Développement d'un spectromètre FTICR transportable associé à une source d'ionisation ambiante pour la détection de composés peu volatils

Joël Lemaire, Clotilde Le Vot, Moussa Bouaziz, Hélène Mestdagh, Pierre Boissel, Gérard Mauclaire, Michel Heninger

▶ **To cite this version:**

Joël Lemaire, Clotilde Le Vot, Moussa Bouaziz, Hélène Mestdagh, Pierre Boissel, et al.. Développement d'un spectromètre FTICR transportable associé à une source d'ionisation ambiante pour la détection de composés peu volatils. 28èmes Journées Françaises de Spectrométrie de Masse (JFSM 2011), Sep 2011, Avignon, France. hal-04217561

HAL Id: hal-04217561
https://hal.science/hal-04217561

Submitted on 25 Sep 2023

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Développement d'un spectromètre FTICR transportable associé à une source d'ionisation ambiante pour la détection de composés peu volatils

J. Lemaire[1], C. Le Vot[1], M. Bouaziz[2], H. Mestdagh[1], P. Boissel[2], G. Mauclaire[2], M. Heninger[2]

1 Laboratoire de Chimie Physique, CNRS UMR 8000, bât 350, Université Paris Sud, 91405 Orsay, France

2 AlyXan, bât 207B, Université Paris Sud, 91405 Orsay, France

Introduction.

La surveillance des gaz présents dans l'air est réalisée en temps réel avec une haute résolution à l'aide d'un petit spectromètre de masse FTICR à aimant permanent. La gamme de masse de l'instrument s'étend de m/z 4 à m/z 500 avec une résolution supérieure à 10 000 sur l'ensemble de ce domaine.

Pour les applications dans le domaine de la sécurité le pouvoir de résolution est particulièrement important puisque des composés de toxicité très différentes peuvent présenter la même masse nominale.

Les applications potentielles couvrent de nombreux domaines : contrôle de l'air dans les lieux accueillant du public, surveillance des environnements confinés,...

Aimant

L'aimant construit pour cette expérience est une structure composée de segments aimantés en Néodyme Fer Bore (NdFeB). Il comprend trois cylindres. Les deux cylindres latéraux sont aimantés radialement, l'un dans la direction du centre et l'autre vers l'extérieur. Et le cylindre central est aimanté axiallement.

Le champ magnétique produit au centre de l'aimant est axial, avec une intensité nominale de 1 Tesla et une homogénéité de 10^{-3}. Ces deux paramètres (champ nominal et homogénéité) sont les éléments clés pour assurer une bonne performance de l'instrument FTICR.

L'évidement intérieur de l'aimant a un diamètre de 50mm et son poids est de 60 kg.

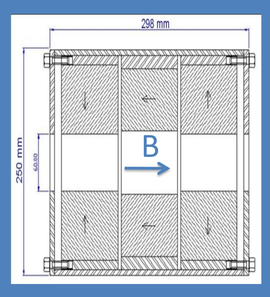
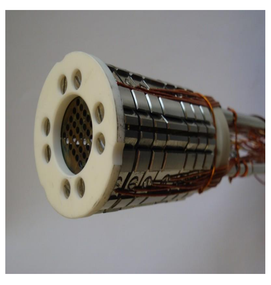


Schéma de l'aimant à configuration axiale. Avec cette géométrie l'analyseur FTICR peut être couplé avec une source externe.

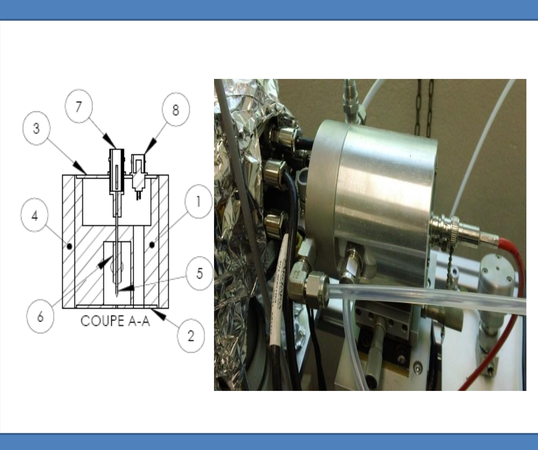
Cellule ICR



La cellule ICR a une géométrie cylindrique et est divisée en sept cylindres, chacun comprenant 4 électrodes. Le cylindre central est utilisé pour l'excitation et la détection des ions et les autres servent à créer le potentiel de piègeage.

Source à pression atmosphérique

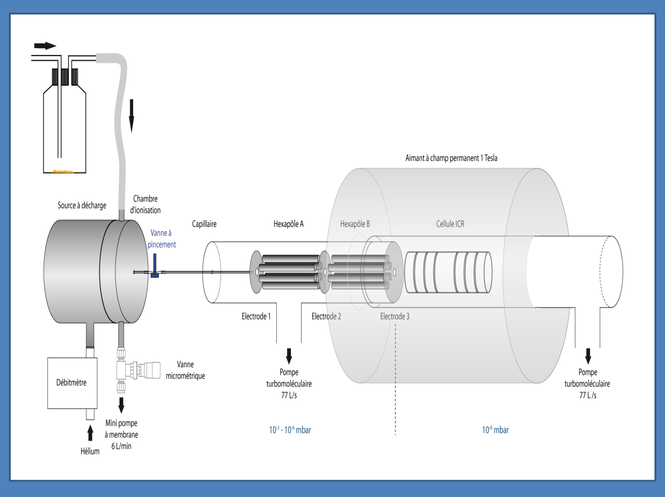
L'ionisation des traces présentes dans l'air est réalisée par réaction avec les espèces excités formées dans une décharge luminescente dans l'hélium. Le flux d'hélium est régulé avec un débitmètre entre 0.2 et 1 l/min. Une haute tension est appliquée à l'électrode centrale en tungstène, de l'ordre de 1000 Volts une fois la décharge établie avec un courant de 45mA.



Ionisation Chimique

Les espèces excitées formées dans la décharge, particulièrement les atomes d'Hélium métastables ionisent les molécules présentes dans l'air et conduisent à la formation d'ions N^+, N_2^+,… En raison de l'humidité de l'air ambiant H_30^+ est formé efficacement et va ioniser les COV présents dans l'air par transfert de proton.

Une petite cellule de réaction est placée à la sortie de la décharge dans laquelle on peut faire circuler de l'air comprenant une proportion de COV bien contrôlée.



Transfert des ions

Le transfert des ions testé ici utilise une introduction par capillaire pulsé du type de celle mise en œuvre dans le groupe de R. G. Cooks[1]. Un système constitué de deux hexapoles est utilisé pour intercepter et accumuler les ions puis réaliser leur transfert vers la cellule ICR. Le dispositif radiofréquence est placé dans une enceinte séparée de celle contenant la cellule ICR.

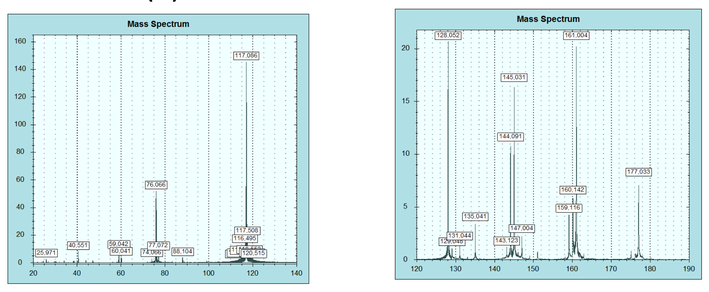
(1) L. Gao, R.G. Cooks, Z. Ouyang, Anal. Chem. 80 (2008) 4026

L'évolution temporelle de la pression dans l'enceinte contenant les hexapoles est suivie avec une jauge Pirani tandis que le courant d'ions transmis est mesuré à l'aide d'un picoampèremètre Keithley 6485.

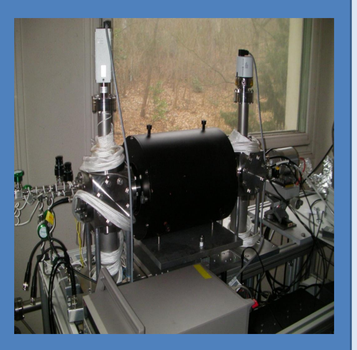
Durant l'injection des ions une tension comprise entre 20 et 40 Volts est appliquée aux électrodes planes placées aux deux extrémités du premier hexapole. On peut ainsi bloquer les ions et les piéger pendant quelques secondes tandis que la pression redescend jusque vers 10^{-6} mbar.

Les ions sont ensuite dirigés vers la cellule ICR en appliquant un champ électrique axial et en abaissant à 0 Volt la tension des électrodes de piégeage d'entrée pendant 50 à 200 µs afin de laisser passer les ions.

(a) (b)



Premiers résultats obtenus en faisant circuler dans la zone de réaction située entre la source et le capillaire d'entrée de l'air contenant des traces d'acétone (a) et de naphtalène (b). Avec les conditions utilisées ici pour la décharge et la zone de réaction on observe pas seulement la molécule protonnée mais également le dimère lié par proton dans le cas de l'acétone et des ions résultant de réactions d'hydroxylation dans le cas du naphtalène.



Conclusions.

Les FTICR à aimant permanent donnent accès à l'analyse en masse haute résolution (>10000 sur la gamme m/z 4-500) et nous avons réalisé ici son couplage avec une technique d'ionisation ambiante.

Remerciements.

Nous remercions Frederic Da Costa pour l'étude et la réalisation mécanique ainsi que l'Agence Nationale de la Recherche pour son soutien financier dans le cadre du projet DIRECT.