



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

11 CH 684560 A5

51 Int. Cl.⁵: H 01 J 49/40
G 01 N 27/64

Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein
Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

12 **PATENTSCHRIFT** A5

21 Gesuchsnummer: 2872/92

22 Anmeldungsdatum: 11.09.1992

30 Priorität(en): 17.09.1991 DE 4130810

24 Patent erteilt: 14.10.1994

45 Patentschrift
veröffentlicht: 14.10.1994

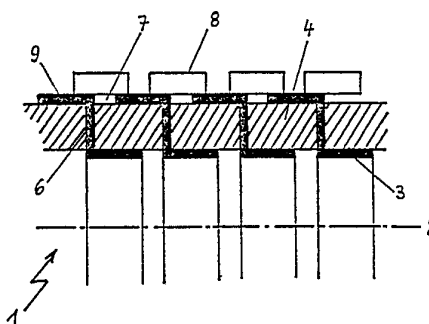
73 Inhaber:
BRUKER SAXONIA Analytik GmbH, Leipzig (DE)

72 Erfinder:
Karl, Manfred, Leipzig (DE)

74 Vertreter:
Novator AG, Zürich

54 **Driftzelle eines IMS-Spektrometers.**

57 Die Erfindung betrifft eine gasdichte Driftzelle (1) eines Ionen-Mobilitäts-Spektrometers mit von Isolatorringen (4) getrennten Ringelektroden (3). Zur Fertigungsverfahrenvereinfachung und zur Verbesserung der mechanischen und elektrischen Stabilität haben die Ringelektroden einen Z-förmigen Querschnitt, in den die Isolatorringe mit rechteckigem Querschnitt eingepasst sind. Elektroden- und Isolatorringe sind gasdicht verbunden. Der Hochspannungsteiler besteht entweder aus einzelnen aussen angelöteten bzw. aufgedampften SMD-Widerständen (8) oder aus einem hochohmig beschichteten Keramikstab.



Beschreibung

Die Erfindung betrifft die Driftzelle eines Ionen-Mobilitäts-Spektrometers von generell Zylinder- oder Röhrenform mit einer Vielzahl von leitfähigen Elektrodenringen, die durch eine Vielzahl von isolierenden Zwischenringen getrennt sind. Die einzelnen Elektrodenringe können auf geeignete elektrische Potentiale gelegt werden um innerhalb der Driftzelle ein entlang ihrer Achse nahezu gleichförmiges elektrisches Feld zu erzeugen. Dies wird i.a. durch eine Hochspannungsquelle und ein geeignetes Widerstandsnetzwerk erreicht, z.B. durch eine Serienschaltung von Widerständen, die die Isolation zwischen den leitfähigen Elektrodenringen überbrücken. Das elektrische Feld liegt i.a. bei einigen Hundert Volt pro Zentimeter.

Eine solche Driftzelle ist beispielsweise aus der US-PS 4 777 363 bekannt.

Ionen-Mobilitäts-Spektrometer (IMS) werden u.a. verwendet um die Anwesenheit von Materialien in einer Umgebung, z.B. von Schadstoffen in Atmosphärenluft, zu detektieren. Die Möglichkeiten reichen von einer reinen Alarmfunktion bei Anwesenheit eines bekannten Schadstoffs, z.B. eines chemischen Kampfstoffs, über die Identifikation eines unbekannten Stoffes bis zur quantitativen Konzentrationsbestimmung.

Typische IMS besitzen eine Ionisationsquelle, eine Reaktionszelle, eine Driftzelle, z.B. in Form einer Röhre, ein Eintrittsgitter zwischen dem Reaktions- und dem Driftbereich und einen Ionendetektor. Die Spektrometer arbeiten bei Atmosphärendruck, wo die mittlere freie Weglänge der Gasmoleküle in der Driftzelle klein gegen deren Abmessungen ist. Üblicherweise wird zusammen mit dem Probengas oder -dampf ein Trägergas, i.a. trockene Luft, in das Spektrometer eingebracht. Das die Probe enthaltende Trägergas wird über einen Einlass auf die Ionisationsquelle gegeben, was dazu führt, dass Trägergas- und Probenmoleküle teilweise ionisiert werden. Die Ionisationsquelle besteht üblicherweise aus Tritium 15 oder 63-Ni. Durch Stöße wird zusätzlich Ladung von Molekülen des Trägergases auf Probenmoleküle übertragen, bzw. es bilden sich Quasimolekülonen. In Reaktionsbereich liegt i.a. ein elektrischer Potentialgradient vor, so dass die geladene Mischung auf das Injektionsgitter hin bewegt wird. Dieses ist elektrisch geladen und sperrt normalerweise den Durchlass zur Driftzelle. Periodisch wird dieses Potential jedoch für kurze Zeit erniedrigt, so dass pulsartig eine Anzahl von Probenionen in die Driftzelle gelangt. Hier liegt ein näherungsweise konstantes elektrisches Driftfeld, d.h. ein konstanter Potentialgradient vor, der die Ionen entlang der Achse der Zelle auf eine Detektorelektrode hin bewegt, die sich am dem Injektionsgitter gegenüberliegenden Ende der Driftzelle befindet und die Ladung der Ionen ansammelt. Die Ankunftszeit der Ionen bezogen auf die pulsartige Öffnung des Injektionsgitters hängt von der Mobilität der detektierten Ionen ab. Leichte Ionen sind beweglicher als schwere und erreichen den Detektor früher. Dieser Effekt wird zur Charakterisierung der Ionen ausgenutzt. Das pulsartige Öffnen des Gitters

kann periodisch wiederholt werden um das Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erhöhen bzw. um eine quasi-kontinuierliche Messung durchzuführen.

Die Driftzelle des bekannten Spektrometers ist Teil einer zylinderförmigen Röhre mit einem Injektionsgitter, das einen Reaktionsbereich mit einer 63-Ni-Quelle vom Driftbereich trennt. Die eigentliche Driftröhre enthält eine Vielzahl von Metallringen, die sich vom Injektionsgitter bis zur Detektorelektrode am anderen Ende des Driftbereichs erstrecken und die durch isolierende Ringe getrennt sind. Der Stapel von Metall- und isolierenden Ringen wird entlang der Achse zusammengepresst und von axialen Stäben gehalten. An das Injektionsgitter und die Metallringe können von einer 3000 Volt-Hochspannungsquelle über ein Widerstandsnetzwerk elektrische Potentiale angelegt werden, so dass sich in der Driftzelle ein axiales elektrisches Feld von 221 V/cm ergibt. In alternativ beschriebenen Ausführungsformen der Zelle ist diese durch O-Ringe zwischen den Metallringen hermetisch nach aussen abgeschlossen oder die Ringe sind ausserhalb einer Röhre aus Glas oder Teflon angeordnet. In einer weiteren Ausführungsform ist die Elektronik zum Betrieb des Spektrometers auf einer flexiblen Leiterplatte angeordnet, die um die Driftzelle herumgewickelt wird.

Aus der GB-OS 2 217 103 ist es bekannt, auf eine IMS-Driftzelle aus Glas oder anderem nicht leitfähigen Material aussen Elektrodenringe, insbesondere aus aufgeklebten Kupferbändern, aufzubringen.

In US-PS 4 390 784 wird eine Driftzelle aus Keramik oder Glas beschrieben, die auf ihrer Innenseite kontinuierlich mit einer Widerstandsschicht überzogen ist, um das konstante axiale elektrische Feld zu erzeugen.

Aus der US-PS 4 633 083 ist es bekannt, eine IMS-Driftzelle aus einer Vielzahl von Edelstahl-Elektrodenringen mit T-förmigem Profil aufzubauen, die durch isolierende Zwischenringe aus Glas getrennt sind.

Insbesondere bei einem IMS für mobile, beispielsweise militärische, Anwendung als Serienprodukt besteht trotz der bekannten Spektrometer nach wie vor Bedarf nach einem robusten, zuverlässigen, einfach und kostengünstig zu fertigenden Gerät mit einer gasdichten Driftzelle.

Aufgabe der Erfindung ist es daher, eine Driftzelle der eingangs genannten Art dahingehend weiterzubilden, dass sie als kompaktes Gerät einfach, reproduzierbar und zuverlässig zu fertigen ist, dass die Zelle absolut gasdicht gegen die Umgebungsatmosphäre abschliesst und dass sie auch im mobilen Einsatz zuverlässig und störungsfrei mit langer Lebensdauer arbeitet.

Diese Aufgabe wird dadurch gelöst, dass die Driftzelle, die aus einer Anzahl identischer, vorzugsweise kreisförmiger, Ringelektroden aus Metallblech, insbesondere Stahlblech, besteht, wobei die Metallringe durch Ringe aus isolierendem Material, vorzugsweise Keramik, getrennt sind, die Metallringe durch Widerstände so miteinander elektrisch verbunden sind, dass beim Anlegen einer Hochspannung an die beiden äussersten

Metallringelektroden im Innern der Driftzelle ein entlang ihrer Achse nahezu konstantes elektrisches Feld entsteht, dahingehend verbessert wird, dass die Metallringelektroden einen Z-förmigen Querschnitt aufweisen, dass die Isolatorringe bündig in das Z-Profil der Metallringelektroden eingepasst sind, so dass ein selbstzentrierender Stapel aus abwechselnd Metallringelektroden und Isolatorringen entsteht, dass die Metallringelektroden und die angrenzenden Isolatorringe längs der Z-förmigen Passfuge gasdicht verklebt, hart- oder weichgelötet sind und dass die Metallringelektroden über angelötete SMD-Widerstände bzw. über auf die Isolatorringe aussen aufgedampfte Widerstandsstrukturen bzw. über einen angelöteten, leitfähig geklebten oder angepressten, mit einer kontinuierlich hochohmig leitfähigen Schicht versehenen Keramikstab mit dem elektrischen Potential beaufschlagt werden.

Die Aufgabe wird auf diese Weise vollkommen gelöst.

Die Selbstzentrierung der Ringelektroden erlaubt einen problemlosen Zusammenbau der Zelle innerhalb enger Fertigungstoleranzen. Dadurch, dass die Ringe über Kleben oder Löten starr miteinander verbunden sind, ist die Zelle zuverlässig gasdicht ohne ein separates Innen- oder Aussenrohr und ohne dass sich durch elastische Dichtungen in unkontrollierter Weise beim Betrieb Abstände ändern können und dadurch die Driftstrecke verändert wird bzw. ohne dass durch diese bzw. aus diesen elastischen Dichtungen ausvornnehmlich polymeren Materialien unerwünschte, den Ionennachweis störende Gasspuren in die Driftzelle permeieren.

Durch die Z-Form der Metallringe können problemlos über die kleinen Spalte zwischen den Metallringen auf der Aussenseite der Driftzelle platzsparend und mechanisch stabil SMD-Widerstände gelötet werden. Diese können von Spalt zu Spalt auch gegeneinander versetzt, d.h. irgendwo auf dem Umfang angeordnet sein.

Eine weitere Variante für eine fertigungstechnisch einfache Ausführung der Widerstandskaskade besteht darin, dass Widerstandsstrukturen auf der Aussenseite der Ringe aus isolierendem Material, vorzugsweise Keramik, aufgedampft sind und mit den Z-förmigen Metallringen durch Löten oder leitfähiges Kleben verbunden werden.

Da das Verlöten der SMD-Widerstände immer noch recht arbeitsintensiv und nicht gleichzeitig mit dem Aufbau des Trennsystems möglich ist, ist in einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung die Serie von Widerständen durch einen isolierenden, hochohmig leitfähig beschichteten Stab, insbesondere aus einem Keramikmaterial, ersetzt, der im wesentlichen achsparallel von aussen an die Elektrodenringe angedrückt oder mit diesen verlötet oder leitfähig verklebt wird. Dies hat den Vorteil der einfachen Fertigung und Montage und etwa im Vergleich mit einer kontinuierlichen leitfähigen Beschichtung auf der Innenseite eines Driftrohrs eine bessere Zuverlässigkeit. Bei gleichmässig beschichteten Driftrohren ohne Metallringe (was an sich eine homogenere Feldverteilung erlaubt) besteht nämlich immer die Gefahr, dass durch Risse in der Beschichtung die zunächst fast ideale Feldkonfigura-

tion empfindlich verzerrt und das Spektrometer dadurch unbrauchbar wird. Gegenüber diskreten SMD-Widerständen hat man auch den Vorteil, dass diese Widerstände, die es kommerziell nur mit vorgegebenen Geometrien und Widerstandswerten gibt, die Wahl der Abmessungen der Elektroden und Isolierringe in Richtung der Driftzellenachse einschränken. Der beschichtete Keramikstab lässt sich als kontinuierlicher Spannungsteiler problemlos an die Konstruktionsmasse der Driftzelle anpassen.

In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung bestehen die Isolatorringe aus Keramik und sind mittels Lötfolie mit den angrenzenden Metallringelektrodenringen hart verlötet, vorzugsweise bei ca. 800 Grad C unter Vakuum. Dies hat den Vorteil, dass keine organischen Bauteile oder auch nur organische Spuren vorhanden sind, die die zu messenden Proben in geringen Spuren durchlassen oder absorbieren (und später wieder abgeben) bzw. die Messung verfälschen könnten. Im folgenden soll die Erfindung anhand der Abbildungen näher erläutert werden. Es versteht sich, dass die vorstehend genannten und die nachstehend noch zu erläuternden Merkmale nicht nur in der jeweils angegebenen Kombination, sondern auch in anderen Kombinationen oder in Alleinstellung verwendbar sind, ohne den Rahmen der vorliegenden Erfindung zu verlassen.

Es zeigen:

Fig. 1 einen Längsschnitt durch einen Ausschnitt einer erfindungsgemässen Driftzelle in einer ersten Ausführungsform;

Fig. 2 eine perspektivische Darstellung eines Ausschnitts einer erfindungsgemässen Driftzelle in einer zweiten Ausführungsform;

Fig. 3a schematisch eine Seitenansicht eines Ausschnitts einer erfindungsgemässen Driftzelle in einer dritten Ausführungsform;

Fig. 3b eine perspektivische Darstellung eines Isolatorrings der Driftzelle nach Fig. 3a.

Im einzelnen zeigt Fig. 1 schematisch einen Längsschnitt durch einen Teil einer erfindungsgemässen Driftzelle 1 eines IMS-Spektrometers in einer ersten Ausführungsform mit einer Kette von SMD-Widerständen 10 als Spannungsteiler. Die Zelle 1 ist zylinderförmig, vorzugsweise kreiszylinderförmig, mit der strich-punktiert gezeichneten Zylinderachse 2. Sie besteht aus abwechselnd selbstzentrierend gestapelten identischen Ringelektroden 3, vorzugsweise aus Stahlblech, mit Z-förmigem Ringquerschnitt und Isolatorringen 4, vorzugsweise aus Keramik, die bündig in das Profil der Elektrodenringe 3 eingepasst und mit diesen gasdicht verbunden sind. Vorzugsweise wird diese gasdichte Verbindung dadurch hergestellt, dass mittels Lötfolie die Isolatorringe 4 mit den Elektrodenringen 3 entlang jeweils mindestens einer der angrenzenden Flächen der Z-Profile und der Isolatorringe 4, vorzugsweise mindestens entlang der mittleren Flächen 6 der Z-Profile, hart verlötet werden. Grundsätzlich kann diese gasdichte Verbindung jedoch auch durch Kleben oder Weichlöten hergestellt werden. Insgesamt besteht die Driftzelle 1 aus grös-

senordnungsmässig zehn Ringelektroden 3 bzw. Isolatorringen 4. Auf der Aussenseite des Driftrohrs 1 sind die schmalen verbleibenden Spalte 7 zwischen den Ringelektroden 3 durch SMD-Widerstände 8 überbrückt, insbesondere sind diese jeweils an angrenzenden äussere Abschnitte 9 der Z-Profile angelötet. Die Widerstände 8 können geometrisch in einer Reihe angeordnet sein, wie in Fig. 1 angedeutet, sie können aber auch in vorteilhafter platzsparender Weise entlang des Umfangs des Driftrohrs gegeneinander versetzt angeordnet sein, falls die Ringe für die lineare Anordnung zu eng liegen. Wird an die beiden äussersten Elektroden 3 der Driftzelle 1 eine Hochspannung angelegt, so teilt sich diese Spannung durch die, i.a. identischen, Widerstände 8 gleichmässig zwischen den Elektroden 3 auf, so dass im Innern der Zelle 1 ein im wesentlichen entlang der Achse 2 gerichtetes, zumindest im Bereich der Achse weitgehend homogenes elektrisches Feld entsteht, das, wie oben beschrieben, im Betrieb die Driftbewegung von Probenionen entlang der Zellenachse 2 aufrechterhält.

Fig. 2 zeigt in einer ebenfalls schematischen perspektivischen Darstellung eine bevorzugte Ausführungsform der Driftzelle 1', wobei die einzelnen Elektrodenringe 3' nicht durch diskrete Widerstände 8 sondern durch einen hochohmig beschichteten Keramikstab 8' elektrisch verbunden sind. Ansonsten kann die Driftzelle 1' wie die im Zusammenhang mit Fig. 1 beschriebene Zelle 1 ausgebildet sein, wobei die gestrichenen Bezugszeichen in Fig. 2 den ungestrichenen in Fig. 1 entsprechen. Durch Anlegen einer Hochspannung an die Enden des beschichteten Keramikstabs 8' liegen die Elektrodenringe 3' der Zelle 1' auf unterschiedlichem elektrischem Potential. In aller Regel wird man die Elektrodenringe 3' äquidistant anordnen und den Keramikstab gleichmässig beschichten, so dass zwischen angrenzenden Elektrodenringen 3' identische Spannungsabfälle vorliegen. Im Innern der Zelle 1' entsteht dann wiederum ein im wesentlichen axiales 2' homogenes elektrisches Feld. Die elektrisch leitfähige Verbindung zwischen beschichtetem Stab 8' und Elektrodenringen 3' kann durch Anpressen, Löten oder auch durch einen leitfähigen Klebstoff hergestellt werden. Die Verwendung eines beschichteten Stabs 8' hat gegenüber einzelnen Widerständen den Vorteil der einfachen Fertigung und Montage und dass die geometrischen Abmessungen der Widerstände und ihre diskreten Widerstandswerte nicht die Wahl der Elektrodenabstände einschränken. Gegenüber einem innen beschichteten Rohr hat es den Vorteil der einfacheren, stabileren Kontaktierung der Hochspannung, der grösseren Zuverlässigkeit, beispielsweise bezüglich Rissbildungen in der Schicht, und der besseren Wartungsmöglichkeiten. Die Verwendung von hochleitfähigen diskreten Elektrodenringen 3' ermöglicht wie in der Ausführungsform nach Fig. 1 eine definierte und stabile Hochspannungsverteilung und damit Feldkonfiguration, die Verwendung des kontinuierlich beschichteten Stabs vereinfacht die Fertigung und Montage durch Reduktion der Anzahl der verwendeten Teile.

Fig. 3a zeigt in einer schematischen Darstellung

eine bevorzugte Ausführungsform der Driftzelle 1'', wobei die diskreten Widerstände 8'' als SMD-Strukturen direkt auf die Aussenseite der Isolatorringe 4'' aufgetragen sind. Fig. 3b zeigt einen Isolatorring 4'' mit einer aufgedampften Widerstandsstruktur 8'' und zwei Metallflächen 50'' und 51'' über die der elektrische Kontakt zu den axial 2'' angrenzenden Z-förmigen Elektrodenringen 3'' erfolgen kann.

Patentansprüche

1. Driftzelle eines Ionen-Mobilitäts-Spektrometers, die aus einer Anzahl identischer Metallringeletroden besteht, die durch Ringe aus isolierendem Material getrennt sind, welche rechteckförmigen Ringquerschnitt aufweisen und wobei die Metallringeletroden durch Widerstände so miteinander elektrisch verbunden sind, dass beim Anlegen einer Hochspannung an die beiden äussersten Metallringeletroden im Innern der Driftzelle ein entlang ihrer Achse nahezu konstantes elektrisches Feld entsteht, dadurch gekennzeichnet, dass die Metallringeletroden einen Z-förmigen Querschnitt aufweisen, dass die Isolatorringe bündig in das Z-Profil der Metallringeletroden eingepasst sind, so dass ein selbstzentrierender Stapel aus abwechselnd Metallringeletroden und Isolatorringen entsteht, dass die Metallringeletroden und die angrenzenden Isolatorringe längs der Z-förmigen Passfuge gasdicht verbunden sind.

2. Driftzelle nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Metallblech Stahlblech ist.

3. Driftzelle nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass das isolierende Material Keramik ist.

4. Driftzelle nach einem der vorangehenden Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Metallringeletroden und die angrenzenden Isolatorringe verklebt sind.

5. Driftzelle nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Metallringeletroden und die angrenzenden Isolatorringe hart verlötet sind.

6. Driftzelle nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Metallringeletroden und die angrenzenden Isolatorringe weich verlötet sind.

7. Driftzelle nach einem der vorangehenden Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Metallringeletroden über angelötete SMD-Widerstände elektrisch verbunden sind.

8. Driftzelle nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Metallringeletroden über Widerstandsstrukturen elektrisch verbunden sind, die auf der äusseren Mantelfläche der Isolatorringe aufgedampft sind.

9. Driftzelle nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Widerstandsstrukturen jeweils über zwei Metallflächen mit den Z-förmigen Metallringeletroden kontaktiert sind.

10. Driftzelle nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Metallringeletroden über einen mit einer kontinuierlich hochohmig leitfähigen Schicht versehenen Keramikstab elektrisch in Serie verbunden sind.

11. Driftzelle nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass der Keramikstab angelötet ist.

12. Driftzelle nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass der Keramikstab leitfähig angeklebt ist.

5

13. Driftzelle nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass der Keramikstab angepresst ist.

14. Driftzelle nach einem der vorangehenden Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass die Metallringe Elektroden kreisförmig sind.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

5

Fig. 1

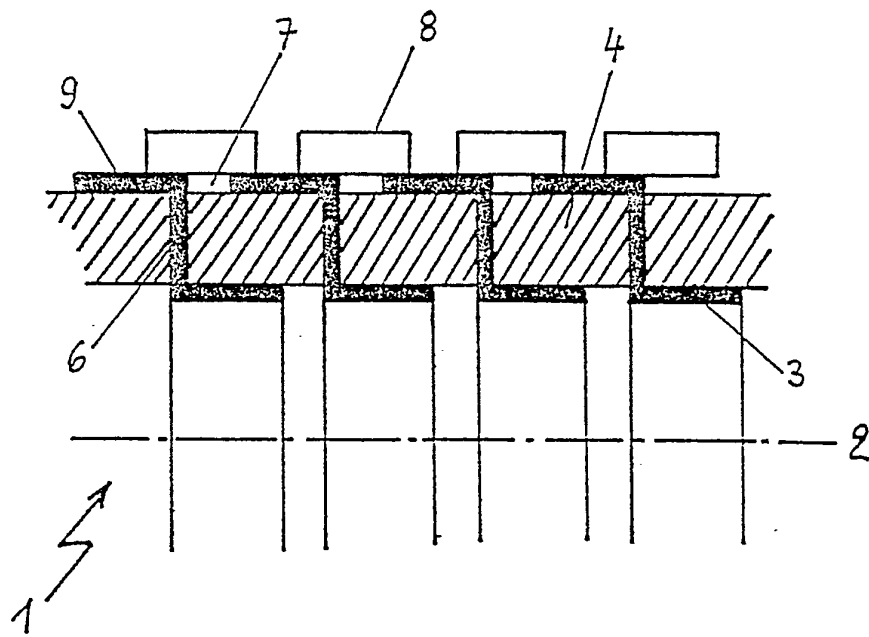


Fig. 2

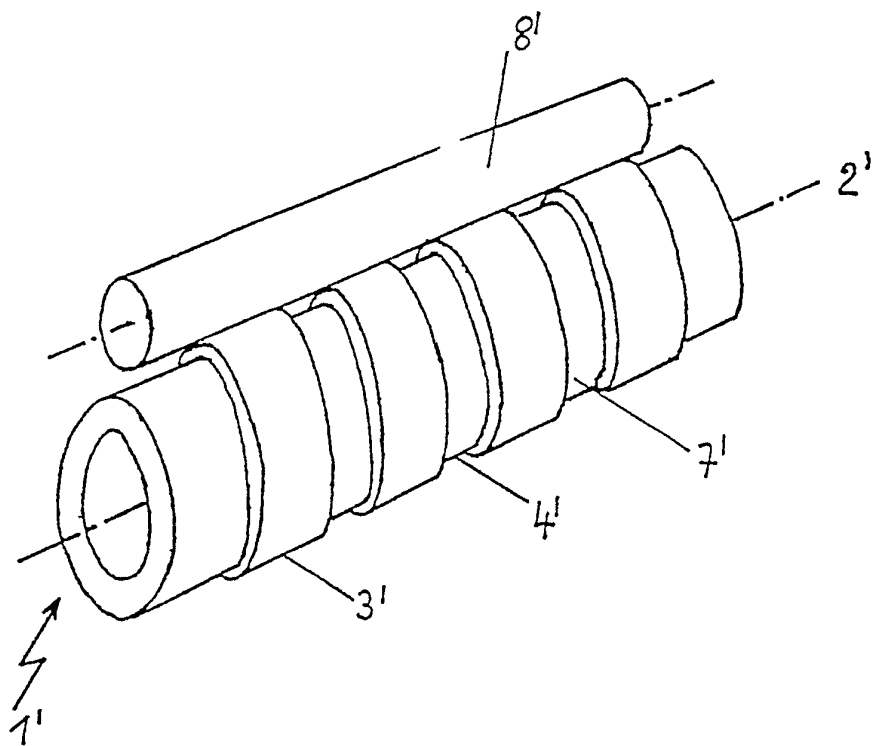


Fig. 3a

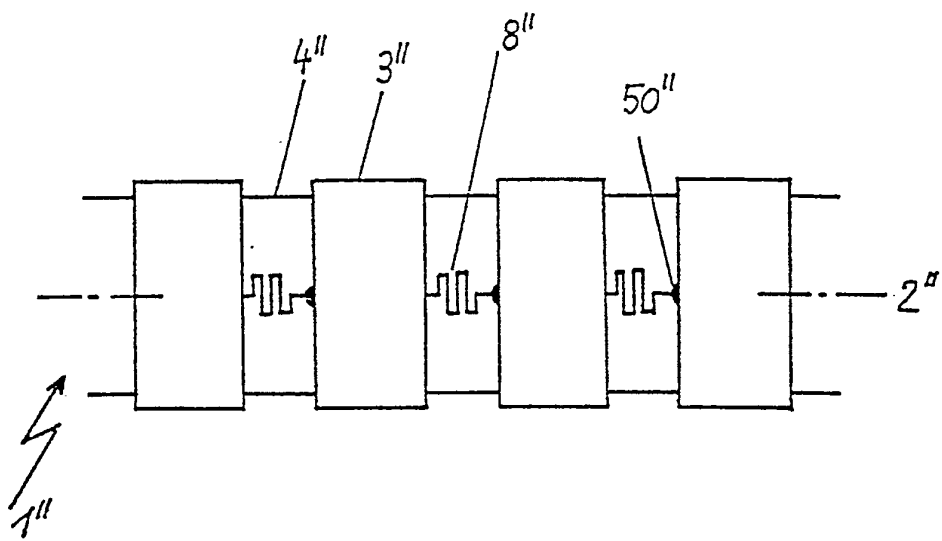


Fig. 3b

