

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 645 464**

51 Int. Cl.:

**G01N 27/62** (2006.01)

**H01J 49/02** (2006.01)

**H01J 49/00** (2006.01)

12

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **08.06.2007 PCT/US2007/070765**

87 Fecha y número de publicación internacional: **12.06.2008 WO08070204**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.06.2007 E 07870979 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.08.2017 EP 2040825**

54 Título: **Espectrómetro de movilidad iónica miniaturizado**

30 Prioridad:

**09.06.2006 US 812463 P**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**05.12.2017**

73 Titular/es:

**RAPISCAN LABORATORIES, INC. (100.0%)  
520 Almanor Ave  
Sunnyvale, CA 94085-3533, US**

72 Inventor/es:

**KAYE, WILLIAM J. y  
STIMAC, ROBERT M.**

74 Agente/Representante:

**LINAGE GONZÁLEZ, Rafael**

ES 2 645 464 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Espectrómetro de movilidad iónica miniaturizado

- 5 Algunos aspectos de la presente invención han sido realizados con ayuda del Gobierno bajo contratos números NAS2-03137 y NNA04CA08C otorgados por NASA. El Gobierno tiene determinados derechos sobre esos aspectos de la invención.

**Campo de la invención**

- 10 La invención se refiere a espectrometría de movilidad iónica; en particular, a espectrómetros de movilidad iónica que tienen sensibilidad y rendimiento incrementados para la detección de trazas químicas; y, más en particular, a un Espectrómetro de Movilidad Iónica (IMS) de alta sensibilidad y miniaturizado que incorpora una pluralidad de innovaciones mecánicas y eléctricas, que dan como resultado incrementos de la operatividad sinérgica.

**Antecedentes de la invención**

- El Espectrómetro de Movilidad Iónica fue inventado por el Dr. Martin J. Cohen y otros, a finales de los años 1960 en Franking GNO Corporation en West Palm Beach. La génesis de esta idea correspondió al interés del Dr. Cohen en la física electrónica y de radiación gaseosa. La patente original para el IMS, núm. 3.699.333, fue depositada en 20 Octubre de 1968, y concedida el 17 de Octubre de 1972. La patente divulga el concepto de "Cromatografía de Plasma", un nombre antiguo para el IMS, y describe el concepto de instrumento y muestra un espectro. Esta patente fue seguida por un número de otras patentes que describen refinamientos y ampliaciones del concepto de IMS original y del diseño del instrumento, y discuten una diversidad de aplicaciones y metodologías analíticas. Estas 25 patentes, cedidas todas ellas a Franklin GNO, son: 3.593.018, 3.621.239, 3.621.240, 3.624.389, 3.626.178, 3.626.179, 3.626.180, 3.626.181, 3.626.182, 3.629.574, 3.668.382, 3.668.383, 3.668.385, 3.697.748 y 3.697.749, y la Patente núm. 3.845.301 concedida el 29 de Octubre de 1974, que describe el diseño y el funcionamiento de un IMS muy similar a los usados en la actualidad, con la excepción del método específico de detección de los picos iónicos.

- 30 El IMS tiene utilidades militares y anti-terroristas para la detección de agentes de guerra química (CW) y explosivos, para lo que el dispositivo dado a conocer en la presente memoria es el único capacitado. Los gobiernos de US y de UK han adquirido instrumentos para su uso en el área de la detección de agentes de CW, en particular.

- 35 Bajo el contrato de investigación apoyado por el gobierno, principalmente para la FAA para detección de explosivos y para NASA para una metodología única que use el IMS para análisis de atmósferas planetarias, se desarrolló la tecnología básica actualmente utilizada en aeropuertos para la detección de explosivos ocultos. El trabajo de NASA produjo instrumentación que fue capaz de proporcionar análisis de trazas de componentes de las atmósferas de Marte, Titán, y cometas. Esta metodología fue comercializada para el análisis de gases de ultra alta pureza para la 40 industria de los semiconductores.

- Se otorgaron patentes para una aplicación de detección de explosivos y para análisis de gas puro: la núm. 5.162.652 concedida el 10 de Noviembre de 1992, y la núm. 5.457.316 concedida el 10 de Octubre de 1995. Un número de patentes de análisis de gas puro, tanto US como internacionales, han sido otorgadas, como por ejemplo la núm. 45 6.740.873 concedida el 25 de Mayo de 2004 y la núm. 6.895.339 concedida el 17 de Mayo de 2005.

- Los presentes inventores han fijado como objetivo aplicaciones comerciales y gubernamentales que requieran un Espectrómetro de Movilidad Iónica en miniatura, robusto y confiable. El objetivo inicial fue concentrarse en el mercado de la detección de explosivos que proporciona la mayor oportunidad para el IMS miniaturizado único 50 divulgado en el presente documento. Los actuales inventores desarrollaron un detector portátil para la detección de trazas de explosivo. Sin embargo, el enfoque de la NASA SBIR fue el de continuar con la aplicación del IMS para análisis de atmósferas planetarias en las que era importante el diseño miniaturizado robusto sellado herméticamente para reducir el peso y el uso de consumibles. Aparte de este trabajo, se ha desarrollado otro prototipo importante de aplicación comercial para análisis de gas puro.

**Descripción de la técnica anterior**

- La Patente de los Estados Unidos núm. 3.593.018, concedida a Cohen el 13 de Julio de 1971, está dirigida a un aparato y un método para clasificar y detectar iones en una celda de deriva, siendo controlados los campos 60 eléctricos aplicados a la celda en momentos apropiados para minimizar la dispersión de iones agrupados producidos por una fuente pulsante. Los iones de producto agrupados producidos por reacciones de ion-molécula, son analizados conforme a su velocidad en un campo de deriva.

- La Patente de los Estados Unidos núm. 3.621.239, concedida a Cohen el 16 de Noviembre de 1971, trata de 65 métodos para clasificar y detectar trazas de gases que se someten a reacciones de ion-molécula. Se seleccionan especies particulares de iones reactivos eligiendo un gas reactivo y/o mediante filtrado de ion reactivo para producir

iones de producto predecibles mediante reacción con moléculas de trazas de gas de una muestra. La muestra puede hacerse reaccionar con diferentes especies de iones reactivos y los resultados pueden ser comparados para confirmar la presencia de especies particulares de iones de producto. Los reactivos que producen especies diferentes de iones reactivos pueden tener potenciales de ionización por encima y por debajo del potencial de ionización de las moléculas de las trazas de gas esperadas.

La Patente de los Estados Unidos núm. 3.624.389 concedida a Cohen et al. el 30 de Noviembre de 1971, está dirigida a un aparato y a métodos para clasificar y detectar trazas de gases que se someten a reacciones de ion-molécula. Los iones positivos o negativos de las trazas de gas se forman mediante reacciones de ion-molécula entre las moléculas de las trazas de gas y los iones primarios procedentes de otro gas. Los iones se clasifican de acuerdo con su velocidad en una corriente de gas mientras se someten a un campo eléctrico de deriva.

La Patente de los Estados Unidos núm. 3.626.180 concedida a Carroll et al. el 7 de Diciembre de 1971, está dirigida a un aparato y a métodos para clasificar y detectar trazas de gases que se someten a reacciones de ion-molécula, siendo las trazas de iones formadas en un medio gaseoso reactivo y siendo analizadas en un medio gaseoso no reactivo. Los iones se clasifican de acuerdo con su velocidad en un campo eléctrico de deriva.

La Patente de los Estados Unidos núm. 3.626.182 concedida a Cohen el 7 de Diciembre de 1971, y está dirigida a un aparato y un método para clasificar y detectar iones en una celda de deriva, estando los campos eléctricos aplicados a diferentes regiones de la celda controlados en momentos apropiados para asegurar la rápida extracción de los iones desde la región de reacción hasta una región de análisis, el agrupamiento de los iones en la región de análisis, y a continuación la separación de los iones agrupados de acuerdo con la velocidad de deriva iónica, y la detección de las especies de iones separados.

La Patente de los Estados Unidos núm. 3.629.574 concedida a Carroll el 21 de Diciembre de 1971, trata de un proceso en el que los electrones se separan de los iones sometiendo estas partículas cargadas a un campo de deriva para provocar que se muevan desde una primera región hacia una segunda región y mediante interposición de un filtro de electrones en el campo de deriva entre dichas regiones, comprendiendo el filtro un par de miembros de rejilla a los que se aplican tensiones alternas de alta frecuencia. Este principio se aplica a un detector de captura de electrones y a un dispositivo que separa y detecta iones de acuerdo con su movilidad.

La Patente de los Estados Unidos núm. 3.697.748 concedida a Cohen el 10 de Octubre de 1972, está dirigida a un proceso en el que se ha mejorado el tiempo de respuesta del aparato de celda de deriva para medición de trazas de gases, calentando las paredes de la celda de deriva y/o la entrada de muestra para reducir la acumulación de sustancias de muestra. También se describen filtros calientes y estructuras de electrodos con trayectorias tortuosas de los gases.

La Patente de los Estados Unidos núm. 3.697.749 concedida a Wernlund el 10 de Octubre de 1972, está dirigida a la detección de columnas fuente pequeñas, tal como mediante un instrumento aéreo, en donde los iones formados a partir de las moléculas de una muestra gaseosa y recogidos por el instrumento aéreo se segregan en un campo de deriva, y las señales producidas en respuesta a la detección de los iones segregados se separan en componentes de señal de columna de corta duración y componentes de fondo de larga duración. Los componentes de corta duración se indican con resolución incrementada.

La Patente de los Estados Unidos núm. 3.699.333 concedida a Cohen et al. el 17 de Octubre de 1972, está dirigida a un aparato y un método para clasificar y detectar trazas de gases que se someten a reacciones de ion-molécula. Los iones positivos o negativos de las trazas de gas se forman mediante reacciones de ion-molécula entre las moléculas de las trazas de gas e iones primarios procedentes de otra fuente. Los iones se clasifican mediante ionización selectiva de acuerdo con su velocidad en un campo eléctrico de deriva.

La Patente de los Estados Unidos núm. 3.845.301 concedida a Wernlund el 29 de Octubre de 1974, está dirigida a un proceso en el que se reduce el tiempo de respuesta de cromatografía de plasma mejorando el flujo de gas. Se proporciona una región de reacción de ion-molécula en tándem con una región de deriva de mayor diámetro, y se proporciona una salida de gas en la unión de las regiones. El gas de muestra que fluye a través de la región de reacción de ion-molécula en la región de deriva se redirecciona mediante un contraflujo de gas de deriva a través de la región de deriva, provocando que ambos gases salgan a través de la salida y reduciendo la intrusión del gas de muestra en la región de deriva. Se emplea flujo de gas difuso en ambas regiones, habiéndose previsto estructuras especiales para evitar la formación de un chorro de gas.

La Patente de los Estados Unidos núm. 4.855.595 concedida a Blanchard el 8 de Agosto de 1989, divulga un espectrómetro de movilidad iónica para detectar iones y para facilitar reacciones químicas controladas, que incorpora una entrada para un portador y un gas de muestra, una región de reacción que tiene una fuente de ionización y al menos dos electrodos para generar un campo eléctrico, y una región de deriva que tiene al menos dos electrodos para generar un campo eléctrico entre los mismos, en donde cada electrodo está conectado a una fuente de alimentación para disponer un determinado potencial sobre el electrodo, y en donde cada fuente de alimentación está controlada por un controlador de campo eléctrico para proporcionar una secuencia de potenciales

sobre cada electrodo en la región de reacción y en la región de deriva para controlar el movimiento y la posición de iones en la región de deriva. La invención reivindica superar el problema de la sensibilidad de detección, la selectividad de detección y la resolución entre iones de movilidad similar; sin embargo, no se enseña ni se describe la habilitación de un sistema sin rejilla.

En un documento publicado con posterioridad titulado "Espectrómetro de Movilidad de Inyección de Iones Usando Barreras de Gradiente de Campo", es decir, Pozos de Iones (Blanchard et al., IJMS 5(2002)3, Pp. 15-18), se divulga un sistema sin rejilla. Blanchard necesita usar un sistema de doble zona para crear un "Pozo de disparo" y un "Pozo de almacenaje", los cuales deben manipular las tensiones en dos anillos con el fin de proporcionar un depósito de iones.

Estas divulgaciones ilustran además la incapacidad de expertos, tal como es Blanchard y sus colegas, para reducir constructivamente o realmente la puesta en práctica de un dispositivo de IMS miniaturizado que tenga una sensibilidad y un rendimiento altamente incrementados para la detección de trazas químicas, en particular los productos químicos de peso molecular relativamente alto y de baja presión de vapor.

La Patente de los Estados Unidos núm. 5.162.652 concedida a Cohen et al. el 10 de Noviembre de 1992, está dirigida a un aparato y un método para la detección y la identificación de la presencia de moléculas seleccionadas, típicamente tóxicas o de contrabando ubicadas en el interior de equipajes herméticos y similares, y comprende someter el equipaje seleccionado a un proceso en el que una porción de la atmósfera encerrada en el interior del equipaje se extrae y se combina con la atmósfera circundante en una cámara cerrada. La muestra combinada, extraída, se hace pasar a un colector, típicamente un adsorbedor de moléculas, el cual concentra las moléculas elegidas mediante recopilación sobre una superficie de recolección. Tras la finalización de un período de recolección, las moléculas adsorbidas se liberan desde la superficie y se hacen pasar a un identificador, tal como un espectrómetro de movilidad iónica. Con el uso de elementos de recogida y valvulería apropiados, se puede realizar un análisis, de forma rápida y precisa para un gran número de artículos de equipaje o similares sometidos a examen.

La Patente de los Estados Unidos núm. 5.200.614 concedida a Jenkins el 6 de Abril de 1993, describe un espectrómetro de movilidad iónica que emplea un proceso de captura de electrones. Una corriente del gas de muestra se irradia para producir iones positivos y electrones en una cámara de ionización. Se emplea un electrodo de rejilla abierta en la cámara de ionización para mantener un espacio libre de campos que pretende permitir la formación de una población de iones en la cámara de ionización. Sin embargo, se genera periódicamente un campo eléctrico a través de la cámara de ionización durante períodos de menos de un milisegundo para provocar que la mayor parte de los iones de una polaridad en la cámara de ionización sean barridos hacia fuera y hacia una cámara de deriva. Los iones de polaridad opuesta se descargan sobre las paredes de la cámara de ionización. Los iones que entran en la cámara de deriva se desplazan a velocidades dependientes de su carga y masa respectivas. Se proporciona un electrodo de colector para recoger secuencialmente iones de masa diferente, y la corriente de iones recogidos se transmite a un medio de procesamiento de señal para medir la intensidad y los tiempos de llegada para los iones recogidos. Se puede mantener un potencial entre la cámara de deriva y la cámara de ionización para impedir que los iones se desplacen hacia abajo en la cámara de deriva. Sin embargo, este potencial entre la cámara de deriva y la cámara de ionización puede ser conmutado periódicamente, de manera síncrona con la generación del campo a través de la cámara de ionización, para permitir que los iones pasen a la cámara de deriva durante la conmutación.

La Patente de los Estados Unidos núm. 5.457.316 concedida a Cohen et al. el 10 de Octubre de 1995, se refiere a un aparato sensor de espectrómetro de movilidad iónica que está encerrado en un alojamiento separado herméticamente sellado, que utiliza un gas de deriva para la determinación de trazas contaminantes en un gas portador, que incluye un contenedor para un gas de muestra que contiene un analito cuya concentración debe ser determinada, medios para purificar el gas de muestra para producir el gas portador a partir del mismo, estando los medios de purificación conectados herméticamente desde el contenedor a través de un conducto metálico, una fuente para el gas de deriva purificado que puede ser el mismo o diferente del gas portador, un sensor de espectrómetro de movilidad iónica que tiene una entrada del gas portador y una entrada de gas de deriva y una salida de gas, estando el sensor de espectrómetro de movilidad iónica conectado herméticamente por medio de un conducto metálico desde los medios de purificación y desde la fuente del gas de deriva, una trampa de retrodifusión que está conectada herméticamente desde la salida de gas, y un lector de señal que está conectado eléctricamente, y herméticamente, desde el sensor de espectrómetro de movilidad iónica para detectar eléctricamente y mostrar señales obtenidas en el sensor.

La Patente de los Estados Unidos núm. 6.606.899 concedida a Ketkar et al. el 19 de Agosto de 2003, describe un dispositivo para medir una concentración total de impurezas en un gas de muestra, que incluye un alojamiento que tiene una entrada para permitir que el gas de muestra entre en el alojamiento, un emisor para generar iones a partir del gas de muestra, un gradiente de campo para acelerar los iones hacia un colector, estando el colector adaptado para medir el total de iones, y una salida para permitir que el gas de muestra salga del alojamiento, de modo que un cambio en el total de iones recibidos por el colector indica un cambio en la concentración total de impurezas en el gas de muestra.

La Patente de los Estados Unidos núm. 6.924.479 concedida a Blanchard el 2 de Agosto de 2005, está dirigida a la inyección de iones en un aparato de tubo de deriva para espectrometría de movilidad sin obturadores de iones, tal como el Bradbury-Nelson o diseños similares comunes a dichos tubos de deriva. En cambio, los iones se hicieron pasar entre la fuente de iones y la región de deriva usando gradientes de campo eléctrico dependientes del tiempo que actúan como barreras de iones entre anillos de deriva ordinarios. Los beneficios de este diseño son la simplicidad y la robustez mecánica. La técnica de inyección de iones acumula dinámicamente los iones con anterioridad a su liberación hacia la región de deriva del aparato en vez de destruir los iones creados entre pulsos de rejilla obturadora, como lo hace el método de Bradbury-Nelson. La invención proporciona, no solo mejoras estructurales sobre los aparatos de tubo de deriva bien conocidos, sino que también reivindica la provisión de métodos inventivos para operar un aparato de tubo de deriva para conseguir una eficacia máxima de inyección de analito y mejorar la sensibilidad a la detección iónica. Mejorar la sensibilidad de detección iónica de los tubos de deriva tiene aplicación experimental práctica. La incorporación del aparato de la invención en un detector de humo es una aplicación práctica adicional de la invención.

La Patente de los Estados Unidos núm. 6.828.795 concedida a KrasnobaeV et al. el 7 de Diciembre de 2004, está dirigida a un sistema de detección de explosivos que detecta la presencia de trazas moleculares en el aire. La sensibilidad de tales instrumentos depende de la concentración del gas objetivo en la muestra. La eficacia de muestreo puede ser mejorada considerablemente cuando el objeto del objetivo se calienta, incluso solamente en unos pocos grados. Una emisión directa de fotones, típicamente infrarroja o de luz visible, puede ser usada para incrementar significativamente la emisión de vapor. La sensibilidad de tales instrumentos depende también del método de muestreo de gas utilizado. Una tobera de muestreo ciclónico puede mejorar considerablemente la eficacia del muestreo, en particular cuando se necesita realizar el muestreo a una distancia de la admisión de aire.

Lo que se echa de menos en la técnica anterior es una enseñanza de una combinación de componentes que actúen de manera conjunta para proporcionar un dispositivo de IMS portátil miniaturizado que tenga sensibilidad y rendimiento incrementados para la detección de trazas de productos químicos. Así, si se pudiera producir un Espectrómetro de Movilidad Iónica (IMS) altamente sensible y miniaturizado, con rendimiento demostrado a temperatura elevada, se podría cumplir una necesidad sentida desde hace mucho tiempo en la técnica.

El documento Baumbach J I et al., "Espectrometría de Movilidad Iónica: Llegar al Sitio y Moverse Más Allá de un Perfil Bajo", Espectroscopia Aplicada, Vol. 53, núm. 9, Septiembre de 1999, páginas 338A-355A, divulga información adicional de antecedentes con relación a la espectrometría de movilidad iónica, que incluye el uso de una forma de onda rectangular de baja tensión para pulsar un opto-aislador para excitar transistores de salida a alta tensión para controlar la diferencia de potencial de un par de alambres que actúan como obturador iónico.

El documento US 2004/245452 A1, el cual se considera que representa la técnica anterior más cercana, divulga un espectrómetro de movilidad iónica según se define en la porción precaracterizadora de la reivindicación 1.

## Sumario de la invención

La presente invención proporciona un espectrómetro de movilidad iónica según se define en la reivindicación 1. Las características opcionales adicionales se definen en las reivindicaciones dependientes.

Utilizando la combinación de un único circuito de control electrónico de inyección de iones junto con una construcción de celda de deriva diseñada de manera particular, el espectrómetro de movilidad iónica que se describe en la presente memoria consigue niveles incrementados de sensibilidad, mientras que consigue reducciones significativas de tamaño y peso. El presente IMS es de un diseño mucho más simple y fácil de fabricar, robusto y cerrado herméticamente, capaz de operar a altas temperaturas de hasta al menos 250 °C, y es singularmente sensible, en particular a los productos químicos explosivos.

Se consigue un depósito único de iones en el que los iones se recolectan temporalmente con anterioridad a su inyección en la región de deriva del IMS. Esta característica incrementa la población de iones muestreada, permitiendo más tiempo de reacción entre los iones reactivos y las moléculas de la muestra, incrementando de ese modo el parámetro de señal-ruído de los productos químicos de muestra. Esta característica única permite una mejor sensibilidad mientras que permite geometrías de diseño más pequeñas que producen un dispositivo relativamente pequeño.

Con el fin de conseguir un depósito de iones eficiente, se proporciona un circuito de control electrónico de inyección de iones innovador que es mucho más simple que los diseños actuales para IMS. Este circuito opera fuera de un pulso de temporización de activación de baja tensión que dispara un opto-aislador. Este dispositivo forma parte de un circuito de puente resistivo innovador conectado a un transistor de alta tensión. El pulso de disparo en el opto-aislador provoca que la tensión en la base del transistor de alta tensión varíe con el pulso. Esto permite que el transistor proporcione un pulso de tensión de onda cuadrada aguda al anillo de control iónico. La gran caída de tensión resultante a partir del pulso provoca que los iones del depósito de iones sean inyectados en la región de deriva del IMS. Entre pulsos, el anillo de control de iones está en una condición de alta tensión que detiene los iones en el depósito de iones. Este circuito, de una manera muy simple y fiable, permite que se realice la conmutación de

la alta tensión (típicamente entre 800 y 1000 voltios), lo que permite el establecimiento del depósito de iones descrito con anterioridad.

Las mejoras descritas con anterioridad producen un beneficio añadido en forma de diseño de IMS sin rejilla.

- 5 Mientras que la mayoría de diseños de IMS actuales se basan en el uso de rejillas de pantalla y control iónico para proporcionar una tensión de control uniforme radialmente a través del tubo de deriva iónica, el circuito de inyección de iones según se ha descrito con anterioridad, opera a tensiones suficientemente altas de modo que se ha encontrado que el uso de esas rejillas es innecesario en la construcción de celda de deriva de IMS única que se describe a continuación. Efectuar una realización que no requiera un diseño de rejilla complicada, simplifica
- 10 considerablemente la construcción del IMS y también elimina virtualmente la captación de ruido microfónico. El circuito de inyección de iones anterior puede ser considerado como una rejilla "virtual" para controlar el movimiento iónico.

- 15 Adicionalmente, en la presente memoria se proporciona una construcción única de celda de deriva de IMS que emplea una construcción hermética que usa anillos de aislamiento cerámicos unidos a anillos metálicos de una aleación ferrosa de níquel-cobalto (tal como Kovar®) mediante un proceso de unión de "metal activo". Este diseño de cerámica-metal permite que la propia construcción de celda sea su propio recinto. En diseños anteriores, la estructura de celda de deriva de IMS estaba encerrada en un alojamiento externo para aislarla del entorno operativo. Puesto que la celda opera a altas tensiones, se deben proporcionar medios algo complicados para aislar
- 20 eléctricamente la celda del recinto. Además, se presentan complejidades en cuanto a la provisión de conexiones de alta tensión a la celda a través del recinto, y para hacer las conexiones de la señal. En el presente diseño, los anillos metálicos se fabrican con lengüetas que se conectan directamente a la placa de control de alta tensión y del electrómetro. El diseño hermético del tubo de deriva permite que este IMS único sea usado en aplicaciones que requieran que no se introduzca ningún contaminante del exterior, tal como para el análisis de gases de ultra alta pureza. También, en virtud del proceso de unión de metal activo que requiere que la estructura de celda sea
- 25 calentada a temperatura cercana a 1000 °C, todos los contaminantes de la estructura de celda que tengan cualesquiera presiones de vapor medibles, son eliminados, de tal modo que en funcionamiento normal la celda no desgasifica y puede ser almacenada durante un largo período de tiempo sin formación de contaminantes procedentes de la lenta desgasificación de los materiales tal como el problema que esto constituye en muchos
- 30 diseños de IMS actuales. Esta novedosa celda puede operar también a temperaturas mucho más altas que los IMS actuales.

- Un recinto de celda especial que proporciona calentamiento a la celda, que aísla la celda caliente de otros componentes del instrumento, y que aísla la celda de señales e interferencias electrónicas espúreas, ha sido
- 35 proporcionado para permitir el montaje real y la operación de la celda de deriva hermética. El calentador es un sándwich de plástico de alta temperatura Kaptan®, que está aislado eléctricamente cuando está en contacto con los anillos de alta tensión de la celda y no afecta al funcionamiento eléctrico de la celda. Ésta es una aplicación novedosa de esta clase de calentador para una celda de IMS, y ha sido posible merced al diseño simplificado de la propia celda. Adicionalmente, el calentador se controla mediante el uso de una fuente de alimentación modulada en anchura de pulso que opera a una alta frecuencia de modo que no haya pulsos del calentador de transmisión de
- 40 pulsos que perturben la señal del IMS. Los pulsos del calentador son una contribución significativa al ruido en los espectros de los dispositivos de IMS convencionales. La celda y el calentador están encapsulados en un material aislante especial de poco peso que está contenido en un alojamiento de plástico. El alojamiento, o bien está recubierto con una pintura resistiva especial o bien está impregnado con metal, de tal modo que el alojamiento funcione como apantallamiento del campo eléctrico que aisle la celda de la señal eléctrica espúrea y de las interferencias externas.
- 45

- Puesto que el concepto de depósito de iones permite la concentración de iones y mayores eficacias de muestreo iónico sobre el diseño de IMS estándar, se puede utilizar una fuente de ionización de americio-241 de bajo nivel, por ejemplo tan bajo como 1 microcurie. Esto tiene una intensidad similar a la de las fuentes de Am-241 empleadas en detectores de humo comerciales, simplificando en gran medida o eliminando los requisitos reglamentarios. Sin embargo, puesto que la celda de IMS requiere altas temperaturas para su fabricación, no resulta apropiado hacer esto con la fuente radiactiva instalada. También, la celda de IMS puede ser fabricada en instalaciones sin licencia, puesto que la presencia de fuentes radiactivas no está permitida en el lugar de la fabricación. Por estas razones, se
- 50 ha ideado un diseño de fuente única y un procedimiento de instalación que permite que la fuente sea fácilmente instalada en una instalación autorizada, después de que el cuerpo de celda del IMS haya sido construido.
- 55

- Por consiguiente, un objetivo principal de la presente invención consiste en proporcionar un espectrómetro de movilidad iónica que consiga niveles incrementados de sensibilidad, mientras se consiguen reducciones significativas de tamaño y de peso. El presente IMS es de diseño mucho más simple y más fácil de fabricar, es decir robusto y sellado herméticamente, capaz de operar a alta temperatura de al menos 250 °C, y es excepcionalmente sensible.
- 60

- Un objetivo adicional de la presente invención consiste en un espectrómetro de movilidad iónica que incorpora un depósito de iones para proporcionar sensibilidad incrementada.
- 65

Otro objetivo más de la presente invención consiste en un circuito electrónico de control de inyección de iones que facilita la conmutación de alta tensión de una manera que permite el establecimiento de un depósito de iones.

Un objetivo más de la invención consiste en proporcionar un espectrómetro de movilidad iónica que sea sin rejilla.

5 Un objetico adicional más de la presente invención consiste en proporcionar una construcción de celda de deriva para un espectrómetro de movilidad iónica que elimine la introducción de contaminantes del exterior y que imposibilite la formación de contaminantes desgasificados internamente.

10 Otros objetos y ventajas de la presente invención se pondrán de relieve a partir de la descripción que sigue, tomada junto con los dibujos que se acompañan, en los que se han definido, a título ilustrativo y de ejemplo, determinadas realizaciones de la presente invención.

15 Los dibujos contenidos en la presente memoria constituyen una parte de la presente descripción e incluyen ejemplos de realización de la presente invención e ilustran varios objetos y características de la misma.

### Breve descripción de las figuras

Figura 1: Diagrama esquemático de funcionamiento de un IMS estándar de la técnica anterior;

20 Figura 2: Diseño típico de circuito de control iónico;

Figura 3: Esquema de diseño de celda de deriva de detección de explosivos;

25 Figura 4: Anillo protector;

Figura 5: Tubo de deriva de prototipo de análisis de gas puro;

30 Figura 6: Ilustra un espectro de iones negativos.

### Descripción detallada de la invención

Descripción general de espectrometría de movilidad iónica, operación y teoría:

35 El IMS, aunque complejo en muchos de sus aspectos, es fácil de describir. En términos generales, se puede considerar como un analizador electrónico, de fase de gas, de presión atmosférica, de trazas químicas, que proporciona sensibilidad de bajos picogramos para muchos productos químicos, con discriminación química basada en movilidad iónica. Estructuralmente, es simplemente un tubo de deriva de campo eléctrico con una fuente ionizante, un medio para inyectar los iones en el tubo de deriva, y un colector de iones que mide eléctricamente los iones. De forma más detallada, es más fácil describir la estructura y la operación de un IMS estándar de la técnica anterior usando un diagrama esquemático, según se expone en la Figura 1.

45 En el modelo estándar de IMS, el tubo de deriva consiste en una serie de anillos cilíndricos apilados aislados entre sí y respecto a masa. Los anillos están conectados entre sí en serie a modo de divisor resistivo de tensión, el cual, cuando se suministra una alta tensión, energiza cada anillo sucesivo del apilamiento a una tensión más baja progresivamente uniforme, estableciendo un gradiente de campo lineal uniforme a lo largo del eje del tubo de deriva. En algunos casos, en vez de anillos apilados, se ha usado un tubo recubierto resistivo de una sola pieza, pero debido a la alta resistencia requerida, en la práctica, éstos son difíciles de fabricar de manera uniforme. La alta tensión se aplica al extremo fuente de la celda; el extremo de colector está próximo al potencial de masa.

50 Normalmente, la celda completa está a, o próxima a, la presión atmosférica. Los vapores de muestra 101 entran en la región 102 de reacción de molécula iónica según se ha mostrado en la Figura 1. En casi todas las configuraciones de un IMS estándar, se utiliza una fuente de ionización 103 de níquel-63 radiactivo. La actividad típica es de 15 milicuries. Se han usado fuentes radiactivas que utilizan tritio o americio-241, así como otras clases de mecanismos de ionización, tal como UV, descarga eléctrica y coronas, rayos X, y láseres de alta energía. La ionización del gas portador que contiene los vapores de muestra 101 da como resultado la formación de determinados iones reactivos dependiendo de la naturaleza del gas. Por ejemplo, en el aire ambiental, los iones positivos formados son inicialmente iones de oxígeno y de nitrógeno molecular, los cuales transfieren rápidamente carga a las moléculas de agua presentes en el aire del ambiente para producir iones agrupados de agua. Los iones negativos formados son principalmente iones de oxígeno molecular. Se producen continuamente iones de ambos signos en el plasma neutro cerca de la fuente radiactiva, que en ausencia de campo eléctrico se recombinan rápidamente a su estado natural. Una vez aplicada la tensión, los iones negativos y positivos se separan. Si se aplica tensión positiva, los iones negativos son empujados hacia el anillo fuente a alta tensión, mientras que los iones positivos son repelidos hacia el tubo de deriva donde siguen el gradiente de campo eléctrico hacia el extremo de colector del tubo de deriva. La aplicación de tensión negativa invierte la situación, y los iones negativos se mueven descendiendo en el tubo de deriva. Los iones positivos agrupados de agua y los iones negativos de oxígeno, se denominan iones reactivos,

puesto que reaccionan fácilmente y de forma muy eficiente con la mayor parte de los constituyentes de la traza en el gas para producir los iones del producto. En la Figura, los iones reactivos han sido identificados como  $R^+$ , y las moléculas de muestra como A, B y C, que se convierten en los iones de producto  $A^+$ ,  $B^+$  y  $C^+$ .

Muchas de las reacciones de moléculas iónicas son muy rápidas y son la razón de la alta sensibilidad de la técnica del IMS. Concentraciones tan bajas como  $10^{-14}$  han sido medidas usando IMS. Desde el punto de vista práctico, se pueden medir niveles de trazas químicas en bajos picogramos ( $10^{-12}$  g) o inferiores. Otra consideración importante consiste en que la respuesta es proporcional al tiempo de reacción. Esto ha sido considerado usualmente como que es el tiempo de deriva del ion reactivo en la región de reacción, y típicamente de solo unos pocos milisegundos.

Todos estos iones así formados se mueven a través de la región de reacción 102 hacia la rejilla obturadora 104. En un IMS estándar, la rejilla obturadora es de tipo Bradbury-Nielsen, que consiste en alambres interdigitados formados a través de un anillo. Los alambres adyacentes están aislados entre sí y normalmente tienen aplicadas pequeñas tensiones polarizadas opuestas. Si, por ejemplo, la rejilla obturadora 104 está a un potencial medio de 2000 V, los dos conjuntos de alambres pueden estar a 1985 V y 2015 V, teniendo una tensión de polarización de +15 V aplicada con relación a la tensión media de la rejilla obturadora. Puesto que los alambres están espaciados de cerca, se establecen campos eléctricos relativamente altos cerca de los alambres radialmente al gradiente de campo del tubo de deriva principal. Los iones que se mueven hasta esta rejilla son atraídos rápidamente hasta un conjunto de alambres, y descargados. De ese modo, la rejilla, en su condición de "cerrada", detiene todos los iones evitando que se muevan más allá en el tubo de deriva. Para "abrir" la rejilla, se eliminan las polarizaciones de tensión en los alambres, y los iones siguen el gradiente de campo del tubo de deriva hacia la región de deriva 105. Existe alguna pérdida de iones debida a los iones que golpean los alambres, por lo que se usan alambres muy finos, que proporcionan a la rejilla típicamente una transparencia óptica del 80% o más. La rejilla se abre a continuación repetitivamente durante cortos intervalos, admitiendo pulsos de los iones mezclados hacia la región de deriva 105. El funcionamiento de la rejilla obturadora 104 opera sobre franjas de tiempo del orden del milisegundo. Típicamente, la rejilla obturadora 104 se abre cada 20 a 50 ms durante alrededor de 0,2 a 0,5 ms. No es necesario decir que la construcción de la rejilla obturadora 104 y del circuito de control requerido es muy compleja, y ha sido históricamente la de mayor dificultad para fabricar y el componente más costoso en los espectrómetros de movilidad iónica. Adicionalmente, los alambres finos, explicados que se han usado, son microfónicamente sensibles, de modo que la rejilla obturadora 104 opera a modo de micrófono acústico, ruido que contribuye a los espectros de movilidad iónica a partir de cualesquiera vibraciones externas.

Volviendo a la Figura, dado que el pulso mezclado de iones desciende por el tubo de deriva, éstos se separan en diferentes especies químicas de iones en base a sus diferentes movilidades en el medio de deriva, típicamente el aire. Normalmente, el aire de la región de deriva 105 se mueve en dirección de contracorriente respecto al flujo iónico. El gas de deriva aplaca de manera efectiva las reacciones de ion-molécula que ocurren en la región de reacción 102. Esto permite una separación clara de los picos en la región de deriva 105. Las especies de iones individuales pueden estar pensadas para que se separen cromatográficamente en la "fase estacionaria" del medio de deriva. De ese modo, se ha usado el nombre anterior para IMS, cromatografía de plasma, debido a que se formó un plasma que se separó después cromatográficamente. Mientras que una cromatografía de gas o líquido produce típicamente cromatogramas en minutos, la "cromatografía de plasma" produjo "cromatogramas" en milisegundos. El nombre de espectrometría de movilidad iónica fue adoptado en fase temprana para indicar muchas de las similitudes entre IMS y espectrometría de masas. El IMS puede ser considerado como que es un espectrómetro de masas de tiempo-de-propagación operado a presión atmosférica. El IMS no tiene la resolución de un espectrómetro de masas, pero es mucho menos complejo y en muchas aplicaciones tiene realmente una sensibilidad mayor.

Tanto el peso molecular como la sección transversal iónica (la forma) afectan a la movilidad. Bajo el campo aplicado, los iones están sometidos a miles de colisiones con las moléculas de aire que encuentran, lo que provoca que los iones se muevan a una velocidad final media en oposición a aceleración continua en el campo eléctrico. Dentro de cada pulso de iones, los procesos de difusión provocan que el pulso iónico adquiera una curva de campana o forma semi-gausiana. La llegada de los pulsos individuales al electrodo de colector 107, a través de la rejilla de apertura 106, produce un espectro de tiempo de llegada de iones característico según se ha mostrado en la Figura. El colector 107 es casi siempre de tipo Faraday, y está conectado a un electrómetro rápido que convierte las corrientes iónicas muy pequeñas en tensiones sensibles que pueden ser leídas a continuación en un osciloscopio para ver los espectros. Las modernas técnicas de procesamiento de datos permiten la rápida grabación y visualización de los espectros. Puesto que los espectros se generan tan rápidamente, se acumulan típicamente un número de espectros y de señal promediada para mejorar la relación de señal respecto a ruido. Cincuenta espectros de 20 milisegundos, por ejemplo, producen un espectro promediado cada segundo más o menos, lo que normalmente es más que suficiente para la mayor parte de las aplicaciones.

Operación y ventaja del diseño del depósito de iones:

En el IMS miniaturizado descrito en la presente memoria, se ha adoptado una aproximación diferente para producir e inyectar los iones en la región de deriva. La rejilla obturadora ha sido eliminada, pero el anillo equivalente hacia la misma función teniendo aplicada al mismo una tensión relativamente alta, invirtiendo de ese modo el campo en este punto para detener los iones. El nivel de inversión del campo ha de ser muy alto para que esto se lleve a cabo. El



efecto de hacer esto es el de crear un depósito de iones en el espacio por encima del anillo de alto potencial. Para ver un ejemplo: si se aplican 1000 V a un tubo de deriva de 10 cm de largo, con anillos separados a intervalos de 1 cm, entonces la diferencia de tensión entre cada anillo sería de 100 V. El anillo fuente estaría a 1000 V, el siguiente anillo descendería hasta llegar a 900 V, el siguiente a 800 V, y así sucesivamente, para producir un gradiente de campo uniforme descendiendo por el tubo. Si a continuación, por ejemplo el 5º anillo descendente en vez de estar a 600 V estuviera a 800 V, entonces la secuencia de tensiones de anillo al descender por la celda sería: 1000 V, 900 V, 800 V, 700 V, 800 V, 500 V, 400 V, etc. El 4º anillo que ahora está a 700 V, es un potencial bajo con relación a los anillos de por encima y de por debajo que están a 800 V. Los iones que descienden en el tubo desde la fuente, se detendrán en esta zona de bajo potencial. Sin embargo, la fuente está continuamente produciendo iones que van hacia abajo por el tubo de deriva hasta que encuentran la zona de bajo potencial, donde éstos “se apilan” sobre la parte superior de los iones que ya están allí. De ese modo, los iones se acumulan en este depósito de bajo potencial. La población de iones en el depósito es dinámica ya que el flujo de iones entrantes está eventualmente equilibrado por la pérdida de iones en las paredes del tubo de deriva principalmente mediante difusión. Si la concentración iónica es suficientemente alta, los efectos de carga espacial y de repulsión mutua pueden también limitar la concentración iónica. Se puede demostrar que la difusión opera en franjas de tiempo múltiples de decenas de milisegundo, de modo que si la población iónica se muestrea cada 20 ms o similar, la mayor parte de los iones acumulados están todavía presentes en el depósito. El depósito se muestrea y se inyecta en la región de deriva invirtiendo el 5º anillo de potencial más alto, desde 800 V a 600 V, lo que restablece entonces el gradiente de campo uniforme al descender por el tubo de deriva. Los iones mezclados en el depósito se mueven a continuación hacia la región de deriva y se separan en picos de iones individuales según se ha descrito anteriormente para el IMS estándar. La tensión de la celda se mantiene uniforme durante un tipo suficiente para permitir que todos los iones del depósito se muevan más allá del 5º anillo hacia la región de deriva de la celda. En la práctica, el tiempo es de 1 a 5 ms. A continuación, se aplica de nuevo el potencial más alto al 5º anillo, y el proceso se repite. Típicamente, el depósito se muestrea cada 20 ms, lo que proporciona tiempo suficiente para que sean medidos todos los picos de iones.

La técnica del depósito de iones tiene un número de consecuencias importantes además de proporcionar una alternativa a la técnica de rejilla obturadora estándar. En el IMS estándar, la rejilla obturadora se abre solamente durante típicamente el 1% del tiempo. Esto significa que solamente el 1% de los iones que se generan en la fuente son realmente muestreados. El 99% se pierden. También, el tiempo de reacción para la producción de iones de muestra es el tiempo relativamente corto que toma un ion reactivo para atravesar la longitud de la región de reacción. Con el depósito de iones, se encuentran disponibles un número de iones proporcionalmente mucho mayor para ser medidos. Teóricamente, esto podría ser del 100%, pero en la actualidad las pérdidas en el depósito reducen este número. Adicionalmente, puesto que los iones residen en el depósito entre intervalos de muestreo, el ion reactivo tiene más tiempo para reaccionar con las moléculas de muestra. Ambos efectos mencionados incrementan la sensibilidad de esta técnica respecto a cualquier nivel dado de productos químicos de muestra frente al modelo estándar.

El incremento del número de iones muestreados no conduce normalmente a un gran incremento de la sensibilidad del IMS debido a dos factores: la mejora de la relación señal-ruido no es normalmente proporcional al número incrementado de iones muestreados, y para las fuentes de níquel-63 relativamente energéticas utilizadas, los efectos repulsivos de carga espacial pueden limitar la capacidad para concentrar apreciablemente iones en el depósito. Sin embargo, la capacidad de utilizar el depósito de iones no permite el uso de una fuente menos energética. En el trabajo de prototipo, se usó una fuente de americio-241 de 0,9 microcuries con resultados excelentes. En el IMS miniaturizado divulgado en la presente memoria, por razones mecánicas, se usó una fuente de americio-241 de 20 microcuries. Las intensidades de pico observadas al utilizar esta fuente con el depósito de iones son equivalentes a, o mejores que, las observadas en un IMS estándar que use 15 microcuries de níquel-63, teniendo casi 1000 veces la actividad.

También, debido a los tiempos de reacción más largos disponibles, la longitud de la región de reacción puede ser reducida considerablemente, y el tubo de deriva miniaturizado en su totalidad. El volumen del presente IMS es de aproximadamente el 5% de un IMS estándar, con una reducción concomitante de peso, también. Los volúmenes más pequeños tienen ventajas de medición prácticas, debido a que se utiliza menos gas para operar y clarificar el tubo de deriva. El uso del depósito de iones simplifica también considerablemente la electrónica de control.

Descripción del circuito electrónico de control de inyección de iones:

El circuito electrónico de control de inyección de iones útil en el IMS divulgado en la presente memoria, ha sido ilustrado en la Figura 2. El funcionamiento de este circuito está controlado por un pulso 202 de temporización de disparo de baja tensión según se muestra en la Figura. Este pulso de disparo puede ser generado externamente de una multiplicidad de formas, tal como a partir de un circuito de disparo o a partir de un pulso generado por ordenador. El pulso de disparo deberá tener la forma de una onda cuadrada con una amplitud de +5 V a +15 V, un período de repetición de 10-50 ms típicamente, y una anchura de pulso de 1-20 ms. No obstante, con el fin de generar picos apropiados en el IMS desde el depósito de iones, se ha demostrado experimentalmente que la anchura de pulso requerida es de 1 a 5 ms de duración.

La organización de un circuito de control de iones genérico conforme a nuestro diseño, puede ser apreciada en la Figura 2. En este circuito particular, la alta tensión se suministra desde una fuente de alimentación de +1500 V. Existen tres patillas procedentes de la fuente de alimentación de +1500 V. Cada patilla tiene su propia trayectoria hasta las masas representadas. Las patillas marcadas con etiquetas de tensiones de +903 voltios y +1100 voltios están separadas debido a la acción de Q2, un transistor PNP de alta tensión, y del diodo D1. Puesto que la patilla con los valores de tensión en *italicas* solamente contacta con la patilla de +1100 voltios en la base de Q2, ésta tiene también una masa independiente. Considerando en primer lugar la situación en la que ambos Q1 y Q2 están abiertos, entonces se aplican las etiquetas de tensión de +1100 voltios en *italicas* y +903 V. En esta situación, las trayectorias de la tensión son relativamente simples. La patilla de +1100 V de la izquierda tiene un valor de resistencia total de 15 megohmios. La patilla del centro en *italicas*, tiene un valor de resistencia de 16 megohmios. La patilla de la derecha de +903 V tiene una resistencia de total de 15,07 megohmios, debido al efecto del resistor de 200 megohmios y del resistor de 9,5 megohmios que está en paralelo cuando Q2 está abierto. Las tensiones calculadas en varios puntos del circuito han sido mostradas en la Figura. Por ejemplo, el resistor de 4 megohmios en la parte superior de la patilla izquierda que proviene de la fuente de alimentación de 1500 V, proporciona entonces una caída de tensión de 400 V ( $4 / 15 = 0,26667$ ,  $\times 1500 \text{ V} = 400 \text{ V}$ ), estableciendo la tensión bajo este resistor en +1100 V, según se ha mostrado. Ésta es la tensión alimentada al emisor del transistor Q2. Puesto que, en esta condición, la base de Q2 está a +1125, y es mayor que la tensión del emisor de +1100 V, Q2 está en condición abierta (base más positiva). Cuando Q2 está abierto, la tensión en el anillo de control a través del diodo D1 se calcula de modo que sea +903 V. Ésta es la posición abierta para el anillo de control iónico, que permite que los iones pasen hacia la región de deriva de la celda. Esta condición se mantiene durante el pulso de disparo de 1 a 5 ms para Q1.

Q es un opto-aislador de alta tensión. La acción del pulso de disparo de baja tensión abre o cierra Q1 respecto al paso de corriente. Cuando Q1 se cierra, entonces existe una trayectoria de resistencia en paralelo formada sobre la patilla en *italicas*. Ahora hay 5 megohmios en paralelo con 5,121 megohmios (despreciando la resistencia de Q1). Esto produce una resistencia equivalente para las dos ramas juntas de 2,53 megohmios. De ese modo, la resistencia total de la patilla en *italicas* cae de 16 megohmios a: 4 megohmios + 2,53 megohmios + 7 megohmios = 13,53 megohmios. Ahora, el resistor de 4 megohmios en la parte superior de esta patilla proporciona un porcentaje mayor de caída de tensión desde la alimentación de +1500 V con la resistencia total reducida a 13,53 megohmios. Esta caída de tensión es de 444 V, lo que establece la tensión bajo este resistor de 4 megohmios en +1056 V según se ha indicado mediante los valores de tensión en **negrita**. Puesto que la tensión suministrada a la base de Q2 en estas condiciones, de +1056 V, es ahora menor que la tensión de emisor de +1100 V, Q2 se cierra, lo que proporciona una trayectoria de tensión alternativa para el anillo de control iónico. El resistor de 200 megohmios está ahora en paralelo con el resistor de 11 megohmios en la patilla de la izquierda, lo que establece la tensión en el anillo de control iónico en +1084 V, según se ha representado. El diodo D1 impide la comunicación con los 903 V de esta patilla, aislando esta tensión del anillo de control iónico y permitiendo un funcionamiento apropiado del circuito. La tensión del anillo de control varía entre 903 V (abierto a los iones) y 1084 V (cerrado a los iones) con la actuación del pulso de disparo.

Por lo tanto, según se ha descrito con anterioridad, el circuito, por medio de las acciones del pulso de temporización de disparo de baja tensión, del opto-aislador de alta tensión y del circuito de puente resistivo conectado al transistor de alta tensión, permite que este transistor proporcione un pulso de tensión de onda cuadrada aguda al anillo de control iónico. La gran caída de tensión a partir del pulso, provoca que los iones del depósito de iones sean inyectados en la región de deriva del IMS. Entre pulsos, el anillo de control iónico está en una condición de alta tensión que detiene los iones en el depósito de iones. El circuito, de una manera muy simple y fiable, permite que se realice conmutación de alta tensión (en este ejemplo, entre +903 V y 1084 V), lo que efectivamente permite el establecimiento de un depósito de iones, lo cual no era posible con anterioridad siguiendo las enseñanzas de la técnica anterior, por ejemplo de la Patente U.S. núm. 4.855.595 de Blanchard.

El resistor de 121 kilo-ohmios en serie con Q1, se utiliza para protegerlo de las altas corrientes, permitiendo una caída de tensión de solamente 7 V. La corriente a través de Q1 se calcula como  $1500 \text{ V} / 13,53 \text{ megohmios} = 110 \text{ microamperios}$ . La corriente a través de Q2 cerrado y bajo los 200 megohmios a tierra, es de solamente 5,7 microamperios. Estas bajas corrientes permiten también que se usen componentes miniaturizados de tecnología de montaje superficial, SMT, reduciendo considerablemente el coste de producción de este circuito. Q1 no puede ser usado en sí mismo para establecer las tensiones en el anillo de control iónico, debido a que este componente solo no puede proporcionar la forma de pico del pulso de alta tensión apropiado. También puede ser que debido a las diferencias de tensión relativamente grandes requeridas, los límites de tensión y de corriente de los opto-aisladores miniatura estén próximos a ser excedidos. El opto-aislador proporciona los pocos milisegundos de estado quiescente que necesita la base de los transistores para establecer el tiempo. También ayuda a alargar la vida de los transistores de conmutación, así como proporciona aislamiento entre los pulsos de disparo de alta tensión y de baja tensión. El circuito según se describe en la presente memoria, permite solamente un pequeño cambio de tensión de 69 V en la base del transistor para realizar un cambio de tensión de 181 V en el anillo de control iónico. El circuito descrito puede ser fácilmente conmutado a circuito de tensión negativa cambiando el transistor de PNP a NPN, e invirtiendo la dirección del diodo D1.

Todos los valores de resistor y tensiones usados pueden ser cambiados en alguna medida para optimizar el

rendimiento en cualquier aplicación de análisis dada, pero los esenciales de este circuito permanecen sin cambio. Además, se puede añadir un resistor de 1 megohmio en serie con el resistor de 200 megohmios mostrado en la Figura 2 para proporcionar un punto de prueba de baja tensión para monitorizar las características de tensión reales del anillo de control iónico.

Se han usado varias tensiones para los circuitos de iones positivos dependiendo de la aplicación. Por ejemplo, para el proyecto NASA que opera en helio, los circuitos de control iónico y de divisor de tensión fueron realizados a +345 V y +280 V, respectivamente. Debido al bajo potencial de ruptura del helio, se necesitaron tensiones más bajas a efectos de eliminar posibles formaciones de arco. Los circuitos se comportaron bien bajo estos rangos de voltajes.

Construcción de celda de deriva del IMS:

El conjunto de detección de iones incluye una construcción de celda de deriva de IMS única que emplea una construcción hermética que utiliza anillos aislantes 301 de cerámica (también conocidos como aisladores cerámicos o separadores cerámicos) unidos a anillos metálicos 302 Kovar® (también conocidos como anillos de protección y uno de los cuales es un anillo de control iónico) mediante un proceso de unión de "metal activo". Este proceso se encuentra disponible comercialmente, y el proceso particular usado para la fabricación del prototipo era propiedad del fabricante. Este diseño de cerámica-metal permite que la propia construcción de la celda sea su propio recinto. La Figura 3 muestra una estructura de diseño de prototipo de la celda de deriva de detección de explosivos. También se ha mostrado en la Figura 3 el colector 107, el conjunto de fuente 304, la cerámica de transición 306, el primer tubo de salida 308, la cerámica del tubo de salida 310, y el segundo tubo de salida 312. El proceso de soldadura de metal activo consigue un vínculo permanente entre un metal apropiado, tal como Kovar®, y una cerámica a base de alúmina de alto grado, usando una instalación de cocción. El proceso es relativamente rápido y simple. Se incorporaron un número de innovaciones de diseño en la construcción de la celda de deriva tanto en relación con mejoras de rendimiento como con simplificación de la fabricación. Se comprobó que los anillos Kovar® 302 podían ser estampados para que incluyan una lengüeta 302a para realizar la conexión eléctrica. El diseño de todo esto se ha mostrado en la Figura 4. Esta pieza era muy delgada, con un espesor de solamente 0,79 mm (0,031"). Esto proporcionó tres ventajas. Las piezas delgadas de Kovar® son menos costosas de fabricar, suponen un menor esfuerzo durante el proceso de unión, y pueden proporcionar un campo más uniforme en la celda del IMS. Los anillos de protección metálicos más delgados producen "escalones" más grandes en el gradiente del campo. Estos anillos de protección 302 producen un campo más uniforme. Tener la lengüeta 302a estampada como parte del anillo 302 simplificó considerablemente el montaje de la celda puesto que ya no se requirió soldar las lengüetas sobre los anillos, o soldar por puntos los alambres de conexión. Las lengüetas 302a están diseñadas para ser conectadas directamente a una placa de circuito que contenga la serie de resistencia de purga.

Se determinó que el procedimiento preferido consiste en usar anillos Kovar® 302 y separadores cerámicos 301 con las mismas dimensiones externas. Esto permite que se pueda usar un accesorio simple para construir la celda. Los diámetros de los anillos y separadores podrían ser ahora los mismos puesto que las lengüetas de los anillos permiten que las conexiones eléctricas se realicen con facilidad. Esto hace que la ingeniería de diseño del calentador sea muy fácil debido a que la celda puede ser colocada fácilmente en un bloque calentador aislado que contacte con todas las superficies de la celda para un calentamiento apropiado. La pared interna de cerámica está a una distancia del borde interno del anillo de protección metálico que podría también reducir cualesquiera efectos estáticos sobre el campo de gradiente de tensión.

Las partes de cerámica y de Kovar® se ensamblan verticalmente, pieza a pieza, en una instalación de cocción. El accesorio, que contiene el conjunto todavía sin soldar, se coloca a continuación en un horno a aproximadamente 1000 °C para completar el proceso de soldadura de metal activo. La Figura 5 muestra una versión de la celda de deriva 10 que puede ser usada para análisis de gas puro. Los tapones extremos y los tubos laterales requirieron cuidadosas consideraciones en su diseño para impedir fracturas y contaminación durante el proceso de cocción. Las piezas de tubo extremas fueron diseñadas de modo que tenían un tapón hueco 12 que podía acoplarse a continuación durante una etapa mecanizada sobre el extremo de la pieza extrema 16 cerámica de emparejamiento. De esta manera, la soldadura se realizó sobre el diámetro en vez de sobre el plano. Esto produce esfuerzos de compresión durante la cocción o el enfriamiento, tolerados fácilmente por la cerámica.

Según puede apreciarse en el dibujo de celda de deriva de detección de explosivos mostrada en la Figura 3, el tubo lateral (tubo de salida) fue diseñado para acoplarse sobre una protuberancia formada en un separador cerámico apropiado. Éste fue el separador central 18 como se ha mostrado en la Figura 5, o bien incluía también el separador 306 cercano a la entrada según se muestra en el dibujo de la Figura 3. La protuberancia tenía un escalón en el extremo de modo que se pudiera acoplar en el mismo un talón del Kovar®, de forma similar a los extremos de tubos. Según se ha mostrado en la Figura 5, un tubo de acero inoxidable 20 de 1/8 de pulgada, fue soldado a continuación en el talón 22 del Kovar®. Este diseño proporciona una construcción robusta con la soldadura de latón realizada sobre el diámetro exterior relativamente grande de la protuberancia cerámica.

Los tapones extremos fueron de dos diseños. Un tipo es el mostrado en la Figura 5. Los tapones extremos 12 tienen tubos 14 de acero inoxidable de 1/4 de pulgada soldados sobre los mismos, a los que se pueden soldar accesorios

herméticos al gas (típicamente VCR), con el fin de hacer una celda completamente hermética al gas para análisis de gases de alta pureza. El otro tipo de tapones extremos 320 es el mostrado en el dibujo de la celda de deriva de detección de explosivos (Figura 3). Estos tapones 320 están ahusados para roscas de acoplamiento Swagelok® de 1/8 de pulgada. Un codo de unión Swagelok® de 1/8 de pulgada podría ser roscado a continuación el tapón extremo trasero, y el accesorio de entrada roscado en el tapón de entrada.

Otra característica muy importante del diseño de cerámica-metal es el uso de componentes cerámicos de alta resistencia. El electrómetro y el circuito de detección de iones del presente IMS son sumamente sensibles, estando capacitados para medir femtoamperios. La celda opera a altas tensiones, de modo que corrientes de fugas muy pequeñas a través de los aisladores de la celda pueden ser un gran problema. Se ha calculado que los aisladores cerámicos necesitan proporcionar 10.000 megohmios de resistencia para un comportamiento óptimo.

En diseños anteriores del conjunto de detección de iones, la estructura de la celda de deriva del IMS estaba encerrada en un alojamiento externo para aislarla del entorno de operación. Puesto que la celda está operada con altas tensiones, se han proporcionado medios algo complicados para aislar eléctricamente la celda del recinto. También, se presentan complejidades adicionales en la provisión de conexiones de alta tensión en la celda a través del recinto, y para realizar las conexiones de la señal. Las celdas del IMS son normalmente difíciles de fabricar debido a su complejidad y a los rigurosos requisitos eléctricos y de limpieza de la técnica. La técnica anterior falla en cuanto a mostrar un diseño que sea inherentemente simple, robusto, y limpio como en el caso del diseño divulgado en la presente memoria. Este diseño de cerámica-metal permite que la propia construcción de la celda sea su propio recinto. El diseño hermético del tubo de deriva permite que se use este IMS único para aplicaciones que requieran que no se introduzcan contaminantes externos, tal como para el análisis de gases de ultra alta pureza. También, en virtud del proceso de unión de metal activo, que requiere que la estructura de la celda sea cocida a temperatura próxima a 1000 °C, todos los contaminantes de la estructura de celda que tengan cualesquiera presiones de vapor medibles son eliminados, de modo que durante la operación normal la celda no desgasifique, y pueda ser almacenada durante largos períodos de tiempo sin la formación de contaminantes procedentes de la lenta desgasificación de los materiales como el problema que ocurre en muchos diseños de IMS actuales. Esta novedosa celda puede ser operada también a temperaturas mucho más altas que los actuales IMSs.

Ejemplo ilustrativo:

Diseño de IMS sin rejilla

Puesto que el diámetro de los anillos de protección es solamente de 5,512 mm (0,217 pulgadas) en el diseño miniaturizado, no es necesario que las estructuras de pantalla de rejilla establezcan el campo uniformemente a través del área del anillo normal al flujo de iones. El depósito de iones se establece en el anillo de protección por encima del anillo de control donde el potencial de la tensión es más bajo entre pulsos de control.

Un prototipo del presente diseño de IMS estuvo operado eléctricamente de tal modo que la función de control estuvo operada solamente tres anillos por debajo de la fuente. Esto tuvo el efecto de incrementar la longitud de deriva mediante otros tres anillos de protección y reducir la región de reacción en la misma longitud. Este alargamiento de la región de deriva en aproximadamente un 35% no debe causar teóricamente ninguna pérdida en la corriente iónica, puesto que los iones se están desplazando la misma distancia global, sino que mejorará la resolución de pico. Puesto que el concepto de Mini-Celda emplea al depósito de iones, no se gana mucho por tener una región de reacción muy larga. Las reacciones químicas requeridas de ion reactivo/muestra, ocurrirán en su mayor parte en la región del depósito de iones.

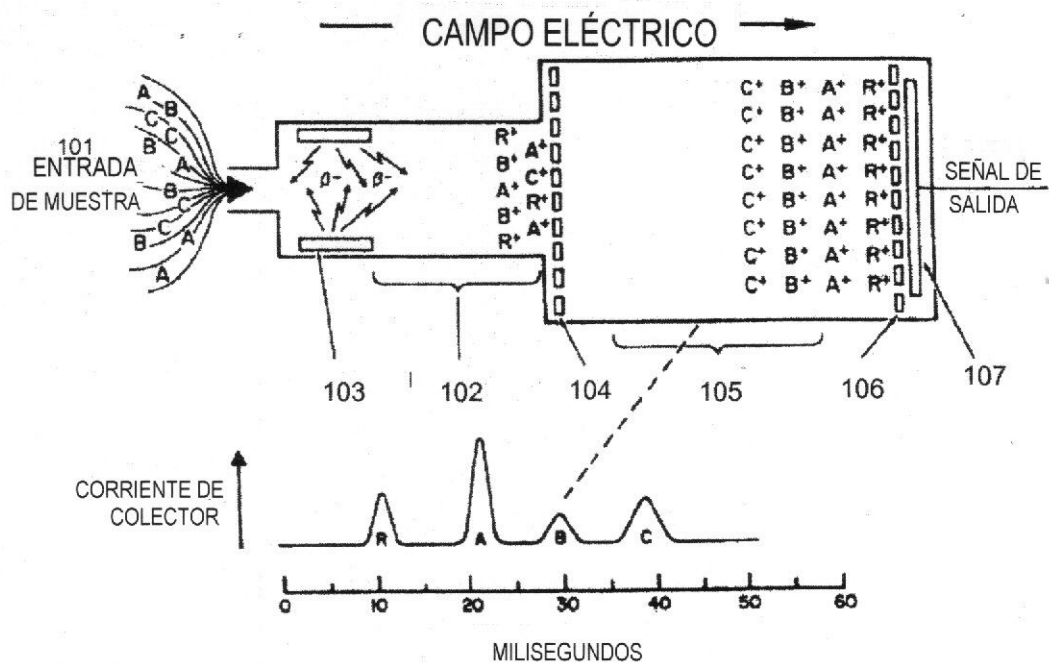
Según se aprecia en la figura 6, un ion reactivo fuerte bien conformado es el único pico evidente en el espectro.

También, eliminar la rejilla de pantalla no afectó negativamente al rendimiento del IMS. Realmente, puesto que la transmisión óptica de una rejilla fue solamente del 61%, el rendimiento real fue mejor, debido a que más iones alcanzaron el colector dando como resultado una mayor amplitud de pico, mejorando de ese modo la relación de señal respecto a ruido. Puesto que la técnica de depósito de iones permitió que el IMS fuera miniaturizado eficazmente, el diámetro interno resultó ser tal que no fueron necesarias las rejillas para establecer un campo uniforme en el radio de la celda. No usar un diseño de rejilla complicado simplifica en gran medida la construcción del IMS y también elimina virtualmente la captación de ruido microfónico. El circuito de inyección de iones puede ser considerado como el uso de una rejilla "virtual" para controlar el movimiento iónico.

tobera y que incluye en ella un depósito de iones en comunicación eléctrica con un circuito electrónico de control de inyección de iones; y una pantalla LCD de visualización, o similar, para la representación de texto de los resultados de salida del procesador de a bordo; por lo que se realiza el muestreo de una corriente gaseosa y se determinan y notifican cualesquiera contaminantes contenidos en ella.

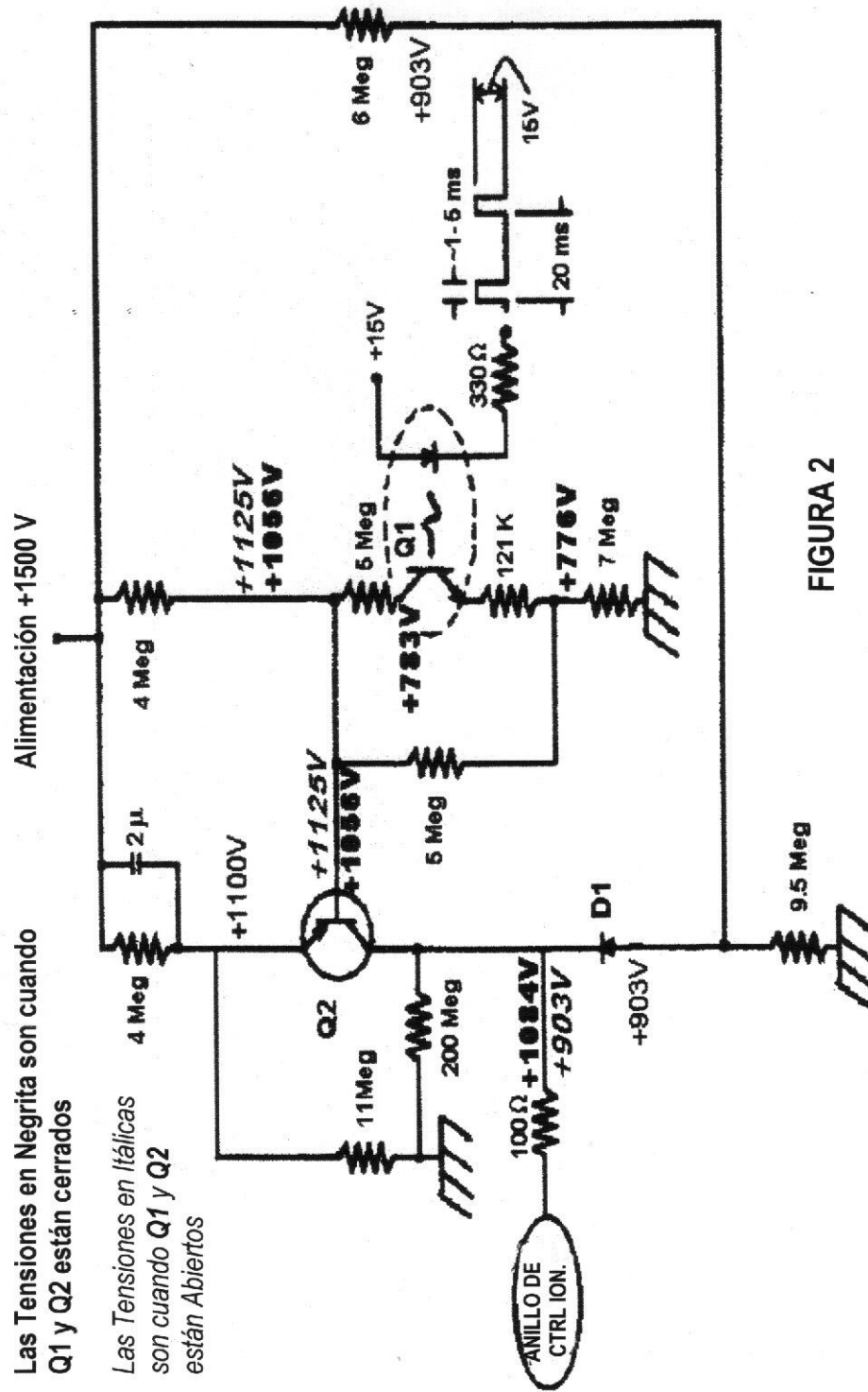
# REIVINDICACIONES

- 1.- Un espectrómetro de movilidad iónica (IMS) que comprende una celda de deriva que tiene una serie de anillos metálicos (302) conectados a tensiones de anillo respectivas para producir un gradiente de campo a lo largo de la celda de deriva, en donde uno de los anillos metálicos es un anillo de control iónico dispuesto para disponer de una tensión aplicada al mismo para producir una inversión de campo en el tubo de deriva (10) para formar con ello un depósito de iones para almacenar iones; caracterizado porque la celda de deriva emplea una construcción de tubo de deriva (10) hermético usando anillos aislantes (301) de cerámica, unidos a los anillos metálicos (302) por medio de un proceso de unión de metal activo, estando los anillos metálicos (302) formados a partir de una aleación ferrosa de níquel y cobalto, proporcionando con ello una construcción de celda auto-cerrada, comprendiendo además el IMS un circuito electrónico de control de inyección de iones que incluye medios para proporcionar un pulso de temporización de disparo de baja tensión efectivo para disparar un opto-aislador (Q1); en donde el circuito electrónico de control de inyección de iones comprende un circuito puente resistivo acoplado eléctricamente a un transistor (Q2); en donde el pulso de temporización de disparo en dicho opto-aislador (Q1) provoca que la tensión en la base del transistor (Q2) varíe con dicho pulso; con lo que dicho transistor (Q2) proporciona un pulso de tensión de onda cuadrada al anillo de control iónico efectivo para producir una caída de tensión resultante que provoca que los iones del depósito de iones sean inyectados en la región de deriva del IMS a lo largo del tubo (10) de deriva iónica.
- 2.- El espectrómetro de movilidad iónica de la reivindicación 1, en donde cada uno de los anillos metálicos (302) están fabricados con una lengüeta (302a) integral para realizar una conexión eléctrica con su tensión respectiva.
- 3.- El espectrómetro de movilidad iónica de la reivindicación 1 ó 2, en donde los diámetros externos de los anillos metálicos (302) y de los anillos aislantes (301) de cerámica son iguales.
- 4.- El espectrómetro de movilidad iónica de la reivindicación 1, 2 ó 3, que comprende además una fuente de ionización de americio 241 de 20 microcuries o menos.



## TÉCNICA ANTERIOR

FIGURA 1



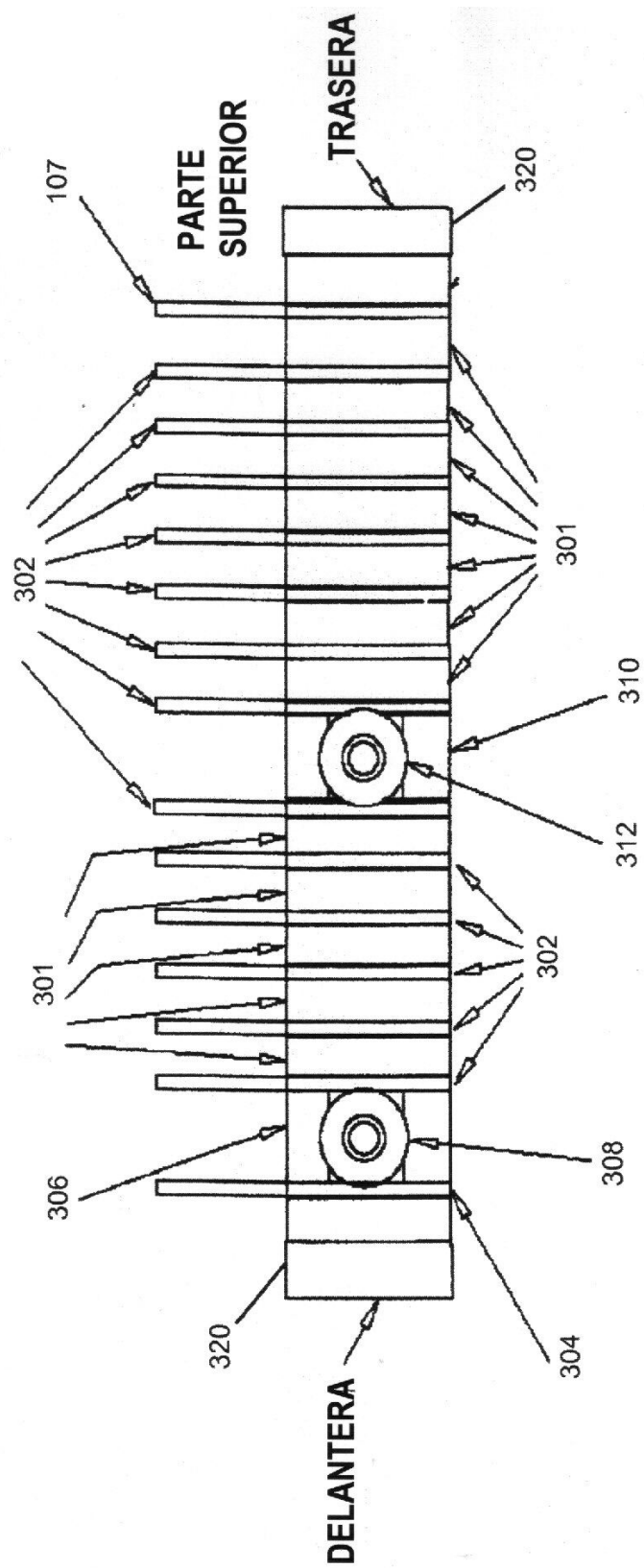
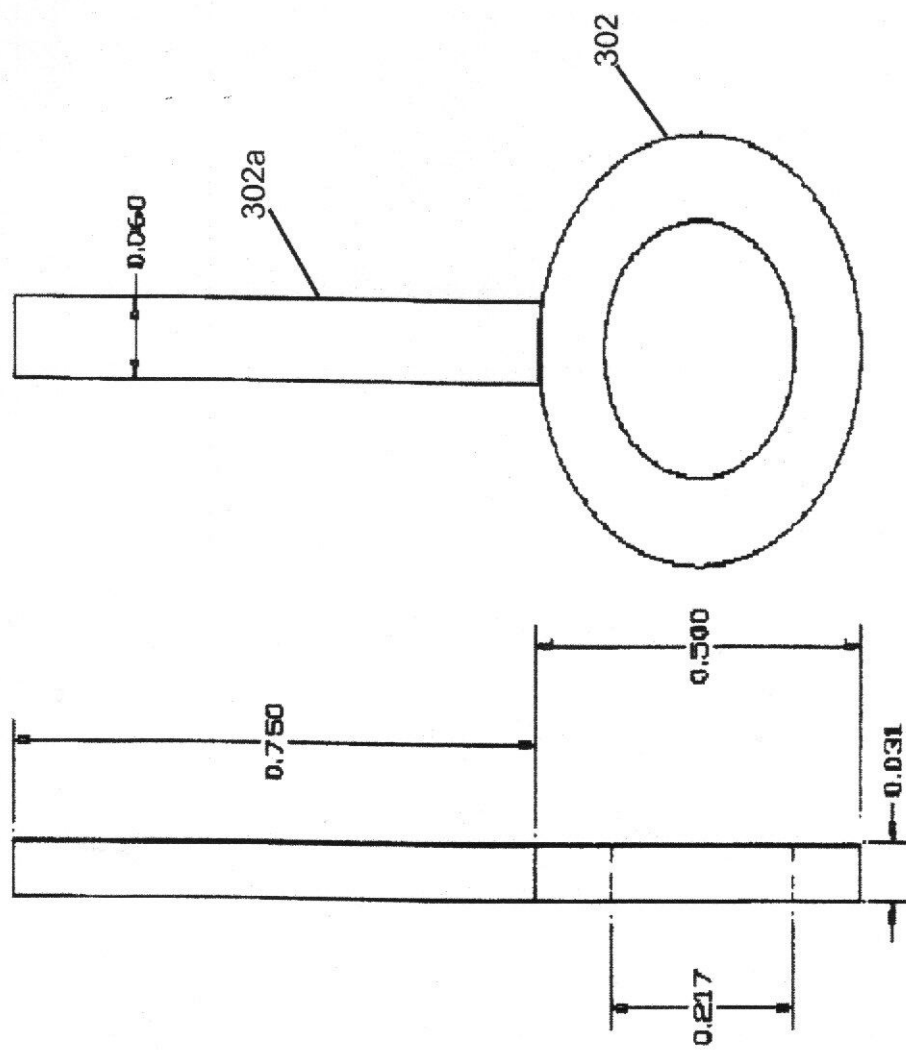
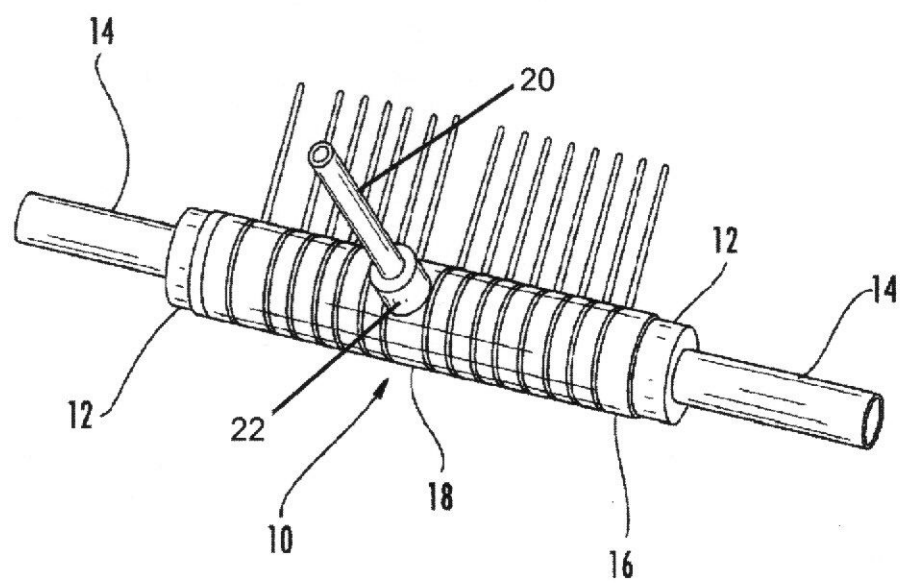


FIGURA 3







**FIG. 5**

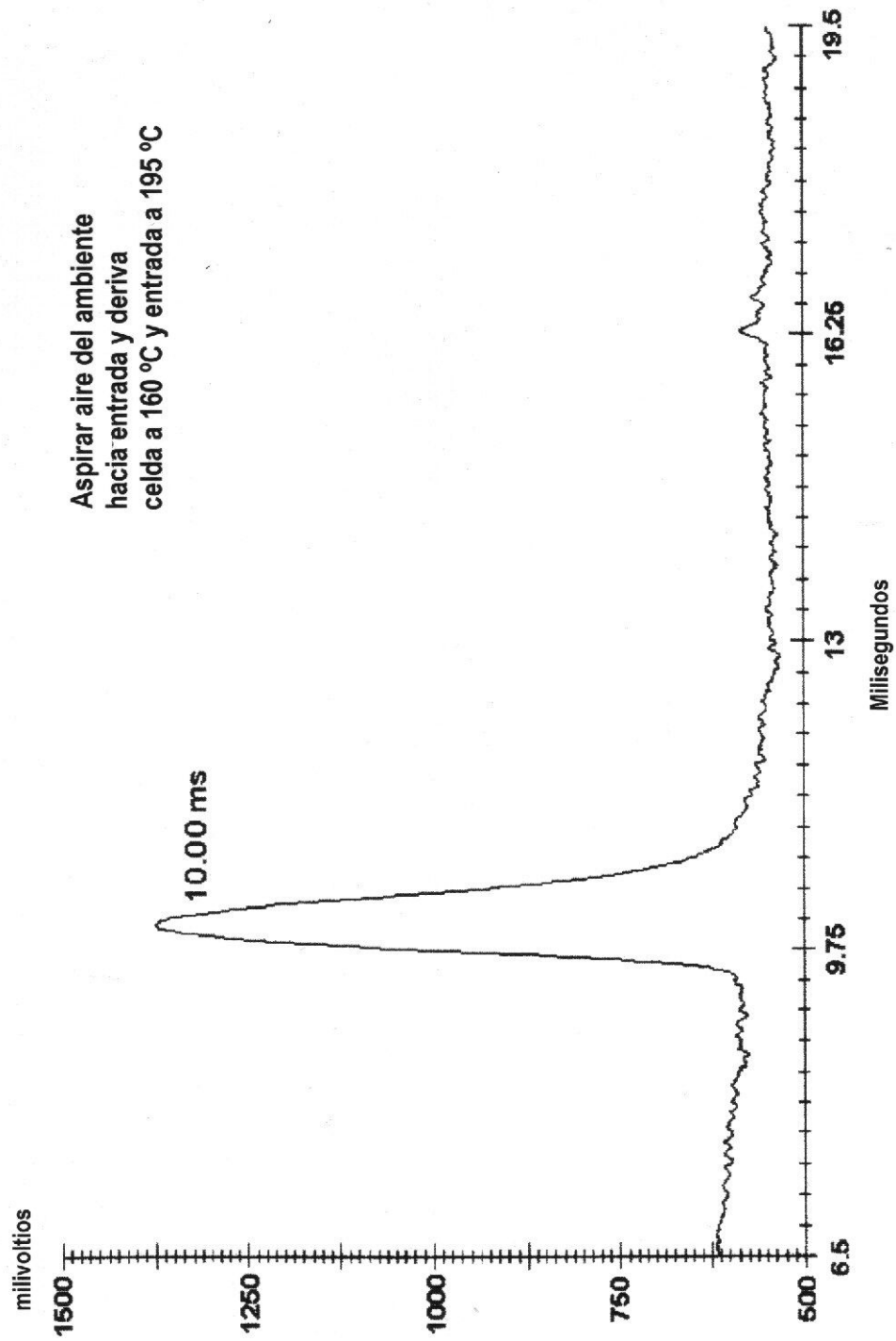


FIGURA 6