

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 1 566 829 A2

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:

24.08.2005 Patentblatt 2005/34

(51) Int Cl.7: **H01J 49/04, H01J 49/26**

(21) Anmeldenummer: **04028501.7**

(22) Anmeldetag: **02.12.2004**

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR
HU IE IS IT LI LT LU MC NL PL PT RO SE SI SK TR**

Benannte Erstreckungsstaaten:

AL BA HR LV MK YU

(72) Erfinder:

• **Hansel, Armin, Dr.**
6020 Innsbruck (AT)

• **Wisthaler, Armin, Dr.**
6020 Innsbruck (AT)

(30) Priorität: **16.12.2003 AT 20192003**

(71) Anmelder:

- **Hansel, Armin, Dr.**
6020 Innsbruck (AT)
- **Wisthaler, Armin, Dr.**
6020 Innsbruck (AT)

(74) Vertreter: **Hefel, Herbert et al**

Egelseestrasse 65a,
Postfach 61
6806 Feldkirch (AT)

(54) Verfahren zur Gewinnung eines Ausgangs- Ionenstroms

(57) Bei einem Verfahren zur Gewinnung eines im Wesentlichen nur aus einer einzigen Ionensorte bestehenden Ausgangs-Ionenstroms werden bei der Ionisation eines Quellgases in einem Ionisationsbereich (A) gebildet Ionen und/oder aus dem Ionisationsbereich (A) extrahierte Ionen solange in einem Bereich (A, B, C), in welchem sich Quellgas befindet, reagieren gelassen, bis im Wesentlichen nur noch eine oder mehrere Quell-ionensorten vorliegen, die nicht mit dem Quellgas rea-

gieren. Einem Reaktionsbereich (C), der sich außerhalb des Ionisationsbereiches (A) befindet und in dem Ionen der ein oder mehreren Quell-Ionensorten vorhanden sind, wird ein vom Quellgas sich unterscheidendes Reaktantgas zugeführt, welches mit den Ionen der ein oder mehreren Quell-Ionensorten reagiert, wobei die Ionen der ein oder mehreren Quell-Ionensorten im Wesentlichen in die den Ausgangs-Ionenstrom bildende einzige Ionensorte umgewandelt werden.

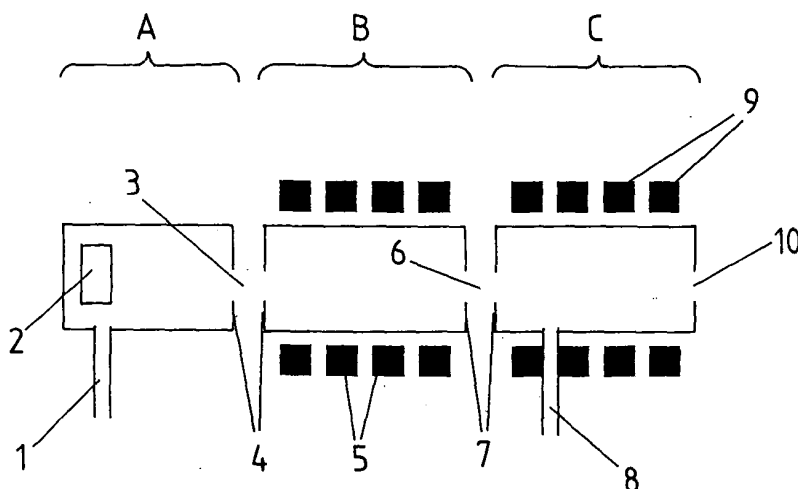


Fig.

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Gewinnung eines im Wesentlichen nur aus einer einzigen Ionensorte bestehenden Ausgangs-Ionenstroms, wobei bei der Ionisation eines Quellgases in einem Ionisationsbereich gebildete Ionen und/oder aus dem Ionisationsbereich extrahierte Ionen solange in einem Bereich, in welchem sich Quellgas befindet, reagieren gelassen werden, bis im Wesentlichen nur noch eine oder mehrere Quell-Ionensorten vorliegen, die nicht mit dem Quellgas reagieren.

[0002] Ein derartiges Verfahren ist beispielsweise aus der AT 001 637 U1 bekannt. In dieser Schrift ist ein Verfahren zur Gewinnung eines im Wesentlichen aus H_3O^+ -Ionen bestehenden Ionenstroms beschrieben. Hierzu wird in einem Ionisationsbereich mittels einer Ionenquelle Wasserdampf ionisiert, wodurch verschiedene Ionen gebildet werden (O^+ , OH^+ , H^+ , H_2^+ ,). Diese Ionen werden mittels eines schwachen elektrischen Feldes in einen außerhalb des Ionisationsbereiches sich befindenden Bereich extrahiert und werden solange in diesem Bereich, in welchem sich H_2O mit einem Druck oberhalb 0,01 Torr befindet, belassen, bis sich auch die zunächst von H_3O^+ -Ionen verschiedenen Ionen durch Folgereaktionen in H_3O^+ -Ionen umgewandelt haben. In diesem Bereich und/oder in einem daran anschließenden Bereich wird der Ionenstrom weiters durch ein elektrisches Feld geführt, dessen Feldstärke ausreichend hoch ist, sodass durch Assoziationsreaktionen gebildete $\text{H}_3\text{O}^+ \cdot (\text{H}_2\text{O})_n$ -Clusterionen zwischen zwei aufeinanderfolgenden Stößen mit neutralen Stoßpartnern genügend kinetische Energie erlangt haben, damit diese Stöße überwiegend dissoziativ sind. Es wird dadurch die Bildung von solchen Clusterionen verhindert bzw. weitgehend rückgängig gemacht. Zur Verbesserung dieser Dissoziationsreaktionen kann dem H_2O auch ein zusätzliches Gas, wie Ar, Kr oder N_2 zugemischt werden, welches den Clusterionen als Stoßpartner dient mit den H_3O^+ -Ionen aber nicht chemisch reagiert.

[0003] Ein solcher im Wesentlichen aus H_3O^+ -Ionen bestehender Ionenstrom kann insbesondere als Primärionenstrom für die chemische Ionisation eines Probegases durch Protonenausch-Reaktionen eingesetzt werden, um die gebildeten Ionen des Probegases massenspektrometrisch zu untersuchen. Diese Protonenausch-Reaktions-Massenspektrometrie, kurz PTR-MS, ist in der AT 001 637 U1 und den darin genannten Referenzen beschrieben. Es handelt sich hierbei um eine spezielle Art der Ionen-Molekül-Reaktions-Massenspektrometrie (IMR-MS), welche ebenfalls in der AT 001 637 U1 und den darin genannten Referenzen beschrieben ist.

[0004] In der AT 406 206 B ist weiters ein vom Verfahrensablauf her zum aus der AT 001 637 U1 bekannten Verfahren analoges zur Gewinnung eines im Wesentlichen aus NH_4^+ -Ionen bestehenden Ionenstroms bekannt. Als Quellgas wird hierzu Ammoniak (NH_3) ionisiert und die gebildeten Ionen werden nach Extraktion aus dem Ionisationsbereich solange in einem Bereich mit einem Ammoniumdruck von oberhalb 0,01 Torr (1,33 Pascal) belassen, bis sich der im Wesentlichen nur aus NH_4^+ -Ionen bestehende Ionenstrom gebildet hat (wobei zur Verhinderung bzw. Rückgängigmachung der Bildung von Clusterionen wiederum eine ausreichend hohe elektrische Feldstärke zur Induzierung von Stößen angelegt wird).

[0005] Aus der AT 403 214 B ist es weiters bekannt, in eine Ionenquelle unterschiedliche Quellgase einzubringen und aus den in der Ionenquelle aus verschiedenen neutralen Atomen oder Molekülen der Quellgase erzeugte Primärionenarten durch eine Filtereinrichtung alle bis auf eine Primärionenart auszufiltern. Die verbleibende Primärionenart wird in den Reaktionsraum durchtreten gelassen und im Reaktionsraum mit einem Probegas reagieren gelassen, wobei die durch Ionen-Molekülreaktionen (z. B. Protonenaustausch-Reaktionen) entstehenden Reaktionsprodukte mit einem Massenspektrometer untersucht werden. Nachteilig hierbei ist das zusätzlich erforderliche, die Filtereinrichtung bildende Massenspektrometer.

[0006] Die Gewinnung von nur aus einer einzigen Ionensorte bestehenden Ausgangs-Ionenströmen ohne eine solche massenspektrometrische Filterung, wie sie aus der AT 403 214 B bekannt ist, ist durch die Verfahren der AT 001 637 U1 bzw. AT 406 206 B nur für wenige Ionensorten möglich, insbesondere für H_3O^+ -Ionen, NH_4^+ -Ionen und H_3^+ -Ionen. Nur bei wenigen Quellgasen bilden sich auf die in diesen beiden Schriften beschriebene Art und Weise Ausgangs-Ionenströme, die im Wesentlichen nur aus einer einzigen Ionensorte bestehen. Derartige Quellgase sind in der Fachliteratur als "CI Reagent Gases" beschrieben.

[0007] In der EP 000 865 A1 ist die Untersuchung eines Substanzgases beschrieben, welches zu diesem Zweck durch Ionen-Molekül-Reaktionen ionisiert wird. Die chemische Ionisierung des Substanzgases erfolgt in einem hier als Ionisationskammer beschriebenen Raum (der üblicherweise auch als "Drift Tube") bezeichnet wird. Der Ionisationskammer wird partiell ionisiertes Primärgas aus einer Ionenquelle zugeführt, welche hier als Gasentladungskammer ausgebildet ist. Der Ionisationskammer wird neben dem Substanzgas auch ein Reaktantgas zugeführt, welches mit den von der Ionenquelle in die Ionisationskammer eintretenden Ionen reagiert und seinerseits das Substanzgas ionisiert. In der Ionisationskammer befindet sich somit ein Gemisch aus den mehr oder weniger ionisierten Komponenten des Primärgases, Reaktantgases und Substanzgases. Eine Gewinnung eines im Wesentlichen nur aus einer einzigen Ionensorte bestehenden Ausgangs-Ionenstroms geht aus dieser Schrift nicht hervor. Zur Ausgangsöffnung der Ionisationskammer werden sowohl die ionisierten Primärteilchen wie auch die Reaktantgas- und Substanzionen geführt.

[0008] Aufgabe der Erfindung ist es, das Spektrum an erzeugbaren Ausgangs-Ionenströmen, die im Wesentlichen nur aus einer einzigen Ionensorte bestehen, zu erweitern, ohne dass hierzu eine massenspektrometrische Filterung

(wie in der AT 403 214 B beschrieben) erforderlich ist. Erfindungsgemäß gelingt dies durch ein Verfahren mit den Merkmalen des Patentanspruchs 1.

[0009] Durch das erfindungsgemäße Verfahren ist es insbesondere möglich im Wesentlichen nur aus einer einzigen Ionensorte bestehende Ausgangs-Ionenströme zu erzeugen, welche bei direkter Zugabe des Reaktantgases in den primären Ionisationsbereich aufgrund der in diesem Bereich anwesenden verschiedenen Spezies (Ionen, Elektronen, Atome, Moleküle, Radikale, angeregte Atome, angeregte Moleküle) nicht in dieser Form entstehen würden. Würde zum Beispiel Stickstoff (N_2) dem Quellgas H_2 beigemischt, so würde im Plasma des primären Ionisierungsbereiches neutrales NH_3 entstehen (vgl.: ref1: Fuji et al., Int. J. Mass Spectrom. 216, 169, 2002). H_3^+ würde so bevorzugt mit NH_3 in der Reaktion $H_3^+ + NH_3 \rightarrow NH_4^+ + H_2$ reagieren und die Erzeugung eines N_2H^+ -Ausgangslonenstroms (wie weiter unten erläutert) wäre nicht möglich.

[0010] Die Zugabe des Reaktantgases in einen vom primären Ionisationsraum räumlich getrennten Reaktionsbereich hat weiters den Vorteil, dass auch Gase beigemischt werden können, deren Anwesenheit im primären Ionisationsbereich problematisch wäre, z. B. NO in Filament-Ionenquellen (führt zu raschem Filamentbruch) oder kohlenstoffhaltige Gase in Plasmaionenquellen (führt zu Kohlenstoffabscheidungen).

[0011] Bevorzugterweise werden geeignete Maßnahmen getroffen, so dass eine Rückströmung des Reaktantgases vom Reaktionsbereich in den Ionisationsbereich im Wesentlichen unterbunden wird, d. h. weniger als 10%, vorzugsweise weniger als 5% des Partialdrucks im Ionisationsbereich soll vom Reaktantgas oder daraus gebildeten Produkten herrühren. Hierzu können beispielsweise die den Ionisationsbereich und den Reaktionsbereich bildenden Räume durch ein oder mehrere Zwischenwände getrennt sein, wobei in einer jeweiligen Zwischenwand eine Blendenöffnung angeordnet ist, und durch entsprechende Pumpeinrichtungen ein in Richtung vom Ionisationsbereich zum Reaktionsbereich weisender Gasfluss durch mindestens eine der Blendenöffnungen aufrecht erhalten werden. Auch Zwischenabpumpungen zwischen den Bereichen sind denkbar und möglich.

[0012] Prinzipiell wäre es - zumindest in einigen Anwendungsfällen - denkbar und möglich, die aus dem Ionisationsbereich extrahierten Ionen direkt in den Reaktionsbereich zu führen. Bevorzugt ist es aber, die aus dem Ionisationsbereich extrahierten Ionen zunächst in einen Zwischenbereich zu führen, in welchem sie solange belassen werden, bis sich auch die zunächst noch von der ein oder mehreren Quell-Ionensorten verschiedenen Ionen im Wesentlichen (d. h. zu mehr als 90%, vorzugsweise zu mehr als 95%) in Ionen der ein oder mehreren Quell-Ionensorten umgewandelt haben. Von diesem Zwischenbereich können in der Folge Ionen der ein oder mehreren Quell-Ionensorten in den Reaktionsbereich extrahiert werden, in dem sie durch Zugabe des Reaktantgases in die einzige Ionensorte des Ausgangslonenstroms im Wesentlichen (d. h. zu mehr als 90%, vorzugsweise zu mehr als 95%) umgewandelt werden.

[0013] Falls die Extraktion von Ionen aus dem Ionisationsbereich direkt in den Reaktionsbereich erfolgt, sind die Reaktionen der bei der Ionisation gebildeten Ionen zu den Ionen der ein oder mehreren Quell-Ionensorten im Wesentlichen bereits im Ionisationsbereich erfolgt oder diese Reaktionen finden hauptsächlich oder zum Teil im Reaktionsbereich statt. Es muss dazu Quellgas mit einem ausreichenden Druck (beispielsweise mehr als 1 Pascal) im Reaktionsbereich vorhanden sein. Weiters soll das Reaktantgas möglichst nicht mit Ionen, welche noch nicht in Ionen der ein oder mehreren Quell-Ionensorten umgewandelt worden sind, reagieren. Bei manchen Kombinationen von Quellgasen und Reaktantgasen ist dies der Fall. Denkbar und möglich wäre es, in speziellen Fällen, von den Primärlonen und/oder Folgeprodukten störende Ionensorten (die mit dem Reaktantgas zu unerwünschten Ionensorten reagieren) durch Zugabe eines geeigneten Zusatzgases in nicht störende Ionen umzuwandeln.

[0014] Als Quellgas kann ein Reingase oder ein Gasgemisch verwendet werden. Für das Reaktantgas ist die Verwendung eines Reingases bevorzugt, wobei die Verwendung von Gasgemischen ebenfalls denkbar und möglich wäre.

[0015] Nachfolgend werden Ausführungsbeispiele der Erfindung anhand der beiliegenden Zeichnung erläutert. In dieser zeigt die einzige Fig. eine stark schematisierte Darstellung einer Einrichtung, mit welcher das erfindungsgemäße Verfahren durchführbar ist.

[0016] Die in der Fig. schematisch dargestellte Einrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens weist drei Bereiche auf. Dem primären Ionisationsbereich A wird durch eine Zuführung 1 ein Quellgas zugeführt. Im Ionisationsbereich A ist eine nicht im Einzelnen dargestellte Ionenquelle bzw. Ionisationseinrichtung 2 angeordnet. Die primäre Ionisation des Quellgases erfolgt z. B. durch Elektronenemission aus einem Filament, durch ionisierende Strahlung (z. B. α -Teilchen), durch eine elektrische Entladung oder andere Ionisationsverfahren. Die Wahl des primären Ionisationsverfahrens ist für die gegenständliche Erfindung nicht relevant.

[0017] Als Quellgas wird ein Reingase, z.B. Wasserstoff (H_2), oder ein Gasgemisch, z.B. H_2 -Argon (Ar) oder Stickstoff (N_2)-Distickstoffmonoxid (N_2O), verwendet. Totaldruck und Partialdrücke hängen von der Wahl des Ionisationsverfahrens (Niederdruck- oder Hochdruck-Ionenquelle) ab.

[0018] Im primären Ionisationsbereich A existiert eine Vielzahl von Spezies (Ionen, Elektronen, Atome, Moleküle, Radikale, angeregte Atome, angeregte Moleküle).

[0019] Durch Anlegen eines elektrischen Feldes geeigneter Polarität werden entweder positive oder negative Ionen durch eine Blendenöffnung 3 in einer Zwischenwand 4 in den Zwischenbereich B extrahiert. Der erzeugte Ionenstrom ist in der Regel nicht selektiv, d.h. er besteht im Allgemeinen aus verschiedenen Ionensorten:

Im Fall von H_2 als Quellgas besteht der extrahierbare positive Ionenstrom einfach geladener Ionen aus H^+ , H_2^+ , H_3^+ und $H_3^+ \cdot H_2$.

Im Fall eines H_2 -Ar-Gemisches besteht der extrahierbare positive Ionenstrom einfach geladener Ionen aus Ar^+ , Ar_2^+ , ArH^+ , ArH_2^+ , ArH_2^+ , H^+ , H_2^+ , H_3^+ , $H_3^+ \cdot H_2$.

Im Fall eines N_2 - N_2O -Gemisches besteht der extrahierbare negative Ionenstrom aus vornehmlich O^- -Ionen, mit Spuren von NO^- -Ionen. (vgl. ref2: A.P. Bruins et al., Adv. Mass Spectrom. 7, 355, 1978)

[0020] Die Relativanteile der beispielhaft angeführten, extrahierbaren Ionensorten hängen von verschiedenen Quellparametern (Totaldruck des Quellgases bzw. Partialdrücke der verschiedenen Quellgaskomponenten, Temperatur, u. a.) ab. Neben einfach geladenen Ionen können - in Abhängigkeit von der Ionenquelle und vom Quellgas - auch mehrfach geladene Ionen auftreten und extrahiert werden.

[0021] Der Zwischenbereich B wird mit dem Quellgas (Totaldruck $> 0,01$ mbar, Teilchengasdicke N_B) gespeist. Die Speisung kann durch aus dem Ionisationsbereich A in den Zwischenbereich strömendes Quellgas erfolgen. Es kann auch eine in der Fig. nicht dargestellte separate Zuführung vorhanden sein. Der Druck des Quellgases im Zwischenbereich B kann ähnlich oder gleich wie der Druck des Quellgases im Ionisationsbereich A sein. Im Zwischenbereich B wird durch Elektroden 5 ein elektrisches Feld der Feldstärke E_B angelegt. Der Zwischenbereich befindet sich auf einer Temperatur T_B .

[0022] Im Zwischenbereich B wechselwirken die aus dem primären Ionisationsbereich A extrahierten Ionen mit dem Quellgas. Das Spektrum an Wechselwirkungen umfasst binäre Ionen-Molekül-Reaktionen (z.B. $H_2^+ + H_2 \rightarrow H_3^+ + H$), ternäre Ionen-Molekül-Reaktionen (z.B. $H^+ + H_2 + H_2 \rightarrow H_3^+ + H_2$), stoßinduzierte Dissoziationsreaktionen (z.B. $H_3^+ \cdot H_2 + H_2 \rightarrow H_3^+ + H_2 + H_2$), sowie An- und Abregungsreaktionen (z.B. $(H_2^+)^* + H_2 \rightarrow H_2^+ + H_2$)

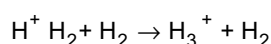
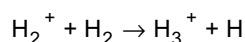
[0023] Die Parameter E_B/N_B und T_B definieren die Reaktionsbedingungen, d.h. durch Variation dieser Parameter ist es möglich, gewisse Reaktionskanäle zu bevorzugen oder zu unterdrücken.

[0024] Durch geeignete Wahl der Reaktionsbedingungen wird der, aus zahlreichen Ionensorten bestehende, aus dem primären Ionisationsbereich A extrahierte Ionenstrom in einen selektiven Ionenstrom im Wesentlichen einer nicht mit dem Quellgas reagierenden Ionensorte oder einen Ionenstrom aus im Wesentlichen mehreren nicht mit dem Quellgas reagierenden Ionensorten umgewandelt. Diese ein oder mehreren nicht mit dem Quellgas reagierenden Ionensorten, d.h. sie sind gegenüber dem Quellgas "stabil", werden in dieser Schrift als "Quell-Ionensorten" bezeichnet. Am Ausgang des Zwischenbereichs B, zu dem der Ionenstrom durch das elektrische Feld E_B geführt wird, besteht der Ionenstrom vorzugsweise zu mindestens 90% aus der einen oder mehreren Quell-Ionensorten, wobei ein Wert von mindestens 95% besonders bevorzugt ist.

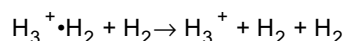
[0025] Am Ausgang des Zwischenbereichs könnte der Anteil an Ionen der Quell-Ionensorten auch niedriger als der angegebene Wert von vorzugsweise 90% bzw. 95% sein, beispielsweise wenn am Ausgang des Zwischenbereichs noch ein Anteil von Clusterionen (z. B. $H_3^+ \cdot H_2$) vorhanden ist, welcher erst im weiter unten beschriebenen Reaktionsbereich C durch Dissoziationsreaktionen in Ionen der ein oder mehreren Quell-Ionensorten (plus neutrales Quellgas) umgewandelt wird, indem im Reaktionsbereich C ein elektrisches Feld mit einer ausreichenden Feldstärke zur Durchführung der erforderlichen stoßinduzierten Dissoziationsreaktionen angelegt wird.

[0026] Die Werte von E_B/N_B und T_B variieren je nach Anwendungsbeispiel. Denkbar und möglich wäre es auch zur Verbesserung der Effizienz der im Zwischenbereich B ablaufenden Dissoziationsreaktionen dem Quellgas ein zusätzliches Gas (z. B. Ar, Kr oder N_2) zuzumischen, welches nicht mit den in den Zwischenbereich extrahierten Ionen über Ionen-Molekülreaktionen reagiert sondern nur als Stoßpartner dient.

[0027] Im Fall von H_2 als Quellgas entsteht ein selektiver H_3^+ -Ionenstrom. Es laufen hierbei Ionen-Molekülreaktionen folgender Art ab:



[0028] Durch das angelegte elektrische Feld laufen weiters Dissoziationsreaktionen ab, welche gegenüber den Assoziationsreaktionen überwiegen und durch die die Bildung von Clusterionen weitgehend rückgängig gemacht wird, bzw. ihre Bildung von vornherein verhindert wird:



[0029] Im Fall eines H_2 -Ar-Gemisches als Quellgas entsteht ebenfalls ein selektiver H_3^+ -Ionenstrom (vgl. ref3: Praxmarer et al., J. Chem. Phys. 100 (12), 8884-8889, 1994). Auch bei anderen Quellgasgemischen von H_2 mit einem Reingas X, dessen Protonenaffinität kleiner als die von H_2 ist wird als Quell-Ionensorte H_3^+ gebildet. Falls die Protonenaffinität der Komponente X größer als die von H_2 ist, entstehen XH^+ -Ionen als Quell-Ionensorte.

[0030] Im Fall des N_2 - N_2O -Quellgasgemisches werden die Reaktionsbedingungen so gewählt, dass ein selektiver O-Ionenstrom erhalten bleibt (ref2).

[0031] Der Zwischenbereich B ist von herkömmlichen Verfahren und Einrichtungen zur Gewinnung eines selektiven Ionenstroms bereits bekannt (er entspricht den Bereichen B und C der AT 001 637 U1 und AT 406 206 B) und wird auch als "source drift region" bezeichnet. Der Zwischenbereich B könnte auch in zwei Unterbereiche B1 und B2 aufgeteilt sein. Im Bereich B1 würde dann das Quellgas vorliegen, die elektrische Feldstärke aber zu klein für Dissoziationsreaktionen sein. Im anschließenden Bereich B2 würde eine höhere Feldstärke vorliegen, um die Dissoziationsreaktionen hervorzurufen.

[0032] Durch Anlegen eines elektrischen Feldes werden die entstandenen Ionen der ein oder mehreren Quell-Ionensorten durch eine Blendenöffnung 6 in einer Zwischenwand 7 in den Reaktionsbereich C extrahiert.

[0033] Im Reaktionsbereich C wird ein zusätzlicher, vom Quellgas in seiner chemischen Zusammensetzung verschiedener, reaktiver Stoßpartner beigemischt, der im Rahmen dieser Schrift als Reaktantgas bezeichnet wird. Das Reaktantgas kann von einem Reingas oder einem Gasgemisch gebildet werden. Der Totaldruck im Reaktionsbereich C beträgt mehr als 0,01 mbar (Teilchengasdichte N_c). Die Partialdrücke von Quellgas und Reaktantgas variieren in Abhängigkeit vom verwendeten Quell- und Reaktantgas. Die Beimischung des Reaktantgases erfolgt durch eine in der Fig. schematisch dargestellte Zuführung 8. Mittels Elektroden 9 wird ein elektrisches Feld der Feldstärke E_c angelegt. Der Reaktionsbereich C befindet sich auf einer Temperatur T_c .

[0034] Durch Ionen-Molekül-Reaktionen mit dem Reaktantgas wird der aus dem Zwischenbereich B extrahierte Ionenstrom - vorzugsweise bestehend im Wesentlichen aus der einen oder mehreren Quell-Ionensorten - in einen Ausgangs-Ionenstrom umgewandelt, der im Wesentlichen, d. h. zu mehr als 90%, vorzugsweise zu mehr als 95% aus einer einzigen Ionensorte besteht. In der Praxis können Werte von bis zu mehr als 99% erreicht werden. Besteht der aus dem Zwischenbereich B extrahierte Ionenstrom aus mehr als einer Quell-Ionensorte, so gelingt die Umwandlung in den im Wesentlichen nur aus einer einzigen Ionensorte bestehenden Ausgangs-Ionenstrom dadurch, dass aus den Reaktionen der verschiedenen Quell-Ionensorten mit dem Reaktantgas nur eine einzige Produktionsorte hervorgeht.

[0035] Die Parameter E_c/N_c und T_c definieren die Reaktionsbedingungen, d.h. durch Variation dieser Parameter ist es möglich, gewisse Reaktionskanäle zu bevorzugen und andere zu unterdrücken, um einen selektiven Ausgangs-Ionenstrom einer Ionensorte zu erzeugen. Beispielsweise können durch geeignete Wahl der Feldstärke des Feldes E_c Dissoziationsreaktionen bewirkt werden, um die Bildung von Clusterionen rückgängig zu machen bzw. ihre Bildung von vornherein zu verhindern. Zur Verbesserung der Effizienz solcher Dissoziationsreaktionen könnte in den Reaktionsbereich C auch ein zusätzliches Gas zugemischt werden, welches nicht mit den im Reaktionsbereich C vorhandenen Ionen über Ionen-Molekülreaktionen reagiert, sondern nur als Stoßpartner dient.

[0036] Durch das elektrische Feld E_c werden die Ionen durch den Reaktionsbereich C zum Ausgang 10 geführt.

[0037] Durch die Elektroden 5 im Zwischenbereich B und/oder durch die Elektroden 9 im Reaktionsbereich C wird bevorzugterweise ein elektrostatisches Potential erzeugt. Es ist hierbei bevorzugt, dass im Zwischenbereich B und/oder im Reaktionsbereich C ein homogenes elektrisches Feld E_B bzw. E_c erzeugt wird. Durch die Homogenität des elektrischen Feldes E_B bzw. E_c können die Reaktionsbedingungen in vorteilhafter Weise manipuliert werden, d.h. gewisse Reaktionskanäle bevorzugt oder unterdrückt werden.

[0038] Durch den Wechsel des Reaktantgases können auf einfachem, schnellem Wege unterschiedliche selektive Ausgangs-Ionenströme (d. h. im Wesentlichen nur aus einer einzigen Ionensorte bestehende Ausgangs-Ionenströme) erzeugt werden, welche z.B. als Primärionen für chemische Ionisationsverfahren genutzt werden können. Solche chemische Ionisationsverfahren werden zum Beispiel bei der Ionen-Molekül-Reaktions-Massenspektrometrie (IMR-MS) oder der Protonentausch-Reaktions-Massenspektrometrie (PTR-MS) eingesetzt. Es wird dabei ein zu untersuchendes Substanzgas mittels des Ausgangs-Ionenstroms in einer Drift Tube ionisiert und in der Folge massenspektrometrisch untersucht. Der Reaktionsbereich C bleibt dabei aber im Wesentlichen frei von dem zu untersuchenden Substanzgas, d.h. der Partialdruck des Substanzgases im Reaktionsbereich C beträgt weniger als 1/10 des Partialdruckes des Substanzgases in der Drift Tube. Im Reaktionsbereich C sollen abgesehen von den Komponenten des Quell- und Reaktionsgases bevorzugterweise weniger als 50 ppm an anderen reaktiven Komponenten (=reaktiven Verunreinigungen) vorliegen (die beispielsweise von rückströmenden Komponenten eines zu analysierenden Substanzgases gebildet werden), wobei ein Wert von weniger als 25 ppm besonders bevorzugt ist. Nicht reaktive Komponenten (z.B. Stickstoff) können dagegen mit höheren Anteilen vorliegen.

[0039] Die Ionensorte am Ausgang 10 unterscheidet sich von der einen bzw. den mehreren Quell-Ionensorten.

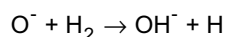
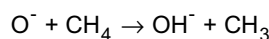
[0040] Falls als Quell-Ionensorte am Ausgang des Zwischenbereichs B H_3^+ -Ionen extrahiert werden, so sind aus diesen beispielsweise Ausgangs-Ionenströme erzeugbar, welche als jeweils im Wesentlichen einzige Ionensorte folgende Ionen aufweisen: N_2H^+ , H_3O^+ , NO^+ , NH_4^+ . Reaktantgase, welche mit dem H_3^+ -Ionenstrom aus dem Zwischen-

bereich B zu der jeweiligen, den Ausgangs-Ionenstrom bildenden einzigen Ionensorte reagieren, sind:

Stickstoff (N ₂) entstehender selektiver Ausgangs-Ionenstrom	$H_3^+ + N_2 \rightarrow N_2H^+ + H_2$ N ₂ H ⁺
Wasser (H ₂ O) entstehender selektiver Ausgangs-Ionenstrom	$H_3^+ + H_2O \rightarrow H_3O^+ + H_2$ H ₃ O ⁺
Stickstoffmonoxid (NO) entstehender selektiver Ausgangs-Ionenstrom	$H_3^+ + NO \rightarrow HNO^+ + H_2$ $HNO^+ + NO \rightarrow NO^+ + HNO$ NO ⁺
Ammoniak (NH ₃)	$H_3^+ + NH_3 \rightarrow NH_4^+ + H_2$

entstehender selektiver Ionenstrom: NH₄⁺

[0041] Ein selektiver OH⁻-Ausgangs-Ionenstrom kann aus dem aus dem Zwischenbereich B extrahierten O⁻-Ionenstrom mittels der Reaktantgase Methan (CH₄) oder H₂ gewonnen werden:



[0042] Falls als Quell-Ionensorte XH⁺-Ionen vorliegen, wobei X eine Komponente des Quellgases ist, dessen Protonenaffinität größer als H₂ ist, so entsteht mit N₂ als Reaktantgas als Ausgangs-Ionenstrom N₂H⁺, wenn die Protonenaffinität der Komponente X kleiner als diejenige von N₂ ist. Mit H₂O als Reaktantgas entsteht, falls die Protonenaffinität von X kleiner als die Protonenaffinität von H₂O ist, als im Wesentlichen einzige Ionensorte des Ausgangsionenstroms H₃O⁺.

[0043] Grundsätzlich wäre es auch denkbar und möglich, dass der Zwischenbereich B entfällt. Die Reaktionen der im Ionisationsbereich gebildeten Ionen zu der nicht mit dem Quellgas reagierenden Quell-Ionensorte bzw. den mehreren nicht mit dem Quellgas reagierenden Quell-Ionen-sorten könnte dann entweder schon im Ionisationsbereich im Wesentlichen vollständig ablaufen und/oder nach der Extraktion der (nicht oder nur teilweise zu den ein oder mehreren Quell-Ionensorten reagierten) Ionen aus dem Ionisationsbereich in den Reaktionsbereich C in diesem durch den vorhandenen Partialdruck an Quellgas weiterlaufen. Es sollen dabei solche Verhältnisse vorliegen, dass das Reaktantgas nicht mit den Vorläufer-Produkten der ein oder mehreren Quell-Ionensorten reagiert und/oder mit dem Reaktantgas reagierende Vorläufer-Produkte werden mit einem geeigneten Zusatzgas in nicht störende Ionen reagieren gelassen.

[0044] Auch bei vorhandenem Zwischenbereich B wäre es denkbar und möglich, dass die Vervollständigung der Reaktionen zu den ein oder mehreren Quell-Ionensorten erst im Reaktionsbereich C stattfindet.

[0045] Es können sich somit die Bereiche A und B zumindest teilweise überdecken oder es können sich die Bereiche B und C teilweise überdecken, soweit sich B nicht mit A überdeckt. Jedenfalls befindet sich der Reaktionsbereich C außerhalb des Ionisationsbereiches A (d. h. außerhalb des Bereiches, in welchem das bei der Ionisation des Quellgases entstehende Plasma vorliegt). Der Reaktionsbereich C ist somit vom Ionisationsbereich A räumlich getrennt und es wird eine Rückführung von Reaktantgas aus dem Reaktionsbereich C in den Ionisationsbereich A im Wesentlichen unterbunden.

Legende zu den Hinweisziffern:

[0046]

- 1 Zuführung
- 2 Ionisationseinrichtung
- 3 Blendenöffnung
- 4 Zwischenwand
- 5 Elektrode
- 6 Blendenöffnung

- 7 Zwischenwand
- 8 Zuführung
- 9 Elektrode
- 10 Ausgang

5

Patentansprüche

- 10 1. Verfahren zur Gewinnung eines im Wesentlichen nur aus einer einzigen Ionensorte bestehenden Ausgangs-Ionenstroms, wobei bei der Ionisation eines Quellgases in einem Ionisationsbereich (A) gebildete Ionen und/oder aus dem Ionisationsbereich (A) extrahierte Ionen solange in einem Bereich (A, B, C), in welchem sich Quellgas befindet, reagieren gelassen werden, bis im Wesentlichen nur noch eine oder mehrere Quell-Ionensorten vorliegen, die nicht mit dem Quellgas reagieren, **dadurch gekennzeichnet, dass** einem Reaktionsbereich (C), der sich außerhalb des Ionisationsbereiches (A) befindet und in dem Ionen der ein oder mehreren Quell-Ionensorten vorhanden sind, ein vom Quellgas sich unterscheidendes Reaktantgas zugeführt wird, welches mit den Ionen der ein oder mehreren Quell-Ionen-sorten reagiert, wobei die Ionen der ein oder mehreren Quell-Ionensorten im Wesentlichen in die den Ausgangs-Ionenstrom bildende einzige Ionensorte umgewandelt werden.
- 15 2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** eine Rückströmung des Reaktantgases vom Reaktionsbereich (C) in den Ionisationsbereich (A) im Wesentlichen unterbunden wird.
- 20 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** die aus dem Ionisationsbereich (A) extrahierten Ionen in einen Zwischenbereich (B) geführt werden, in welchem sie solange belassen werden, bis sich durch Ionen-Molekül-Reaktionen mit im Zwischenbereich vorhandenem Quellgas auch die zunächst noch von der ein oder mehreren Quell-Ionensorten verschiedenen Ionen im Wesentlichen in Ionen der ein oder mehreren Quell-Ionensorten oder Clusterionen hiervon umgewandelt haben.
- 25 4. Verfahren nach Anspruch 3, **dadurch gekennzeichnet, dass** vom Zwischenbereich (B) Ionen der ein oder mehreren Quell-Ionensorten oder Clusterionen hiervon in den Reaktionsbereich (C) extrahiert werden.
- 30 5. Verfahren nach Anspruch 1 oder Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet, dass** die aus dem Ionisationsbereich extrahierten Ionen unmittelbar in den Reaktionsbereich (C) geführt werden.
- 35 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** dem Reaktionsbereich (C) auch Quellgas zugeführt wird.
- 40 7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet, dass** zumindest in einem dem Ausgang des Reaktionsbereiches (C) benachbarten Abschnitt ein elektrisches Feld (E_C) einer Stärke angelegt wird, durch welches die Bildung von Clusterionen aus der Ionensorte des Ausgangsionenstroms verhindert wird bzw. rückgängig gemacht wird.
- 45 8. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 oder 4, **dadurch gekennzeichnet, dass** zumindest in einem dem Ausgang des Zwischenbereichs (B) benachbarten Abschnitt ein elektrisches Feld (E_B) einer Stärke angelegt wird, durch welches die Bildung von Clusterionen aus den ein oder mehreren Quell-Ionensorten verhindert wird bzw. rückgängig gemacht wird.
- 50 9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** nur eine Quell-Ionensorte gebildet wird.
- 55 10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, **dadurch gekennzeichnet, dass** sich in dem Bereich (A, B, C), in welchem die im Ionisationsbereich (A) gebildeten Ionen und/oder aus dem Ionisationsbereich (A) extrahierten Ionen zu den ein oder mehreren Quell-Ionensorten reagieren gelassen werden, Quellgas mit einem Druck von mindestens 1 Pascal vorhanden ist.
11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, **dadurch gekennzeichnet, dass** zur Gewinnung von jeweils im Wesentlichen nur einer einzigen Ionensorte bestehenden Ausgangs-Ionenströmen, die sich in der Ionensorte unterscheiden, dem Reaktionsbereich (C) in Abhängigkeit von der zu bildenden Ionensorte des Ausgangs-Ionenstroms verschiedene Reaktantgase zugeführt werden, wobei vor der Zuführung eines jeweiligen Reaktantgases

der Reaktionsbereich (C) zur Entfernung von vorausgehend eingesetztem unterschiedlichen Reaktantgas abgepumpt wird.

5 12. Verfahren nach einem der Ansprüche 7 bis 11, **dadurch gekennzeichnet, dass** das im Reaktionsbereich (C) angelegte elektrische Feld (E_C) elektrostatisch und homogen ist.

13. Verfahren nach einem der Ansprüche 8 bis 12, **dadurch gekennzeichnet, dass** das im Zwischenbereich (B) angelegte elektrische Feld (E_B) elektrostatisch und homogen ist.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

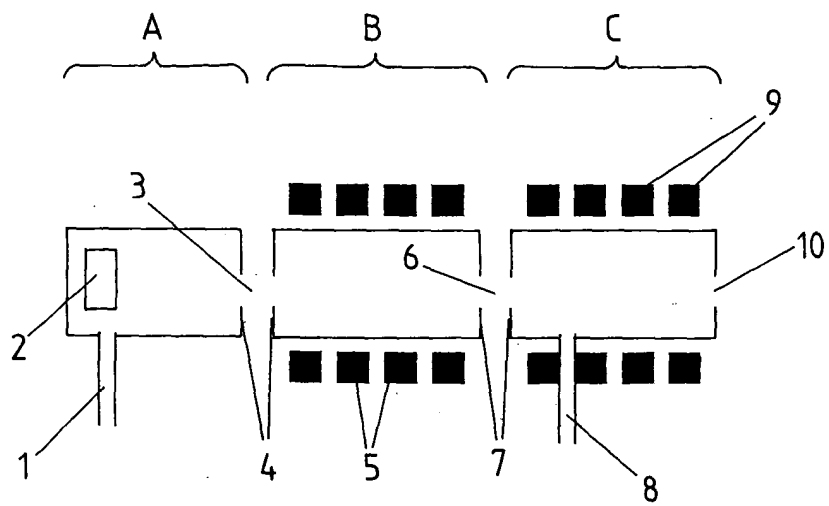


Fig.