UN SPECTROMÈTRE DE MASSE DE LABORATOIRE A USAGES MULTIPLES

Par GEORGES PHILBERT,
avec la collaboration technique de RUTH VALENTIN.

SOMMAIRE. — Un spectromètre de masse de laboratoire et d'études est décrit. Il est caractérisé essentiellement par l'emploi de pressions gazeuses relativement élevées (10^{-2} mm) dans le domaine d'ionisation : la possibilité de modifier et de permuter la source d'ions; des facilités spéciales pour l'étude de l'optique ionique. Il est complété par les circuits électriques destinés à son alimentation. Les performances et le pouvoir de résolution sont analogues à ceux des appareils de construction industrielle.

De nombreux types de spectromètres de masse ont été construits, soit dans des laboratoires, soit, en petite série et à des fins commerciales, par des sociétés industrielles. Beaucoup d'entre eux ont des

La résolution d'un problème particulier proposé par l'École Nationale Supérieure des Industries chimiques de Nancy, à savoir la réalisation d'un spectromètre de masse destiné à la détection des radicaux libres intervenant dans les réactions chimiques, a donné l'occasion de construire un appareil de laboratoire qui échappe aux inconvénients mentionnés et pour lequel les caractéristiques suivantes ont été recherchées :

1° possibilité d'adaptation à des domaines de recherches variés, et en particulier à celles exigeant des vitesses de pompage élevées;

2° agencement rendant faciles l'examen et l'emploi dans le travail courant de divers types de sources ioniques;

3° optique conçue de façon à permettre son étude systématique et son utilisation optimum dans chaque cas particulier;

4° autonomie aussi poussée que possible des divers éléments du tube spectrométrique.

Cet appareil est complété par les circuits électriques d'amplification et d'alimentation en tension et en courant nécessaires à son fonctionnement. Le montage de l'ensemble est tel que les principaux avantages d'une construction industrielle ont pu être conservés.

Fig. 1.

caractéristiques qui en font des appareils du plus grand intérêt aussi bien pour la recherche fondamentale que pour la recherche appliquée. Cependant ils présentent en général deux inconvénients : d'une part ils sont conçus dans un but bien déterminé et s'adaptent difficilement à des études se plaçant en marge des préoccupations des utilisateurs habituels; d'autre part ils ne permettent pas de procéder à une expérimentation systématique sur les phénomènes mis en jeu dans leur fonctionnement, qui présentent pourtant une grande importance théorique et pratique et dont la connaissance approfondie peut être nécessaire à l'interprétation correcte de certains résultats.

1. Le tube spectrométrique. — La figure 1 représente le schéma du tube spectrométrique et de ses circuits de pompage. Le tube lui-même comprend trois éléments :

1° la tête où se trouvent placées la source d'ions et les plaques d'accélération et à laquelle aboutit le dispositif d'entrée des gaz ou des vapeurs à étudier;

2° le tube analyseur placé dans un champ magnétique transversal;

3° le collecteur d'ions.

Ces éléments sont indépendants; ils s'adaptent entre eux à l'aide de joints de caoutchouc-buna graissés de forme torique.

A. Tête du spectromètre (fig. 2, 3, 4). — La tête du spectromètre est constituée par une chambre

cylindrique de bronze. Elle est limitée par une fente S_2 , parallèle au champ magnétique de déviation, qui la sépare de l'analyseur. Cette fente permet à la fois :

1° le réglage des faisceaux ioniques (suivant l'analyseur utilisé et la position du collecteur, elle peut jouer le rôle de fente-source ou bien limiter l'ouverture du faisceau ionique dans la direction radiale);

2° de réaliser une séparation relative au point de vue vide de l'enceinte où se forment les ions et du reste de l'appareil. Le trajet des ions dans la tête est beaucoup plus court qu'il ne l'est dans l'analyseur; à concentrations de gaz identiques le nombre des chocs ions-molécules y est donc plus faible; autrement dit, une pression sensiblement plus élevée y est tolérable. Ceci est avantageux en particulier lorsqu'il est nécessaire d'admettre dans la boîte d'ionisation des quantités de gaz relativement importantes (cinétique chimique).

La fente séparatrice S_2 se règle sous vide. Elle est constituée par deux lames de molybdène épaisses de 0,5 mm. Chacune d'elles est poussée vers l'intérieur de l'enceinte à l'aide d'une tige glissant le long d'une manchette de caoutchouc-buna (graissée) qui assure l'étanchéité du système. La tige, dont l'entraînement se fait à l'aide d'un pas de vis, est solidaire d'un bouton muni d'un vernier qui se déplace sur un anneau gradué. Le mouvement de retour de la lame est provoqué par un ressort placé dans le vide. Avec ce dispositif, il est possible de repérer ouvertures et positions des fentes à quelques centièmes de millimètre près, précision qui, pour les recherches courantes de spectrométrie de masse, est suffisante.

A la partie supérieure de la cavité cylindrique, et travaillée directement dans le métal qui la constitue, se trouve une collerette sur laquelle se place et se verrouille l'ensemble constitué par la source d'ions et le système optique des plaques d'accélération. Cet ensemble est monté sur un plateau de duralumin épais de 6 mm percé d'un trou au centre. Les éléments (émission des électrons et plaques d'accélération) en sont portés par deux tiges d'aluminium, isolées par des pièces de stéatite et connectées à des anneaux de cuivre répartis sur une troisième tige d'aluminium. Le long de la paroi de la chambre se trouve une série correspondante de contacts fixes en forme de pinces à l'intérieur desquels viennent s'enserrer les anneaux de cuivre lors du verrouillage.

La figure 4 donne une vue en perspective de la source d'ions actuellement en service. Le filament et l'électrode le blindant forment une pièce autonome fixée à un anneau d'aluminium; l'emploi de plusieurs pièces analogues permet de procéder au remplacement du filament (tungstène ou tungstène thorié) par simple permutation. Les plaques accé-

lératrices sont en molybdène, la construction de la

Fig. 2.

Fig. 3.

Fig. 4.

dernière (fente-objet) est telle que la largeur et la position du diaphragme puissent être modifiées lors du démontage.

Il résulte de cette description que le dispositif

Fig. 5.

de production des ions se modifie suivant l'un ou l'autre des modes suivants :

par remplacement de l'ensemble : la seule condition est que le dispositif de mise en place et de verrouillage des contacts s'adapte sur la partie fixe de la tête du spectromètre de masse;

par remplacement d'une partie de la source : les modifications n'exigent pas le démontage du tube, mais seulement celui de l'ensemble « boîte d'ionisation-plaques d'accélération ».

Les entrées électriques se font latéralement, en C-C. Les contacts fixes en forme de pinces décrits précédemment sont reliés à une fiche femelle constituée par un disque de stéatite; il lui correspond une fiche mâle analogue, liée à des fils de ferrochrome traversant un tube de verre, lequel est soudé (par l'intermédiaire de ferrochrome) à une flasque s'appliquant sur un évidement ménagé dans la paroi de bronze. La fiche femelle est fixée à force sur le métal, la fiche mâle montée sur la flasque.

Les fils de ferrochrome, au nombre de sept, ont un diamètre de 1,2 mm. Ils laissent passer des courants de 10 A environ. La résistance totale du système de contact ne dépasse pas quelques dixièmes d'ohm.

Beaucoup de sources comportent un aimant. Dans la construction décrite il a été fait choix d'un électro-aimant, et ses surfaces polaires sont placées à l'intérieur du tube. Elles sont fixées (fig. 5) à deux pièces cylindriques de fer traversant les parois de la tête du spectromètre et pouvant glisser le long de manchettes de caoutchouc-buna; un réglage de la position est ainsi possible. Les bobines et la culasse de l'électro-aimant sont à l'extérieur de la surface vidée. Une forme et une position quelconques peuvent être données aux pôles. La disposition adoptée réduit l'entrefer (et donc le champ de fuite

parasite) à la valeur minima compatible avec la disposition d'une source donnée. Elle était d'ailleurs rendue pratiquement obligatoire par le très large dimensionnement de la tête.

Le fer choisi est un fer à haute perméabilité (qualité Hyperm) dont les surfaces non poreuses sont adaptées à la construction d'enceintes vidées.

B. Tube analyseur. — L'analyseur équipant le spectromètre de masse est du type à champ magnétique en forme de secteur (60°). Le tube actuel est d'une pièce, en cuivre rouge, écrasé dans sa partie centrale; son diamètre est de 35 mm, suffisant pour permettre une vitesse de pompage raisonnable. Le rayon de courbure de la trajectoire des ions recueillis est de 20 cm. A ses deux extrémités le tube porte une flasque de bronze sur laquelle s'appuient les deux autres éléments du spectromètre (tête et collecteur). Elles sont percées d'un canal

Fig. 6.

circulaire à travers lequel peut passer un courant d'eau de réfrigération, nécessaire si l'on désire chauffer le tube.

C. Collecteur (fig. 6). — La construction de la pièce destinée à recevoir le collecteur s'inspire des

mêmes principes que celle de la tête. Elle est constituée par un pot cylindrique en duralumin équipé d'un montage fixe comportant la fente de réception destinée à isoler les ions de masses déterminées. Elle est réglable en position, en largeur et en orientation, ce qui permet un alignement correct avec la fente-objet. Le dispositif de réglage en position et en largeur est le même que celui de la fente S_2 . Le réglage en orientation se fait à l'aide d'une tige manœuvrable de l'extérieur et passant à l'intérieur d'une manchette de caoutchouc-buna. Elle porte à son extrémité un disque muni d'une pointe excentrée dont la rotation provoque un mouvement de va-et-vient de la fente de quelques degrés autour de son axe.

Le pot se termine par un couvercle de ferrochrome démontable tenu par un anneau d'aluminium. Il porte deux électrodes : la plaque collectrice et une plaque percée d'un trou ou une grille pouvant être portée à un potentiel positif ou négatif par rapport à la première. Les sorties se font par des fils de ferrochrome soudés à des tubes de verre raccordés au couvercle. Les électrodes, en molybdène, sont portées par des tiges d'aluminium et isolées à l'aide de bâtonnets de quartz ou de stéatite.

D. Circuits de vide. — Le dispositif d'évacuation comprend deux circuits de vide secondaire :

1° un circuit aboutissant sur la source d'ions, composé de la pompe à diffusion, d'une soupape à large voie, d'une canalisation métallique et, en dérivation sur celle-ci, d'une jauge d'ionisation et d'un manomètre Knudsen ⁽¹⁾. La vitesse de pompage sur la source est d'environ 20 l/s entre 10^{-4} et 10^{-5} mm;

2° un circuit aboutissant sur le collecteur, composé de la pompe, de la soupape et de la canalisation de raccordement. Ce circuit évacue le tube et le collecteur. La vitesse de pompage sur le collecteur est d'environ 15 l/s.

Les pompes à diffusion sont des pompes à diffusion d'huile Leybold Q 3. L'huile utilisée est de la qualité K. Le vide primaire est fourni par une pompe Leybold modèle V.

Les essais de vide ont donné les résultats suivants :

Remontée de pression mesurée au manomètre McLeod (gaz permanents) 10^{-3} mm : h.

Remontée de pression mesurée au manomètre Knudsen (pression totale) $3 \cdot 10^{-3}$ mm : h.

Vide limite : mesuré au manomètre Knudsen, environ 10^{-5} mm. La valeur du vide limite est due à la tension de vapeur des huiles. Les pompes Leybold sont construites en cuivre; il y a action catalytique du métal sur la décomposition de l'huile.

⁽¹⁾ La construction originale ne comportait pas de manomètre Knudsen; son installation est due à MM. Duval et Le Goff (Nancy), qui ont fait les mesures de vide dont les résultats sont donnés dans le texte.

Des pompes nickelées conviendraient probablement mieux. Si l'on se réfère aux données de remontée de pression, elles devraient permettre, équipées d'une huile convenable, d'atteindre des vides limites de qualité à peine inférieure à ceux des tubes spectro-métriques de construction usuelle.

La jauge Philips permet une évaluation approximative du vide et, grâce à sa réponse immédiate, un contrôle facile des perturbations éventuellement apportées par l'introduction des gaz à analyser.

2. Electro-aimant analyseur. — L'électro-aimant analyseur d'un spectromètre de masse doit satisfaire à un certain nombre de conditions :

a. Homogénéité du champ dans tout l'espace utile.

Fig. 7.

Fig. 8.

b. Dans la mesure du possible : proportionnalité du champ au courant, ceci afin de faciliter les mesures.

c. Hystérèse faible (pour permettre les mesures des spectres par balayage magnétique), ou, plus exactement, boucle d'hystérèse étroite telle que la fonction $H = f(I)$, où I est le courant d'excitation et H le champ, soit univalente dans les limites de précision des mesures.

d. Entrefer large, de façon à permettre l'utilisation d'un tube de diamètre suffisant pour être évacué sans difficulté.

Ces exigences ne sont pas toutes compatibles. La

construction adoptée semble satisfaire au mieux possible la plupart d'entre elles, et avoir l'avantage de procurer un aimant de poids raisonnable (40 kg environ). Les figures 7 et 8 donnent une coupe de la carcasse et une vue en perspective. Le fer est de la marque « Minimum », fournie par les Établissements « Bochumer Verein » (Bochum); les bobines sont en fil de cuivre laqué de $3/10^e$ de millimètre. L'entrefer a 20 mm. C'est là une valeur relativement élevée, qui ne permet pas de réaliser un champ homogène à mieux que $1/40^e$ près sur la totalité de l'entrefer. Au voisinage de la circonférence moyenne l'homogénéité est naturellement bien meilleure (de l'ordre de $1/150^e$). L'allure du champ de fuite est représentée sur la figure 9. Le champ réma-

Fig. 9.

ment est égal à environ 5 pour 100 du champ d'excitation. La boucle d'hystérésis est assez étroite pour que les valeurs trouvées pour le champ soient les mêmes, à 2 pour 1000 près, que le cycle soit décrit dans un sens ou dans l'autre (ces mesures ont été effectuées par la méthode balistique ou, plus simplement et avec plus de précision, par repérage des sommets des pics de masses dans le spectromètre de masse).

Avec un courant d'excitation de 300 mA, le champ est d'environ 3 000 Oe; la puissance d'excitation requise varie alors entre 150 et 200 W suivant la température des bobines.

Un tube analyseur à paroi de fer doit être prochainement adapté; l'entrefer se trouvera réduit à 10 mm; il en résultera une diminution sensible du champ de fuite, de l'inhomogénéité et de la puissance d'excitation à champ donné.

3. Circuits électriques. — Ainsi qu'il est habituel, l'alimentation électrique des différents organes du spectromètre de masse se fait par des circuits régulés par tubes-radio fonctionnant sur la tension du secteur (en l'espèce 220 V). La mesure du nombre d'ions collectés est effectuée au moyen d'un montage à tube électrométrique suivi d'un amplificateur.

Pour la construction des châssis et leur assemblage, le principe qui nous a guidés dans le montage du tube

spectrométrique, à savoir l'autonomie des divers constituants, a été respecté. Les circuits sont câblés sur des châssis qui, à l'exception de l'amplificateur, se glissent à l'intérieur d'une armoire; les instruments de contrôle de leur fonctionnement sont placés sur les plaques avant, les instruments de mesure intéressant le spectromètre de masse lui-même sur une table horizontale. Les liaisons entre châssis, entre châssis et table de mesure et avec le tube spectrométrique se font par l'intermédiaire d'un tableau général de connexion au moyen de fiches mobiles.

A. Alimentation en haute tension. — La boîte d'ionisation doit être portée à un potentiel stable variant de quelques centaines à quelques milliers de volts par rapport à la terre; les autres électrodes à des potentiels compris entre ceux de la boîte d'ionisation et ceux de la terre. La figure 10 donne le schéma adopté pour la production et la stabilisation d'une tension comprise entre 800 et 2 100 V environ; les différents voltages nécessaires sont obtenus à l'aide d'un montage classique à tubes à gaz. Le tube ballast SIF 40/600 est adapté à l'établissement d'une tension statique de plus de 3 000 V entre cathode et plaque. Le chauffage du premier tube amplificateur (AF 7) est stabilisé par une résistance fer-hydrogène. Les condensateurs sont destinés, soit à éviter les courants induits à la sortie, soit à supprimer des couplages indésirables favorisant la production d'oscillations de relaxation ⁽¹⁾.

La stabilité de la tension de sortie est d'environ $2 \cdot 10^{-4}$ en valeur relative pour des variations de 10 pour 100 de la tension du secteur. La dérive en 1 h est du même ordre de grandeur.

Comme dans tous les autres circuits, tensions de référence et de couplage entre étages d'amplification sont fournies par des piles sèches. Cette méthode a l'avantage de simplifier le schéma et les recherches en cas d'avarie; les piles ne débitant pas, elles n'ont, après 18 mois de fonctionnement, donné aucun signe de vieillissement. Le remplacement ne présente d'ailleurs pas de difficulté.

B. Émission des électrons (fig. 11). — Le courant d'émission électronique est régulé par contre-réaction sur le chauffage du filament. Celui-ci est alimenté par un circuit constitué successivement d'un transformateur dont le primaire est lié au secteur, et dont le secondaire débite sur une résistance fer-hydrogène suivie du primaire d'un deuxième transformateur; en parallèle avec ce dernier est monté un tube EL 41. Le secondaire débite sur le filament; la grille de contrôle du EL 41 est commandée par le courant d'émission électronique. L'inertie du tube fer-

⁽¹⁾ Nous signalons que nous avons observé dans tous nos montages à contre-réaction en continu une tendance à la production d'auto-oscillations basse fréquence ou moyenne fréquence.

hydrogène est du même ordre de grandeur que celle du filament et n'est pas gênante.

Le courant électronique est ainsi rendu largement

indépendant de la tension du secteur et de la structure du filament. Le réglage ne s'effectue que dans un domaine d'environ 10 pour 100 de part et d'autre

Fig. 10. — Alimentation 2 kV.

T_1 , transformateur 220 V/6,3 V. — T_2 , transformateur 220 V/2 $\times$ 500 V; 4 V. — T_3 , transformateur 220 V/2 500 V. — T_4 , transformateur 220 V/3 V; 4 V; 12,6 V. — V_1 , AZ 1. — V_2 , AG1006. — V_3 , SIF 50/600. — V_4 , UF 41. — V_5 , AF 7. — $V_{6,7,8}$, LK 131. — M_1 , voltmètre 0-2 500 V. — M_2 , milliampèremètre 0-4 mA. — M_3 , voltmètre 0-2 500 V. — C_1 , 1 μ F. — $C_{2,18}$, 16 μ F. — $C_{19,21}$, 1 μ F. — C_{20} , 4 μ F. — C_{23} , 0,25 μ F. — R_1 , 2,5 k Ω . — R_2 , 4 k Ω . — R_3 , 50 k Ω . — R_4 , 100 k Ω . — R_5 , 20 k Ω . — R_6 , 720 k Ω . — R_7 , 80 k Ω . — R_8 , 50 k Ω . — $R_{9,10,12}$, 800 k Ω . — R_{13} , 10 k Ω . — $R_{20,21}$, 25 k Ω . — $R_{28,47}$, 400 k Ω . — $R_{48,52}$, 5 k Ω . — S_1 , ..., 5, interrupteurs à six positions.

de la valeur moyenne du courant, ce qui d'ailleurs est souhaitable pour éviter des accidents qui se produiraient inévitablement si des phénomènes venaient à intervenir, qui auraient pour effet de réduire considérablement l'émission électronique. L'adaptation grossière se fait par une résistance en série avec le filament.

Le montage permet de varier le courant électronique et la tension d'accélération (stabilisée par tubes à gaz).

C. Alimentation de l'électro-aimant (fig. 12). — Elle donne un courant stabilisé de toute valeur comprise entre 50 et 550 mA sur une résistance de sortie atteignant 800 Ω . La tension produite sur une résistance de manganine par le courant à stabiliser est comparée à une tension fixe (pile); la différence est amplifiée, ramenée aux grilles de six tubes 6 L 6. Le chauffage du premier tube amplificateur (6 J 7) est stabilisé par une résistance fer-hydrogène. Son courant est contrôlé par un milliampèremètre, celui des valves et des tubes ballast à l'aide de lampes mignonnettes, qui jouent en même temps le rôle de fusibles. On vérifie ainsi l'équilibre de fonctionnement des éléments parallèles aux intensités élevées.

La variation du courant magnétisant se fait par

un système de résistances et de potentiomètres commandé par un commutateur à quatre voies

Fig. 11. — Alimentation filament et tension électronique.

T_1 , transformateur 220 V/250 V; 6,3 V; 6,3 V; 4 V; 300 V. — T_2 , transformateur 220 V/2 $\times$ 500; 4 V. — V_1 , EL 41. — V_2 , AZ 11. — V_3 , AZ 1. — V_4 , EF 41. — V_5 , StV 280/40. — $V_{6,7}$, 7475. — F. H., résistance fer-hydrogène. — M_1 , ampèremètre 0-3 A. — M_2 , voltmètre 0-20 et 0-200 V. — C_1 , 4 μ F. — $C_{2,5}$, 8 μ F. — R_1 , 15 Ω . — $R_{2,3}$, 100 k Ω . — R_4 , 25 k Ω . — R_5 , 15 k Ω . — R_7 , 1,7 k Ω . — R_8 , 5 k Ω . — R_{11} , 1 k Ω . — R_{12} , 2 k Ω . — R_{13} , 5 k Ω . — R_{14} , 40 k Ω . — R_{15} , 50 k Ω . — R_{16} , 250 k Ω . — B_1 , 2, 50 V (piles).

et trois étages agissant en même temps sur les sorties du transformateur principal. Les mesures des faibles variations de courant sont rendues

possibles par utilisation d'un shunt sur les bobines de l'aimant, constitué par un tube 6 L 6 en montage cathodyne avec tension de grille variable.

Fig. 12. — Alimentation électro-aimant.

T_1 , transformateur 220 V/2 × 500 V; 4 V. — T_2 , transformateur 220 V/5 V; 6,3 V; 12,6 V. — T_3 , transformateur 220 V/2 × 700 V (sorties à 600, 500, 400 V). — V_1 , AZ 1. — V_2 , St V 280/80. — $V_{3,4}$, 5 Z 3. — V_5 , St V 150/20. — $V_{6...12}$, 6 L 6. — V_{13} , 6 M 7. — M_1 , 0-4 mA. — M_2 , 0-10 mA; 0-20 mA avec shunt. — M_3 , 0-250 mA; 0-500 mA avec shunt. — $C_{1,2}$, 2 μ F. — $C_{3,9}$, 32 μ F. — R_1 , 500 Ω . — R_2 , 3,5 k Ω . — R_3 , 100 k Ω . — R_4 , 30 k Ω . — R_5 , 1 k Ω . — R_6 , 5 k Ω . — R_7 , résistance de shunt pour M_3 . — $R_{10...18}$, résistance de réglage du courant principal de l'électro-aimant. — R_{19} , résistance de shunt pour M_2 . — S_1 , interrupteur à quatre positions. — B_1 , pile 75 V. — $G_{1...4}$, lampes mignonnettes, 300 mA. — $G_{5...10}$, lampes mignonnettes, 100 mA.

La stabilité du courant est en valeur relative d'environ 10^{-4} pour des variations de 10 pour 100 de la résistance d'utilisation (en l'espèce, ces variations sont dues à l'échauffement des bobines) et de $4 \cdot 10^{-4}$ pour des variations de 10 pour 100 de la tension du secteur. Cette dernière stabilité est

améliorée si l'on remplace le tube 6 M 7 par un tube 1 L 4, chauffé par une pile de 1,4 V.

D. Alimentation de l'électro-aimant directeur. — Le montage actuel (200 V, courant réglable jusqu'à 50 mA) est simplement stabilisé en tension. Un circuit en cours de câblage doit donner un courant stabilisé de 100 mA sous 400 V et permettre l'utilisation de champs plus intenses.

E. Amplificateur (fig. 13). — Il s'agit d'un circuit à contre-réaction. Les tensions de chauffage et de plaque du tube électromètre (AEG.T 113 dans le montage actuel) sont fournies par des batteries de piles, celles des tubes suivants par l'alimentation stabilisée prévue à cet effet. Une fraction égale à environ $1/15^e$ de la tension de sortie est utilisée pour la contre-réaction.

Le tube électromètre, la résistance de fuite et la sortie du collecteur du spectromètre de masse sont placés dans une enceinte à parois de fer et atmosphère desséchée.

La mesure des courants ioniques amplifiés se fait au moyen d'un voltmètre ou d'un millivoltmètre et, dans les cas où une précision plus grande est requise, d'un galvanomètre monté en voltmètre.

Fig. 13. — Amplificateur.

V_1 , T 113 AEG. — $V_{2,3}$ UF 42. — $V_{4...6}$, UL 41. — $V_{7,8}$, LK 131. — C_1 , 1000 pF. — C_2 , 6 μ F. — R_1 , résistance comprise entre $5 \cdot 10^8$ et $3 \cdot 10^{11} \Omega$ selon les cas. — R_2 , 5 k Ω . — R_3 , 10 k Ω . — R_4 , 25 k Ω . — R_5 , 700 Ω . — R_6 , 25 k Ω . — R_7 , 4 k Ω . — R_8 , 10 k Ω . — R_9 , 6 k Ω . — R_{10} , 100 k Ω . — R_{11} , 5 k Ω . — R_{12} , 10 k Ω . — R_{13} , 5 k Ω . — R_{14} , 10 k Ω . — R_{15} , 5 k Ω . — R_{16} , 500 Ω . — R_{17} , 50 Ω . — R_{18} , 20 Ω . — R_{19} , 1000 Ω . — B_1 , 9 V. — B_2 , 12 V. — B_3 , 3 V. — B_4 , 1,5 V. — B_5 , 90 V. — H , relais commandé par le courant de chauffage des tubes $V_2, \dots, V_6$ et contrôlant le circuit de chauffage de V_1 .

Un dispositif d'enregistrement sur oscillographe a été expérimenté et son montage définitif est en cathodique avec balayage magnétique des lignes cours.

Fig. 14. — Alimentation amplificateur.

T_1 , transformateur 220 V/2 $\times$ 500 V; 4 V. — T_2 , transformateur 220 V/6,3 V; 12,6 V; 12,6 V. — T_3 , transformateur 220 V/2 $\times$ 600 V. — V_1 , AZ 1. — $V_{2,3}$, RG 12/D300. V_4 , LK 131. — $V_{5,10}$, 6 Y 6. — V_{11} , St V 100/25. — M_1 , 0-4 mA. — M_2 , 0-300 V. — $C_{1,4}$, 8 μ F. — $C_{5,8}$, 16 μ F. — R_1 , 1,7 k Ω . — R_2 , 5 k Ω . — R_3 , 50 k Ω . — R_4 , 250 Ω . — R_5 , 24 k Ω . — B_1 , 280 V. — $G_{1,8}$, lampes mignonnettes (100 et 300 mA). — L , self de choc.

Fig. 15.

Fig. 16.

F. *Alimentation de l'amplificateur (fig. 14).* — Elle est, dans son principe, semblable à celle de l'électro-aimant, mais simplifiée du fait que la stabilisation se fait en voltage et pour une tension fixe (280 V). Le courant qu'elle peut débiter est de 350 mA. Les dispositifs de contrôle sont les mêmes que dans le circuit de l'électro-aimant.

4. **Assemblage général et performances.** — Le tube spectrométrique et ses circuits de vide d'une part, les châssis électriques d'autre part, sont placés dans deux armoires métalliques séparées. (fig. 17). Le dispositif d'introduction des gaz est totalement indépendant; il fait dans chaque cas

Fig. 17.

l'objet d'une installation particulière et n'est pas partie organique du spectromètre de masse.

Nous donnons à titre d'indication (fig. 15 et 16) la reproduction d'un spectre de CO_2 (raies $^{12}\text{CO}_2$ et $^{13}\text{CO}_2$) et d'un spectre de C_6H_6 obtenus dans des conditions d'utilisation normale. Le pouvoir séparateur est sensiblement analogue à celui de la plupart des spectromètres de masse courants. Il pourra d'ailleurs être amélioré par l'emploi d'une optique plus soignée (en particulier celle du champ magnétique). Mais ce résultat n'a pas encore été recherché car il paraît préférable de se livrer d'abord à une étude approfondie de l'optique des différents éléments. Les premières indications recueillies montrent que, avec un filtre de vitesse devant le collecteur un pouvoir séparateur de $1/500^\circ$ (définition des spectroscopistes) est réalisable.

La construction de l'appareil s'est déjà et est appelée à se montrer particulièrement commode dans toutes les recherches où il y a intérêt à pouvoir

varier les conditions d'utilisation. Ainsi, si on désire étudier les problèmes d'optique ionique de la source, il est commode d'utiliser une fente de sortie large, permettant de recevoir tous les ions d'une masse donnée, même si de légères variations du potentiel auquel ils sont formés viennent à se produire. Si, au contraire, on désire avoir un pouvoir séparateur optimum, on utilisera une fente de sortie fine. Un travail préalable permettra le cas échéant d'évaluer quelles erreurs éventuelles introduit une fente telle que le collecteur ne reçoive pas en même temps tous les ions d'une masse donnée. Dans des cas très particuliers, une détection par plaque photographique peut être envisagée. Parmi les possibilités d'utilisation, nous indiquerons :

1° Les recherches sur la production des ions, leur injection dans l'analyseur et leur focalisation dans les champs magnétiques;

2° les recherches sur les sources d'ions travaillant sous des pressions de gaz relativement élevées (supérieures à 10^{-2} mm), les mesures des probabilités d'ionisation, l'influence des gaz étrangers sur celles-ci;

3° les études des réactions chimiques et des radicaux libres qui y interviennent.

Quelques-unes de ces questions ont été déjà abordées et les premiers résultats ont montré qu'elles valent effectivement la peine d'être examinées et que, à ce point de vue, la construction d'un spectromètre de masse conçu comme le nôtre méritait d'être entreprise.

Par contre, nous ne croyons pas que, dans son état actuel notre appareil soit adapté à l'analyse de mélanges dont de très petites quantités seulement seraient disponibles ou qui devraient être ionisés sous très faible pression (10^{-4} mm), ceci en raison de la quantité relativement importante des gaz d'absorption résiduels (CO , H_2O) et plus encore de l'emploi de pompes à diffusion d'huile fonctionnant à une tension de vapeur de l'ordre de 10^{-5} mm.

La construction du spectromètre de masse a été effectuée, grâce à un crédit du C.N.R.S., à l'Institut M. Planck f. Physik de Hechingen (ex K.W.I. f. Physik de Berlin). Je remercie M. le Professeur Gentner, Directeur de la section de Physique nucléaire de cet Institut et M. Weimer, Sous-Directeur, des moyens matériels qu'ils ont mis à ma disposition. J'exprime ma reconnaissance à M. le Professeur Bauer, qui m'a conseillé ce travail, à MM. les Professeurs Grivet et Letort, et à M. Gondet, Directeur général des Laboratoires de Bellevue, qui ont bien voulu s'y intéresser et me faire bénéficier de leur appui.

Enfin je tiens à dire toute ma gratitude à M. le Professeur Joliot pour l'appui qu'il m'a donné au cours de mon séjour en Allemagne.