

Kvadrupól tömegspektrométerek, mérőrendszerek, módszerek fejlesztése és kutatások – 40 év eredményei az ATOMKI-ban*

BOHÁTKA Sándor**

ATOMKI, Bem tér 18/C, 4026 Debrecen, Magyarország

1. Bevezetés

Az életműről való beszámolás ellentmondásos műfaj: mire befutja pályáját az ember, hogy aktív élete eredményeiről számot adjon, addigra azok műszaki tartalma bizony elavulttá, vagy legalább is közhellyé válik. Így a tudományos-műszaki eredmények rövid ismertetése mellett a hozzájuk vezető út, a kutató-fejlesztő munkafolyamat, valamint az adott kor és munkahely lehetőségeinek és kényszereinek a bemutatását is tanulságosnak tartom. Azokról a munkákról szólok, amelyekben kizárólagos vagy érdemi, meghatározó részvétele volt; ill. témavezetője voltam a doktori vagy diploma-munkának, fejlesztési projektnek. Az összes résztvevő között az egyetlen voltam, aki a kezdetektől a végéig részt vett ebben a programban.

Köszönettel tartozom a díj adományozóinak és megkülönböztetett tisztelet illeti a díj rangját meghatározó névadó, Cornides István személyét. Az ő erkölcsileg kivételesen tiszta, tanári és kutatói hivatása iránt elkötelezett és példamutató egyénisége, háborús időkben és politikai elnyomatásban is gerincesen vitt életútja tiszteletet ébresztett a kollégákban és tanítványokban¹.

2. Munkahelyi háttér és a kezdetek

1945 után a magyar magfizikai kutatás egyik legkiválóbb képviselője, Szalay Sándor volt a fizika meghatározó iskolateremtő egyénisége Debrecenben. Dolgozott Debye-nál Lipcsében és Rutherfordnál is Cambridge-ben. A kényelmes laboratórium helyett Földvári Aladár geológus professzorral együtt a kutatók felelősségével vállalta a nehéz terepi munkát annak eldöntésére, hogy az atomkor küszöbén számíthat-e az ország saját uránkincsre. Rátaláltak a mecseki urándúsulásra, amely végül a magyar uránérc bányászatához vezetett. Ennek köszönhetően alapították meg az MTA Atommagkutató Intézetét (ATOMKI) 1954-ben. Akkoriban a szűkös anyagi lehetőségek és az embargó közepette nem tudtak a kutatók korszerű kísérleti eszközöket vásárolni. Hagyományosan a legtöbb eszközt maguk készítették. Ehhez Szalay professzor megfelelő műszaki hátteret is kialakított a céltudatosan felépített kutatói osztályok mellett.

A 60-as években a néhány kisebb gyorsító után elkezdtek az ATOMKI-ban egy 5 MeV-es Van de Graaff gyorsító tervezését. 1969 januárjában kerültem az intézet vákuumtechnikai csoportjához. Feladatom az épülő gyorsítóhoz készülő vákuumrendszerek összeszerelése, beüzemelése, valamint a gyorsítócsövének és a szigetelő tartólábainak összeragasztása volt. Nem igazán kutatói munka, ráadásul rendkívül monoton, amely azonban megtanított a pontosságra és kitartásra, állandóan tudatosítva bennem, hogy ezeknél az eszközöknél a hibázás tragikus következményekkel járna.

A gyorsító megépítésével 1971 után szabaddá váltunk a kötelezettségektől. Kerestük az utunkat, míg végül a kutatási célunk a vákuumrendszerek maradékgázainak, a szennyezések okainak vizsgálata, a sokkal „tisztább” (azaz szerves gőzöktől mentes) maradékgázú vákuum előállítása lett. Ehhez maradékgáz-analizátorra lett volna szükségünk, de a pénzünkért elérhető készülékek használhatatlannak bizonyultak. Főnököm és egyben akkor egyetlen fizikus kollégám Berecz István kiváló műszaki érzékeléssel megáldott, mindenkivel segítő szándékkal bánó ember volt, akinek az együtt végzett munkáért és a barátságáért ma is hálás vagyok. Ő javasolta, hogy próbáljunk meg építeni egy kvadrupól tömegspektrométert (KTS), amely akkor még újszerű eszköznek számított. Ehhez az intézetben fejlett elektronikus és műszaki háttér állt rendelkezésre. Segítségükkel a terv reményteljesnek látszott.

Más tömegspektrométerekhez hasonlóan a KTS felépítése: ionforrás, analizátor és iondetektor. Analizátora négy párhuzamos rúdból áll, amelyek közül a szemközti elektromosan össze vannak kötve, és az így kialakított két rúdpárra nagyfrekvenciás (RF) feszültséget (amplitúdója V_0) és arra szuperponált, azzal arányos U egyenfeszültséget (DC) adunk. A KTS felépítését és működését több tankönyv is leírja, példaként egyet idézek².

A szükséges műszaki támogatás megszerzése érdekében a tervünket diplomamunka témaként hirdettük meg. A diák mellett két fizikus, egy elektromérnök és sok lelkes műhelydolgozó szorgoskodott a sikerért, ami nem is maradt el. Már az első kísérleti eszköz is egészen biztató tömegspektrumot mutatott 2–110 u tartományban³.

* A Magyar Tömegspektrometriai Társaság 2019. évi Cornides István életmű díjasának a Társaság szakmai napján 2021. 12. 03-án elmondott előadása, szerkesztett változat.

** Tel.: +36 70 510 3845, e-mail: bohotka@atomki.hu

3. A kutatási-fejlesztési folyamat fellendülése

Támogató külső és belső környezet.

Az első kísérleti példány kivitele még kezdetleges volt, de a vele készíthető tömegspektrum azt mutatta, hogy érdemes tökéletesíteni, és ugyanakkor alkalmas lehet a maradékgáz-analízis mellett általános analitikai célokra is. Ha a műszerépítésből nem is remélhettünk tudományos közleményeket, de a vele végzett mérésekből igen. Ekkor jött váratlanul egy külső segítség, amellyel akartunk és tudtunk is élni. Az ország gazdasága stagnált. Felismerték, hogy a gazdaság élénkítéséhez szükség lenne a tudományos eredmények nagyobb arányú hasznosítására. Meghirdették a „tudomány hasznosítása a népgazdaságban” programot. Ingyenes kiállító helyeket kínáltak fel az MTA-nak az 1973-as Budapesti Nemzetközi Vásárra a piacképesnek remélt kutatási eszközeik számára. Ebben mi jó lehetőséget láttunk. Felajánlottuk tömegspektrométerünket a kiállításra, ha műhelyórát és elektronikus segítséget kapunk egy továbbfejlesztett változat megépítéséhez, és azt működés közben tudjuk bemutatni (azaz vákuumrendszert is építhetünk alá, és kapunk a spektrum rögzítésére alkalmas X-Y író). A működőképesség demonstrálását kulcskérdésnek tartottuk, mert egy működő készülék önmagáért beszél. Igazgatónk megadta a kért támogatást.

Hatékony munkacsoport kialakulása

A kiállítás sikere minden várakozást felülmúlt. Igény mutatkozott különböző gázösszetétel-mérésekre, amelyekhez módszereket, mintavevőket és egyedi mérőrendszereket kellett fejlesztenünk. Így bizonyult a tudománypolitikai változás és más intézmények munkatársainak érdeklődése a kutatás-fejlesztésünk ösztönzőjévé, segítőjévé. Az 1–300 u tömegtartományú KTS-ünkre és komplett tömegspektrométeres mérőrendszerekre több megrendelést is kaptunk. A feladat sokkal nagyobb volt a korábbiaknál. Kezdetben több, az intézet más csoportjához tartozó kollégát nyertünk meg a kitűzött célunk számára, később új kollégákat is felvehettünk. Így bővült, gyarapodott a csoportunk létszámában, képességekben és tudásban, ráadásul a megrendelések mindezek anyagi fedezetét is biztosították. Az intézet vezetése és a munkatársak ezt elismeréssel fogadták. Már az eredeti cél, a maradékgáz-analízis eltörpült az újonnan adódó lehetőségek mellett.

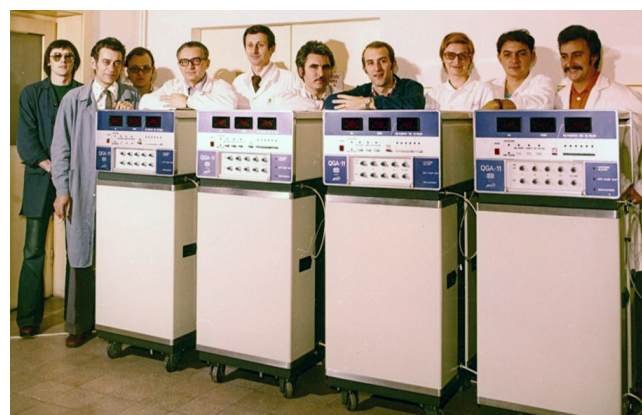
A jövőt megalapozó fejlesztés: a légzésvizsgáló

A csoport jövőjét leginkább meghatározó hatással egy szegedi gyermek-tüdőgyógyász orvos, Murányi László kérése volt. Ő látott már korábban tömegspektrométeres légzésvizsgálót, amely az adott kor csúcstechnikáját jelentette a nem invazív diagnosztikában. A MEDICOR Művek üzlet reményében vállalta a fejlesztés költségeit, Murányi doktor az orvosi tanácsadást és tesztelést, mi pedig belevágtunk a fejlesztésbe. Ennek során szakmailag is sokat fejlődtünk, és anyagi biztonságot is kaptunk a munkánkhoz. Három éven belül elkészült két „deszkapéldány” az orvosi próbákhoz, majd két végleges példány a gyártási és bemérési dokumentációval, a műszaki biztonsági és orvostechnikai engedélyekkel együtt. A munkatársak összetartását és a feladat

iránti elkötelezettségét jól szemlélteti, hogy az első deszkapéldány elemeinek összerakásakor, Karácsony estjének délelőttjén heten szorongtunk a készülék mellett. Később még 27 darabot készítettünk belőle mi magunk, illetve a MEDICOR-ral kooperációban.

A légzésvizsgáló paraméterei:

- tömegtartomány: 1 – 50 u;
- tömegfelbontás: 1 u a csúcsmagasság 10%-ánál;
- mért komponensek: N₂, O₂, CO₂, H₂O állandóan, a He, Ne, Ar, N₂O közül választhatóan az egyik;
- érzékenység: 4% CO₂-nál a jel/zaj arány ≥ 200 ;
- mintavétel gázfogyasztása: 25 cm³/perc;
- válaszidő (0 – 90%) < 50 ms;
- automatizált működtetésű, saját építésű vákuumrendszer diffúziós szivattyúval – ettől volt nagy a berendezés térfogata, de anyagi okok miatt a sokkal kisebb méretű turbószivattyúkat mi nem vehettük meg hozzá (1. ábra).



1. Ábra. Az általunk megalkotott légzésvizsgáló berendezések.

Mint utóbb kiderült, a légzésvizsgálón végzett munka megtermékenyítőleg hatott mind magának a tömegspektrométerünknek a tökéletesítése, mind alkalmazási körének a ki szélesítése szempontjából. Személyes élménnyé vált a más szakmákkal való kapcsolatépítés, meghatározó szerep a fejlesztésben, tapasztalat szerzése a berendezések megbízhatóságának növelésében, hibakeresésében, javításában, továbbá az önzetlen és eredményes kollektív munka öröme.

Kutatásaink és fejlesztéseink innentől kezdve egyszerre több szálon futottak. A két fő irányt a következők jelentették:

- a.) a kvadrupól TS mint a kutatás tárgya és fejlesztés
- b.) interdiszciplináris mérések és fejlesztések

4. A kvadrupól TS mint a kutatás tárgya és a kifejlesztett műszercsalád

Mechanikai és elektromos paraméterek hibáinak hatása

A fejlesztés során hamar kiderült, hogy a tömegspektrométer minősége nagyon sok tényezőtől függ. Ezekről találtunk néhány elméleti számítást és becslést a szakirodalomban. Annak idején a legrészletesebb leírást Dawson és Whetten közleménye⁴ adta, de ez sem bizonyult elegendő

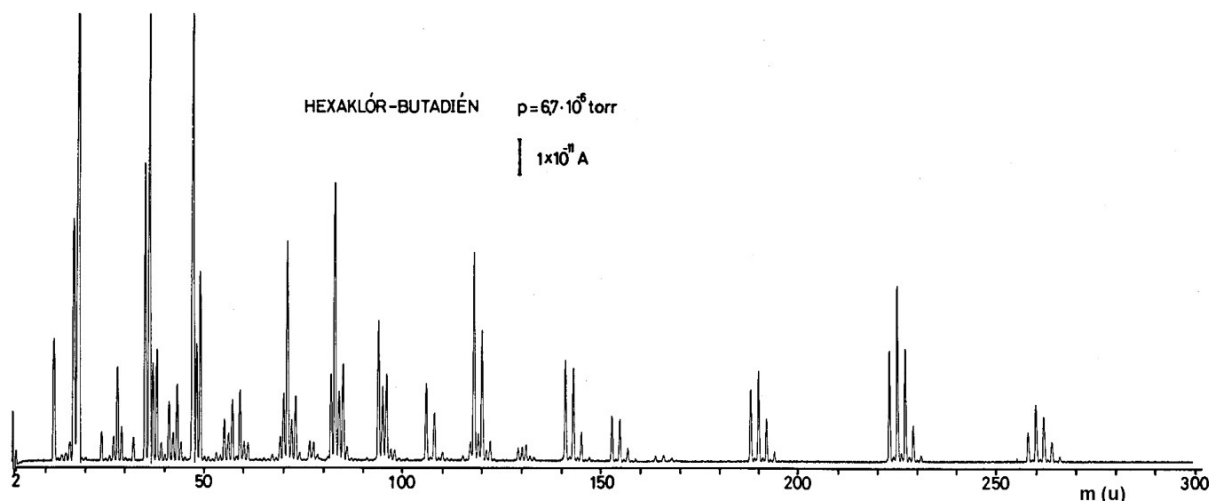
dőnek. Mérésekkel^{5,6} állapítottam meg a döntő fontosságú paramétereket:

- abszolút tömegfelbontás (ΔM) a rudak egyenfeszültsége (U) függvényében különböző tömegszámoknál;
- a tömegcsúcs magassága (mért ionáram, I_i) függése ΔM -tól a tömegszám (M) függvényében;
- a tömegcsúcs magassága az U , ill. V_0 feszültség változásának (stabilitásának) függvényében;
- a tömegcsúcs magasságának függése a DC-, ill. az RF-aszimmetriától;
- csúcsalak függése a tömegfelbontástól, ill. az ionenergiától;
- a tömegcsúcsok magasságának linearitása a nyomás függvényében.

Az 1 – 300 u tömegtartományban a rúdrendszer elkészítési pontossága kritikusnak bizonyult. Nevezetesen

- rúdátmérőben legfeljebb $\pm 1 \mu\text{m}$, míg
- a szomszédos, illetve szemközti rudak távolságában bármely ponton legfeljebb $\pm 6 \mu\text{m}$ lehet az eltérés.

A rúdrendszer konstrukciója sokat változott a fejlesztések során. Véglegesen a legtöbb mérőfejünkben a rudak átmérője 8 mm, hossza 200 mm lett, anyaga mindig molibdén, a szigetelő gyűrűké pedig alumínium-oxid volt.



2. Ábra. A hexaklór-butadién tömegspektruma az 1 – 300 u tömegtartományban mérő első tömegspektrométerünkkel¹³.

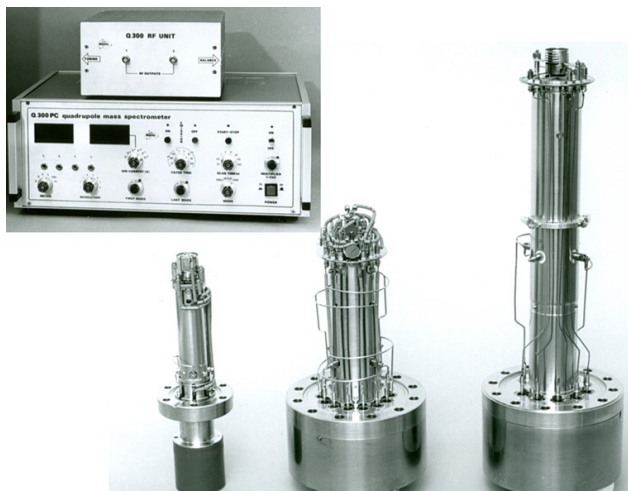
A kvadrupólcslád

Különböző tömegtartományokkal készítettünk tömegspektrométereket. A legtöbb KTS-ünket általános analitikai célra állítottuk elő. Ennek garantált főbb paraméterei: mérési tömegtartománya 1–300 u, abszolút tömegfelbontása a ^{84}Kr csúcsának 10%-ánál $\Delta M = 0,5 \text{ u}$, érzékenysége Faraday-csészé detektorral: $5 \cdot 10^{-4} \text{ A/mbar}$, illetve elektronsokszorozóval: 150 A/mbar (N_2 , $\Delta M = 1 \text{ u}$ a tömegcsúcs 10%-ánál). Ezek az adatok a kortársi nemzetközi összehasonlításban is megállták a helyüket. A '70-es években készült tömeg-

A szegélytér hatása

A számítások eredetileg^{7,8} nem vették figyelembe, hogy a valóságban az ionforrás és a rúdrendszer közötti átmeneti térben, a szegélytérben az ionokra radiálisan kiszóró erők hatnak, amelyek csökkentik az elérhető ionintenzitást. Megjelent a közleményekben olyan javaslat, hogy a szegélytérbe kis rövid rúdrendszert (előszűrő) ajánlatos helyezni, amelyre csak a nagy rúdrendszer nagyfrekvenciás feszültségét kapcsolják, és ezzel az ionokat kiszóró erők csökkenthetők. Igyekeztünk ennek magunk is utána járni számításokkal és ami döntőbb, mérésekkel is. Két, ide vonatkozó egyetemi doktori kutatási témát indítottam el. Iontrajektória-számítással kimutattuk, hogy az előszűrő egyes hosszúságainál növekszik a transzmisszió az előszűrő nélküli állapothoz képest^{9,10}. A számítások ellenőrzésére mérősorozatba kezdtünk^{11,12}. Egy tandem kvadrupól tömegspektrométert építettünk, amelynek első egységét tömegszelektív „ionforrásként” használtuk. Ezt követte egy előszűrő rúdrendszer, majd utána a fő tömeganalizátor rúdrendszer. Az első analizátorból kijövő ionok tömegszáma és energiája változtatható volt. Az előszűrőnek mind a hosszát, mind az analizátortól való távolságát is változtattuk. Az igen aprólékos és hosszadalmas mérősorozat igazolta a modellszámításaink megállapítását, amely szerint a KTS transzmissziója periodikus az előszűrő hossza függvényében, van optimális előszűrő hossz és az ion-intenzitás előszűrővel nagyobb, mint előszűrő nélkül. Az előszűrő és az analizátor távolságaként 0,5 mm bizonyult optimálisnak, ezt használtuk előszűrős mérőfejeinkben.

spektrumot mutatja a 2. ábra. Ionforrásként alapvetően elektronütöközéses forrást építettünk be, de ha az alkalmazási igények megkövetelték, használtunk zárt ionforrást is kífűtetlen, illetve fűtött változatban. Kiseb igények kielégítésére készültek még 60, illetve 64, valamint 100 u tömegszámig működő KTS-ek is. Ezekben 12 cm rúd hosszt és 6 mm rúdátmérőt is használtunk, valamint előszűrős és anélküli változatot egyaránt építettünk (3. ábra). Felhasználói igényre készült még 500 u, ill. 800 u tömegtartományig mérő KTS, illetve szívárgásmérő célberendezés is.



3. Ábra. Kvadrupól mérőfejeink és a számítógéppel vezérelhető elektronikus egység.

Kezdetben a vezérlő elektronika analóg rendszerű volt, majd a '80-as években a vezérlést és jelfeldolgozást digitálisra alakítottuk át, illetve áttértünk a számítógépes vezérlésre. A számítógép monitorján ábrázolni tudtuk az analóg és vonalas spektrumokat; előre kiválasztott (max. 8) tömegszámhoz tartozó ionintenzitásokat (csúcskiválasztó üzemmód) analóg, oszlopos és táblázatos ábrázolási lehetőséggel, a kiválasztott csúcsok időbeli változását grafikus, ill. táblázatos megjelenítéssel. Ez lehetővé tette hosszú idejű mérések adatainak rögzítését és folyamatok szabályozását is. Kvadrupól tömegspektrométereinkből önálló műszerként vagy mérőrendszerekbe építve összesen kb. 200 darabot készítettünk. Vevőink voltak a hazai kutatóintézetek, egyetemek, az Országos Mérésügyi Hivatal, gyárak, honvédség; külföldön a szocialista országok, különösen az NDK egyetemei, kutató-intézetei és főként félvezető-ipara, ez utóbbi folyamatellenőrzésre. Stratégiánk alapvetése volt, hogy nem merültünk el csak a műszergyártásban. Amikor több műszert igényelt a piac, a gyártás jelentős részét kiszerveztük. Folyamatosan végeztünk alkalmazott kutatásokat: új mérési módszereket kerestünk és méréseket végeztünk a berendezéseinkkel.

5. Interdiszciplináris alkalmazások, új mérési módszerek

5.1. Altatógázok mérése

A '70-es években több mint ezer mintán végeztünk altatógáz méréseket a Debreceni Orvostudományi Egyetem (DOTE) műtőiben Uray Éva altatóorvossal együttműködve. Abban az időben halotán ($C_2HBrClF_3$), pentrán ($C_3H_4Cl_2F_2O$) és N_2O gázzal altattak. Az orvosok és a betegek egyaránt erős gázszennyezéseknek voltak kitéve. A műtő levegőjéből és az altatóorvosok által kilégtetett levegőből vett mintákban 10 műtő átlagában szüretlenül (illetve aktívszenes szűrést követően) rendre 65 (7,5) ppm, ill. 5,2 (0,35) ppm halotán tartalom volt kimutatható^{14,15}. Az aktívszenes szűrők tehát kb. egy nagyságrendet csökkentettek a szennyezésen, a

szűrőket jó hatásfokkal regenerálni is lehetett, de a szintek az Amerikában maximálisan megengedett értéket (műtőben 0,5 ppm) mindig jóval meghaladták – magyar szabályozás akkor még nem volt. A N_2O szintje a műtőben 2700 ppm volt, az amerikai 25 ppm helyett. Ma már gázzal nem altatnak.

5.2. Gáz-elektrondiffrakciós berendezéshez való csatolás

Az MTA Központi Kémiai Kutató Intézet Gáz-elektrondiffrakciós Laboratóriumában gáz halmazállapotú mintákon végrehajtott elektrondiffrakciós felvételekből számoltak molekulaszervezeti adatokat. A magas hőmérsékleten elpárologtatható fémkloridok esetében nem lehetett tudni, hogy a mérési hőmérsékleten milyen a monomer és dimer molekulák aránya. Hargittai István kezdeményezésére a diffrakciós berendezéshez csatoltam a kvadrupól tömegspektrométerünket, cseppfolyós nitrogén csapda közbeiktatásával (a kloridok és bomlástermékeik nagyon zavaró háttérnek csökkentésére). Az elrendezés lényege, hogy a diffrakciós méréssel egyidejűleg végeztük a mintában a tényleges monomer/dimer arány meghatározását. Ez lehetővé tette a diffrakciós mintázat kiértékelését. A csatolás és az alumínium-klorid minták mérése képezte egyetemi doktori dolgozatom 5. fejezetét². További vegyületeket is mértünk¹⁶⁻¹⁸.

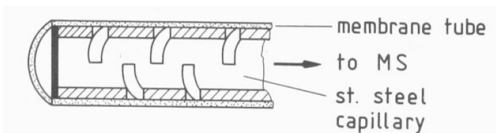
5.3. Membrán mintavevős tömegspektrometria (MIMS)

A légzésvizsgáló megalkotása azért is volt döntő hatással a további munkánkra, mert folytatásaként elkezdtük előzetes kísérleteinket egy vérgázanalizátor kifejlesztéséhez. Állatokon több vérgázmérést végeztünk, de a módszer invazív jellege miatt a MEDICOR nem látott ebben üzleti lehetőséget, ezért nem folytattuk ezt az irányt. Ekkorra azonban a vérgáz méréstechnikáját már kidolgoztuk. A BIOGAL Gyógyszergyár egyik kutatójával, Szilágyi Jenő fizikussal való beszélgetés során kiderült, hogy a vérgáz analízishez általunk épített membrán mintavevős tömegspektrométer (MIMS) a fermentlevekben oldott gázok mérésére is alkalmas lenne. A membrán mintavevős tömegspektrometria akkor már ismert volt Nyugaton, de a konkrét eszközöket, módszereket nekünk magunknak kellett kialakítanunk. Langer Gábor kollégám végezte el a különböző membránok és mintavevő elrendezések paramétereinek összehasonlító mérését¹⁹. Ennek eredményei és a vérben, illetve fermentlevekben oldott gázokra végzett első kezdeti méréseink határozottan a továbbfejlesztésre ösztönöztek bennünket.

Fermentációs gázok elemzése

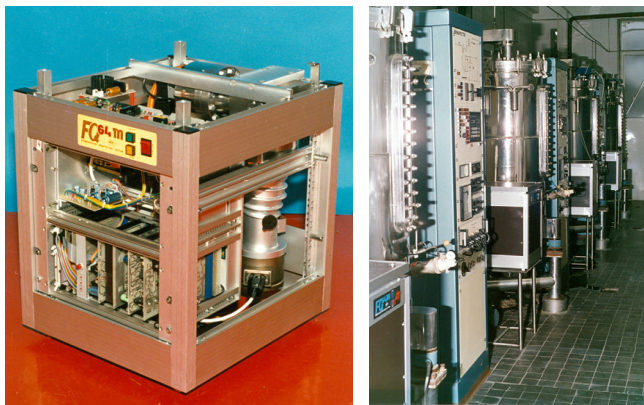
A későbbiek szempontjából meghatározó jelentőségűnek bizonyult, hogy a BIOGAL is lehetőséget látott az új technikában, és megrendelte egy kísérleti eszköz megépítését és közös üzemeltetését a kísérleti fermentációs üzemük számára²⁰. A fermentlevekben oldott gázok a kísérleti fermentorba bemerülő mintavevőnk (4. ábra) szilikongumi membránján keresztül permeációval jutnak be a membrán vákuum-

ra szívott oldalára. Innen az összekötő vákuumvezetéken áramolnak be a KTS zárt ionforrásába. Mintavevőink biztonságosan sterilizálhatóknak bizonyultak. Még egy éves használat után is zavarmentesen működtek a fermentor szűretlen fermentleveiben – szemben a hagyományos elektrodos érzékelőkkel, amelyek sokkal rövidebb ideig maradtak használhatók.



4. Ábra. A fermentlében oldott gázok méréséhez használt mintavevő elvi rajza²¹.

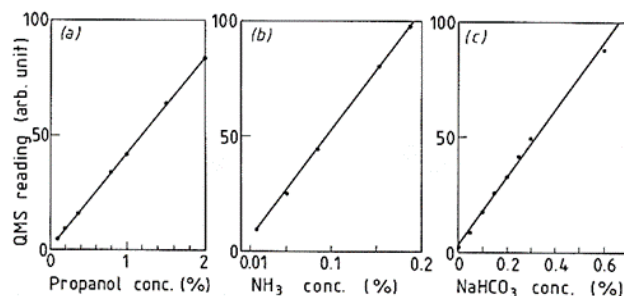
Az első kísérleti berendezésben egy KTS szolgált ki több mintavét (fermentort), de a mintavevő és a KTS közötti hosszú vákuumvezetékek miatt a kondenzálódó gőzök (pl. alkoholok) válaszfala túl hosszúnak bizonyult. A mérőrendszer második generációjában minden fermentorhoz szorosan mellé tettük az oldott gázok elemzésére szolgáló KTS-rendszert (FQ64m). Egy több fermentort kiszolgáló további – mintavétővel ellátott – készüléket pedig a laboratóriumban helyeztünk el az oda vezetett atmoszférikus nyomású elmenő gázok elemzésére²² (5. ábra). A KTS rendszerrel több oldott gázkomponens (pl. alkoholok) volt mérhető on-line módon, mint a hagyományos érzékelőkkel. Ezek jellegzetes tömegcsúcsa az 1–64 u tartományba esik.



5. Ábra. A fermentlében oldott gázokat mérő tömegspektrométeres mérőegység (FQ64m) kibontott képe (balra) és négy ilyen mérőegység négy kísérleti fermentorhoz csatolva a BIOGAL kísérleti fermentációs üzemében (jobbra).

A fermentlének azonban nem minden komponense illékony. A fermentorból folyamatosan kivett minták pH-értékének módosításával lúg, illetve sav hozzákeverése révén a kémiai kötött ammónia és a karbonátok is mérhetők²¹ (6. ábra). Ezekre a kémiai beavatkozást és nehezebb esetekben erőteljes fűtést igénylő off-line mérésekre egy 300 tömeg-egységig mérő különálló kvadrupól rendszert használtunk. A kis illékonyságú komponensek mérési problémáit és mérési megoldásait egyetemi doktori dolgozatában Futó István kollégám dolgozta fel témavezetésemmel²³. Szabályozottan fűtött, áramoltatásos membrános mintavevőt készítettünk, és a KTS zárt ionforrását is fűtöttük. Ezzel az elrende-

zéssel – bár off-line módon, de valós idejű meghatározással – a fermentorból folyamatosan kivett minták alacsony gőznyomású komponensei is mérhetővé váltak melegítés és egyidejű pH-módosítás segítségével. Megoldottuk a penicillin fermentáció prekursorjaként használt fenil- ecetsav és fenoxi-ecetsav mérését is (meghatározási határ 0,05 g/l, ill. 0,1 g/l).

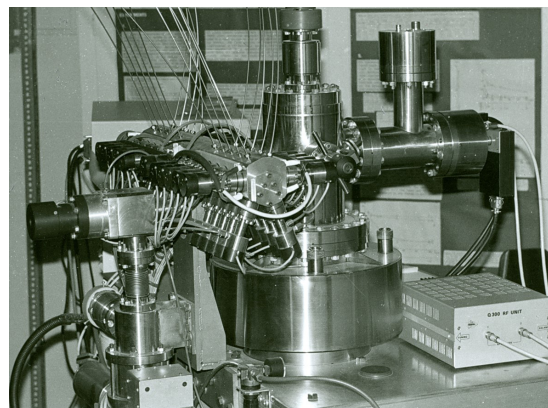


6. Ábra. Vízben oldott propanol on-line, valamint NH_3 és NaHCO_3 off-line mérésének kalibrációja a KTS rendszerrel²¹.

A folyamatszabályzás pontosabb, hatékonyabb eszközét adtuk a fermentációs szakemberek kezébe. Eszközeink használati értéke a legjobb nyugati rendszerek szintjén volt, amelyet előadásokra és együttműködésre kapott meghívásaink, közös publikációink is jeleztek²⁴⁻³⁰.

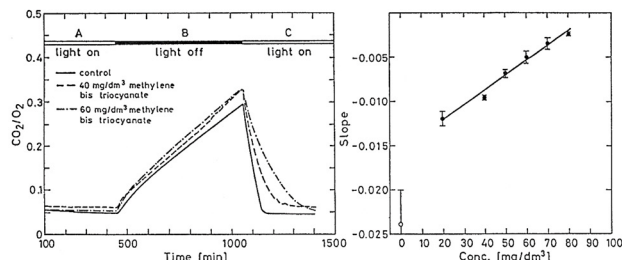
Növényélettani mérések

Miközben kidolgoztuk a MIMS eszközeinket a fermentációs mérésekre, intézetünkben már kísérletek folytak növények módosítására neutron-besugárzással. Ennek kapcsán jött az ötlet, hogy élő növényekbe is behelyezzük szondáinkat, és a növények légzésgázait mérjük, ezzel támogatva a növényélettani kutatásokat³¹. A kezdeti sikeres mérések után többmintavétő mérőrendszert is készítettünk a szegedi Gabonakutató Intézet (GKI, Sági Ferenc) és a budapesti Talajtani és Agrokémiai Kutatóintézet (TAKI, Pártay Géza), valamint saját részünkre. Az ATOMKI-ban e két intézménnyel és a KLTE Ökológiai Tanszékéről Lakatos Gyulával együttműködve dolgoztunk. Szegeden gabonák szárába, Budapesten tiszta és szennyezett, bolygatatlan talajmintákba és a rajtuk termesztett növényekbe ültették be a mintavevőket. (7. ábra).



7. Ábra. Növényélettani mérőrendszerünk 20 mintavevős egysége.

Mi a kukorica és gabona szárába, nád rizómájába, illetve békalencse zárt légterébe (8. ábra) helyeztük be a mintavetőköt^{22,32-34}. A növényeket fitotronban neveltük szabályozott körülmények között.

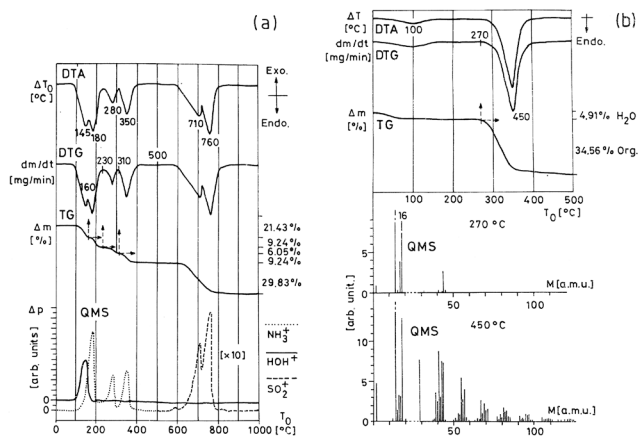


8. Ábra. Tiszta vízben, illetve adott koncentrációjú gyomirtóval szennyezett vízben tartott békalencse respirációs görbéje (CO_2/O_2) megvilágított és sötét időszakokban (balra). A sötét időszak utáni megvilágítás kezdeti szakaszában a respirációs görbe meredeksége a szennyező koncentrációjának függvényében (jobbra)³⁵.

5.4. Termikus reakciók gáztermékeinek mérése

Ismert módszer az anyagminta felfűtésével járó termikus reakciókban keletkező tömegvesztés és hőmérsékletváltozás mérése. A keletkező gáztermékeket hagyományosan titrálással határozták meg, majd később tömegspektrométerekkel.

Mi a magyar gyártmányú termoanalitikai műszerhez, a Derivatográfhoz csatoltuk a kvadrupól tömegspektrométerünket Szőör Gyula kezdeményezésére (KLTE Ásvány- és Földtani Tanszéke, Debrecen), amikor ez még újdonságnak számított hazánkban^{36,37}. Sok közös mérést végeztünk együtt ásványokon, kőzeteken, régészeti leleteken, ipari termékeken³⁸⁻⁴¹. A titrálással szemben a TS előnye, hogy savas és bázikus komponensek és szerves molekulák ugyanazzal az eszközzel, ráadásul folyamatosan mérhetők, gyorsan, a termikus folyamatot időben is követve (9. ábra). A csatlósból az egyetem, a honvédség és a Dunai Kőolajipari Vállalat (Százhalombatta) részére összesen négy darabot készítettünk.

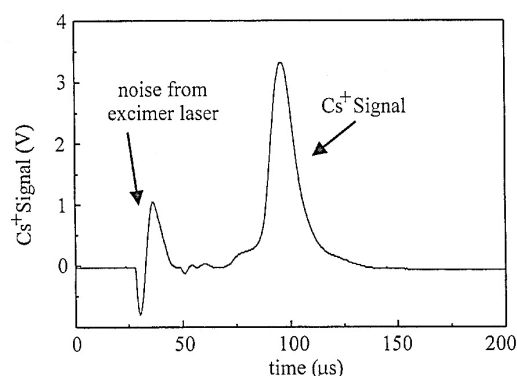


9. Ábra. A csatolt Derivatográf-KTS rendszerünkkel két mintán végzett egyidejű mérések eredményei: $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (a) és olajpala (b)³⁶.

Arra a célra, ha csak nagyon kis (0,1 – 30 mg) mintamennyiségből kell méréseket végezni, vagy kis gázhozamú a reakció, 1000 °C-ig programozottan felfűthető mintavetőt készítettünk, amelyet közvetlenül az ionforráshoz csatolva használtunk, főleg ásványok termogázainak elemzésére⁴².

5.5. Impulzus üzemi KTS kifejlesztése

A Szegei Egyetem és a jénai Friedrich Schiller Universitát munkatársai femtoszekundumos UV lézer impulzusok által molekulanyalábokban indukált disszociációt akartak vizsgálni a disszociációs termékek meghatározásával és az időbeli folyamat nyomon követésével. Ehhez a feladathoz a kvadrupól tömegspektrométer számára új üzemmódot fejlesztettünk ki⁴³. A molekulanyaláb a KTS tengelyére mérőlegesen áthalad az egyébként elektronütközéses nyitott ionforrás anódterén, és azon belül ütközik vele az irányított lézernyaláb. A mérés során az ionforrás ionizáló elektronyalábja ki van kapcsolva, így csak a lézernyaláb ionizálhat. Az ionforrás kimeneti oldalán egy kapuzó elektródpar állandóan gátolja az ionok bejutását az analizátorba, csak a lézerimpulzus indítja be az ionokat átengedő potenciál rákapcsolását egy rövid időre. Az analizátor utáni elektronsokszorozóval, töltéserősen előerősítővel, lineáris erősítővel és sokcsatornás analizátorral felépített detektorrendszer segítségével a beérkező ionsomag intenzitásának időbeli eloszlása detektálható (10. ábra).



10. Ábra. Az impulzus üzemi KTS kimeneti jele, miután a 0 időpontban femtoszekundumos UV lézerrel besugároztuk a CsCl -molekulanyalábot⁴³.

5.6. Egyéb fejlesztések és mérések

A dán Odense Universitet biokémiai intézetében gyári elemekből tandem KTS-t építettünk, és MIMS mérésekre használtuk biokémiai mintákon. A kecskeméti BÁCSEP részére szivárgásmérő berendezést készítettünk, mert ennek használata volt a feltétele az általuk gyártott hőkompenzátorok licenz jogának. A GE kisvárdai lámpagyárának kérésére az izzólámpák gyártásközi ellenőrzésére szolgáló KTS mérőrendszer laboratóriumi próbapéldányát építettem meg, majd segítettem a gyártásközi feladatokra alkalmas berendezés kiválasztásában és hitelesítésében (mert a saját építésre szóló felkérést ekkor már elhárítottam az intézeti háttér leromlása miatt).

6. Mit tettünk az eredeti cél eléréséért?

Végül illik visszakanyarodni az eredeti célunkhoz, a tisztább vákuum eléréséhez. Tettünk-e valamit ennek érdekében? Az eredeti cél az eddig bemutatott példákban nem tűnik elő, de a mindennapi gyakorlatban ez mindig jelen volt. Kvadrupól tömegspektrométereinkkel hitelesen tudtuk bemutatni kollégáinknak a szennyezőforrásokat, szennyező anyagokat, és a szennyezés elhárításának módjait. Segítségével sikerült javítani az Intézetben a vákuumtechnika színvonalát.

Az így szerzett tapasztalatokat is felhasználva újjítottam meg a Szegedi Egyetem Kísérleti Fizika Tanszékén a vákuumfizika oktatását, és tanítottam 28 évig. A Nemzetközi Vákuumunió (IUVA) támogatásával 30 órás tanfolyamokat szerveztem és tartottam olyan vegyészek, fizikusok, mérnökök, technikusok számára, akik korábban még nem részesülhettek vákuumfizikai és vákuumtechnikai képzésben (ezeken eddig összesen 333 fő vett részt).

Mindezek után jogosan merülhet fel a kérdés az olvasóban, hogy ennyi siker után miért nem látni új kvadrupól tömegspektrométereinket a felhasználók kezében?

7. A fejlesztés lecsengő szakasza

Kvadrupól tömegspektrométeres munkánk indulása és virágkora több tényező kedvező együttes hatásának volt köszönhető.

Ami a résztvevőkön múltott: egy tudományos kérdés tisztázásának igénye; bátorság a megfelelő új eszköz előállítására; a mindig a jobbra törekvés; a munkatársak lelkes összefogása; az intézetvezetés támogatása; készség a külső partnerekkel való együttműködésre.

Ami a külső közegtől függött: a tudománypolitika támogató jelenléte; a kutatóhelyek és az ipar igénye.

A belső és külső motivációk idővel megváltoztak. A kutatás-fejlesztési tevékenységünk hanyatlásnak indult, majd meg is szűnt. Ennek főbb oka az volt, hogy nemtelen támadások kezdődtek, átszervezéssel megbontották az egységes alkotói közösséget. Ugyanakkor a fejlesztés finanszírozására jelentkező igen kedvező kockázati tőkét elutasították. Ennek következtében az alapkészülék fejlesztésének üteme lelassult, hatékonysága romlott. Később a kutatás-fejlesztést az alapkutatással szembe állították, az előbbi nemkívánatosként kezelték. Ennek következtében csökkent az eladások nyereségéből a fejlesztésre fordítható összeg aránya, romlott a munkahelyi hangulat, munkatársak mentek el, kritikusra csökkent a kapacitás. A rendszerváltozás után odáig jutottunk, hogy a nem kellően korszerű készülékeink kényszerültek versenyezni a nyugati műszerekkel. Ráadásul a rendszerváltozás utáni recesszióban tudományos és ipari kapcsolatok, valamint megrendelések szűntek meg.

Történetünk azt példázza, hogy a kutatás olyan, mint egy nagy gyümölcsfa. Gyökerei (alapkutatás) eltető nedveket szállítanak a fa koronájába (alkalmazott kutatás, fejlesztés), amely jó gyümölcsöket érlel, egyúttal táplálja a gyökereket és a növekedést. Persze ez olyan fa, amelynek nem minden gyökeréhez lehet gyümölcsöt hozzárendelni, de azok a gyökerek is táplálják a fa egészét. A fának bármelyik részét megcsontkítják, az egész sínyli meg. Nincs helye erőszakos beavatkozásnak az irányítók részéről, de az is igaz, hogy sikerre és a társadalom támogatására csak egy lelkes, lelkiismeretes, összetartó kutatói közösség számíthat.

Ezzel véget ért számunkra a tömegspektrométer fejlesztés és a műszerépítés korszaka, amely az alkotás életre szóló jó élményét adta. Sikereink egyik fő okát abban látom, hogy tömegspektrométereinket mi magunk is naponta használtuk, és rájuk nem a gyártó profitésével, hanem a kutató és felhasználó mindig kritikus, jobbító szándékával tekintettünk. Hálás vagyok munkatársaimnak, a velünk együttműködő partnereimnek, és jó volt megtapasztalni, hogy tömegspektrométereinkkel sokan tudtak hasznos méréseket végezni.

Hivatkozások

- Kéki S.; Lelik L. *Magyar Kémiai Folyóirat*, **2020**, 126, 12–18.
<https://doi.org/10.24100/MKF.2020.01.12>
- Bohátka, S. *Vákuumfizika és -technika*, ELFT: Budapest, **2015**.
- Berecz, I.; Bohátka, S.; Kovács, Á.; Paál A. *ATOMKI Közl.* **1972**, 14, 81–89.
- Dawson, P. H.; Whetten, N. R. In *Advances in Electronics and Electron Physics*; Marton, L., Ed.; Academic Press: New York, **1969**; Vol. 27, pp 59–185.
[https://doi.org/10.1016/S0065-2539\(08\)60038-4](https://doi.org/10.1016/S0065-2539(08)60038-4)
- Bohátka, S. Egyetemi doktori értekezés, Kossuth L. Tudományegyetem, **1976**.
- Bohátka, S. *ATOMKI Közl.* **1977**, 19, 201–206.
<https://doi.org/10.1002/bimj.4710190305>
- Campana, J. E.; Jurs, P. C. *Int. J. Mass Spectrom. Ion Phys.* **1980**, 33, 119–137.
[https://doi.org/10.1016/0020-7381\(80\)80043-X](https://doi.org/10.1016/0020-7381(80)80043-X)
- Dawson, P. H. *Int. J. Mass Spectrom. Ion Phys.* **1974**, 14, 317–337.
[https://doi.org/10.1016/0020-7381\(74\)80067-7](https://doi.org/10.1016/0020-7381(74)80067-7)
- Trajber, Cs. Egyetemi doktori értekezés, Kossuth L. Tudományegyetem, **1992**.
- Trajber, Cs.; Simon, M.; Bohátka, S. *Rapid Commun. in Mass Spectrom.* **1992**, 6, 459–462.
<https://doi.org/10.1002/rcm.1290060711>
- Simon M., Egyetemi doktori értekezés, Kossuth L. Tudományegyetem, **1995**.
- Simon, M.; Bohátka, S.; Trajber, Cs.; Futó, I.; *Rapid Commun. in Mass Spectrom.* **1995**, 9, 629–633.
<https://doi.org/10.1002/rcm.1290090802>
- Berecz, I.; Bohátka, S.; Gál, J.; Paál, A. *ATOMKI Közl.* **1977**, 19, 123–134.
- Uray, É.; Félégyházi, Á.; Országh, I.; Bohátka, S.; Berecz, I.; Langer, G. *Anaesth. és Int. Ther.* **1976**, 6, 1–12.
- Uray, É.; Félégyházi, Á.; Országh, I.; Bohátka, S.; Berecz, I.; Langer, G. *Orvos és Technika.* **1977**, 2, 53–57.
- Hargittai, I.; Bohátka, S.; Tremmel, J.; Berecz I. *Hung. Sci. Instrum.* **1980**, 50, 51–56.

17. Schultz, Gy.; Tremmel, J.; Hargittai, I.; Berecz, I.; Bohátka, S.; Kagramanov, N. D.; Maltsev, A. K.; Nefedov, O. M. *J. Mol. Struct.* **1979**, *55*, 207–214.
[https://doi.org/10.1016/0022-2860\(79\)80212-4](https://doi.org/10.1016/0022-2860(79)80212-4)
18. Hargittai, I.; Schultz, Gy.; Tremmel, J.; Kagramanov, N. D.; Maltsev, A. K.; Nefedov, O. M. *J. Am. Chem. Soc.* **1983**, *105*, 2895–2896.
<https://doi.org/10.1021/ja00347a061>
19. Langer, G. *ATOMKI Közl.* **1979**, *21*, 221–238.
<https://doi.org/10.1108/eb016644>
20. Bohátka, S.; Langer, G.; Szilágyi, J.; Berecz, I. *Int. J. Mass Spectrom. Ion Phys.* **1983**, *48*, 277–280.
[https://doi.org/10.1016/0020-7381\(83\)87082-X](https://doi.org/10.1016/0020-7381(83)87082-X)
21. Bohátka, S.; Szilágyi, J.; Langer, G. *In Mass Spectrometry in Biotechnological Process Analysis and Control*; Heinzel, E.; Reuss, M., Ed.; Plenum Press: New York, **1987**; pp 115–123.
https://doi.org/10.1007/978-1-4757-0169-2_10
22. Bohátka, S. *Rapid Commun. in Mass Spectrom.* **1997**, *11*, 656–661.
[https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1097-0231\(199704\)11:6<656::AID-RCM835>3.0.CO;2-W](https://doi.org/10.1002/(SICI)1097-0231(199704)11:6<656::AID-RCM835>3.0.CO;2-W)
23. Futó, I. Egyetemi doktori értekezés, Kossuth L. Tudományegyetem, **1995**.
24. Lloyd, D.; Bohátka, S.; Szilágyi, J. *Biosensors*, **1985**, *2*, 179–212.
[https://doi.org/10.1016/0265-928X\(85\)80003-1](https://doi.org/10.1016/0265-928X(85)80003-1)
25. Bohátka, S. *In Gas Enzymology*; Degn, H.; Toftlund, D., Ed.; Reidel D. Publ. Co.: Amsterdam, **1985**; pp 1–16.
https://doi.org/10.1007/978-94-009-5279-9_1
26. Lauritsen, F. R.; Bohátka, S.; Degn, H. *Rapid Commun. in Mass Spectrom.* **1990**, *4*, 401–403.
<https://doi.org/10.1002/rcm.1290041011>
27. Lauritsen, F. R.; Nielsen, L. T.; Degn, H.; Lloyd, D.; Bohátka, S. *Biol. Mass Spectrom.*, **1991**, *20*, 253–258.
<https://doi.org/10.1002/bms.1200200504>
28. Degn, H.; Bohátka, S.; Lloyd, D. *Biotechnology Techniques*, **1992**, *6*, 161–164.
<https://doi.org/10.1007/BF02438824>
29. Oersnes, H.; Bohátka, S.; Degn, H. *Rapid Commun. in Mass Spectrom.* **1997**, *11*, 1736–1738.
[https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1097-0231\(19971015\)11:15<1736::AID-RCM50>3.0.CO;2-J](https://doi.org/10.1002/(SICI)1097-0231(19971015)11:15<1736::AID-RCM50>3.0.CO;2-J)
30. Oersnes, H.; Graf, T.; Bohátka, S.; Degn, H. *Rapid Commun. in Mass Spectrom.* **1998**, *12*, 11–14.
[https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1097-0231\(19980115\)12:1<11::AID-RCM110>3.0.CO;2-R](https://doi.org/10.1002/(SICI)1097-0231(19980115)12:1<11::AID-RCM110>3.0.CO;2-R)
31. Bornemisza-Pausperl, P.; Schlenk, B.; Bohátka, S.; Langer, G.; Buzás, I.; Pártay, G. Magyar szabadalom, 183 810, **1982**.
32. Langer, G.; Bohátka, S.; Berecz, I.; Schlenk, B.; Bornemisza-Pausperl, P.; Kiss, K.; Buzás, I.; Pártay, G.; Mózsik, L.; Sági, F. *Vacuum*, **1984**, *34*, 757–758.
[https://doi.org/10.1016/0042-207X\(84\)90323-3](https://doi.org/10.1016/0042-207X(84)90323-3)
33. Langer, G. A.; Bohátka, S.; Berecz, I.; Bornemisza-Pausperl, P.; Csatlós, M.; Mózsik, L.; Sági, F. *Int. Agrophysics*, **1987**, *3*, 361–363.
34. Bohátka, S.; Langer, G.; Simon, M.; Futó, I.; Fekete, S.; Gál, I.; Szádai, J.; Székely, G.; Bálint, J. *Vacuum*, **1995**, *46*, 767–768.
[https://doi.org/10.1016/0042-207X\(95\)00034-8](https://doi.org/10.1016/0042-207X(95)00034-8)
35. Lakatos, Gy.; Mészáros, I.; Bohátka, S.; Szabó, S.; Makádi, M.; Csatlós, M.; Langer, G. A.; *Science of the Total Environment, Supplement*, **1993**, *134*, 773–778.
[https://doi.org/10.1016/S0048-9697\(05\)80081-6](https://doi.org/10.1016/S0048-9697(05)80081-6)
36. Berecz, I.; Bohátka, S.; Langer, G.; Szöör, Gy. *Int. J. Mass Spectrom. Ion Phys.* **1983**, *47*, 273–276.
[https://doi.org/10.1016/0020-7381\(83\)87188-5](https://doi.org/10.1016/0020-7381(83)87188-5)
37. Bohátka, S.; Szöör, Gy. *Vacuum* **1987**, *37*, 187–188.
[https://doi.org/10.1016/0042-207X\(87\)90115-1](https://doi.org/10.1016/0042-207X(87)90115-1)
38. Szöör, Gy.; Balázs, É.; Bohátka, S. *Építőanyag*, **1984**, *36*, 274–277.
39. Szöör, Gy.; Bohátka, S. *Thermochimica Acta*, **1985**, *92*, 395–398.
[https://doi.org/10.1016/0040-6031\(85\)85899-8](https://doi.org/10.1016/0040-6031(85)85899-8)
40. Szöör, Gy.; Hetényi, M.; Balázs, É.; Bohátka, S. *Földtani Közlöny*, **1986**, *116*, 137–146.
41. Kovácsné Hadady, K.; Balázs, É.; Kiss, I. T.; Bohátka, S.; Szöör, Gy. *J. Thermal Analysis*, **1989**, *35*, 1499–1505.
<https://doi.org/10.1007/BF01912927>
42. Bohátka, S.; Szöör, Gy.; Czél, Gy.; Balázs, É. *Vacuum*, **2005**, *80*, 247–252.
<https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2005.07.041>
43. Bohátka, S.; Gál, J.; Hegyesi, Gy.; Szádai, J.; Feurer, T.; Sauerbrey, R. *Vacuum*, **1997**, *48*, 735–737.
[https://doi.org/10.1016/S0042-207X\(97\)00039-0](https://doi.org/10.1016/S0042-207X(97)00039-0)

Development and research of quadrupole mass spectrometers, measuring systems and methods – results of 40 years in ATOMKI

In 1971 after the construction work on the 5 MeV Van de Graaff accelerator, the vacuum physics group in ATOMKI started a residual gas analysis program, but the residual gas analysers available in the Eastern countries were useless. Therefore, we decided to construct a home-made quadrupole mass spectrometer. At that time – because of economic reasons – there was a necessity to use home-made experimental tools and instruments. This method demanded extra time from people doing the research but offered an advantage, too: a better knowledge of the instruments. The author is the only one who took part in the research & development of quadrupole mass spectrometers (QMS) in ATOMKI from the very beginning until the end of this program. This article briefly covers the steps of the technical achievements and also shows the major influences which helped or blocked the development process both inside and outside the institute.

The construction of the QMS was started with a thesis work. By the support of the institute, an improved version working in the mass range of 1 – 300 u was built and exhibited in the Budapest International Fair (BNV) in 1973. Visitors could test the instrument in operation, and their experience made them satisfied. The exhibition determined our future. Many colleagues from both the academic fields and industry wanted to use or buy our QMS. By the request of a pulmonologist, we began to construct a respiratory gas analyser. The Hungarian company MEDICOR financed the development work in hope for a new product. Within three years, the necessary preliminary medical tests were fulfilled successfully. Two instruments, complete with manufacturing and test documentation accompanied by medical and safety permissions were made ready. Furthermore, 27 equipment were produced in cooperation with ATOMKI. During this project the vacuum physics group increased not only in number, but also became stronger in knowledge and experience. The respiratory gas analyser project inspired many more research and development programs organised around two main directions: *a.)* QMS as the subject of research & development and *b.)* interdisciplinary measurements and research & development.

Within the frameworks of the first program, the influence of the errors/change of key electric and mechanical quantities on the main parameters of the QMS was studied. The knowledge gained in these measurements helped us to make our QMS better and more stable. The next project was studying the effects of the fringing fields between the ion source and analyser on the overall ion transmission and the possible benefits of prefilter. Model calculations and experimental measurements were made. Both verified the existence of optimal prefilter lengths and prefilter-analyser distance. A family of quadrupole mass spectrometers was created. The mass range of the basic type was 1 – 300 u, but there were instruments with up to 64, 100, 500 and 800 u mass ranges, too. In the seventies the electronics was analogue, ten years later digital and finally completely computer controlled. About 200 mass spectrometers were produced in four decades – about half of them was installed into complete measuring systems.

Within the multidisciplinary R&D program, a variety of MS-based instruments and measurement methods were developed. For example, more than thousand samples from the breath of anaesthetists and from the air in the operating rooms were analysed for narcotic gases (e.g.: halothane, N₂O). Our measurements verified that the activated carbon filters reduced the load by an order of magnitude. Our QMS was also coupled to a gas-electron-diffraction apparatus to help molecular structure determinations.

Theoretical chemists calculated molecular structures from the pattern of electron diffraction on the sample molecules – evaporated at high temperature in case of metal chlorides. Aluminium-chloride, germanium-chloride and other chlorides exist both in monomer and dimer form in the vapour. It was the task of the QMS to determine the actual value of the monomer/dimer ratio and to find the optimal evaporation temperature producing pure monomers.

We constructed our membrane inlets for mass spectrometry purposes (MIMS). This method was used for fermentation monitoring and for in-vivo measurements in living plants. After preliminary laboratory measurements and using the results of a test system, we constructed the final version for four fermenters. It was installed in the experimental fermentation plant of BIOGAL Pharmaceutical Factory. The QMS system measured gases dissolved in the fermentation broth and components of overhead gases from fermenters. Compared to the conventional sensors the MIMS method was more reliable, furthermore it offered the measurement of more components with much longer lifetime of the sensor. Additionally, we elaborated the real time off-line measurement of less volatile components, too, like NH₃, NaHCO₃, phenylacetic acid, phenoxyacetic acid – by pH modification plus heating the sample and the ion source of QMS. The same MIMS method was also used for in-vivo measurements of gases in living plants. Complete measuring equipment with 10 and 20 membrane inlets were constructed and used in plant and soil research. In cooperation with two research institutes and Kossuth University, Debrecen we made many such measurements.

We also coupled our QMS to the Hungarian Derivatograph and made many common measurements with Gy. Szőör in Kossuth University, Debrecen. The MS provided fast multicomponent gas analysis. A high temperature direct probe coupled directly to the ion source of the QMS was also used when the sample gave much less gas than usual, or the sample was less than 30 mg.

A unique mode of operation was realised in the fast-pulse-mode (or gated) QMS. It was created for the detection of laser induced dissociation in molecular beams. At the entrance of the analyser rod system a positive voltage on the gate electrode hinders the ions in entering the analyser until an ultrashort laser impulse triggers a zero voltage on the gate, making it transparent for the ions. At the same time the laser beam collides the molecular beam, dissociating the molecules. The number of ions produced, and the temporal distribution of the ions are detected.

Our QMS projects gained their success from many sources: the idea was good, the colleagues were talented and helped each other, more and more people were really interested in our achievements and products, while cooperating with us in a friendly way. Moreover, we enjoyed an encouraging support from the leaders of the Institute and the Hungarian Academy of Sciences. However, nowadays you don't see our QMSs in the labs. The reasons of the downturn and finally cease of this research and development at ATOMKI in the '90s are multiple, but perhaps most importantly it was caused first by envy and later by dislike of R&D programs. At the time of political changes in the nineties many companies impoverished, purchase orders and cooperations ceased. All these changes made the development slow and the products' competitiveness weaker.