTS DE DISSOCIATION

La présente invention se rapporte aux techniques de détection de corps chimiques de masses M_i connues à l'aide d'un appareil d'ionisation, dissociation, filtration et détection qui permet successivement la production d'ions des corps à détecter, leur dissociation par chocs sur des molécules de gaz neutre et la recherche des fragments de dissociation de masses m_i connues des corps de masses M_i à identifier.

Des appareils et procédés de détection de cette nature sont déjà connus et notamment décrits dans la demande de brevet français n° EN 8715212 du 3 novembre 1987 au nom du demandeur. Dans ce document, on enseigne à l'aide d'un appareil qui comporte une source d'ions, une boîte de dissociation, un analyseur électrostatique, un analyseur magnétique et un détecteur d'ions, une méthode permettant de déterminer la présence dans une atmosphère à surveiller d'un corps chimique de masse M connue à partir de l'examen de ses fragments de dissociation de masse également connue $m_1, m_2, \dots, m_p$. Dans ses grandes lignes, la méthode consiste à identifier un corps recherché de masse M par mise en évidence de l'existence dans l'atmosphère à surveiller d'un nombre suffisamment important de ses fragments de dissociation et l'on parvient à ce résultat en agissant à la fois sur la tension d'extraction des ions à la sortie de la source d'ions et sur le niveau de filtration en énergie de l'analyseur électrostatique.

Le procédé ainsi décrit est satisfaisant, peut être automatisé à l'aide de moyens informatiques mais il est relativement difficile à mettre en oeuvre avec des matériels légers et facilement transportables tel qu'on peut en ressentir le besoin pour des conditions d'application en campagne, en des sites éloignés de tout laboratoire.

Le demandeur a trouvé et c'est précisément l'objet de la présente demande, qu'il était possible de simplifier à la fois l'appareillage préconisé dans ce document EN 8715217 ainsi que la méthode elle-même d'emploi de cet appareil, tout en conservant une qualité de résultat sinon équivalente du moins d'un très bon niveau.

La présente invention a donc pour objet un appareil et des procédés de détection simplifiés par rapport à ceux du document précédemment rappelé, de mise en oeuvre facile et conduisant à des résultats sûrs.

En ce qui concerne d'abord l'appareil, la présente demande préconise par rapport à la solution de l'art antérieur rappelée précédemment, la suppression pure et simple de l'analyseur électromagnétique, et en ce qui concerne les procédés de mise en oeuvre, trois variantes possibles sont alors envisageables.

Dans la première variante de mise en oeuvre, l'invention a pour objet un procédé de détection dans une atmosphère à surveiller d'un corps chimique de masse M connue, à l'aide d'un appareil d'ionisation de cette atmosphère et de dissociation, filtration et détection des ions formés, comportant, dans une enceinte sous vide et dans cet ordre sur la trajectoire des ions :

- une source d'ions produisant à partir de l'atmosphère à analyser des ions du corps de masse M et de charge unitaire e sous la tension d'extraction V_0 à partir d'une atmosphère gazeuse à analyser,
- une boîte de dissociations portée au potentiel de la masse et remplie d'un gaz neutre éventuellement chauffé à une température $\theta > 30^\circ \text{C}$ dans laquelle les ions du corps de masse M se dissocient par chocs sur les molécules du gaz neutre en différents fragments ioniques de charge unitaire e et de masses connues $m_1, m_2, \dots, m_k$, caractéristiques du corps de masses M à identifier,
- un analyseur électrostatique (4) filtrant les ions d'énergie W , ce niveau d'énergie W étant réglable,
- un détecteur (5) des ions ayant parcouru l'appareil précédent, caractérisé en ce que :
- l'on fixe à une valeur constante la tension d'extraction V_0 des ions de la source d'ions ;
- on fait varier le niveau énergétique W de filtration de l'analyseur électrostatique de façon à déceler éventuellement dans le détecteur les fragments ioniques $m_1, \dots, m_k$ de dissociation du corps de masse M qui franchissent l'analyseur électrostatique aux énergies $(m_1/M)eV_0 = W_1, (m_2/M)eV_0 = W_2, \dots, (m_k/M)eV_0 = W_k$ et permettent d'affirmer que le corps de masse M se trouve dans l'atmosphère analysée.

Comme on vient de le voir, ce procédé consiste à effectuer le filtrage des fragments de dissociation de masse m en faisant uniquement varier le niveau énergétique W de filtration de l'analyseur électrostatique, la tension d'extraction V_0 des ions de la source d'ions étant fixée à une valeur constante.

Dans un deuxième mode de mise en oeuvre de l'invention, le procédé de détection dans une atmosphère à surveiller d'un corps chimique de masse M connue, à l'aide d'un appareil d'ionisation de cette atmosphère et de dissociation, filtration et détection des ions formés comportant, dans une enceinte sous vide et dans cet ordre sur la trajectoire des ions :

- une source d'ions produisant à partir de l'atmosphère à analyser des ions du corps de masse M et de charge unitaire e sous la tension d'extraction V_0 à partir d'une atmosphère gazeuse à analyser,
- une boîte de dissociation portée au potentiel de la masse et remplie d'un gaz neutre éventuellement

chauffé à une température $\theta > 30^\circ \text{C}$ dans laquelle les ions du corps de masse M se dissocient par chocs sur les molécules du gaz neutre en différents fragments ioniques de charge unitaire e et de masses connues $m_1, m_2, \dots, m_k$, caractéristiques du corps de masse M à identifier,

- un analyseur électrostatique filtrant les ions d'énergie W , ce niveau d'énergie W étant réglable,
- 5 - un détecteur des ions ayant parcouru l'appareil précédent, se caractérise en ce que :
 - l'on fixe à une valeur constante $W = eV_f$ l'énergie de filtration de l'analyseur électrostatique ;
 - on fait varier la tension d'extraction V_0 et l'on recherche la présence dans le détecteur d'un certain nombre au moins des fragments ioniques $m_1, \dots, m_k$ de dissociation du corps de masse M qui franchissent l'analyseur électrostatique pour des valeurs $V_{01}, V_{02}, \dots, V_{0k}$ de la tension V_0 d'extraction telles que

$$10 \quad eV_{01}(m_1/M) = eV_f$$

$$eV_{02}(m_2/M) = eV_f$$

$$eV_{0k}(m_k/M) = eV_f$$

et permettaient d'affirmer que le corps de masse M se trouve dans l'atmosphère analysée.

- Comme on le voit, dans ce deuxième mode de mise en oeuvre, la filtration des composés de dissociation de masse m est obtenue en faisant varier la tension V_0 d'extraction des ions de la source d'ions et en fixant au contraire le seuil de filtration W de l'énergie de filtration de l'analyseur électrostatique à une valeur constante.

- Enfin, dans un troisième mode de mise en oeuvre qui est un perfectionnement du précédent, on identifie le corps de masse M recherché par détermination précise de sa masse en injectant dans la source d'ions, en même temps que l'atmosphère à analyser, un corps de référence de masse M_r connue, et donnant lieu à la formation de nombreux fragments de dissociation identiques ou de mêmes masses que les fragments de dissociation $m_1, m_2, \dots, m_k$ du corps de masse M recherché, la masse M étant calculée avec exactitude à partir des tensions d'extraction V_{0r} (de référence) et V_0 (corps M) pour lesquelles deux fragments de dissociation de même masse du corps de référence et du corps de masse M franchissent le filtre électrostatique, en appliquant l'égalité $M_r/M = V_{0r}/V_0$ (corps M).

Cette troisième méthode de mise en oeuvre du même appareillage permet par conséquent, lorsque la méthode précédente a permis d'obtenir une quasi certitude sur la présence d'un composé de masse M dans l'atmosphère à surveiller, d'effectuer rigoureusement et de façon précise le calcul de cette masse M rendant ainsi certaine son identification.

- L'appareil d'ionisation, dissociation, filtration et détection des ions secondaires formés, objet de l'invention, comprend pour l'essentiel, placés dans une enceinte sous vide et dans cet ordre sur la trajectoire des ions : (voir fig. 1).

- a) une source d'ions 1 produisant, à partir d'une conduite 2 en provenance de l'atmosphère à surveiller, des ions du corps de masse M et de charge unitaire e sous la tension d'extraction V_0 ,
- 35 b) une boîte de dissociation 3 portée à la masse et remplie d'un gaz neutre dans laquelle les ions du corps de masse M se dissocient par choc sur les molécules du gaz neutre en différents fragments de masses connues $m_1, m_2, \dots, m_k$, caractéristiques du corps de masse M à identifier et étant eux-mêmes ionisés.
- c) un analyseur électrostatique 4 qui ne laisse passer que les ions d'énergie W déterminée, ce niveau d'énergie W étant réglable et égal à
- 40 $W = qe(V_p - V_n)$
 V_p et V_n étant les potentiels > 0 et < 0 auxquels sont portées les deux armatures de l'analyseur,
- d) un détecteur 5 des ions qui ont parcouru et traversé l'appareil précédent.

- Bien entendu, pour pouvoir fonctionner, l'appareil précédent est situé dans une enceinte sous vide schématisée en traits pointillés sous le référence 6.

- Le vide est effectué dans l'enceinte 6 au moyen d'une pompe turbomoléculaire associée à une pompe primaire à double étage. La boîte de collisions 3 qui sert de boîte de dissociation est remplie d'un gaz neutre tel que par exemple l'argon ou le krypton dans lequel le faisceau d'ions se dissocie partiellement, cette dissociation étant comprise entre 1% et 15% suivant la nature des corps, la pression de travail et la température du gaz cible.

- Le faisceau d'ions secondaires de fragmentation est ensuite partiellement séparé dans l'analyseur électrostatique 4 à un seuil d'énergie réglable en fonction des tensions positives et négatives symétriques par rapport à la masse auxquelles sont portées ces deux électrodes. Le détecteur 5 est constitué le plus souvent par un multiplicateur d'électrons relié à un appareil de mesure si l'on travaille en analogique ou au contraire par un compteur si l'on fait un simple comptage des ions à la sortie de l'analyseur 4.

Le fait que l'appareillage précédent qui permet la mise en oeuvre des différents procédés objet de l'invention, travaille sans électroaimant à l'inverse des appareils de l'art antérieur qui comportaient un séparateur électromagnétique, est une simplification très importante notamment pour toutes les applications

dans lesquelles l'appareil doit être amovible et facilement transportable.

On va donner maintenant un exemple de mise en oeuvre des procédés objet de l'invention, de nature à bien faire comprendre les avantages comparés des trois modes d'utilisation possibles de la structure de l'appareil qui vient d'être décrit.

5 Cet exemple est donné à titre illustratif et non limitatif.

CAS 1

10 Ce premier cas permet d'illustrer le procédé de détection, objet de l'invention, dans le cas où la tension d'extraction V_0 des ions de la source d'ions 1 étant fixée à une valeur constante, on effectue la filtration et la sélection des fragments de dissociation m par variation du niveau énergétique W de filtration de l'analyseur électrostatique 4.

Dans ce premier cas, on cherche à détecter la présence d'un corps de masse $M=126$, le méthyl éthylphosphorfluoridate de formule $C_3H_8O_2FP$.

15 Le spectre de masse de ce corps donne en particulier le pic moléculaire 126 à partir duquel on a étudié les différents fragments obtenus par chocs ce qui donne les corps de masses $m = 98, 125, 96, 67, 68, 29, 32$ qui sont les principaux fragments ; il en existe d'autres connus de masses $m = 27, 41, 47, 81$, que l'on n'utilise pas ici.

On applique les premières méthodes en analysant par balayage dégressif de la tension entre les bornes de l'analyseur caractéristique en partant de $V_f = 8000$ Volts, on filtre les énergies suivantes, en particulier :

$W = 7936,5$ eV correspondant à $m_1 = 125$ ($m_1/M = 0,99206$)

$W = 6221,6$ eV correspondant à $m_2 = 92$ ($m_2/M = 0,7777$)

$W = 6095,2$ eV correspondant à $m_3 = 96$ ($m_3/M = 0,7619$)

25 $W = 4318$ eV correspondant à $m_4 = 68$ ($m_4/M = 0,5397$)

$W = 4253,9$ eV correspondant à $m_5 = 67$ ($m_5/M = 0,5317$)

$W = 1969,3$ eV correspondant à $m_6 = 31$ ($m_6/M = 0,2460$)

$W = 1841,3$ eV correspondant à $m_7 = 29$ ($m_7/M = 0,2302$)

$W = 2031,7$ eV correspondant à $m_8 = 32$ ($m_8/M = 0,2540$)

30 au lieu d'opérer par scanning au point fixe dans le programme, les énergies W filtrées pour lesquelles il y aura une réponse et on le vérifie en mesurant les intensités correspondantes.

CAS 2

35 Ce cas est relatif au procédé de détection selon l'invention dans lequel l'énergie de filtration de l'analyseur électrostatique 4 étant fixée une valeur constante $W = eV_f$, c'est par variation de la tension d'extraction V_0 que l'on sélectionne les différents ions fragmentaires de dissociation de masse m détectés dans le détecteur 5.

40 Le choix de cette méthode de travail dépend en général des cas particuliers que l'on doit résoudre. En effet, comme $eV_0(m/M) = eV_f$, le recours à ce procédé est surtout intéressant lorsque la différence de potentiel V_f n'est pas trop petite, ce qui suppose que le rapport m/M des ions recherchés ou des énergies de filtration ne soit pas trop faible de façon à ce que la tension d'extraction V_0 ne devienne pas trop grande et ne dépasse pas par exemple 10.000 volts.

Ce cas 2 concerne la recherche du même corps de masse $M=126$ que dans le cas 1 précédent. On choisit :

45 $eV_f = 2000$ eV

et on obtient les tensions d'interactions suivantes pour obtenir successivement les valeurs suivantes de V_0 :

$V_1(125) = 2000/0,99206 = 2016$ volts

$V_2(98) = 2000/0,7778 = 2571,4$ volts

50 $V_3(96) = 2000/0,7619 = 2625,0$ volts

$V_4(68) = 2000/0,5397 = 3705,0$ volts

$V_5(67) = 2000/0,5317 = 3716,5$ volts

$V_6(31) = 2000/0,2460 = 8130,1$ volts

$V_7(29) = 2000/0,2302 = 8688,9$ volts

55 $V_8(32) = 2000/0,2540 = 7874,0$ volts

Les différents fragments de masses m_k sont extraits à des valeurs de V_0 suffisamment différentes pour que leur séparation soit très facile.

On peut remarquer que le procédé peut être amélioré en prenant 2 valeurs pour eV_f par exemple, ici :

$eV_f = 5000$ eV pour m_1/M , m_2/M , m_3/M , m_4/M , m_5/M , puis

$eV_f = 2000$ eV pour m_6/M , m_7/M , et m_8/M .

Si ces conditions sont réalisées, ce procédé est théoriquement beaucoup plus sensible et précis que le précédent, car les variations de la tension d'extraction V_0 sont inversement proportionnelles aux valeurs des rapports m/M pour chaque fragment de dissociation. Comme ces rapports sont inférieurs à l'unité, le pouvoir séparateur est supérieur car les grandeurs des tensions V_0 mesurées pour le même rapport m/M entre le premier procédé et le second procédé sont proportionnelles à $(M/m)^2$.

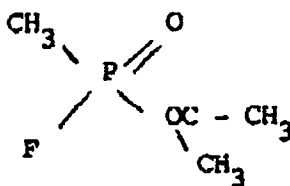
L'appareil mis en oeuvre selon l'un des deux procédés précédents permet par conséquent de définir avec une quasi certitude la présence d'un corps quelconque de masse connue M dans l'atmosphère à condition que l'on connaisse précisément cette masse M , la formule du corps et les masses m des principaux fragments de dissociation dus à la décomposition par chocs dans la boîte de collision 3 des ions primaires M , c'est-à-dire en d'autres termes, les valeurs des rapports m/M caractéristique du corps recherché.

C'est comme on l'a déjà expliqué, la présence d'un nombre suffisant de ces fragments connus à la sortie de l'analyseur électrostatique 4 qui permet d'assurer que l'on a détecté dans l'atmosphère à surveiller la présence du corps de masse moléculaire M .

CAS 3

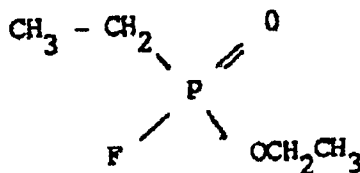
Dans le cas où l'on n'a pas dans le spectre de masse le pic moléculaire de masse M , on prend comme référence un fragment de masse m élevée qui est à son tour, par idssociation, à l'origine des fragments de dissociation de masse m plus faibles. Dans ce cas 3 on cherche à séparer, c'est-à-dire à identifier, deux corps qui ont une formule développée légèrement différente, mais une masse identique. Ces deux corps sont par exemple :

D'une part l'isopropyl de méthylphonofluoride de formule : $C_4H_{10}O_2FP$



de masse 140 qui n'a pas de pic moléculaire et dont les principaux pics de dissociation ont pour masses m 99, 125, 81, 43, 41, 42, 39, 47, 27, 98.

et d'autre part l'éthyl-éthylphosphonofluoride de formule :



Ces deux corps qui ont la même masse moléculaire 140 ont beaucoup de produits de dissociation en commun. Cependant, le premier n'a pas les fragments de masse 113 qui est le fragment de dissociation le plus important du deuxième corps, ni les fragments de masse 95, 96, 112 et 111. Ces corps proviennent de la dissociation du pic 139 ou du pic 125.

Le premier corps a par contre les pics 99 et 81 qui proviennent également de la dissociation du pic de 125.

En travaillant sur le fragment de masse moléculaire 125 qui est un fragment de dissociation commun aux deux corps, il suffit de prendre pour tension de filtration de l'analyseur 4, la valeur $V_f = 2000$ volts pour obtenir pour les pics précédents des valeurs nettement séparées qui permettant de reconnaître à coup sûr, soit la présence de l'un des deux corps, soit leur présence simultanée.

Ce deuxième procédé de mise en oeuvre de l'appareil objet de l'invention présente plusieurs avantages sur le premier, lequel consistait simplement à faire un échantillonnage de la tension de l'analyseur électrostatique. En effet, on peut obtenir avec cette méthode une intensité de filtration plus grande, c'est-à-dire une plus grande sensibilité et il est plus facile d'autre part de déterminer avec précision la tension d'extraction V_0 que la tension V_f entre les deux électrodes de l'analyseur électrostatique.

On est plus sûr de la précision de la mesure en ne faisant pas varier la tension entre les électrodes de l'analyseur électrostatique.

CAS 4

Ce cas est relatif à la mise en oeuvre du procédé dans lequel on identifie avec certitude le corps de masse m recherché par détermination précise de sa masse à l'aide de l'injection d'un corps de référence de masse M_r connue dans le mélange à analyser.

A titre d'exemple, on prend le cas de deux corps qui donnent par dissociation deux ions fragmentaires de masses très voisines telles que C_3H_7 de masse $m = 43,054$ et C_2H_5N de masse $m = 43,045$. Or, il existe effectivement deux corps dont l'un, que l'on cherche à identifier a une masse égale à 162,057 daltons qui donne parmi ses fragments de dissociation l'ion C_2H_5N , de masse $m = 43,045$ et l'autre qui est le corps de comparaison ou de référence, ici dans l'exemple particulier l'alcool isobutylique de masse $M = 74,072$, et parmi les fragments de dissociation duquel se trouve l'ion secondaire C_3H_7 de masse 43,054. L'alcool isobutylique donne comme fragments les plus importants les masses $m = 43, 31, 42, 41, 33, 27, 29, 39, 74$.

En injectant simultanément ce corps de référence avec le corps dont on cherche la présence dans l'atmosphère et dont on connaît la masse moléculaire $M = 162,057$, on peut séparer facilement ces deux composés puisque si l'on fixe toujours à 2000 volts la valeur V_f de la tension entre les deux électrodes de l'analyseur électrostatique 4, le fragment de masse 43,054 sera extrait pour une tension $V_0 = 162,057/43,054 \times 2000 = 7529,7$ volts, alors que l'autre fragment de masse 43,045 sera extrait pour une tension d'extraction :

$$V_0 = 74,072/43,045 \times 2000 = 3440,9 \text{ volts.}$$

Bien qu'étant de masses pratiquement identiques, les deux fragments de dissociation seront parfaitement séparés et permettront, si on les obtient effectivement tous les deux simultanément, d'affirmer la présence du corps de masse $M = 162,057$ daltons dans l'atmosphère à analyser.

En effet,

$$M = 74,072 \times \frac{7529,7}{3440,9} = 162,09$$

Il est possible et intéressant dans certains cas de prendre deux corps de référence simultanément.

Revendications

1. Procédé de détection dans une atmosphère à surveiller d'un corps chimique de masse M connue, à l'aide d'un appareil d'ionisation de cette atmosphère et de dissociation, filtration et détection des ions formés, comportant, dans une enceinte sous vide et dans cet ordre sur la trajectoire des ions :

- une source d'ions (1) produisant à partir de l'atmosphère à analyser des ions du corps de masse M et de charge unitaire e sous la tension d'extraction V_0 à partir d'une atmosphère gazeuse à analyser,
- une boîte de dissociations (3) portée au potentiel de la masse et remplie d'un gaz neutre éventuellement chauffé à une température $0 > 30^\circ \text{C}$ dans laquelle les ions du corps de masse M se dissocient par chocs sur les molécules du gaz neutre en différents fragments ioniques de charge unitaire e et de masses connues $m_1, m_2, \dots, m_k$, caractéristiques du corps de masse M à identifier,
- un analyseur électrostatique (4) filtrant les ions d'énergie W , ce niveau d'énergie W étant réglable,
- un détecteur (5) des ions ayant parcouru l'appareil précédent, caractérisé en ce que :
- l'on fixe à une valeur constante la tension d'extraction V_0 des ions de la source d'ions (1) ;
- on fait varier le niveau énergétique W de filtration de l'analyseur électrostatique (4) de façon à déceler éventuellement dans le détecteur (5) les fragments ioniques $m_1, \dots, m_k$ de dissociation du corps de masse M qui franchissent l'analyseur électrostatique aux énergies $(m_1/M)eV_0 = W_1, (m_2/M)eV_0 = W_2, \dots, (m_k/M)eV_0 = W_k$ et permettent d'affirmer que le corps de masse M se trouve dans l'atmosphère analysée.

2. Procédé de détection dans une atmosphère à surveiller d'un corps chimique de masse M connue, à l'aide d'un appareil d'ionisation de cette atmosphère et de dissociation, filtration et détection des ions formés comportant, dans une enceinte sous vide et dans cet ordre sur la trajectoire des ions :

- une source d'ions (1) produisant à partir de l'atmosphère à analyser des ions du corps de masse M et de charge unitaire e sous la tension d'extraction V_0 à partir d'une atmosphère gazeuse à analyser,
- une boîte de dissociations (3) portée au potentiel de la masse et remplie d'un gaz neutre éventuellement chauffé à une température $0 > 30^\circ \text{C}$ dans laquelle les ions du corps de masse M se dissocient par chocs sur les molécules du gaz neutre en différents fragments ioniques de charge unitaire e et de masses connues $m_1, m_2, \dots, m_k$, caractéristiques du corps de masse M à identifier,
- un analyseur électrostatique (4) filtrant les ions d'énergie W, ce niveau d'énergie W étant réglable,
- un détecteur (5) des ions ayant parcouru l'appareil précédent, caractérisé en ce que :
 - l'on fixe à une valeur constante $W = eV_f$ l'énergie de filtration de l'analyseur électrostatique (40) ;
 - on fait varier la tension d'extraction V_0 et l'on recherche la présence dans le détecteur (5) d'un certain nombre au moins des fragments ioniques $m_1, \dots, m_k$ de dissociation du corps de masse M qui franchissent l'analyseur électrostatique (4) pour des valeurs $V_{01}, V_{02}, \dots, V_{0k}$ de la tension V_0 d'extraction telles que

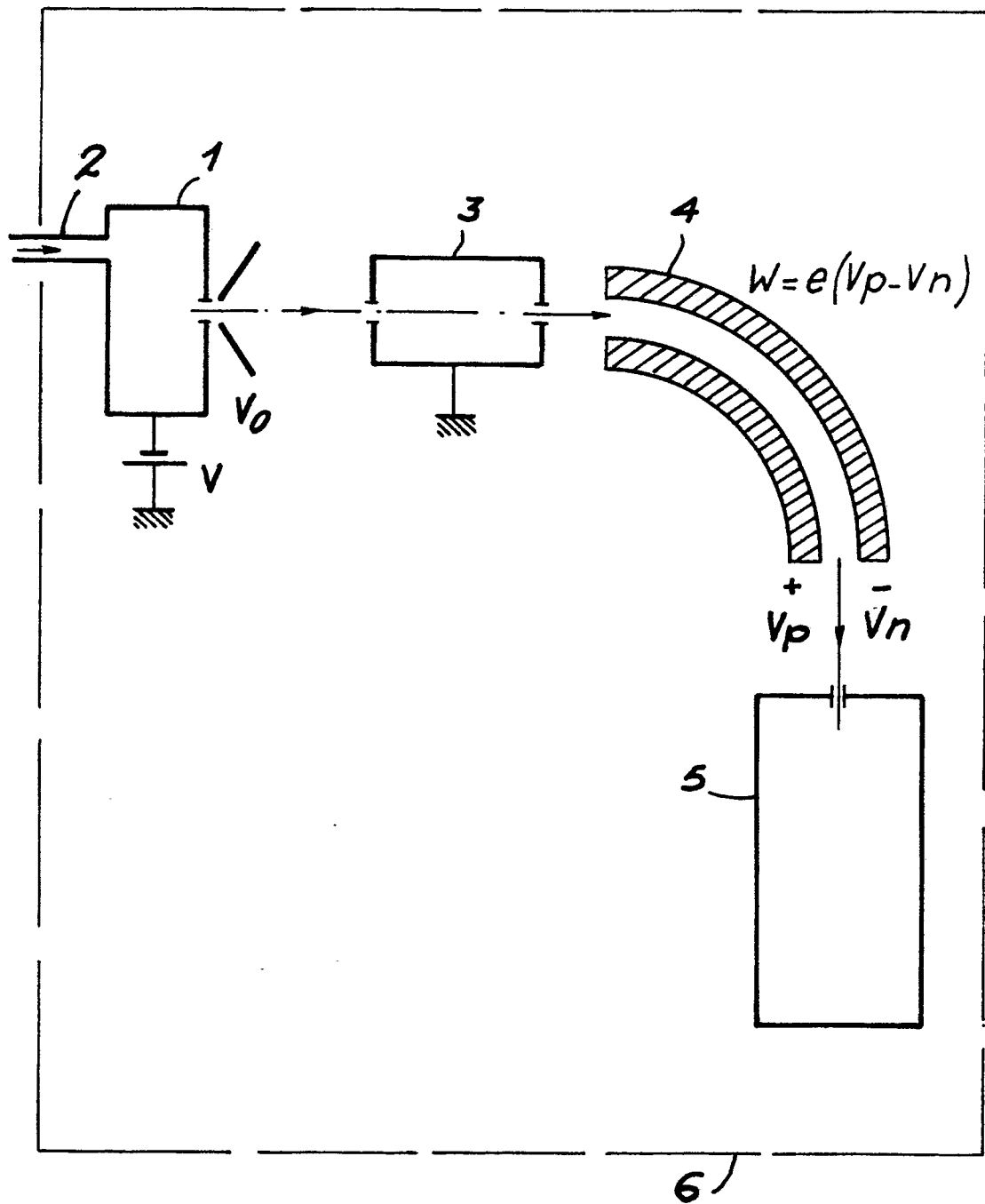
$$eV_{01}(m_1/M) = eV_f$$

$$eV_{02}(m_2/M) = eV_f$$

$$eV_{0k}(m_k/M) = eV_f$$

et permettraient d'affirmer que le corps de masse M se trouve dans l'atmosphère analysée.

3. Procédé de détection selon la revendication 2, caractérisé en ce que l'on identifie le corps de masse M recherché par détermination précise de sa masse en injectant dans la source d'ions, en même temps que l'atmosphère à analyser, un corps de référence de masse M_r connue, et donnant lieu à la formation de nombreux fragments de dissociation identiques ou de mêmes masses que les fragments de dissociation $m_1, m_2, \dots, m_k$ du corps de masse M recherché, la masse M étant calculée avec exactitude à partir des tensions d'extraction V_{0r} (de référence) et V_0 (corps M) pour lesquelles deux fragments de dissociation de même masse du corps de référence et du corps de masse M franchissent le filtre électrostatique, en appliquant l'égalité $M_r/M = V_{0r}(\text{corps M})$.





Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande

EP 90 40 3304

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.5)
Y	ANALYTICAL INSTRUMENTATION, vol. 15, no. 1, 1986, pages 1-36, New York, US; G.L. GLISH et al.: "Hybrid instruments for mass spectroscopy/mass spectrometry" * Paragraphes I,III; figures 4-8 * - - -	1-3	H 01 J 49/28 H 01 J 49/26
Y	FR-A-2 215 874 (AGENCE NATIONALE DE VALORISATION DE LA RECHERCHE) * Page 1, lignes 1-30; page 12, ligne 1 - page 13, ligne 15; figures 1,2 * - - -	1-3	
A	US-A-4 588 889 (M. NAITO) * Revendications; figures 1a,1b * - - -	1-3	
A	GB-A-2 129 607 (FINNIGAN MAT GmbH) * Page 2, lignes 18-52; figure 1 * - - -	1-3	
A	WO-A-8 304 187 (RESEARCH CORP.) * Résumé; figures 2,7,8 * - - - - -	1,2	
Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
			H 01 J
Lieu de la recherche		Date d'achèvement de la recherche	Examineur
La Haye		28 février 91	ERRANI C.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X: particulièrement pertinent à lui seul Y: particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A: arrière-plan technologique O: divulgation non-écrite P: document intercalaire T: théorie ou principe à la base de l'invention E: document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D: cité dans la demande L: cité pour d'autres raisons ----- &: membre de la même famille, document correspondant			