

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第3753813号
(P3753813)

(45) 発行日 平成18年3月8日(2006.3.8)

(24) 登録日 平成17年12月22日(2005.12.22)

(51) Int.C1.

F 1

GO 1 N 27/62 (2006.01)
HO 1 J 49/26 (2006.01)GO 1 N 27/62
GO 1 N 27/62
HO 1 J 49/26

B

L

請求項の数 5 (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平8-300830
 (22) 出願日 平成8年10月28日(1996.10.28)
 (65) 公開番号 特開平9-229903
 (43) 公開日 平成9年9月5日(1997.9.5)
 審査請求日 平成15年8月5日(2003.8.5)
 (31) 優先権主張番号 552417
 (32) 優先日 平成7年11月3日(1995.11.3)
 (33) 優先権主張国 米国(US)

(73) 特許権者 599060928
 バリアン・インコーポレイテッド
 アメリカ合衆国カリフォルニア州、パロ・
 アルト、ハンセン・ウェイ 3120
 (74) 代理人 100087701
 弁理士 稲岡 耕作
 (74) 代理人 100101328
 弁理士 川崎 実夫
 (72) 発明者 ロバート・ディー・ブリタイン
 アメリカ合衆国カリフォルニア州ウォルナ
 ット・クリーク、デネブ・コート 1310
 (72) 発明者 ミンダ・ワング
 アメリカ合衆国カリフォルニア州ウォルナ
 ット・クリーク、シスキイユー・コート
 211

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】質量分析計の性能を改良するための表面コーティング

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

成分を有するサンプルを分析する装置であって、内部に所望の電界を形成する質量分析のためのイオントラップを含んで成り、

該イオントラップが前記サンプルの成分にさらされる内側面を有し、該内側面が不活性で、無機の絶縁体から成る非金属材の外表面層を含む、ところの装置。

【請求項2】

前記絶縁体が、融解シリカ、酸化アルミニウムおよび窒化ケイ素のいずれかである、請求項1に記載の装置。

【請求項3】

サンプルの成分を化学的に分析するための分析装置であって、前記成分を含むイオンに応答する検出器を有し、該検出器が選択された電界を形成可能であり、該検出器が下地面およびこの下地面の上に形成された、不活性で、無機の非金属特性のコーティングを有し、該コーティングの表面が前記イオンにさらされる、ところの装置であって、

該コーティングが、該コーティングの該表面の面積電荷密度が所定の値になるように選択された上限の厚さより薄く、該下地面の完全な不活性化を達成するのに十分に厚い厚みをもつ、装置。

【請求項4】

前記検出器がさらに前記サンプルから前記イオンを生成するためのイオン源を含む、請求項3に記載の装置。

【請求項 5】

前記上限厚に対応する面積電荷密度が、前記選択された電界に無視できる歪み効果のみ有する、請求項3に記載の装置。

【発明の詳細な説明】**【0001】****【発明の属する技術分野】**

本発明は、サンプルの分析装置に関し、特に、装置の内側面がイオン化チャンバーおよびイオントラップ装置で特に起こる、サンプルと接触するところの設備に関する。

【0002】**【発明の背景および発明が解決しようとする課題】**

サンプルの化学分析用の装置において、検出器の内側に所望の電界を形成するための電極のような表面はある形態のサンプルにしばしばさらされる。これら表面でのサンプル材の相互作用は、不所望の効果を生じさせる。これらの表面は、たとえば、化学分析を歪ませる化学反応に触媒作用 (Catalyze) を及ぼす。またはこれら表面は、接するサンプル分子の分解を促進する上昇温度の下にある。

【0003】

表面-サンプル分子相互作用はまた、たとえば、イオントラップまたは同様の検出器内の保持時間に影響を及ぼす電極表面で、サンプルに作用する表面力 (surface force) によるクロマトグラフにおけるピーク形を歪ませ、サンプルの連続分析を歪ませる。

【0004】

これら現象は従来から知られており、それは特定の不活性化材 (passivating agent) を適用することにより、触媒分解効果を減ずることが知られている。米国特許第5,055,678号は、イオントラップおよびイオン化チャンバーのためのクロムメッキまたは酸化クロムメッキの表面の使用を説明している。同じ文献はまた、電極面の特定の化学反応が起こることに化学的に結合する有機シアン化生成物の使用を説明している。

【0005】**【課題を解決するための手段】**

サンプルと分析成分のための機器の環境との間に非常に高度の絶縁をなしうることが望ましい。本発明の0.02乃至0.1ミクロンのオーダーの厚さをもつ融解シリカコーティング (好適な例) は、従来のクロムのコーティングがされたステンレススチールの電極と比較して、クロマトグラフ装置における、ピークの形状を実質的に改良することが分かった。融解シリカは、表面で化学的分解を減少させるばかりか、イオントラップ表面上で物理的または化学的な吸収のためにピーク・テーリングを減少させることを示す。

【0006】**【発明の実施の形態】**

本発明の適正な内容が図1AおよびBとともに説明される。図1Aの装置は、四重極質量分析計を組み込んだガスクロマトグラフ分析装置である。この装置のそれぞれのサンプルが、インジェクター14でサンプルと混合され、GCカラム16に導入されるキャリアガス源12を含む。GCカラム16からの流出物の濃度は検出器装置18内で検出される (さらに分析される)。検出器の内容が変化する。特に、図1Bにおいて、質量分析用の四重極イオントラップが略示されている (いろいろな他の検出器も本発明において利用できる)。GCカラム16の流出物は、サンプル入力20を通り、電極22、24および26、電子ビーム源28、イオン検出器30から成り、電子機器32を有する四重極イオントラップへと導入される。四重極イオントラップの詳細は周知であり、この装置の動作が選択された周波数、移送、および振幅で駆動される電極の複雑なシステムにより形成される電界に依存することを除き、ここで更に説明しない。

【0007】

四重極イオントラップにおいて、電極の形状は、トラップの動作を制御する特別な二次的幾何学 (quadratic geometries) に近似している。イオン化プロセスの結果、静電荷密度分布が絶縁的にコートされた電極上に蓄積し、誤り信号をもたらすアーキングを生じる

10

20

30

40

50

値に到達する。または、電荷分布が電界を歪め、これによりトラップの操作を変えることになる。絶縁コーティングの厚さは、面積電荷密度が電界分布に関して歪みが無視できる程度に十分に小さくなるように、与えられた誘電率に対して十分に薄くなければならない。この制限は、明らかに特定の応用例、電極幾何学および適用した電位に依存する。本実施例において、0.1ミクロン以下のオーダーの厚さをもつ不活性な融解シリカのコーティングが採用された。酸化アルミニウム、窒化ケイ素または選択された半導体材料のコーティングが他の実施例として使用される。

【0008】

本発明において、コーティングの厚さは有効な不活性化を達成するために十分なものでなければならない。この下限は容易に達成され、そしてコートされていない領域またはピンホールが確実ないようにするために、その厚さの変化が実施可能な一様性のオーダであることを、主に必要とする。10

【0009】

図2A-Eならびに図3A-Eはそれぞれ、他の理想的な装置における理想的な、対応するサンプルのクロマトグラフを比較するためのものである。比較のために、総合薬混合試験サンプルが等しい質量の、五つの別々になったサンプルから形成され、これらは一緒に混合され、標準クロマトグラフ分析装置（バリアン・アソシエイツ社により製造されたサターンモデルガスクロマトグラフ質量分析計）に注入された。カラムの流出物はイオン化され、そして元々の成分をユニークに代表するイオンに対して、質量分析される。図2A-Eから得られたデータにおいて、標準クロマトグラフはクロムがコートされた電極を有するイオントラップを含む。注入されたサンプルはトラップ内で特定の保持時間分析され、代表的なイオン質量に対するクロマトグラフが図2A-Eに示されている。図3A-Eにおいて、同じ分析が行われたが、異なる点は、イオントラップの電極に対して使用された本発明の融解シリカコーティングがなされていることである。20

【0010】

主な違いは、保持時間が長くなることで非対称がもたらされたが、保持時間においてテーリング(tailing)が劇的になくなることである。（それぞれのピークの対し、横座標上の位置が異なっていることは重要ではなく、それぞれの測定に対して、カラムヘッド圧の違いを示しているにすぎない。）

イオントラップにおける本発明の利用は例示であり、限定するものではない。種々の検出器が、イオンがある分類の弾道を描く電界を形成する。これらイオンに先行する中性のものの一部が、絶縁表面と同様に電極との衝突により影響を受けるであろう。本発明の特徴は、電気的にアクティブな電極がコートされることだけでなく、構造上または電気的な目的のために採用される絶縁体がコートされることである。本発明は、中性のものの検出器表面との相互作用が、検出器から誘導されるデータに歪みを生じさせるであろう、イオントラップ以外の検出器にも適用できる。イオントラップ質量分析計の場合、電極表面からの保持時間はピーク形状を歪ませるものと観測されている。検出器内部の伝導体を含めた部材を絶縁することは、これら問題に寄与するであろう。このような表面とのサンプルイオンの衝突から、触媒作用によって生成した物を特徴付けるスペクトルピークに他の効果がもたらされる。クロマトグラフ装置における種々のタイプの検出器は、同様の保持時間効果を呈すると考えられる。3040

【0011】

本発明を特定の実施例とともに説明してきたが、当業者であれば、前述の説明に基づいて種々の変更、修正をなし得ることは明らかであり、本発明は請求の範囲にのみ拘束される。

【図面の簡単な説明】

【図1】図1Aは本発明の内容を示す典型的な化学分析装置を示し、図1Bは代表的な検出器を示す。

【図2】図2A-Eはクロムでコートされた電極を有する標準的なイオントラップを使用する五つのサンプルに対する質量分析クロマトグラフをそれぞれ示す。50

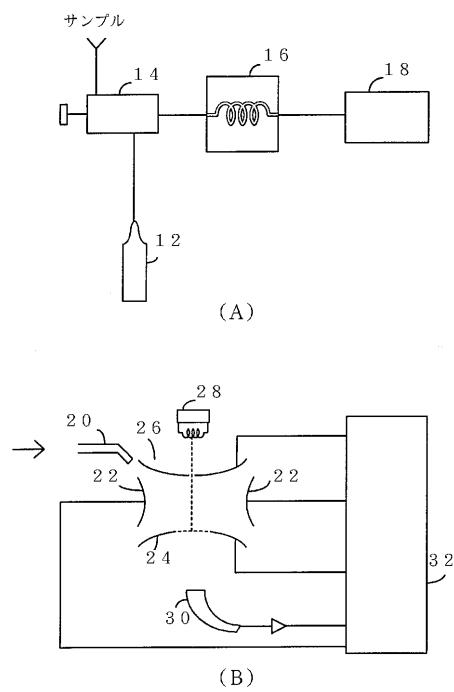
【図3】図3A-Eは、本発明の融解シリカのコーティングを使用した、図2A-Eのサンプルのクロマトグラフを示す。

【符号の説明】

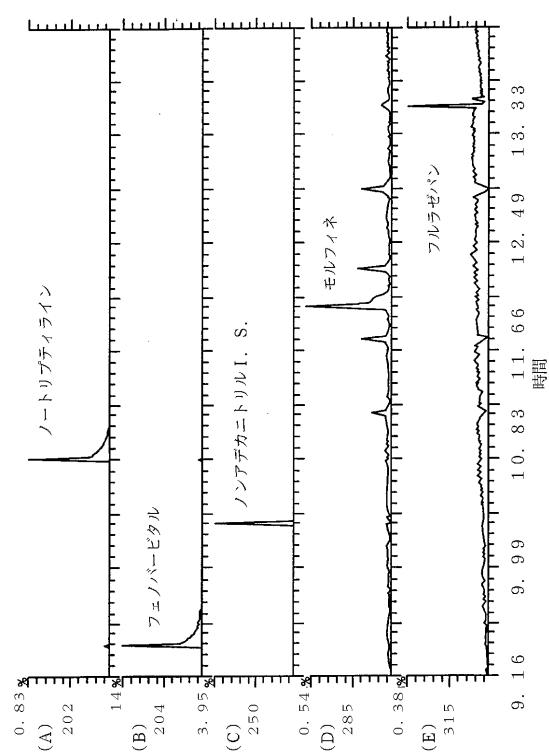
- 12 キャリアガス源
- 14 インジェクター
- 16 GCカラム
- 18 検出器装置
- 20 サンプル入力
- 22 電極
- 24 電極
- 26 電極
- 28 電子ビーム源
- 30 イオン検出器
- 32 電子機器

10

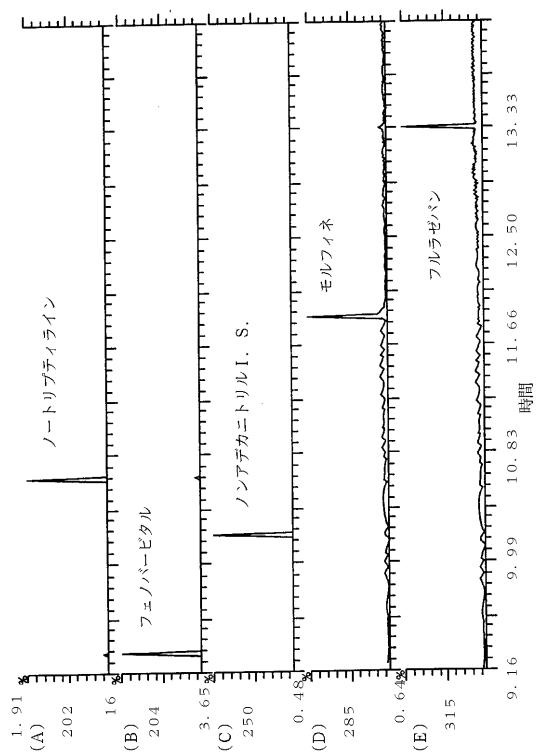
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

審査官 高 場 正光

(56)参考文献 米国特許第05055678(US, A)
米国特許第05283436(US, A)
英国特許出願公開第02262649(GB, A)
特開平02-102449(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G01N27/62-27/70

H01J49/00-49/48

特許ファイル(PATOLIS)