

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) Veröffentlichungsnummer: **0 676 792 A2**

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: **95104594.7**

(51) Int. Cl.⁶: **H01J 49/02**

(22) Anmeldetag: **29.03.95**

(30) Priorität: **05.04.94 AT 700/94**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
11.10.95 Patentblatt 95/41

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT CH DE FR GB LI

(71) Anmelder: **Atomika Instruments GmbH**
Bruckmannring 6
D-85764 Oberschleissheim (DE)

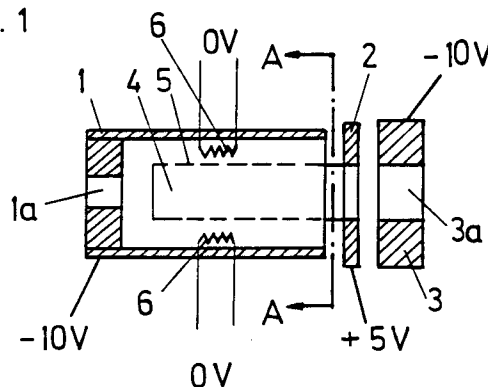
(72) Erfinder: **Rauch, Waldemar**
Hochgratstrasse 5
D-84034 Landshut (DE)
Erfinder: **Bassi, Davide**
Via Madonnina 31/5
I-38050 Povo (Trento) (IT)

(74) Vertreter: **Torggler, Paul, Dr. et al**
Patentanwälte
Dr. Paul Torggler
DDr. Engelbert Hofinger
Wilhelm-Greil-Strasse 16
A-6020 Innsbruck (AT)

(54) Ionentechnische Vorrichtung.

(57) Ionentechnische Vorrichtung mit einem Innenraum und zumindest zwei auf unterschiedliches elektrisches Potential legbaren Blenden, wobei die ionentechnische Vorrichtung (11) in einer ersten Betriebsart außerhalb der Vorrichtung (11) erzeugte, durch ihren Innenraum (4) geführte Ionen mittels der Blenden (1,2,3) fokussiert und daß die ionentechnische Vorrichtung (11) eine in einer zweiten Betriebsart einschaltbare Einrichtung (5,6) zum Bilden von Ionen in ihrem Innenraum (4) aufweist.

Fig. 1



EP 0 676 792 A2

Die Erfindung betrifft eine ionentechnische Vorrichtung mit einem Innenraum und zumindest zwei auf unterschiedliches elektrisches Potential legbaren Blenden. Weiters betrifft die Erfindung eine Einrichtung zur massenspektrometrischen Untersuchung von Stoffen oder Stoffgemischen, insbesondere zur Gasanalyse.

Bei der massenspektrometrischen Untersuchung von Proben werden oft ionenoptische Aufbauten benutzt, die Ionen in ein Massenspektrometer (MS) transferieren. Bei Festkörperproben handelt es sich um SIMS (Sekundärionen-MS), bei komplexen Gasgemischen werden schonende Ionisierungsarten mittels Ionen-Molekül-Reaktionen (IMR) in Reaktionsräumen benutzt, sodaß auch hier Einzellinsen als ionenoptische Einrichtungen zum Transfer der Ionen in das MS verwendet werden.

Oft ist in solchen Aufbauten die Analyse des Restgashintergrunds, der das Meßergebnis verfälschen kann, von entscheidender Bedeutung. Im Falle von IMR-MS kann außerdem das Problem von implizit mit IMR schwierig zu ionisierenden Komponenten wie He und Ne auftreten.

In diesen Fällen ist eine Vorrichtung, die ohne Veränderung der Geometrie des Ionenoptischen Aufbaus bzw. der Effizienz als Einzellinse die Restgasanalyse bzw. die Ionisierung schwer nachweisbarer Gaskomponenten erlaubt, von entscheidendem Vorteil.

Erfindungsgemäß ist bei einer ionentechnischen Vorrichtung der eingangs genannten Gattung vorgesehen, daß die ionentechnische Vorrichtung in einer ersten Betriebsart außerhalb der Vorrichtung erzeugte, durch ihren Innenraum geführte Ionen mittels der Blenden fokussiert und daß die ionentechnische Vorrichtung eine in einer zweiten Betriebsart einschaltbare Einrichtung zum Bilden von Ionen in ihrem Innenraum aufweist.

In der ersten Betriebsart arbeitet die erfindungsgemäße ionentechnische Vorrichtung als ionenoptische Vorrichtung insbesondere als Einzellinse für bereits in anderen Ionenquellen gebildete Ionen. In einer zweiten Betriebsart kann dieselbe ionentechnische Vorrichtung durch bloßes elektrisches Umschalten von Potentialen als Ionenquelle betrieben werden. Die Einrichtung zum Bilden von Ionen kann in eine Vielzahl bestehender Ionenoptiken, insbesondere in Einzellinsen nachgerüstet werden, ohne dabei die ionenoptischen Eigenschaften störend zu beeinträchtigen. Damit steht ein universelles ionentechnisches Element, mit dem beispielsweise eine zusätzliche Restgasanalyse oder die Ionisierung von mit IMR schwierig zu ionisierenden Komponenten wie He und Ne mit Elektronenstoß-Ionisierung durchzuführen. Beispiele sind Apparate zur Gasanalyse mit Ionenmolekülreaktionen oder allgemein Apparate, in denen eine Off-Axis-Geometrie der Ionenoptik, beispielsweise

durch ein Primärmassenfilter vorhanden ist und eine zusätzliche Ionenquelle benötigt wird, deren Position am Anfang der Ionenoptik einen unnötig hohen Aufwand oder erhöhte nichtakzeptable Verluste an Signalen bedeuten würde.

Eine wahlweise als ionenoptische Vorrichtung und wahlweise als Ionenquelle arbeitende ionentechnische Vorrichtung kann insbesondere bei einer Einrichtung zur massenspektrometrischen Analyse von Stoffen oder Stoffgemischen eingesetzt werden, bei denen diese Stoffe oder Stoffgemische ionisiert werden. Es ist dann günstig, die ionentechnische Vorrichtung zwischen teils herkömmlicher Vorrichtung zum Ionisieren (beispielsweise einem Reaktionsraum, in dem mittels Ionenmolekülreaktionen ein neutrales Gasgemisch ionisiert wird) und dem Massenanalysator bzw. Massenspektrometer anzuordnen. In der ersten Betriebsart arbeitet die ionentechnische Vorrichtung als ionenoptische Vorrichtung beispielsweise als Einzellinse, die vorhandenen Ionen in das Massenspektrometer zu transferieren. In einer zweiten Betriebsart ist es erfindungsgemäß nunmehr auch möglich, in ein und derselben ionentechnischen Vorrichtung ohne mechanische Umbauten durch bloßes Anlegen anderer Potentiale und Einschalten der Einrichtung zum Bilden von Ionen im Innenraum der ionentechnischen Vorrichtung diese als Ionenquelle zu betreiben und dann die darin gebildeten Ionen im anschließenden Massenspektrometer etwa zu analysieren.

Weitere Vorteile und Einzelheiten der Erfindung werden anhand der nachfolgenden Figurenbeschreibung näher erläutert.

Fig. 1 zeigt einen schematischen Längsschnitt durch ein Ausführungsbeispiel der ionentechnischen Vorrichtung gemäß der Erfindung in der ersten Betriebsart,

Fig. 2 zeigt dieselbe ionentechnische Vorrichtung in der zweiten Betriebsart,

Fig. 3 zeigt eine Ansicht gemäß der Linie A-A in den Fig. 1 und 2, und

Fig. 4 zeigt eine Einrichtung zur massenspektrometrischen Untersuchung von Proben gemäß der Erfindung.

Die Fig. 1 zeigt eine ionentechnische Vorrichtung, die im wesentlichen in eine konventionelle Einzellinse für Ionen arbeitet. Es sind drei Blenden 1, 2 und 3 vorgesehen. Außerhalb der in Fig. 1 gezeigten Vorrichtung erzeugte Ionen treten durch die Einlaßöffnung 1a in den Innenraum 4 ein und schließlich über die Austrittsöffnung 3a in der dritten Blende wieder aus. Die Eintrittsblende 1 umgibt einen zylindrischen Raum, in den ein Gitter 5 hineinragt, welches mechanisch und elektrisch mit der zweiten Blende verbunden ist. Die gegenüber der Blende 1 isolierten Filamente 6 sind in der in Fig. 1

dargestellten ersten Betriebsart nicht aktiv.

In der in Fig. 1 dargestellten ersten Betriebsart kann beispielsweise die erste Blende auf -10V liegen, die zweite Blende auf +5V liegen und die dritte Blende beispielsweise auf -10V liegen (symmetrischer Aufbau) aber auch auf einer positiven Spannung beispielsweise +7V liegen. Die genauen Potentiale hängen von der Geometrie, von der Ionenenergie und den sonstigen Parametern der gesamten Anlage ab und können in an sich bekannter Weise bestimmt werden, um die gewünschte ionenoptische Linsenwirkung der außerhalb gebildeten und durch den Innenraum 3 durchtretenden Ionen zu erzielen.

Erfindungsgemäß ist nun vorgesehen, daß die in Fig. 1 gezeigte ionentechnische Vorrichtung abgesehen von der in Fig. 1 dargestellten Betriebsart als ionenoptische Vorrichtung zum Fokkuschieren von Ionen auch als Ionenquelle verwendet werden kann. Die Umschaltung zwischen den beiden Betriebsarten braucht nur elektrisch vorgenommen zu werden. Es muß keine mechanische Umgestaltung des Ausbaues erfolgen. Dies erlaubt On-line einen zusätzlichen Betriebsmodus als offene Cross-beam-Ionenquelle, bei der mittels Elektronenstoßionisierung eine gezielte Ionisierung im Innenraum 4 vorgenommen werden kann.

Bei der in Fig. 2 gezeigten zweiten Betriebsart als Ionenquelle wird die vordere Blende (Eingangsblende 1) als Repeller betrieben, während die mit einem Gitter 5 versehene Mittelblende 2 als Anode dient. Dieses Gitter kann beispielsweise auf +10V liegen, während die Eingangsblende auf -100V liegt. In den Raum zwischen der Eingangsblende 1 (Repeller) und dem als Anode arbeitenden Gitter 5 sind durch zwei Öffnungen in der Eingangslinse 1 zwei Filaments 6 konventioneller Bauart eingebracht, die als Elektronenquelle zur Ionisierung der Gasmoleküle im Innenraum 4 dienen. Die aus den stromdurchflossenen Filaments austretenden Ionen werden durch das Gitter 5 hindurch in den Innenraum beschleunigt und ionisieren durch Stoßionisation. In der Praxis braucht nur eines (auf -60V) der beiden Filaments in Betrieb sein. Das andere dient als Reserve.

Die hintere Blende 3 liegt beim dargestellten Ausführungsbeispiel auf -50V und dient als Extraktionsblende zur Extraktion der im Innenraum 4 gebildeten Ionen aus der Ionenquelle und beispielsweise zum Transfer in ein anschließendes Massenfiter zur Analysegrunddetektion.

Eine effektive Stoßionisation im Innenraum 4 wird dadurch erreicht, daß die Elektronen im wesentlichen quer zur Längsrichtung des Innenraumes 4 in diesen eingeschossen werden.

Die erfindungsgemäße ionentechnische Einrichtung ist insbesondere geeignet, in einer Einrichtung zur massenspektrometrischen Analyse von

Stoffen und Stoffgemischen (insbesondere von Gasen) vor dem Eingang in den Massenanalysator als Einzellinse oder als Ionenquelle zu dienen. Sie kann ebenfalls zur quantitativen Analyse von Gasgemischen mittels EI-MS (Elektronenstoß-Ionisierung-Massenspektrometrie) oder als Lecksucher verwendet werden.

Der Einsatz in einer massenspektrometrischen Einrichtung zur Gasanalyse ist beispielsweise in der Fig. 4 schematisch dargestellt. Bei dem dort dargestellten Ausführungsbeispiel ist eine Einrichtung 7 zur Erzeugung von Primärionen vorgesehen. Daran angeschlossen ist eine evakuierbare Reaktionskammer 8, die einen Gaseinlaß 9 und einen Oktopol 10 zur Erzeugung eines Führungsendes für die im Reaktionsraum mittels Ionenmolekülreaktionen gebildeten Ionen. Diese Ionen gelangen dann über eine erfindungsgemäße ionentechnische Vorrichtung 11 in ein Massenspektrometer 12. In der ersten Betriebsart arbeitet die erfindungsgemäße ionentechnische Vorrichtung als Einzellinse zum Fokkuschieren der Ionen in das Massenspektrometer 12. Die Potentiale können dabei beispielsweise so liegen, wie dies in Fig. 1 dargestellt ist. Die Potentiale werden durch eine elektrische Steuereinrichtung über entsprechende Leitungen angelegt. Ein schematisch dargestellter Umschalter 14 steht in der Betriebsart 1, womit ein erster Satz von Potentialen für die erste Betriebsart an die ionentechnische Vorrichtung 11 angelegt wird.

Um weitere Untersuchungen an demselben oder einem anderen Gasgemisch durchführen zu können (beispielsweise Restgasanalyse oder Ionisierung von mittels IMR schwer zu ionisierenden Komponenten He und Ne) kann die erfindungsgemäße ionentechnische Einrichtung ohne mechanischen Umbau auch als offene Cross-beam-Ionenquelle betrieben werden. Dazu braucht der symbolisch dargestellte Schalter 14 nur in die Stellung 2 umgeschaltet werden. Damit wird ein zweiter Satz von Potentialen beispielsweise wie er in der Fig. 2 dargestellt ist, an die ionentechnische Vorrichtung angelegt und außerdem die Filaments 6 mit Strom versorgt. Der Umschalter 14 ist selbstverständlich nur schematisch dargestellt. Er kann in der Praxis auch elektronisch beispielsweise im Rahmen einer speicherprogrammierbaren Steuerung ausgebildet sein. Es ist auch möglich, für jede der beiden Betriebsarten mehrere Sätze von Potentialen für die Blenden 1, 2, und 3 abzuspeichern, beispielsweise je nach verwendeter Primärionensorte in der Ionenquelle 7 und dann jeweils bei Bedarf einen dieser Sätze aufzunehmen. Die in den Fig. 1 und 2 dargestellten Potentiale sind bloß als typische Potentiale zu verstehen. Die tatsächlichen Potentiale hängen jedoch von der gewählten Geometrie, den übrigen Potentialen in der Anlage etc. ab.

Um die ionentechnische Einrichtung 11 als Ionenquelle betreiben zu können ist es nicht nötig, die Primärionenquelle 7 abzuschalten, vielmehr ist es auch möglich, über eine ebenfalls von der Steuereinrichtung 13 gesteuerte Ausblendeinrichtung 15 die aus der Reaktionskammer 8 stammenden Ionen auszublenden, sodaß diese nicht in die ionenoptische Vorrichtung 11 gelangen. Damit ist ein besonders schnelles On-line-Umschalten zwischen beiden Betriebsarten möglich.

Patentansprüche

1. Ionentechnische Vorrichtung mit einem Innenraum und zumindest zwei auf unterschiedliches elektrisches Potential legbaren Blenden, dadurch gekennzeichnet, daß die ionentechnische Vorrichtung (11) in einer ersten Betriebsart außerhalb der Vorrichtung (11) erzeugte, durch ihren Innenraum (4) geführte Ionen mittels der Blenden (1,2,3) fokussiert und daß die ionentechnische Vorrichtung (11) eine in einer zweiten Betriebsart einschaltbare Einrichtung (5,6) zum Bilden von Ionen in ihrem Innenraum (4) aufweist. 15
2. Ionentechnische Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie drei Blenden (1,2,3) aufweist und in der ersten Betriebsart eine ionenoptische Einzellinse ist. 20
3. Ionentechnische Vorrichtung nach Anspruch 1 oder Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Einrichtung zur Erzeugung von Ionen Mittel (5,6) zur Emission von Elektronen und Beschleunigung derselben in Richtung Innenraum (4) aufweist. 25
4. Ionentechnische Vorrichtung nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Innenraum (4) eine Längsrichtung aufweist, entlang der sich die außerhalb der Vorrichtung (11) erzeugten Ionen in der ersten Betriebsart bewegen, und daß die Elektronen in der zweiten Betriebsart quer zur Längsrichtung in den Innenraum (4) eingeschossen werden. 30
5. Ionentechnische Vorrichtung nach Anspruch 3 oder 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Mittel zur Erzeugung von Elektronen zumindest ein stromdurchflossenes Filament (6) umfassen. 35
6. Ionentechnische Vorrichtung nach einem der Ansprüche 3 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Mittel zum Beschleunigen der Elektronen in Richtung Innenraum zumindest ein Gitter (5) aufweisen, das zwischen Innenraum (4) und der Elektronenemissionsstelle (6) angeord- 40

net ist und gegenüber letzterer auf positivem Potential liegt.

7. Ionentechnische Vorrichtung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß das Gitter (5) mit einer der Blenden (2), vorzugsweise der mittleren (2) von drei Blenden (1,2,3), mechanisch und elektrisch verbunden ist. 45
8. Ionentechnische Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Eintrittsblende (1), durch die die außerhalb erzeugten Ionen in der ersten Betriebsart in die ionentechnische Vorrichtung (11) eintreten, einen vorzugsweise zylindrischen Raum (4) umgibt, in den zumindest ein elektrisch mit einer weiteren Blende (2) verbundenes Element, vorzugsweise ein den Innenraum umgebendes Gitter (5), hineinreicht. 50
9. Ionentechnische Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 8, gekennzeichnet durch eine elektrische Steuereinrichtung (13) zum Anlegen von unterschiedlichen Potentialen an die Blenden (1,2,3) und zur elektrischen Versorgung der Einrichtung (6) zum Erzeugen von Ionen, wobei die elektrische Steuereinrichtung (13) in der ersten Betriebsart einen vorbestimmbaren ersten Satz von Potentialen an die Blenden (1,2,3) anlegt und wahlweise in der zweiten Betriebsart einen vorbestimmbaren zweiten Satz von Potentialen an die Blenden (1,2,3) anlegt, sowie die Einrichtung (6) zum Bilden von Ionen einschaltet. 55
10. Einrichtung zur Gasanalyse mit einem Massenanalysator, wobei vor dem Eingang in den Massenanalysator (12) eine ionentechnische Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 9 angeordnet ist.
11. Einrichtung zur massenspektrometrischen Analyse von Stoffen oder Stoffgemischen, mit einer Ionisierungsvorrichtung (7,8) zum Ionisieren der Stoffe oder Stoffgemische und einem Massenanalysator (12) zum Analysieren der gebildeten Ionen, wobei zwischen der Ionisierungsvorrichtung (7,8) und dem Massenanalysator (12) eine ionenoptische Vorrichtung (11) angeordnet ist, dadurch gekennzeichnet, daß die ionenoptische Vorrichtung (11) eine von der Ionisierungsvorrichtung (7,8) gesonderte, wahlweise einschaltbare Einrichtung (5,6) zur Bildung von Ionen aufweist.
12. Einrichtung zur massenspektrometrischen Gasanalyse, gekennzeichnet durch eine Einrichtung (7) zur Erzeugung von Primärionen und

eine daran anschließende, evakuierbare Reaktionskammer (8) mit einem Reaktantgas, wobei zwischen Reaktionskammer (8) und einem Massenanalysator (12) eine ionenoptische Vorrichtung (11) angeordnet ist, die eine wahlweise einschaltbare Einrichtung (5,6) zum Bilden von Ionen aufweist. 5

13. Einrichtung nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß zwischen Reaktionskammer (8) und der ionenoptischen Vorrichtung (11) eine wahlweise aktivierbare Einrichtung (15) zur Ausblendung von in der Reaktionskammer (8) gebildeten Ionen angeordnet ist, sodaß diese nicht in die ionenoptische Vorrichtung (11) gelangen. 10 15

20

25

30

35

40

45

50

55

Fig. 1

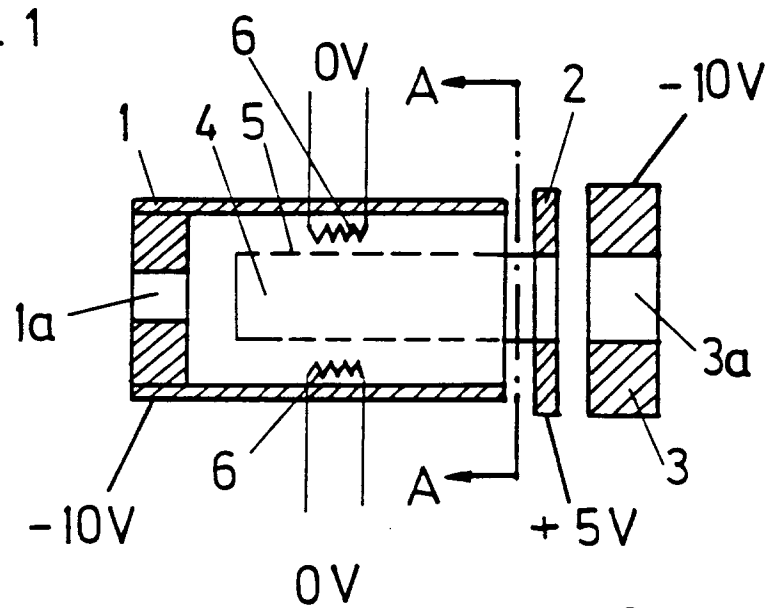


Fig. 2

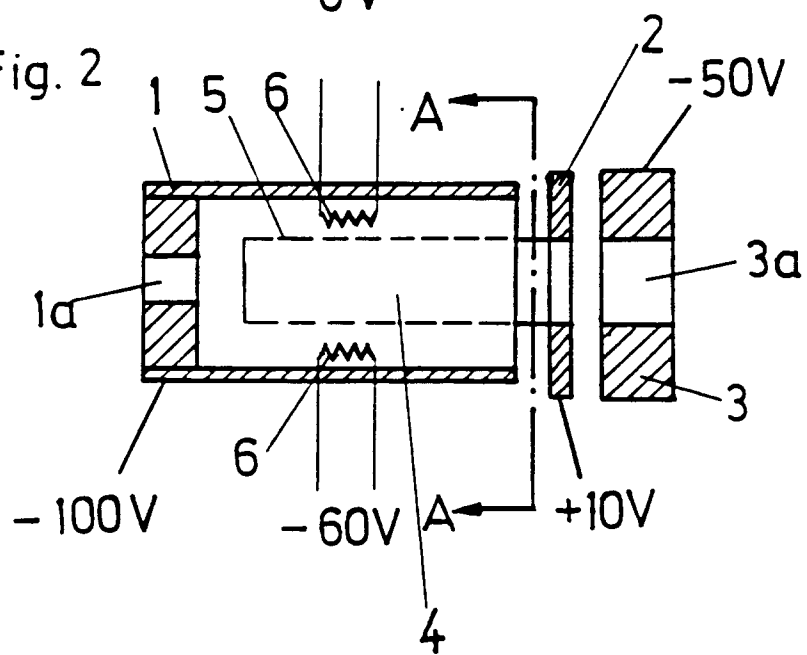


Fig. 3

