



HAL
open science

Développement d'un spectromètre de masse pour la détection en temps réel de composés peu volatils

Clotilde Le Vot, Moussa Bouaziz, Gérard Mauclaire, Pierre Boissel, Cyril
Messenger, Hélène Mestdagh, Joël Lemaire, Michel Héninger

► To cite this version:

Clotilde Le Vot, Moussa Bouaziz, Gérard Mauclaire, Pierre Boissel, Cyril Messenger, et al.. Développement d'un spectromètre de masse pour la détection en temps réel de composés peu volatils. Workshop Interdisciplinaire pour la Sécurité Globale (WISG), Jan 2011, Troyes, France. CD des abstracts. hal-04217592

HAL Id: hal-04217592

<https://hal.science/hal-04217592>

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.

Projet DIRECT

Développement d'un spectromètre de masse pour la détection en temps réel de composés peu volatils.

Clotilde Le Vot¹, Moussa Bouaziz², Gérard Mauclaire², Pierre Boissel², Cyril Messenger², Hélène Mestdagh¹, Joël Lemaire¹, Michel Héninger².

¹LCP, CNRS-Université de Paris Sud 11, bat 350, Centre Universitaire d'Orsay, 91405 Orsay Cedex.

²ALYXAN, Bat 207B, Centre Universitaire d'Orsay, 91405 Orsay Cedex.

Introduction

La surveillance des lieux accueillant un public nombreux comme les salles de spectacles les gares ou les aéroports en analysant les composés présents dans l'air nécessite une grande sensibilité car les composés recherchés peuvent être très peu volatils et une grande résolution pour ne pas confondre des composés courants et inoffensifs et les substances recherchées (toxiques, stupéfiants, explosifs,...)

C'est pourquoi notre projet combine des techniques d'ionisation permettant d'obtenir une grande sensibilité et spectrométrie de masse à transformée de Fourier.



Ionisation chimique

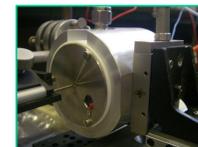
Pour détecter des molécules présentes à l'état de traces il faut utiliser une méthode qui permette de les détecter sélectivement.

La méthode d'ionisation doit mettre en évidence les composés recherchés sans ioniser les constituants principaux de l'air (N₂, O₂, Ar, CH₄) qui sont en quantité beaucoup plus grande et qui satureraient la détection

L'ionisation doit avoir lieu avec peu de fragmentation pour que l'on puisse ensuite utiliser la masse des molécules pour les identifier avec précision.

Source ambiante

La source d'ionisation que nous avons mise en œuvre est une source de type décharge lumineuse dans l'hélium. Un plasma est créé par la décharge dans un flux d'hélium de quelques litres/minute en appliquant une haute tension sur une pointe en tungstène. Les atomes d'hélium métastables créés dans la décharge vont réagir avec l'air pour former des ions primaires O⁺, N⁺, N₂⁺ qui vont réagir avec les molécules d'eau présentes dans l'air pour produire des ions H₃O⁺. Ceux-ci vont ensuite réaliser l'ionisation chimique des composés d'intérêt par transfert de proton.



Spectromètre de masse

L'analyse est réalisée avec un spectromètre de masse de type FT-ICR (« Fourier Transform Ion Cyclotron Resonance ») qui utilise un assemblage d'aimant permanent pour produire le champ magnétique.

Le champ nominal est de 1 Tesla et une cellule ICR cylindrique est placée au centre de l'aimant dans la zone où le champ est le plus homogène. La mesure consiste à déterminer les fréquences de rotation des ions dans le champ magnétique, appelées fréquences cyclotrons. Celles-ci peuvent être obtenues avec une grande précision. Le pouvoir de résolution en masse de l'instrument, défini comme étant le rapport $m/\Delta m$ (masse d'un pic sur le spectre de masse divisé par la largeur à mi hauteur du pic), est supérieur à 10000 pour des masses allant de 10 à 300 (et décroît pour des masses plus élevées).

La précision sur la mesure des masses est essentielle pour identifier les molécules présentes en évitant les confusions entre deux molécules différentes qui pourraient générer de fausses alarmes. La précision que nous obtenons peut même permettre de différencier des molécules de même masse nominale qui diffèrent par leur formule chimique. Le pouvoir de séparation est lui essentiel lorsque de nombreuses molécules sont présentes sur le spectre. Et cela va fréquemment être le cas en condition réelle ou de nombreuses sources d'odeurs sont présentes naturellement et vont se superposer à celles des molécules que l'on cherche à identifier.



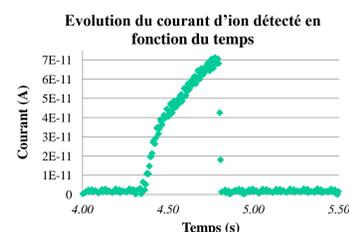
Transfert des ions

Comme les ions sont formés à pression atmosphérique ils faut les transférer dans l'instrument et les faire passer de la pression atmosphérique à une pression de 10⁻⁸ mbar dans la cellule de l'analyseur, soit 11 ordres de grandeur de pression, de la façon la plus efficace possible et sans utiliser des groupes de pompage trop volumineux.

Le dispositif radiofréquence est constitué d'hexapoles et deux configurations sont testées, une constitué de deux hexapoles et une autre permettant d'éviter les effets de temps de vol.

Lors de l'introduction des ions dans le premier hexapole les multiples collisions avec les molécules d'air vont regrouper les ions en paquet au centre de l'hexapole. Puis lors du transfert les ions sont confinés sur l'axe par le champ radiofréquence et le paquet est déplacé vers la cellule d'analyse en utilisant des champ électrique.

Les mesures réalisées montrent qu'un temps d'ouverture de la vanne puisée de quelques centaines de milliseconde est suffisante pour regrouper suffisamment d'ions dans le piège.



Conclusion

Le développement instrumental que nous avons réalisé associe ionisation à pression atmosphérique et spectrométrie de masse haute résolution.

L'ionisation est réalisée dans une post décharge lumineuse et permet par ionisation chimique de révéler les espèces d'intérêt présentes. Celles-ci sont ensuite transférées sous vide, mises en paquet et conduites jusque dans la cellule d'analyse proprement dite par un dispositif radiofréquence.

Le spectre de masse est obtenu par mesure de courant image dans la cellule ICR puis par transformée de Fourier de ce signal. Cette méthode permet d'obtenir un spectre de masse complet toutes les 10 secondes avec une résolution de plus de 10000 sur la gamme de masse visée. La fréquence de répétition est limitée principalement par les temps de repompage des gaz neutres.

La résolution obtenue est essentielle pour les applications dans le domaine de la sécurité. Elle permet de résoudre des composés de formules chimique différentes et de même masse nominale. On évite ainsi les interférences entre les composés recherchés et des composés inoffensifs qui pourraient générer de fausses alarmes..