(19) Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 198 07 402 B4** 2008.03.20

(12) **Patentschrift**

(21) Aktenzeichen: **198 07 402.6**
(22) Anmeldetag: **19.02.1998**
(43) Offenlegungstag: **27.08.1998**
(45) Veröffentlichungstag der Patenterteilung: **20.03.2008**

(51) Int Cl.[8]: ***H01J 49/00*** (2006.01)
G01N 27/62 (2006.01)

Innerhalb von drei Monaten nach Veröffentlichung der Patenterteilung kann nach § 59 Patentgesetz gegen das Patent Einspruch erhoben werden. Der Einspruch ist schriftlich zu erklären und zu begründen. Innerhalb der Einspruchsfrist ist eine Einspruchsgebühr in Höhe von 200 Euro zu entrichten(§ 6 Patentkostengesetz in Verbindung mit der Anlage zu § 2 Abs. 2 Patentkostengesetz).

(30) Unionspriorität:
9-39005 24.02.1997 JP

(73) Patentinhaber:
Hitachi, Ltd., Tokyo, JP

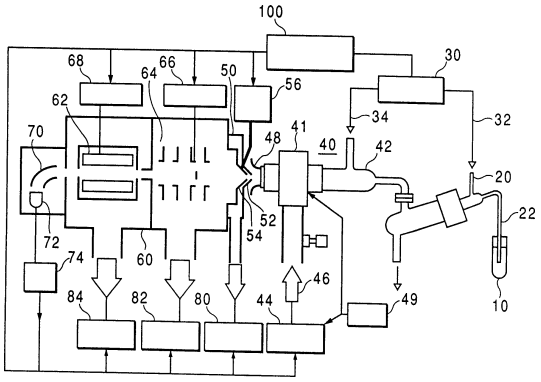
(74) Vertreter:
Strehl, Schübel-Hopf & Partner, 80538 München

(72) Erfinder:
Okumoto, Toyoharu, Hitachinaka, Ibaraki, JP; Tsukada, Masamichi, Ibaraki, JP; Owada, Akira, Hitachinaka, Ibaraki, JP

(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht gezogene Druckschriften:
WO 89/12 313 A1
JP 07-1 61 335 A
"Analytical Chemistry" 52 (1980) 2283-2289;
"The Journal of Chemical Physics" 53 (1970) 3287-3292;
Koji Kawaguchi, Taketoshi Nakahara: "Massenspektrometrie mit Plasmaionenquelle". Spectroscopical Society of Japan, Serie 28, 22-25;

(54) Bezeichnung: **Massenspektrometer und Verfahren zum Einstellen seiner Analyseempfindlichkeit**

(57) Hauptanspruch: Verfahren zum Einstellen der Analyseempfindlichkeit eines Massenspektrometers, wobei
(a) eine Probe (10) mittels einer Plasmaionenquelle (40) ionisiert wird,
(b) die ionisierte Probe (10) in ein Massenfilter (60) eingeleitet wird, wobei zwischen der Plasmaionenquelle (40) und dem Massenfilter (60) eine Schnittstelleneinheit (50) angeordnet ist, die eine als Kegel (52, 54) ausgebildete Öffnung und einen Kühler (56) zum Kühlen der Schnittstelleneinheit (50) aufweist,
(c) eine Massenspektrometrie der ionisierten Probe (10) mittels des Massenfilters (60) durchgeführt wird, und
(d) ein Ionendetektorsignal durch Messen der von dem Massenfilter (60) abgegeben Ionen erzeugt wird,
dadurch gekennzeichnet, dass
(e) eine Steuereinheit (100) mit dem Ionendetektorsignal beaufschlagt und
(f) die Temperatur oder die Strömungsrate des durch den Kühler (56) strömenden Kühlmittels durch die Steuereinheit (100) derart geregelt wird, dass die Intensität des Ionendetektors konstant bleibt.



Beschreibung

[0001] Ein bekanntes Massenspektrometer mit Plasmaionenquelle ist in den Punkten 22 bis 25 der Serie 28 "Massenspektrometrie mit Plasmaionenquelle" von Spectroscopical Society of Japan, herausgegeben von Koji Kawaguchi und Taketoshi Nakahara, beschrieben. Danach werden in einer Probenlösung enthaltene Untersuchungselemente durch ein Plasma ionisiert, und die sich ergebenden Ionen werden durch eine Schnittstelleneinheit in Vakuum entnommen, so dass sie durch ein Massenfilter gemessen werden können. Um die durch das Plasma erzeugten Ionen in das Massenfilter zu entnehmen, verwendet die Schnittstelleneinheit im allgemeinen einen kegelförmigen Probennahmekonus sowie einen Abstreifkonus. Die Schnittstelleneinheit, insbesondere der Probennahmekonus, ist dem Plasma unmittelbar ausgesetzt muss und muss dessen hoher Temperatur (5000 bis 6000°C) standhalten. Wegen dieses Erfordernisses wird der Probennahmekonus im allgemeinen aus einem Material hervorragender Wärmeleitfähigkeit hergestellt und ausreichend mit Kühlwasser gekühlt, damit er nicht schmilzt.

[0002] Jedoch hat die Schnittstelleneinheit die Rolle, die in der Probenlösung enthaltenen und durch das Plasma ionisierten Untersuchungselemente im selben Zustand wie im Plasma in das Vakuum einzuleiten. Wird durch das Kühlwasser ein Teil auf niedrige Temperatur gekühlt, so kann durch den Kühlvorgang ein Spitzenwert durch Molekülionen gebildet werden, oder die Oberfläche der Schnittstelleneinheit kann sich mit einem Isolator überziehen und durch den erzeugten Spitzenwert von Molekülionen aufgeladen werden. Dies verursacht das Problem, dass die Empfindlichkeit sinkt.

[0003] Gemäß JP-A-161335 (1995) wird die Temperatur einer im Probennahmekonus der Schnittstelleneinheit ausgebildeten Öffnung mittels eines optischen Temperatursensors erfasst und die dem Resonator zum Erzeugen des Plasmas zugeführte hochfrequente elektrische Leistung so eingestellt, dass die Temperatur der Öffnung keine Rekombination von Ionen zulässt. Dadurch werden aber die Ionisierungsbedingungen verändert, was zu dem Problem führt, dass sich die Analyseempfindlichkeit ändert.

[0004] Aus WO 89/12313 A1 sind ein Verfahren zum Einstellen der Analyseempfindlichkeit eines Massenspektrometers gemäß dem Oberbegriff des Anspruchs 1 sowie ein Massenspektrometer gemäß Oberbegriff des Anspruchs 2 bekannt. Dieser Druckschrift ist nur zu entnehmen, dass der Konus gekühlt wird.

[0005] Aus "Analytical Chemistry" 52 (1980) 2283-2289 geht hervor, dass Ablagerungen am Konus, die die Messung instabil machen, bei hohen Temperaturen verhindert werden. Ähnlich heißt es in "The Journal of Chemical Physics" 53 (1070) 3287-3292, dass der Konus heiß genug sein soll, um Ablagerungen zu verhindern.

[0006] Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, die Analyseempfindlichkeit eines Massenspektrometer unter Berücksichtigung der Temperatur Schnittstelleneinheit möglichst hoch zu machen.

[0007] Diese Aufgabe wird durch das Verfahren nach Anspruch 1 und das Massenspektrometer nach Anspruchs 2 gelöst. Danach wird die Temperatur der Schnittstelleneinheit so eingestellt, dass die Signalintensität nicht abnimmt und stabile Messungen ermöglicht werden.

[0008] Die Erfindung wird im folgenden anhand von durch Figuren veranschaulichten Ausführungsbeispielen näher beschrieben.

[0009] Fig. 1 ist ein Diagramm, das den Gesamtaufbau eines Spurenelement-Filtergeräts mit Mikrowellen-induziertem Plasma gemäß einem Ausführungsbeispiel der Erfindung zeigt; und

[0010] **Fig.** 2 und 3 sind erläuternde Diagramme für die Kühlungssteuerung der Schnittstelleneinheit eines Massenspektrometers mit Plasmaionenquelle gemäß zwei verschiedenen Ausführungsbeispielen der Erfindung.

[0011] Unter Bezugnahme auf die Fig. 1 und 2 wird nun ein Massenspektrometer mit Plasmaionenquelle gemäß einem Ausführungsbeispiel der Erfindung beschrieben, wobei der Fall eines Spurenelement-Filtergeräts mit Mikrowellen-induziertem Plasma verwendet ist.

[0012] Als erstes wird der Gesamtaufbau dieses Filtergeräts unter Bezugnahme auf Fig. 1 beschrieben.

[0013] Eine zu messende Untersuchungsprobe **10** wird durch eine Kapillarleitung **22** einem Zerstäuber **20** wie einem Vernebler zugeführt. Die Probe **10** ist normalerweise eine Flüssigkeit wie eine wässrige Lösung oder eine Lösung mit einem organischen Lösungsmittel wie Alkohol. Der Zerstäuber **20** wird mit Trägergas **32** von einer Gassteuerung **30** versorgt, so dass er die zugeführte Probe **10** zerstäubt. Die Gassteuerung **30** steuert den Zerstäuber **20** so, dass er die Probe unter geeigneten Bedingungen zerstäubt. Die Gassteuerung **30** wird durch einen Steuerungscomputer **100** gesteuert.

[0014] Die durch den Zerstäuber **20** zerstäubte Probe wird in ein Lichtbogenbrenner-Quarzrohr **42** eingeleitet, das eine Plasmaionenquelle **40** bildet. In dieses Lichtbogenbrenner-Quarzrohr **42** wird von der Gassteuerung **30** ein Plasmagas **34** eingeleitet. Mit

dem Ende des Lichtbogenbrenner-Quarzrohrs **42** ist ein Plasmagenerator **41** verbunden.

[0015] Dieser Plasmagenerator **41** wird mit Mikrowellen **46** von 2,45 GHz von einer Mikrowellenquelle **44** versorgt. Der Plasmagenerator **41** erzeugt in der Atmosphäre des zugeführten Plasmagases **34** mittels der Mikrowellen **46** ein Plasma **48**. Dieses Plasma **48** hat eine Temperatur, die bis zu ungefähr 5000 bis 6000°C reicht.

[0016] Die durch das Trägergas **42** zerstäubte Probe **10**, die durch das Plasmagas **34** in das Plasma **48** eingeführt wurde, dissoziiert, zerfällt in Atome, wird ionisiert und wird an die Atmosphäre ausgegeben. Die Mikrowellenquelle **44** wird durch den Steuerungscomputer **100** auf die optimalen Bedingungen eingestellt. Diese Mikrowellenquelle **44** und der Plasmagenerator **41** werden durch einen ersten Kühler **49** gekühlt, da sie viel Wärme erzeugen. Hierbei wird die Temperatur des Kühlwassers auf 20°C geregelt, wenn die Strömungsrate desselben 2,4 l/Min. beträgt.

[0017] Die so in der Atmosphäre des Plasmas **48** ionisierte Probe wird in eine Massenfiltereinheit **60** eingeleitet und Massenspektroskopie unterzogen. Da ein Massenfilter **62** im Vakuum betrieben wird, ist jedoch eine Schnittstelleneinheit **50** vorhanden, um die ionisierte Probe wirkungsvoll ins Vakuum zu entnehmen. Die Schnittstelleneinheit **50** umfasst einen Probennahmekonus **52** und einen Abstreifkonus **54**. Dieser Probennahmekonus **52** und der Abstreifkonus **54** bestehen aus einem Metall mit hervorragenden Kühleigenschaften, wie Kupfer oder Nickel.

[0018] Unter Verwendung dieser Schnittstelleneinheit **20** wird die im Plasma **48** ionisierte Probe in die Massenfiltereinheit **60** entnommen.

[0019] Beim vorliegenden Ausführungsbeispiel wird die Schnittstelleneinheit **50** durch einen zweiten Kühler **56** gekühlt. Dieser zweite Kühler **56** ist ein Kühlmechanismus, der unabhängig vom ersten Kühler **49** arbeitet, und er wird vom Steuerungscomputer **100** so geregelt, dass sich die Schnittstelleneinheit **50** auf einer Solltemperatur befinden soll.

[0020] Die Temperatur oder die Strömungsrate des vom zweiten Kühler **56** zur Schnittstelleneinheit **50** gelieferten Kühlwassers kann geändert werden, um durch diese Änderung des Kühlwirkungsgrads die Temperatur der Schnittstelleneinheit **50** einzustellen. Dabei wird die Temperatur der Schnittstelleneinheit auf einen hohen Wert eingestellt, bei dem sie nicht schmilzt, bei dem jedoch der nachteilige Einfluss einer an ihr anhaftenden Ablagerung gelindert ist.

[0021] Die Temperatur der Schnittstelleneinheit **50** kann dadurch frei eingestellt werden, dass die Temperatur oder die Strömungsrate des sie kühlenden Kühlwassers geändert wird. Durch genaues Einstellen der Temperatur der Schnittstelleneinheit **50** ist es darüber hinaus möglich, die Temperatur (kinetische Energie) der sie durchlaufenden Ionen genau einzustellen, die die Anzahl von Ionen, wie als tatsächlicher Messwert erhalten, und das Ausmaß der Erzeugung eines als Hintergrundsignal erzeugten Spitzenwerts von Molekülionen her, stark beeinflusst.

[0022] Nachfolgend werden Einzelheiten der Kühlungsregelung der Schnittstelleneinheit **50** durch den zweiten Kühler **56** unter Bezugnahme auf **Fig.** 2 beschrieben.

[0023] Die so durch die Schnittstelleneinheit **50** in den Vakuumraum entnommene ionisierte Probe wird durch eine durch den Steuerungscomputer **100** gesteuerte Ionenlinse **64** fokussiert und in das Quadrupol-Massenfilter **62** gelenkt. Die Ionenlinse **64** wird von einer Ionenlinse-Spannungsquelle **66** mit einer Spannung versorgt, wodurch sie das Verhalten des Ionenstrahls mit elektrischen Eigenschaften steuern kann.

[0024] Die so in das Quadrupol-Massenfilter **62** eingeleiteten Ionen werden durch dasselbe in Elemente klassiert. Durch den Steuerungscomputer **100** wird eine Massenfilter-Treiberspannungsquelle **68** so gesteuert, dass das Quadrupol-Massenfilter **62** ein beliebiges Element entnehmen kann.

[0025] Bei einem normalen Messvorgang werden die aus der Probe durch das Quadrupol-Massenfilter **62** klassierten einzelnen Elemente durch eine Ablenkelektrode **70** um 90° abgelenkt und auf einen Ionendetektor **72** gerichtet und von diesem erfasst. Dieses Signal wird von einem Verstärker **74** verstärkt, um unter Verwendung eines als "Impulszählverfahren" bezeichneten Verfahrens Daten zum einzelnen Erfassen einfallender Ionen zu erhalten.

[0026] Durch das insoweit beschriebene Verfahren können sehr empfindliche Messungen ausgeführt werden.

[0027] Das Massenfilter **62** wird drei Evakuierungsstadien unterzogen, nämlich einem Differenzpumpvorgang unter Verwendung von Vakuumpumpen **80**, **82** und **84**, da das Massenfilter **62** in Hochvakuum von ungefähr 10^{-6} Torr (1 Torr = 1,33 hPa) betrieben wird. Die Vakuumpumpe **80** ist im allgemeinen eine Drehschieberpumpe, und die Vakuumpumpe **82** und **84** bilden eine Kombination aus einer Turbomolekularpumpe und einer Drehschieberpumpe oder eine Kombination aus einer Öldiffusionspumpe und einer Drehschieberpumpe. Die Vakuumpumpen **90**, **92** und **94** werden ebenfalls durch den Steuerungscomputer **100** gesteuert, damit der Evakuierungsvorgang automatisch ausgeführt wird.

[0028] Nun wird unter Bezugnahme auf **Fig.** 2 die Kühlungssteuerung für die Schnittstelleneinheit des Ausführungsbeispiels beschrieben.

[0029] Fig. 2(A) veranschaulicht die Änderung der Intensität eines vom Ionendetektor **72** aufgenommenen, vom Verstärker **74** verstärkten und vom Steuerungscomputer **100** aufgenommenen Signals, und Fig. 2(B) veranschaulicht die Änderung der Kühlwassertemperatur, wenn die Schnittstelleneinheit **50** durch den zweiten Kühler **56** gekühlt wird.

[0030] Hier wird der Fall beschrieben, dass ein Spurenelement in Meerwasser, das die Probe bildet, gemessen wird.

[0031] Es sei angenommen, dass die Kühlwassertemperatur zur Messstartzeit t0 auf T1 eingestellt wird, wie es in Fig. 2(B) dargestellt ist. Die Wassertemperatur T1 beträgt z. B. 20°C. Die Strömungsrate des Kühlwassers ist konstant, mit einem Wert von z. B. 2,4 l/Min. Die Intensität des erfassten Signals habe zum Zeitpunkt t0 den Wert S1.

[0032] Wenn die Kühlwassertemperatur auf T1 gehalten wird, nimmt die Signalintensität über die Zeit allmählich ausgehend von S1 ab. Dies, da im Meerwasser enthaltenes Natriumchlorid (NaCl) durch die gekühlte Schnittstelleneinheit **50** gekühlt wird und als Isolator an der Oberfläche derselben anhaftet, wodurch ein Aufladungseffekt verursacht wird, der die Ionen am Durchlauf hindert, wodurch die Empfindlichkeit abnimmt. Im Ergebnis nimmt die Signalintensität ab, wie es in Fig. 2(A) dargestellt ist.

[0033] Um dies zu verhindern, wird die Temperatur des Kühlwassers zum Kühlen der Schnittstelleneinheit **50** durch den zweiten Kühler **56** zum Zeitpunkt t1 auf T2 eingestellt. Die Wassertemperatur T2 beträgt z. B. 60°C.

[0034] Die erfasste Signalintensität nimmt ausgehend von S2 ab dem Zeitpunkt t1 allmählich ab, jedoch ist die Abnahme flacher als während der Zeitperiode vom Zeitpunkt t0 bis zum Zeitpunkt t1. Dies, da die Temperatur der Oberfläche der Schnittstelleneinheit **50** höher ist, was weitere Ablagerung des Isolators auf der Oberfläche verringert.

[0035] Die Zeitperiode von t1 bis t2 beträgt ungefähr eine Stunde, und eine stabile Messung ist immer noch schwierig, wenn sich die Signalintensität über eine derartige Zeitperiode ändert.

[0036] Zum Zeitpunkt t2 wird daher die Temperatur des Kühlwassers zum Kühlen der Schnittstelleneinheit **50** durch den zweiten Kühler **56** auf t3 eingestellt.

[0037] Die Wassertemperatur T3 beträgt z. B. 90°C. Die erfasste Signalintensität verbleibt dann im zeitlichen Verlauf konstant. Dies, da die Temperatur der Oberfläche der Schnittstelleneinheit **50** so weit erhöht ist, dass keine Ablagerung eines Isolators mehr auf der Oberfläche auftritt.

[0038] Zu diesem Zeitpunkt befindet sich die Temperatur an der Oberfläche der Schnittstelleneinheit **50** nahezu am Siedepunkt des Isolators. Z. B. ist der Isolator dann, wenn Spurenmetalle in Meerwasser zu messen sind, Natriumchlorid mit einem Siedepunkt von 1413°C. Dank des Erwärmens bis auf diese Temperatur kann eine weitere Ablagerung des Isolators verhindert werden, was eine Verringerung der Signalintensität beseitigt, wodurch sich stabile Messbedingungen ergeben.

[0039] Dabei haben Kupfer oder Nickel, wie in der Schnittstelleneinheit verwendet, einen Schmelzpunkt nicht unter 1500°C, so dass es zu keinen Problemen hinsichtlich eines Schmelzens der Schnittstelleneinheit kommt.

[0040] Durch dieses Erhöhen der Kühlwassertemperatur können die erhaltenen Signale im zeitlichen Verlauf entlang der horizontalen Achse auf konstantem Pegel stabilisiert werden, und zwar über eine lange Zeitperiode von z. B. vier bis fünf Stunden, oder über zehn Stunden, was vom Fall abhängt.

[0041] Wie bei der Messung von Spurenmetallen in Meerwasser kann, wenn die Art des störenden Isolators bekannt ist, hohe Signalintensität S1 auf stabile Weise ab dem Beginn der Messung beibehalten werden, wie es durch die gestrichelte Linie in Fig. 2(A) dargestellt ist, wenn vorab die Kühlwassertemperatur zum Kühlen der Schnittstelleneinheit **50** durch den zweiten Kühler **56** auf einen vom Isolator abhängigen Wert eingestellt wird, wodurch eine stabile Messung möglich ist.

[0042] Am Ende der Messung wird die Schnittstelleneinheit gereinigt, um den Isolator zu entfernen, so dass zu Beginn der nächsten Messung hohe Signalintensität erhalten werden kann.

[0043] Während des Einstellens der Temperatur der Schnittstelleneinheit werden darüber hinaus die Bedingungen nicht geändert, unter denen das Plasma erzeugt wird, so dass die Temperatur eingestellt werden kann, ohne dass sich die Analyseempfindlichkeit ändert.

[0044] Durch Einstellen der Kühlwassertemperatur mittels des zweiten Kühlers, der die Temperatur der Schnittstelleneinheit unabhängig einstellen kann, wie zuvor beschrieben, kann eine weitere Ablagerung von Isolator dadurch verhindert werden, dass die Temperatur auf einen höheren Wert eingestellt wird, was eine stabile Messung ohne jede Verringerung der Signalintensität ermöglicht.

[0045] Unter Bezugnahme auf **Fig.** 3 wird nun die Kühlungssteuerung für die Schnittstelleneinheit gemäß einem anderen Ausführungsbeispiel der Erfindung beschrieben.

[0046] Fig. 3(A) veranschaulicht die Änderung der Intensität des vom Ionendetektor **72** erfassten, vom Verstärker **74** verstärkten und durch den Steuerungscomputer **100** aufgenommenen Signals, und Fig. 3(B) veranschaulicht die Änderung der Kühlwasser-Strömungsrate, wenn die Schnittstelleneinheit **50** durch den zweiten Kühler **56** gekühlt wird. Hierbei ist der Gesamtaufbau des Spurenelement-Filtergeräts mit Mikrowelleninduziertem Plasma derselbe, wie er in Fig. 1 dargestellt ist.

[0047] Hier wird der Fall beschrieben, dass Spurenmetalle in Meerwasser gemessen werden.

[0048] Es sei angenommen, dass die Kühlwasser-Strömungsrate zur Messzeit t0 auf F1 eingestellt wird, wie es in Fig. 2(B) dargestellt ist. Hierbei hat die Strömungsrate F1 z. B. einen Wert von 2,4 l/Min. Darüber hinaus wird die Kühlwassertemperatur auf einen konstanten Wert von z. B. 20°C eingestellt.

[0049] Die zum Zeitpunkt t0 erfasste Signalintensität hat den Wert S1. Wenn die Kühlwasser-Strömungsrate F1 konstant gehalten wird, nimmt die Signalintensität allmählich ausgehend von S1 ab. Dies, da im Meerwasser enthaltenes Natriumchlorid (NaCl) durch die gekühlte Schnittstelleneinheit **50** gekühlt wird, so dass es als Isolator an deren Oberfläche anhaftet, was einen Aufladungseffekt hervorruft, durch den Ionen behindert werden, was zu einer Verringerung der Empfindlichkeit führt. Im Ergebnis wird eine Verringerung der Signalintensität verursacht, wie es in Fig. 2(A) veranschaulicht ist.

[0050] Zum Zeitpunkt t1 wird daher die Strömungsrate des Kühlwassers zum Kühlen der Schnittstelleneinheit **50** durch die zweite Steuerung **56** auf den niedrigeren Wert F2 eingestellt. Diese Strömungsrate F2 beträgt z. B. 0,4 l/Min.

[0051] Die erfasste Signalintensität nimmt ausgehend von S2 ab dem Zeitpunkt t1 allmählich ab, jedoch ist die Abnahmerate geringer als während der Zeitperiode von t0 bis t1. Dies, da die Temperatur der Oberfläche der Schnittstelleneinheit **50** erhöht ist und demgemäß weitere Ablagerung des Isolators an der Oberfläche verringert ist.

[0052] Die Zeitperiode von t1 bis t2 beträgt ungefähr eine Stunde, und stabile Messungen sind auch dann noch schwierig, wenn sich die Signalintensität innerhalb einer derartigen Zeitperiode ändert.

[0053] Zum Zeitpunkt t1 wird daher die Strömungsrate des Kühlwassers zum Kühlen der Schnittstelleneinheit **50** durch den zweiten Kühler **56** auf den niedrigeren Wert F3 eingestellt. Diese Strömungsrate F3 beträgt z. B. 0,1 l/Min.

[0054] Die erfasste Signalintensität steigt dann auf den Anfangswert S1 an, und sie verbleibt im zeitlichen Verlauf im wesentlichen konstant. Dies, da die Temperatur der Oberfläche der Schnittstelleneinheit **50** über den Siedepunkt des an der Oberfläche anhaftenden Isolators ansteigt, wodurch dieser beseitigt wird. Dabei ist die Temperatur an der Oberfläche der Schnittstelleneinheit **50** so hoch wie der Siedepunkt des Isolators oder höher. Z. B. ist der Isolator dann, wenn Spurenmetalle im Meerwasser gemessen werden, Natriumchlorid mit einem Siedepunkt von 1413°C. Dank des Erwärmens auf über diese Temperatur kann der Isolator beseitigt werden, und die Signalintensität nimmt zu, was stabile Messungen ermöglicht.

[0055] Außerdem weisen Kupfer oder Nickel, wie in der Schnittstelleneinheit verwendet, einen Schmelzpunkt nicht unter 1500°C auf. Wenn diese Temperatur überschritten wird, schmilzt die Schnittstelleneinheit. Daher ist es erforderlich, dass die Temperatur nicht niedriger als 1413°C und nicht höher als die Schmelzpunkte der Materialien der Schnittstelleneinheit ist.

[0056] So kann durch Absenken der Strömungsrate des Kühlwassers das erhaltene Signal im zeitlichen Verlauf entlang der horizontalen Achse auf einen konstanten Wert stabilisiert werden, d. h. über eine Zeitperiode von z. B. vier bis fünf Stunden, oder über zehn Stunden, was vom Fall abhängt.

[0057] Wie im Fall der Messung von Spurenmetallen in Meerwasser kann, wenn die Art des störenden Isolators bekannt ist, hohe Signalintensität S1 stabil ab dem Beginn der Messung aufrechterhalten werden, wie es durch die gestrichelte Linie in Fig. 3(A) dargestellt ist, wenn vorab die Strömungsrate des Kühlwassers beim Kühlen der Schnittstelleneinheit **50** durch den zweiten Kühler **56** auf einen von der Art des Isolators abhängigen Wert eingestellt wird.

[0058] Während der Einstellung der Temperatur der Schnittstelleneinheit werden darüber hinaus die Bedingungen, unter denen das Plasma erzeugt wird, nicht geändert, so dass die Temperatur ohne Ändern der Analyseempfindlichkeit eingestellt werden kann.

[0059] Durch Einstellen der Kühlwassertemperatur mittels des zweiten Kühlers, der die Temperatur der Schnittstelleneinheit unabhängig einstellen kann, wie oben beschrieben, kann der Isolator durch Erhöhen der Temperatur der Schnittstelleneinheit beseitigt werden, so dass stabile Messungen ohne jede Verringerung der Signalintensität ausgeführt werden können.

[0060] Obwohl das Massenfilter gemäß der vorstehenden Beschreibung ein Quadrupol-Masserfilter ist, besteht keine Beschränkung hierauf, sondern es kann z. B. auch ein Innenfallen-Massenspektrometer oder ein doppelt fokussierendes Massenspektrometer sein.

[0061] Gemäß der Erfindung kann, wie oben beschrieben, die Temperatur der Schnittstelleneinheit eingestellt werden, ohne dass sich die Analyseempfindlichkeit ändert.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Einstellen der Analyseempfindlichkeit eines Massenspektrometers, wobei
(a) eine Probe (**10**) mittels einer Plasmaionenquelle (**40**) ionisiert wird,
(b) die ionisierte Probe (**10**) in ein Massenfilter (**60**) eingeleitet wird, wobei zwischen der Plasmaionenquelle (**40**) und dem Massenfilter (**60**) eine Schnittstelleneinheit (**50**) angeordnet ist, die eine als Kegel (**52**, **54**) ausgebildete Öffnung und einen Kühler (**56**) zum Kühlen der Schnittstelleneinheit (**50**) aufweist,
(c) eine Massenspektrometrie der ionisierten Probe (**10**) mittels des Massenfilters (**60**) durchgeführt wird, und
(d) ein Ionendetektorsignal durch Messen der von dem Massenfilter (**60**) abgegeben Ionen erzeugt wird,
dadurch gekennzeichnet, dass
(e) eine Steuereinheit (**100**) mit dem Ionendetektorsignal beaufschlagt und
(f) die Temperatur oder die Strömungsrate des durch den Kühler (**56**) strömenden Kühlmittels durch die Steuereinheit (**100**) derart geregelt wird, dass die Intensität des Ionendetektors konstant bleibt.

2. Massenspektrometer mit
einer Plasmaionenquelle (**40**) zum Ionisieren einer Probe (**10**),
einem Massenfilter (**60**), das die ionisierte Probe (**10**) einer Massenspektrometrie unterzieht,
einer zwischen der Plasmaionenquelle (**40**) und dem Massenfilter (**60**) angeordneten Schnittstelleneinheit (**50**) mit einer als Kegel (**52**, **54**) ausgebildeten Öffnung zum Einleiten der ionisierten Probe (**10**) in das Massenfilter (**60**),
einem Kühler (**56**) zum Kühlen der Schnittstelleneinheit (**50**), und
einem Ionendetektor (**72**) zum Erzeugen eines Ionendetektorsignals durch Messen der von dem Massenfilter (**60**) abgegebenen Ionen,
gekennzeichnet durch eine mit dem Ionendetektorsignal beaufschlagte Steuereinheit (**100**) zur Steuerung der Temperatur oder der Strömungsrate des durch den Kühler (**56**) strömenden Kühlmittels derart, dass die Intensität des Ionendetektorsignals konstant bleibt.

Es folgen 3 Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

FIG. 1

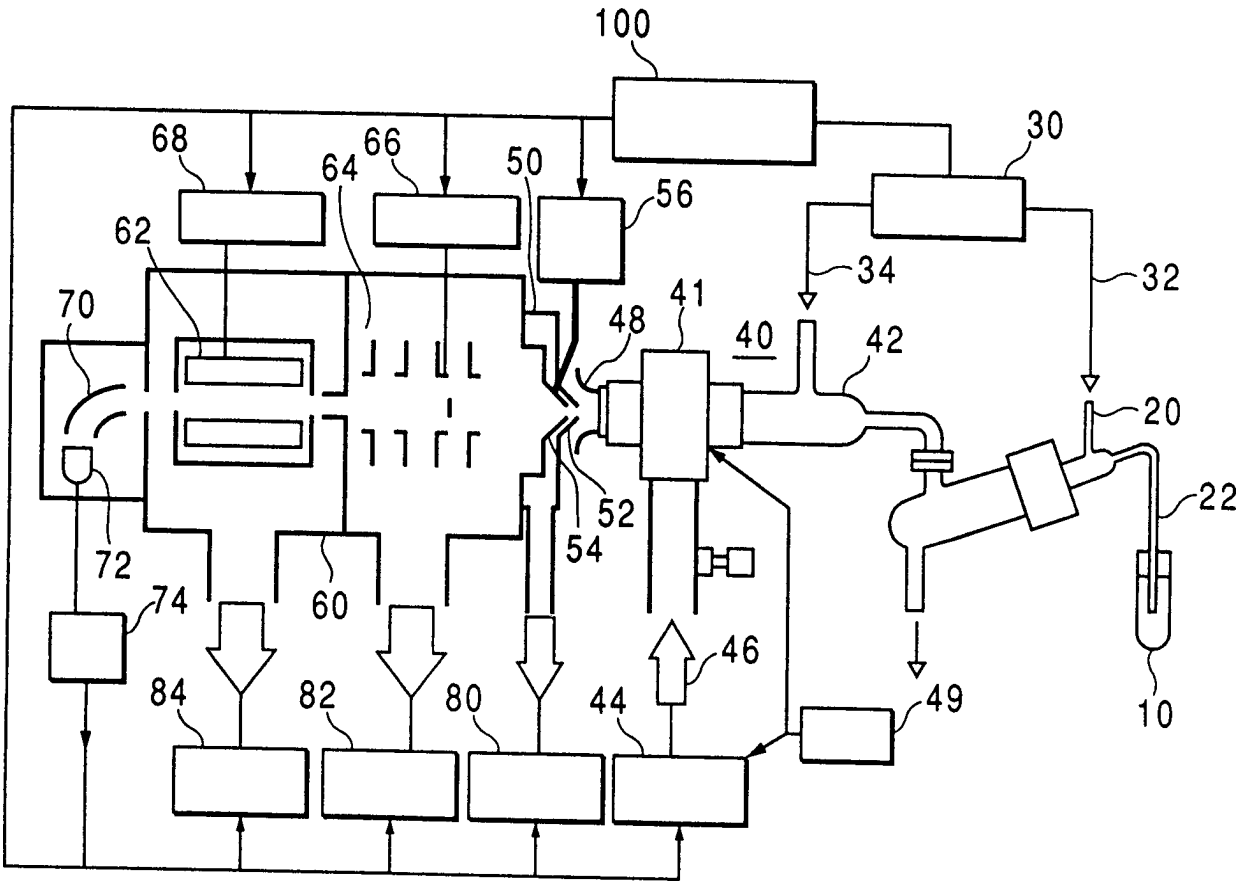


FIG. 2(A)

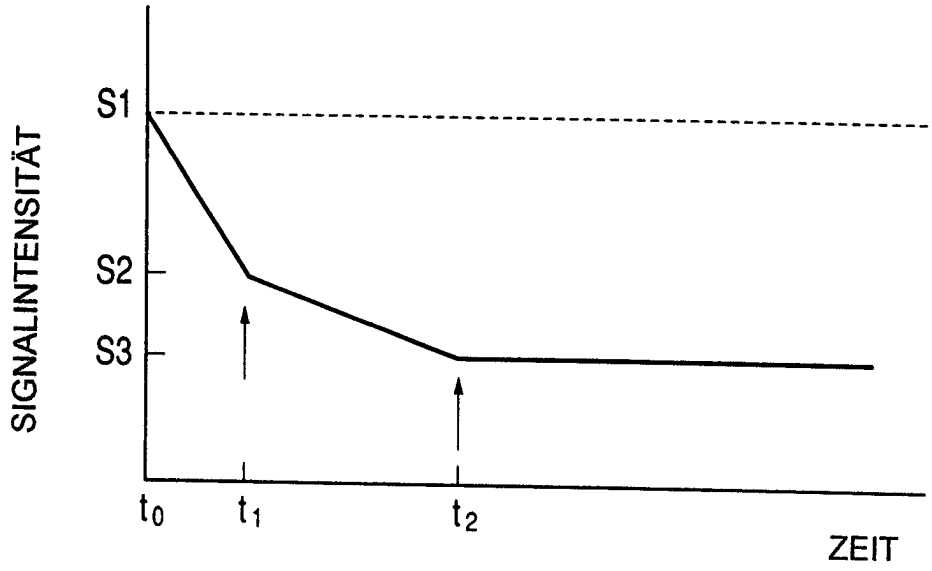

SIGNALINTENSITÄT
S1
S2
S3
t0
t1
t2
ZEIT

FIG. 2(B)

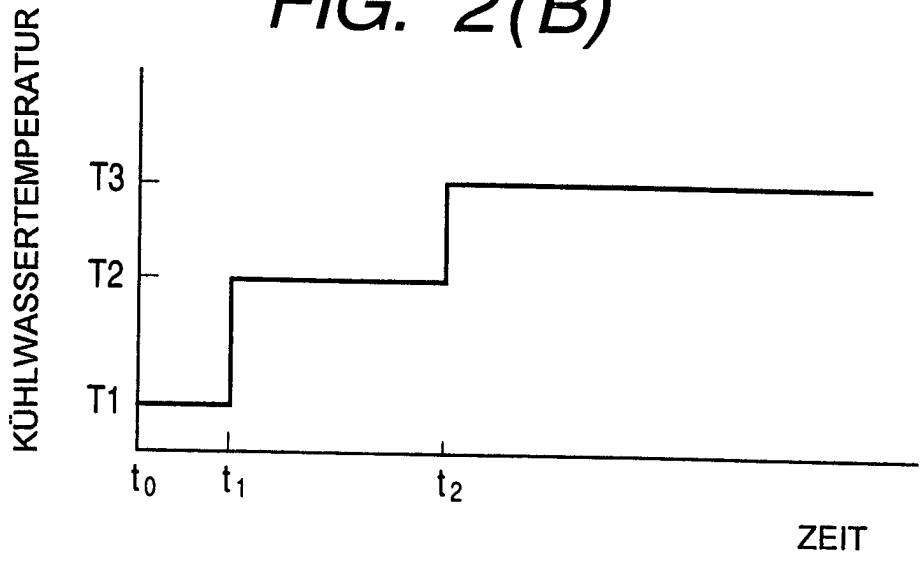

KÜHLWASSERTEMPERATUR
T3
T2
T1
t0
t1
t2
ZEIT

FIG. 3(A)

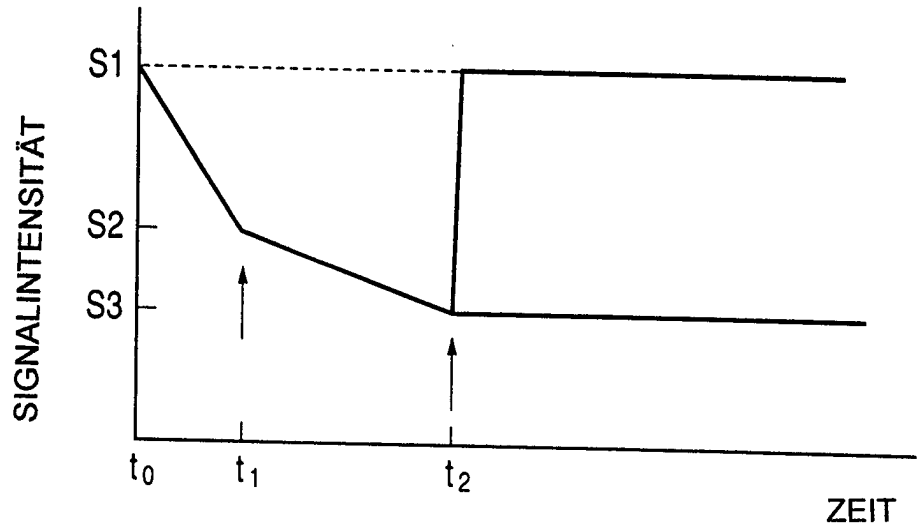
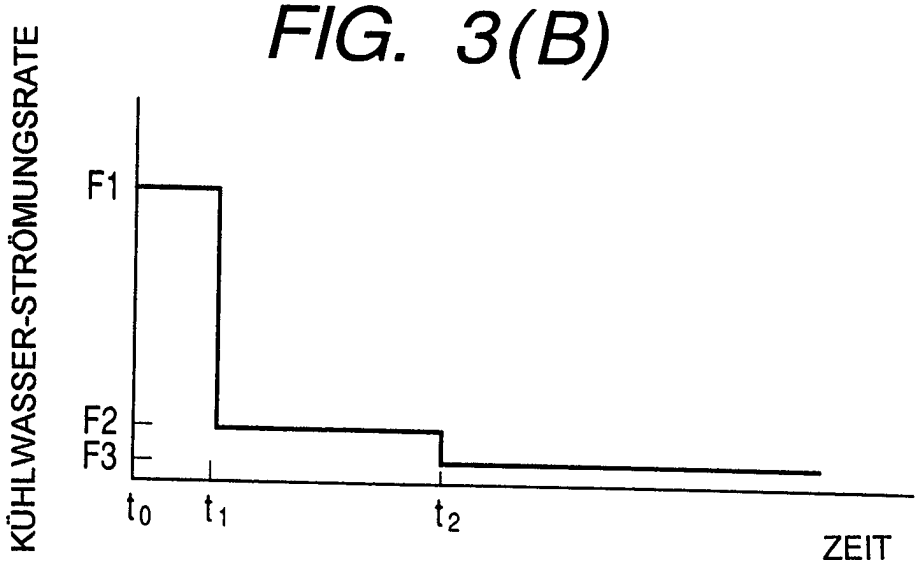

SIGNALINTENSITÄT
S1
S2
S3
t0
t1
t2
ZEIT

FIG. 3(B)


KÜHLWASSER-STRÖMUNGSRATE
F1
F2
F3
t0
t1
t2
ZEIT