

Clarke, Modet & Cia

308740

Agencia General de Patentes y Marcas

Alcalá, núm. 59 -:- Teléf. 225 24 22
Madrid (14) España

PATENTE DE INVENCION.

B 1155-3.

Memoria Descriptiva

sobre

" Procedimiento y dispositivo de espectrometría
de masa. "

Solicitante: COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE, entidad francesa,
residentes en 29 rue de la Fédération, Paris 15°,
Francia.

308740

29



PATENTE DE INVENCION.

B 1155-3.

Memoria Descriptiva

sobre

" Procedimiento y dispositivo de espectrometría
de masa."

Solicitante: COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE, entidad francesa,
residentes en 29 rue de la Fédération, Paris 15° ,
Francia.

Se refiere el presente invento a un nuevo procedimiento de espectrometría de masa que aprovecha la influencia de la masa de los iones en su tiempo de vuelo cuando son sometidos los mismos a la acción de un campo eléctrico transversal de alta frecuencia; se refiere igual-

5.



mente el invento a un dispositivo que hace aplicación del procedimiento indicado.

5. Los espectrómetros de masa por campo magnético ocupan mucho espacio, como consecuencia de la curvatura de la trayectoria de los iones que forman el haz que se desea analizar.

10. Para paliar este inconveniente, se puede recurrir a un procedimiento diferente de espectrometría de masa en el que se utiliza un campo eléctrico transversal de alta frecuencia. Se conocen actualmente dos tipos de aparatos de campo H.F. transversal:

15. - el de HEYM, JOSEPH y LOUDE, que utiliza un campo homogéneo de frecuencia fija, sólo funciona con impulsos breves y asegura un análisis en el tiempo de los paquetes de iones inyectados, utilizando las diferencias de tiempos de vuelo que existen entre iones de masa diferente. La observación de esta corriente amplificada se efectúa con ayuda de un osciloscopio, que funciona en alta frecuencia, cuyo barrido se produce por el oscilador que da origen al campo transversal. Es difícil registrar gráficamente los resultados así obtenidos, y, como en todos los aparatos de tiempos de vuelo, todas las masas que llegan al mismo receptor;

25. - el de von ZAHN (derivado del filtro de lente cuadripolar de Paul) que utiliza un campo H.F. no homogéneo, de gradiente constante, y que funciona en régimen continuo, pero solamente con iones muy lentos, acelerados bajo energías de 10 a 100 eV.

30. Este aparato no podría convenir para el estudio de los haces de iones de algunos keV a algunas decenas de



keV que son los más corrientes en física nuclear (salvo realizando sistemas de reducción de velocidad, siempre muy delicados de poner a punto).

5. El procedimiento de espectrometría de masa objeto del invento según el cual se somete de modo original el haz de iones estudiado a un campo de alta frecuencia homogéneo, perpendicular al eje de este haz, y el dispositivo que hace aplicación del mismo no presentan los inconvenientes que quedan mencionados.

10. Este procedimiento es notable por el hecho de que se admiten de manera continua en el campo de alta frecuencia iones que forman una napa que comprende el eje del haz y cuya velocidad transversal es nula, y por el hecho de que se recogen cerca de la salida del campo de alta frecuencia iones que forman una napa discontinua paralela al eje del haz y que igualmente poseen una velocidad transversal nula en tanto que la alta frecuencia de dicho campo varía en una banda de anchura que es función de la masa atómica de los iones que forman el haz.

20. El dispositivo que hace aplicación del procedimiento indicado es igualmente notable por el hecho de que comprende una fuente de iones que envía, de manera continua entre las armaduras paralelas de un condensador a las que se aplica una tensión de alta frecuencia variable, un haz de eje paralelo a las armaduras a través de las ranuras de dos diafragmas paralelos entre sí espaciados y perpendiculares a las citadas armaduras que definen un plano igualmente paralelo a las armaduras y que contiene a dicho eje, así como un electrodo colector coaxial que recoge los iones procedentes del campo de alta frecuencia y que han franqueado un tercer

30.



5. y después un cuarto diafragma de ranuras paralelas a las de los dos primeros situados en un plano paralelo a las armaduras, y que contiene al citado eje del haz en el caso de un campo H.F. sinusoidal en el tiempo, quedando estos dos últimos diafragmas fuera del eje en el caso de una excitación por tensión rectangular o en dientes de sierra.

10. Según una de las formas de realización preferida, una de las armaduras del condensador está muy próxima al eje del haz.

15. Aparte de estas disposiciones principales, se describirán a continuación disposiciones secundarias que se refieren a la estructura del espectrómetro de masa que hace aplicación del procedimiento que constituye el primer objeto del invento.

Tal dispositivo, de estructura simple y de realización mecánica fácil, ocupa poco espacio y es ligero. Permite en la realización descrita aquí analizar los haces de iones de masa atómica inferior o igual a 32.

20. Para mejor comprender las características técnicas del presente invento, vamos a describir un ejemplo de realización del mismo, bien entendido que el mismo no tiene ningún carácter limitativo en cuanto a las formas de realización y a las aplicaciones que pueden hacerse de él.

25. La figura 1 representa un espectrómetro de masa en el que se hace aplicación del procedimiento objeto del invento.

30. La figura 2 representa, en sección, según la línea 2-2 de la figura 1 un detalle del espectrómetro de



esta figura.

La figura 3 muestra una forma de realización preferida de la invención.

5. La figura 4 representa un espectro obtenido mediante un aparato objeto del invento.

Según el procedimiento objeto del invento, se someten los iones que forman el haz a analizar a un campo eléctrico transversal E de alta frecuencia que se escoge aquí de forma $E = E_0 \cos \omega t$.

10. Aquí el haz de iones es enviado de modo continuo al campo de alta frecuencia ($\frac{\omega}{2\pi}$) creado entre las armaduras 2 y 4, Figura 1 de longitud L de un condensador a las que se aplica una tensión de pulsación. El eje Δ del haz es paralelo a las placas y, por consiguiente, perpendicular al campo eléctrico. Según ciertas características esenciales del procedimiento objeto de la invención, las trayectorias de los iones que entran en el condensador poseen todas la misma ordenada y tienen una velocidad transversal nula. Finalmente, los iones recogidos a la salida

15. del campo de alta frecuencia han de tener la misma ordenada que la de entrada y una velocidad transversal igualmente nula.

20.

El estudio del movimiento de los iones entre las placas 2-4 se efecturá utilizando el triedro de referencia

25. Ox, y, z , representado en la figura 1. Nótese que Oz es paralelo a estas placas y queda comprendido en el plano de la figura, Oy es perpendicular a las mismas, y, finalmente Ox es normal a la figura. Los cálculos que siguen se efectúan sobre la suposición de que las placas tienen un ancho

30. infinito siguiendo la dirección Ox .



Cuando penetran los iones en el campo de alta frecuencia en A, la utilización de dos diafragmas sucesivos permite imponer:

$$y_0 = 0 \text{ y } y'_0 = 0$$

5. Sus trayectorias quedan definidas por las coordenadas proporcionadas paramétricamente por las expresiones:

$$y = \frac{e}{m} \frac{E_0}{\omega} \text{ sen } [(\tau - t) + \frac{e}{m} \frac{E_0}{\omega^2} (\cos \omega \tau - \cos \omega t)] \quad (1)$$

10. $z = v (t - \tau) \quad (2)$

en las cuales:

m es la masa del ión considerado

v su velocidad definida por $v = \sqrt{\frac{2e\phi}{m}}$ donde $e\phi$ es la energía del haz de iones

15. τ el tiempo de entrada en el campo E.

Los iones que salen del campo de alta frecuencia son seleccionados por dos diafragmas, estando el primero a la distancia L de la entrada en el campo de alta frecuencia. Tenemos, pues:

20. $y_L = (y'_L) = 0$

atravesando este diafragma sólo los iones que satisfacen las condiciones

$$a) \text{ tg } \omega \tau = \frac{-\cos(\frac{\omega L}{v})}{\frac{\omega L}{v} - \text{sen}(\frac{\omega L}{v})} \quad (3)$$

25. $b) \text{ sen}(\omega \tau + \frac{L}{v}) = \text{sen } \omega \tau \quad (4)$

Se dan dos series de pulsaciones que satisfacen a las condiciones mencionadas:

30. $\omega_1 = 2k \quad M = \frac{v}{L} \quad (5)$



$$\omega_2 \approx (2k + 1) M \frac{v}{L} \quad \text{para } k \text{ grande} \quad (6)$$

5. El estudio de estas trayectorias sinusoidales muestra que sólo las primeras están situadas en un solo lado del plano $y = 0$. Se describirá más lejos un método de eliminación de las segundas trayectorias.

10. Es posible, pues, analizar las masas de los diferentes iones haciendo variar la alta frecuencia de la tensión aplicada a las placas 2-4. Como las velocidades de los iones son función de su masa, en el caso de un haz monoenergético, es posible igualmente efectuar según el mismo principio un análisis de las velocidades de los iones de un haz cuando éstos poseen la misma masa.

15. Si el circuito oscilante que gobierna la frecuencia de la tensión de alta frecuencia comprende un condensador de capacidad variable C , la masa de los iones correspondiente a la corriente recogida es igualmente función de la frecuencia puesto que tendremos:

$$20. \quad v = \sqrt{\frac{2 e \phi}{m}} \quad (7)$$

$$\omega = k_1 \frac{v}{L} \quad (8)$$

$$LC^2_{\omega \text{ res}} = 1 \quad (9)$$

25. donde ϕ es el potencial de aceleración, pudiendo ser K igual a 1, lo que da:

$$\frac{m}{e} = \left(\frac{8\pi^2 \phi L}{\omega^2} \right) \quad (10)$$

30. La resolución P de este espectrómetro queda indicada por la expresión:



$$R = \frac{1}{4}$$

$$\frac{E_0}{\epsilon} \frac{L}{v}$$

(11)

5. donde ϵ representa la inclinación de una trayectoria iónica incidente con relación al plano $y = 0$, estando determinada esta inclinación como se explicará ulteriormente. El poder de resolución no depende de la masa de los iones analizados sino del ancho de las ranuras de entrada.

10. El espectrómetro 6 de la figura 1 está contenido en una envoltura 8 en forma de cruz de cuatro ramas 10, 12, 14, 16. La rama inferior 10 va unida a una bomba 18 no representada. La rama superior 12 está cerrada por una cubierta 20 que presenta dos bornes 22, 24, los cuales permiten la transmisión de una tensión de alta frecuencia. La rama 14 va ligada a una fuente de iones 26 que tampoco se ha representado; 15. finalmente, una parte tubular 28 prolonga la rama 16 de la envoltura y contiene el órgano colector 30. La parte central de la envoltura de eje horizontal Δ prolongada por las ramas 14, 16 contiene las placas horizontales 2, 4 simétricas con 20. relación a este eje Δ .

Ya se ha explicado que en tal clase de espectrómetro, los iones pueden tener dos tipos de trayectorias correspondientes a las pulsaciones ω_1 y ω_2 (ecuaciones 3, 4, 5, 6). Una disposición sencilla permite eliminar las trayectorias de 25. pulsación ω_2 ; basta, según una realización preferida del invento (figura 3), con interceptarlas situando una de las placas (4') a una distancia muy pequeña ζ del eje Δ .

La vista parcial de la figura 2 muestra una sección según la línea 2-2 de la figura 1, con la disposición de 30. las placas 2-4 cuya separación se mantiene mediante unos ti-



rante 33, 32, 34, ..., que pueden ser de politetrafluoretileno. Las placas 2-4 se hallan respectivamente conectadas a los bornes 22-24 por unos conductores metálicos trenzados 26-28. Estos bornes están conectados por su parte a una fuente no representada 27 de tensión de alta frecuencia.

5.

La entrada de los iones en el campo de alta frecuencia así como su salida de este campo están respectivamente definidas por dos conjuntos de diafragmas 36-38 por una parte, 40-42 por otra parte, perpendiculares al eje y provistos de ranuras paralelas a las placas, ranuras que son atravesadas por el mencionado eje (puesto que aquí el campo HF es de variación sinusoidal en el tiempo).

10.

Es de observar que la utilización de pares de diafragmas en la entrada (A) así como en la salida (B) del campo de alta frecuencia permite satisfacer las condiciones ya definidas:

15.

$$y_0 = y'_0 = 0 \text{ en A} \quad (12)$$

$$y_L = y'_L = 0 \text{ en B} \quad (13)$$

20.

El ancho de las ranuras de los dos diafragmas situados a la entrada del condensador 2-4, que sirven para imponer las condiciones de inyección arriba indicadas (12) a la trayectoria media determinan la inclinación máxima de una trayectoria de entrada, dimensión que figura en la expresión (11) de la resolución.

25.

El haz 4 procedente de la fuente 26 se dirige hacia el primer diafragma 36 enfriado así como su soporte, mediante una circulación de agua (canalización 44). El anillo de polarización 46 coaxial a Δ y unos imanes 48-50, evitan los errores debidos a los electrones secundarios produ-

30.



cidos por el impacto de los iones incidentes.

5. El colector 30 va rodeado de un electrodo 52 formando pantalla. La corriente recogida por el electrodo 30 es transmitida por un cable coaxial 54 unido a un dispositivo de presentación. Una polarización eléctrica apropiada del colector 30 que recibe los iones analizados evita las perturbaciones debidas a los electrones secundarios.

10. El solicitante ha realizado un espectrómetro del tipo que se ha descrito. Las placas del condensador tienen una longitud de 50 cm y un ancho de 11 cm. Las ranuras de entrada y de salida tienen un ancho regulable de 0,25 mm. Un dispositivo simple permite que las placas queden paralelas al eje del haz. La alta frecuencia de la tensión aplicada entre las placas 2-4 varía en dos gamas de 0,6 a 2,7 MHz y de 2,7 a 6
15. MHz. Estas gamas determinadas para analizar un haz de hidrógeno de 30 kV permiten estudiar iones de masa inferior o igual a 32. La amplitud del campo de alta frecuencia es de 500 V/cm, de modo que la amplitud máxima de las oscilaciones iónicas sea ligeramente inferior a la separación de las placas.
20.

La intensidad máxima de los picos es del orden de 50×10^{-9} A para una corriente del haz inyectado de 10^{-4} Amperios; la relación señal/ruido es del orden de 50 (el ruido es debido a los iones parásitos de masa elevada (K grande).

25. La intensidad de los diferentes picos puede aumentarse en grandes proporciones si adopta una potencia de resolución más débil, (lo que en ciertas experiencias no resulta ningún inconveniente). Basta para ello con ensanchar los diafragmas de entrada.

30. Un espectro previsto para el aparato es el represen-



tado en la figura 4 en la cual las frecuencias (MHz) han representado en abscisas y las intensidades (10^{-9} A) se han representado en ordenadas.

5. El poder de resolución en masa es de 60 para las condiciones de funcionamiento dadas. Es posible aumentarlo disminuyendo el ancho de las ranuras de selección.

10. Puede así aumentarse el poder de resolución del aparato aplicando a las placas del condensador una tensión de alta frecuencia en almenados rectangulares o en dientes de sierra, en lugar de una tensión sinusoidal.

N O T A

15. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que el procedimiento anteriormente indicado es susceptible de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren sus principios fundamentales. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de Patente presentada en Francia nº PV.962.324, con fecha de 20. 31 de enero de 1964, acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los convenios internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento, y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, para "Procedimiento y dispositivo de espectrometría de masa"; caracterizándose por lo siguiente:

25. 1.- Procedimiento de espectrometría de masa, del tipo según el cual se somete el haz de iones estudiado a un campo de alta frecuencia homogéneo perpendicular al eje de este haz caracterizado por el hecho de que se admite de 30. manera continua en el campo de alta frecuencia iones que



ENE. 1955

forman una napa que comprende el eje del haz y que tienen una velocidad transversal nula, y por el hecho de que se recogen cerca de la salida del campo de alta frecuencia iones que forman una napa no continua paralela al eje del haz y que tienen igualmente una velocidad transversal nula en tanto que la alta frecuencia de dicho campo varía en una banda de un ancho que es función de la masa atómica de los iones que forman el haz.

- 5.
10. 2.- Dispositivo para la espectrometría de masa según la reivindicación 1 caracterizado por el hecho de que comprende una fuente de iones que envía, de manera continua, entre las armaduras paralelas de un condensador a las que se aplica una tensión de alta frecuencia variable, un haz de eje paralelo a las armaduras, a través de las ranuras de dos diafragmas paralelos entre sí, espaciados y perpendiculares a las indicadas armaduras, que definen un plano igualmente paralelo a las armaduras y que contiene al mencionado eje, así como un electrodo colector coaxial que recoge los iones emitidos por el campo de alta frecuencia y que han franqueado un tercero y después un cuarto diafragma de ranuras paralelas a las de los dos primeros situadas en un plano paralelo a las armaduras y que contiene al mencionado eje del haz.
- 15.
- 20.

25. 3.- Dispositivo según la reivindicación 2 caracterizado por el hecho de que la tensión de alta frecuencia aplicada a las armaduras del condensador es sinusoidal.

30. 4.- Dispositivo según la reivindicación 2 caracterizado por el hecho de que comprende una fuente de iones que envía, de modo continuo, entre las armaduras paralelas de un condensador a las que va aplicada una tensión de alta fre-



cuencia rectangular o en dientes de sierra un haz de eje paralelo a las armaduras a través de las ranuras de dos diafragmas paralelos entre sí, espaciados y perpendiculares a dichas armaduras, que definen un plano igualmente paralelo a las armaduras, así como un electrodo colector coaxial que recoge los iones emitidos por el campo de alta frecuencia y que han franqueado un tercero y después un cuarto diafragma de ranuras paralelas a las de los dos primeros, hallándose estos dos últimos diafragmas no coincidentes en alineación con relación al eje del haz.

5.

10.

5.- Dispositivo según la reivindicación 2 caracterizado por el hecho de que las armaduras del condensador a las que se aplica la tensión de alta frecuencia son equidistantes del haz.

15.

6.- Dispositivo según reivindicación 2 caracterizado por el hecho de que una de las armaduras del condensador se halla muy próxima al eje del haz.

20.

7.- " Procedimiento y dispositivo de espectrometría de masa"; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria e ilustrado en los adjuntos dibujos.

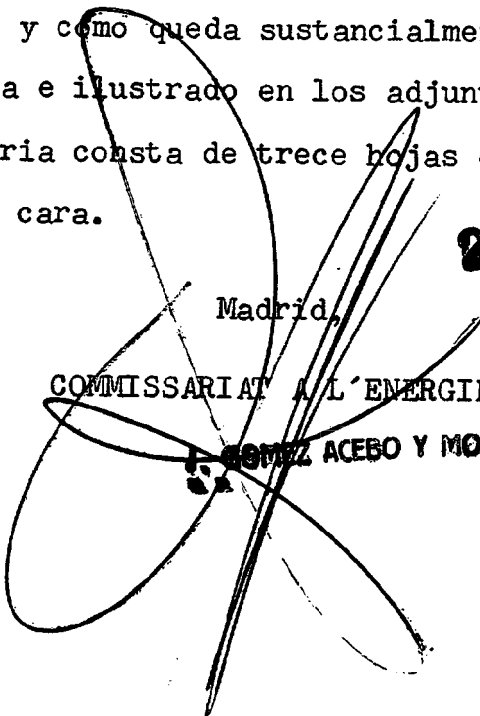
Esta memoria consta de trece hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE.

J. GOMEZ ACEBO Y MODEI

29 ENE 1955



30740

ESCALA VARIABLE



30740

Handwritten signature and text, including the name 'L. VILLIERS' and 'INVENTEUR'.

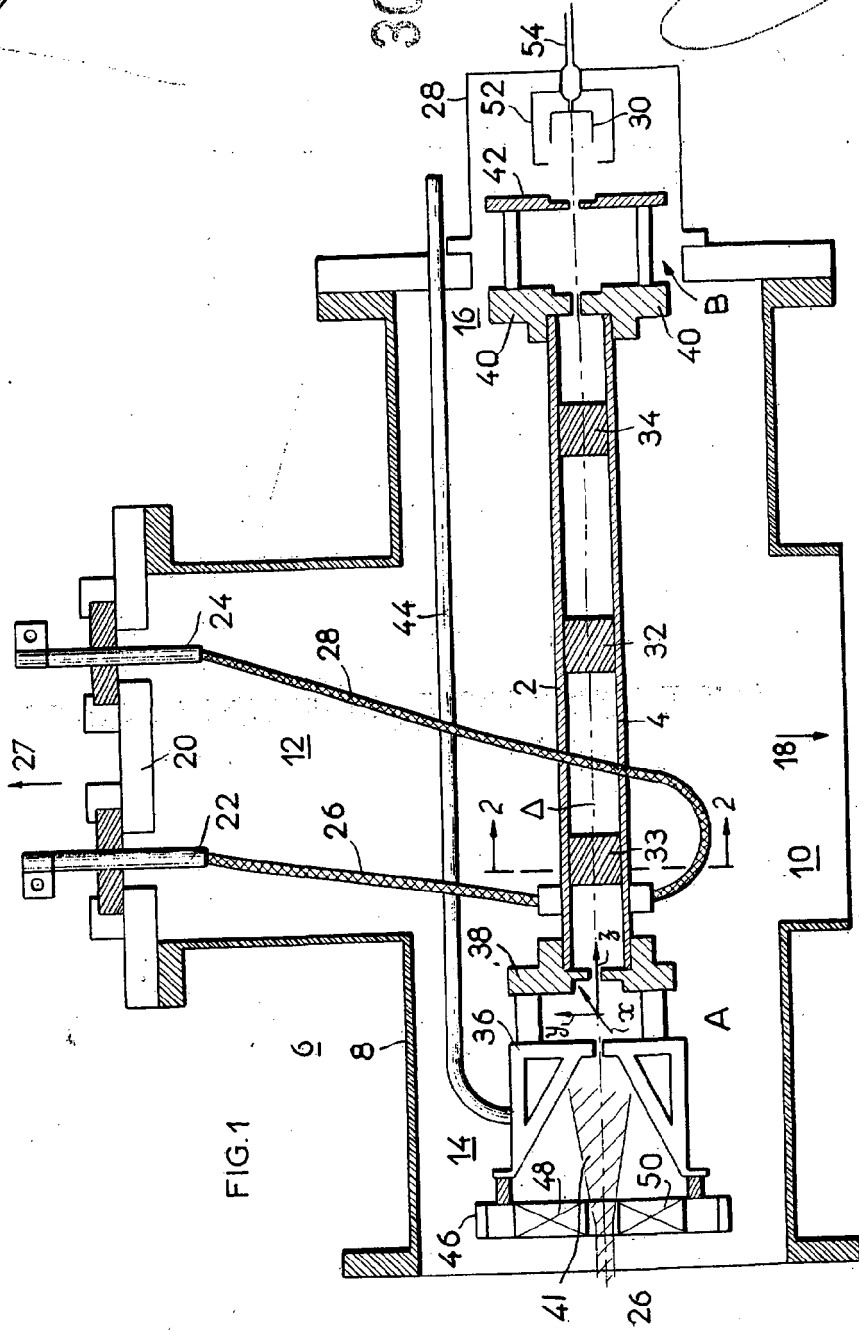


FIG. 1

308740



308740

ESCALA
VARIABLE

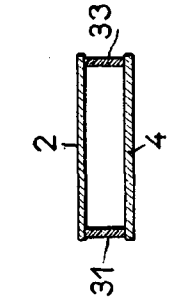


FIG. 2

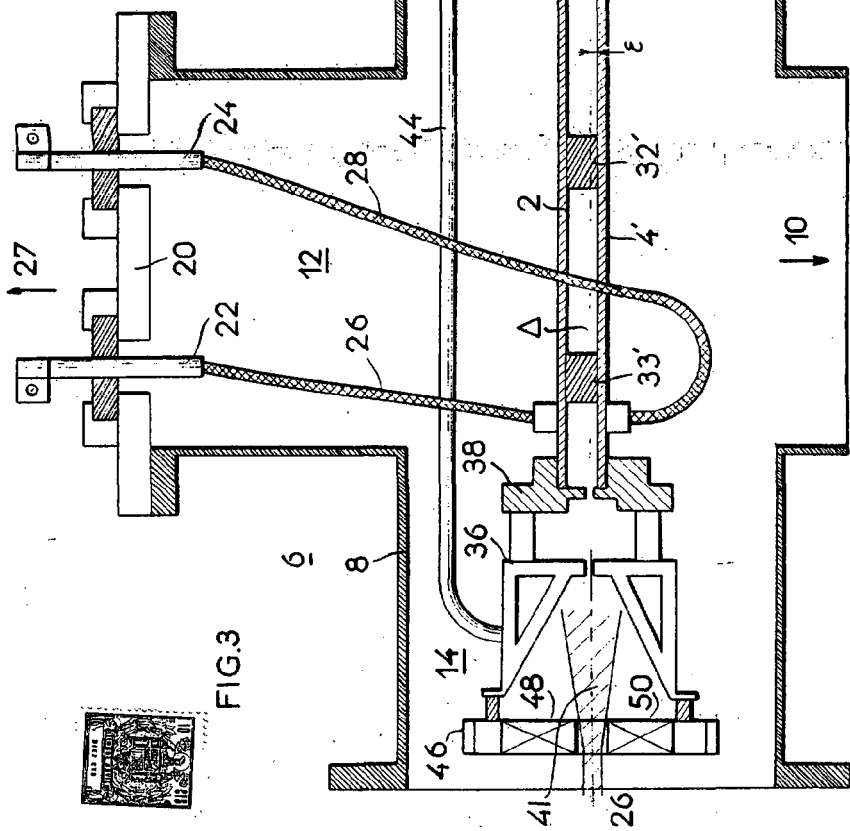


FIG. 3

Madrid
DISEÑO 1950
S. COMEZ ACERO Y MORET

FIG. 4 ESCALA VARIABLE

308740

