



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) DE 600 37 428 T2 2008.04.17

(12)

Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) EP 1 200 818 B1

(51) Int Cl.⁸: G01N 27/62 (2006.01)

(21) Deutsches Aktenzeichen: 600 37 428.9

(86) PCT-Aktenzeichen: PCT/GB00/02390

(96) Europäisches Aktenzeichen: 00 940 573.9

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: WO 2000/079261

(86) PCT-Anmeldetag: 21.06.2000

(87) Veröffentlichungstag

der PCT-Anmeldung: 28.12.2000

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: 02.05.2002

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: 12.12.2007

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: 17.04.2008

(30) Unionspriorität:

9914552 23.06.1999 GB

(84) Benannte Vertragsstaaten:

AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT,
LI, LU, MC, NL, PT, SE

(73) Patentinhaber:

Smiths Detection-Watford Ltd., London, GB

(72) Erfinder:

BREACH, James Andrew, Hertfordshire WD2 5HW,
GB; TURNER, Robert Brian, Buckinghamshire
HP5 2SE, GB

(74) Vertreter:

Fleuchaus & Gallo, 81479 München

(54) Bezeichnung: IONENMOBILITÄTS-SPEKTROMETER

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelebt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft Ionenbeweglichkeits-Spektrometer, die zur Gas- und Dampf detektion verwendet werden, und insbesondere Ionenbeweglichkeits-Spektrometersysteme, bei welchen das System „dotiert“ ist, oder bei welchem ein Dampf oder Dämpfe eines Spurenreagens (des „Dotiermittels“) in niedriger Konzentration zugesetzt sind, beispielsweise um die Empfindlichkeit des Systems gegenüber interessierenden Gasen oder Dämpfen zu verbessern, oder um die Unterdrückung von störenden Materialien (d.h. jenen, die andernfalls zu einer Reaktion führen können, die die Detektion von interessierenden Gasen und Dämpfen stört) zu verbessern.

[0002] Die Verwendung von Dotierungsmitteln in Ionen-Mobilitäts-Spektrometer(IMS)-Systemen ist gut bekannt, und die daran beteiligten Prinzipien wurden in der Literatur beschrieben, beispielsweise in der Einleitung zur EP-A-219602.

[0003] Dotierungsquellen bestehen im Allgemeinen aus einem dicht verschlossenen permeationsfähigen Behälter, der das gewählte Dotierungsmaterial enthält, wobei der Behälter im Zirkulationssystem des IMS-Detektors mit eingeschlossen ist, enthaltend die Ionenbeweglichkeits-Zelle, Mittel, wie eine Siebpackung, zum Trocknen und Reinigen der rezirkulierenden Gase im System, die Dotierungs-Quelle und eine Pumpe, in welche Proben von interessierenden Gasen oder Dämpfen, üblicherweise luftübertragen, zwecks Analyse hineingezogen werden.

[0004] Gemäß einem Aspekt besteht die vorliegende Erfindung in einem Ionenbeweglichkeits-Spektrometersystem, bei welchem das Dotiermaterial mit einem Molekularsiebmateriel zum Trocknen und/oder Reinigen der zirkulierenden Gase/Dämpfe in einem gemischten Dotiermittel-Siebmateriel kombiniert ist, wie in Anspruch 1 definiert.

[0005] Gemäß einem anderen Aspekt besteht die Erfindung in einem kombinierten Dotiermittel-Quelle und Molekularsieb-Packung zur Verwendung bei einem Ionenbeweglichkeits-Spektrometer, wie in Anspruch 13 definiert.

[0006] Gemäß noch einem anderen Aspekt besteht die Erfindung in einem Verfahren zur Kombination eines Molekularsiebmaterials mit einem Dotiermaterial in einem gemischten Dotiermittel-Siebmateriel zur Herstellung einer kombinierten Sieb- und Dotierquelle eines Ionenbeweglichkeits-Spektrometers, wie in Anspruch 14 definiert.

[0007] Die Erfindung sieht eine Reihe von Vorteilen gegenüber der derzeitigen Praxis vor, bei welcher separate Dotiermittel-Quellen und Molekularsiebpaa-

ckungen verwendet werden.

[0008] Beispielsweise ist bei einem in der Hand zu haltenden oder am Körper zu tragenden IMS-Gerät der Raum im Gehäuse des Geräts höchst wertvoll, und die Verwendung von einer (einem) kombinierten Dotiermittelquelle/Molekularsieb verringert den Raumbedarf des Zirkulationssystems.

[0009] Außerdem besteht insbesondere bei kleinen Instrumenten die Notwendigkeit, das Molekularsieb regelmäßig auszutauschen. Durch das Vorsehen einer kombinierten Sieb- und Dotiermittel-Quelle in einer einzigen Packung wird ein für die Aufrechterhaltung einer gleichmäßigen Menge an Dotiermittel im Zirkulationssystem erwünschter Dotiermittel-Tausch gleichzeitig durch eine einzige Aktion vorgesehen.

[0010] Die derzeitige Praxis erfordert, dass IMS-Zirkulationssystemen zugehörige Dotiermittel-Quellen erhitzt werden, wenn das Instrument bei niedrigen Temperaturen betrieben wird. Mit einer kombinierten Sieb- und Dotiermittel-Quelle erwies es sich unerwarteterweise als möglich, Dotiermittelmengen im Zirkulationssystem auf niedrigen Temperaturen zu halten, ohne dass ein Erhitzen notwendig ist, wodurch die Raum- und Energieanforderungen des Instruments weiter vereinfacht und verringert werden.

[0011] Es zeigte sich, dass die Kombination des Dotiermittels und des Siebmaterials die nötige Höhe der Sensibilisierung des IMS-Instruments für interessierende Proben und/oder das Unterdrücken von Störungen vorsieht.

[0012] Es zeigte sich auch, dass die Verwendung des kombinierten Dotiermittel- und Siebmaterials innerhalb des Zirkulationssystems eines IMS-Instruments die Dotiermittelfähigkeit über einen Bereich von Umgebungstemperaturen von -30°C bis +50°C verbessert, sogar ohne ein Erhitzen.

[0013] Obwohl man erwarten könnte, dass das Auftragen von Dotiermittel auf ein Sieb die Wasseraufnahme erhöhen könnte und folglich die Lebensdauer des Produkts verringern würde, fanden die Anmelder in der Praxis heraus, dass dies tatsächlich nicht der Fall ist.

[0014] Ausführungsformen der Erfindung werden nun beispielhaft unter Bezugnahme auf die beiliegende [Fig. 1](#), die ein Ionenbeweglichkeitsspektrometer des Standes der Technik zeigt, und [Fig. 2](#), die ein Ionenbeweglichkeits-Spektrometer gemäß einer Ausführungsform der Erfindung zeigt, beschrieben.

[0015] [Fig. 1](#) der beigefügten Zeichnungen zeigt ein vereinfachtes Blockdiagramm eines herkömmlichen Ionenbeweglichkeits-Spektrometers, bei welchem ein Rezirkulationssystem mit geschlossenem Kreis-

lauf verwendet wird, das eine Pumpe **10**, eine IMS-Zelle **12**, ein Paar Molekularsiebpackungen **14**, **16** zum Trocknen des Trägergases, üblicherweise Luft, im Rezirkulationssystem, und eine Dotiermittel-Quelle **18** zum Vorsehen der benötigten Menge an Dotiermittel zur Verbesserung der Empfindlichkeit und/oder Unterdrückung von Störungen umfasst.

[0016] Im Betrieb wird Umgebungsluft, die ein interessierendes Gas oder einen interessierenden Dampf enthalten kann, mittels eines hier nicht gezeigten Einlasssystems in das Zirkulationssystem hineingegeben und durch die IMS-Zelle **12** hindurch geleitet, die in Verbindung mit einem hier nicht gezeigten herkömmlichen elektronischen Instrumentarium einen elektrischen Ausgang vorsehen kann, der für das Vorhandensein und/oder die Menge eines interessierenden Gases oder Dampfes in der Umgebungsluft, von der eine Probe genommen wurde, repräsentativ ist.

[0017] [Fig. 2](#) zeigt dasselbe Instrument, das in [Fig. 1](#) gezeigt ist, wobei jedoch das ursprüngliche Paar Molekularsiebpackungen und die Dotiermittel-Quelle durch ein Paar kombinierter Dotiermittel-Molekularsiebpackungen **20**, **22** ersetzt wurden. Das Sieb kann aus jedem Standardmaterial, wie einem Aluminiumsilikat (Zeolith), bestehen.

[0018] Die erforderliche Kombination eines gemischten Sieb- und Dotiermittelmaterials kann durch Platzieren des getrockneten Molekularsiebmaterials in ein dicht verschlossenes Gefäß mit der richtigen Masse des Dotiermaterials und Schütteln und vorzugsweise Erhitzen der Mischung auf 50°C für etwa zwölf Stunden erzeugt werden.

[0019] Die Kombination der Materialien kann – unter Annahme einer geeigneten Modifikation der Zeit zur Ermöglichung der Kombination – bei höheren oder niedrigeren Temperaturen erreicht werden. Die Mischung muss nicht immer erhitzt werden, obwohl es zum Erhalt einer guten Verteilung des Dotiermittels vorzuziehen ist, dass sie geschüttelt wird.

[0020] Das kombinierte Material kann auch hergestellt werden, indem ein trockener Inertgasstrom, der das Dotiermaterial enthält, in einer festgelegten Höhe über das Molekularsiebmaterial geleitet wird und es dem Molekularsiebmaterial ermöglicht wird, das Dotiermaterial zu absorbieren.

[0021] Der Mechanismus, mittels welchem das Dotiermaterial am Molekularsieb adsorbiert wird, ist eine reversible Adsorption, was bedeutet, dass bei einer gegebenen Masse von am Sieb adsorbiertem Material bei einer gegebenen Temperatur der partielle Druck des adsorbierten Dotiermaterials über das Sieb konstant ist.

[0022] Bei einem IMS-System, bei welchem ein Trägergasstrom über dem kombinierten Dotiermittel/Siebmaterial vorhanden ist und es zu einem Lecken des Trägers aus dem System kommt, wird das adsorbierte Dotiermaterial vom Siebmaterial entfernt.

[0023] In einem geschlossenen Rezirkulationssystem wird das adsorbierte Material in das Trägergas freigesetzt, jedoch danach im Siebmaterial ersetzt, wodurch eine kontinuierliche konstante Menge an Dotiermittel im System erhalten bleibt.

[0024] Als Beispiel wurde eine Kombination von Ammoniumcarbamid-Dotiermittel und einem Molekularsiebmaterial mit einer Porengröße von 13X (10A), die im Verhältnis von zwischen 0,1 bis 5 Gew.-% Dotiermittel zu Siebmaterial kombiniert war, in einem Ionenbeweglichkeits-Spektrometer, wie in [Fig. 2](#) der Zeichnungen gezeigt, verwendet. Je nach dem Dotiermittel können andere Konzentrationen verwendet werden, beispielsweise bis etwa 10%. Der am meisten bevorzugte Bereich ist normalerweise etwa 2 bis 5%. Andere Porengrößen, beispielsweise 3A, 4A oder 5A, könnten ebenso verwendet werden.

[0025] Die Spektral-Antwort der drei für die Untersuchung gewählten Zielverbindungen, DMMP (0,0-Dimethylmethanphosphonat), TEP (Triethylphosphat) und DPM (Dipropylenglykolmonomethylether), blieb unter Verwendung des spezifizierten vereinigten Dotiermittel/Molekularsiebmaterials über einen Temperaturbereich von -30°C bis +50°C vernünftigerweise konstant.

[0026] Es ist offensichtlich, dass andere Dotiermittelverbindungen, die ausgewählt werden, um eine Dotiermittelmenge in einem erforderlichen Bereich vorzusehen, verwendet werden können. Bei einer Ausführungsform ist das Dotiermittel vorzugsweise Ammoniak, oder Ammoniak mit CO₂.

[0027] Es können auch andere Absorptionsmaterialien bei der Herstellung kombinierter Dotiermittel/Siebmaterialien verwendet werden.

[0028] Es zeigte sich, dass das beschriebene System dauerhafter als eine vergleichbare Standard-Permeationsquelle und ein Siebsystem ist und eine längere Lagerfähigkeit aufweist.

[0029] Obwohl beim beschriebenen Beispiel ein kombiniertes Dotiermittel/Sieb als einzige Dotiermittelquelle innerhalb des Systems verwendet wird, kann das kombinierte Dotiermittel/Sieb bei einem Instrumenten-System zusätzlich zu einer Standard-Dotiermittel-Quelle verwendet werden, um eine Mehrfach-Dotierung des Systems vorzusehen oder um eine zusätzliche Dotierung vorzusehen, beispielsweise um die Standardpermeations-Dotiermittelquelle bei niedrigen Temperaturen zu unterstützen. Bei-

spielsweise kann es erwünscht sein, ein Dotiermittel mit sehr schwerer Molekularmasse in Verbindung mit einem sehr leichten zu verwenden. Die einzige Art, dies zu erreichen, wäre ansonsten das Vorsehen einer sehr großen und schweren Dotiermittel-Quelle.

Patentansprüche

1. Ionenbeweglichkeits-Spektrometersystem mit: einem Ionenbeweglichkeits-Detektor; einem Gas/Dampf-Zirkulationssystem für den Ionenbeweglichkeits-Detektor, in welches Proben von interessierenden Gasen und Dämpfen zur Detektion hineingezogen werden können; wobei das Zirkulationssystem eine Ionenbeweglichkeits-Zelle (12), Mittel (20, 22) zum Trocknen und/oder Reinigen der zirkulierenden Gase/Dämpfe im Zirkulationssystem einschließlich eines Molekulsiebmaterials zum Trocknen und Reinigen der zirkulierenden Gase/Dämpfe, eine Dotiermittel-Quelle (20, 22) einschließlich eines Dotiermaterials und Mittel (10) zum Bewirken der Zirkulation der Gase/Dämpfe innerhalb des Zirkulationssystems aufweist; **dadurch gekennzeichnet**, dass das Dotiermaterial mit dem Molekulsiebmaterial in einem gemischten Dotiermittel-Siebmaterial kombiniert ist, wodurch die Notwendigkeit einer separaten Dotiermittel-Quelle für das System vermieden wird.

2. Ionenbeweglichkeits-Spektrometersystem nach Anspruch 1, bei welchem das gemischte Dotiermittel-Siebmaterial in einer Packung vorliegt.

3. Ionenbeweglichkeits-Spektrometersystem nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei mindestens eine weitere Dotiermittel-Quelle zusätzlich zum gemischten Dotiermittel-Siebmaterial verwendet wird.

4. Ionenbeweglichkeits-Spektrometersystem nach Anspruch 1, bei welchem das Dotiermaterial Ammoniumcarbamid ist und das Molekulsiebmaterial ein Material mit einer Porengröße von 13X ist.

5. Ionenbeweglichkeits-Spektrometersystem nach Anspruch 4, bei welchem das Dotiermaterial und das Molekulsiebmaterial in Proportionen von zwischen 0,1% bis 0,5 Gew.-% Dotiermaterial zu Molekulsiebmaterial kombiniert sind.

6. Ionenbeweglichkeits-Spektrometersystem nach Anspruch 1, Anspruch 4 oder Anspruch 5, bei welchem das gemischte Dotiermittel-Siebmaterial durch gemeinsames Erhitzen des Dotiermaterials und des Molekulsiebmaterials in einem dicht verschlossenen Gefäß hergestellt wird.

7. Ionenbeweglichkeits-Spektrometersystem nach Anspruch 1, Anspruch 4 oder Anspruch 5, bei welchem das gemischte Dotiermittel-Siebmaterial

durch Leiten eines trockenen, das Dotiermaterial enthaltenden Inertgasstromes in einer festgelegten Höhe über das Molekulsiebmaterial hergestellt wird, wobei das Molekulsiebmaterial das Dotiermaterial absorbiert.

8. Ionenbeweglichkeits-Spektrometersystem nach Anspruch 1, bei welchem das gemischte Dotiermittel-Siebmaterial durch gemeinsames Schütteln des Dotiermaterials und des Molekulsiebmaterials hergestellt wird.

9. Ionenbeweglichkeits-Spektrometersystem nach Anspruch 1, bei welchem das Molekulsiebmaterial eine Porengröße von 13X, 3A, 4A oder 5A hat.

10. Ionenbeweglichkeits-Spektrometersystem nach Anspruch 1, bei welchem das Dotiermaterial Ammoniak oder Ammoniak in CO₂ ist.

11. Ionenbeweglichkeits-Spektrometersystem nach Anspruch 1, bei welchem das Dotiermaterial und das Molekulsiebmaterial in Proportionen von zwischen 2 und 5 Gew.-% Dotiermaterial zu Molekulsiebmaterial kombiniert sind.

12. Ionenbeweglichkeits-Spektrometersystem nach Anspruch 1, bei welchem das Dotiermaterial und das Molekulsiebmaterial in Proportionen von zwischen 0,1 und 10 Gew.-% Dotiermaterial zu Molekulsiebmaterial kombiniert sind.

13. Kombinierte Dotiermittel-Quelle und Molekulsiebpackung (20, 22) zur Verwendung in einem Ionenbeweglichkeits-Spektrometersystem nach einem der vorhergehenden Ansprüche einschließlich einer kombinierten Sieb- und Dotiermittel-Quelle, bei welcher eine Dotiermittel-Quellen-Material und ein Molekulsiebmaterial in einem gemischten Dotiermittel-Siebmaterial kombiniert sind.

14. Verfahren zur Herstellung einer kombinierten Sieb- und Dotiermittel-Quelle (20, 22) eines Ionenbeweglichkeits-Spektrometers mit einem Molekulsiebmaterial und einem Dotiermaterial, welches das Kombinieren des Siebmaterials mit dem Dotiermaterial in einem gemischten Dotiermittel-Siebmaterial umfasst.

15. Verfahren nach Anspruch 14, welches das gemeinsame Erhitzen des Dotiermaterials und des Molekulsiebmaterials in einem dicht verschlossenen Gefäß umfasst.

16. Verfahren nach Anspruch 14 oder 15, welches das Leiten eines trockenen, das Dotiermaterial enthaltenden Inertgasstromes in einer festgelegten Höhe über das Molekulsiebmaterial umfasst, wobei das Molekulsiebmaterial das Dotiermaterial absorbiert.

biert.

17. Verfahren nach Anspruch 14, welches das gemeinsame Schütteln des Dotiermaterials und des Molekularsiebmaterials umfasst.

Es folgt ein Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

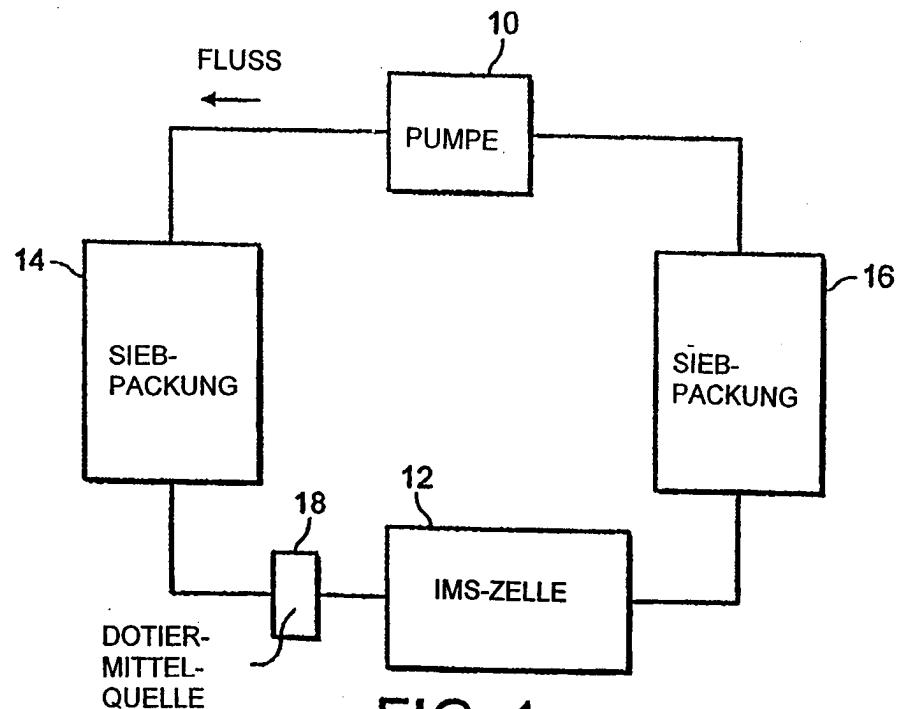


FIG. 1

STAND DER TECHNIK

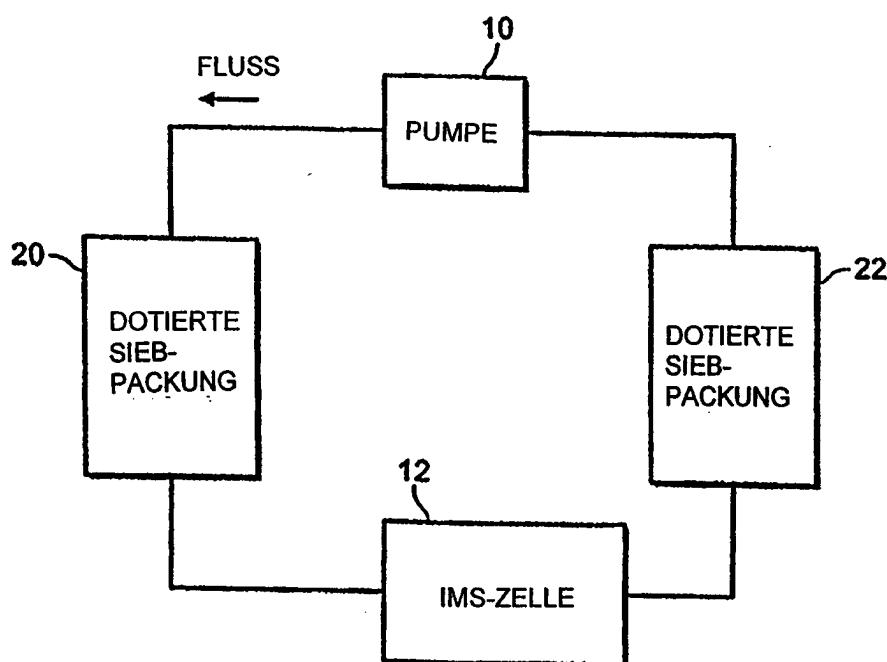


FIG. 2