

Práctica 1. Espectrometría de masas

Morales Gómez Héctor Jair, Urquiza González Mitzi Valeria
Laboratorio de Física Contemporánea I, 2019-2
Facultad de Ciencias,
Universidad Nacional Autónoma de México

Fecha de entrega: 9 de marzo del 2019

Se realizó un experimento de espectrometría de masas de tiempo de vuelo utilizando el acelerador lineal del Taller de Colisiones de la Facultad de Ciencias de la UNAM. Se caracterizó el haz del colisionador realizando una gráfica de la corriente de iones en función de la corriente del imán. También se obtuvo el espectro de tiempo de vuelos de los iones lentos producidos por la colisión entre protones y moléculas de SF_6 . Se concluyó que a partir de ciertos parámetros específicos, se puede afirmar que el haz está compuesto por protones y se determinaron los porcentajes de producción de cada ionización del SF_6 .

1. INTRODUCCIÓN

La espectrometría de masas es una técnica experimental que consiste en descomponer una sustancia, molécula o conjunto de moléculas en componentes más elementales. El análisis de estos componentes nos permite conocer información relevante de la sustancia [3]. Por lo general, el estudio de estos fragmentos elementales se realiza obteniendo su relación carga-masa al aplicar campos electromagnéticos [1].

Uno de los métodos de esta técnica es la espectroscopía de masas de tiempo de vuelo (TOF, por sus siglas en inglés). Consiste en determinar la relación carga-masa de un conjunto de iones, al medir el tiempo que tardan en hacer el recorrido desde su formación hasta su incidencia en el detector [3].

Los iones caracterizados en nuestro experimento se produjeron a partir de colisiones entre protones y un gas de SF_6 . Es importante mencionar que durante una colisión, pueden ocurrir tres procesos diferentes: colisiones elásticas, colisiones inelásticas y reacciones. En los procesos elásticos, la energía interna de la partícula no cambia. Por el contrario, durante los procesos inelásticos, ocurre un cambio en la energía interna de las partículas. En las reacciones, al menos una de las partículas que participan en la colisión cambia su estructura atómica y molecular. Para la elaboración de nuestro experimento, nos interesa enfatizar el concepto de reacciones.

En una reacción, se generan nuevos productos o fragmentos. Especialmente, cuando iones y moléculas interactúan, se producen reacciones como: ionización simple y múltiple, transferencia de carga, captura electrónica y disociación. En la tabla 1 se listan las reacciones de mayor relevancia para el desarrollo del experimento [3].

Como resultado de las reacciones de nuestro experimento, se producen tres grupos principales de partículas: fotones, como consecuencia de las transiciones en los diferentes niveles electrónicos de las moléculas del gas; iones rápidos, que son fragmentos resultantes del haz; y iones lentos, que son productos del blanco de la colisión. Para la obtención del

Reacción	Esquemmatización
Ionización directa	$A + B \rightarrow A + B^{q+} + qe$
Ionización indirecta	$A + B \rightarrow A + B^+ + e$
Recombinación resonante	$A + B \rightarrow A^+ + B^+ + 2e$
Transferencia de carga	$A^{+q} + B \rightarrow A^{m+} + B^{n+} + re + \Delta E$
Disociación	$A + BC \rightarrow A + B + C$

Tabla I. Tipos de reacciones.

espectro de tiempo de vuelo, se usan iones lentos [4].

Para obtener los espectros de tiempo de vuelo, se separaron los fragmentos de acuerdo a su cociente carga-masa. La relación entre la masa m de los iones y su tiempo de vuelo T , puede encontrarse a partir de cálculos electrostáticos simples [4]; considerando la ecuación de movimiento de una partícula de masa m y carga q confinada entre dos electrodos separados por una distancia $2d$ y entre los cuales se aplica un voltaje V_1 . Por lo tanto, la ecuación que relaciona la masa de los iones con su tiempo de vuelo es lineal y se escribe de la siguiente manera:

$$T\left(\frac{m}{q}\right) \approx \frac{2dl}{V_1 t_0} \frac{m}{q}. \quad (1)$$

El experimento se llevó a cabo utilizando un colisionador lineal, diseñado para acelerar iones positivos dentro del intervalo de energías de 1 keV a 10 KeV. El acelerador se encuentra en el Taller de Colisiones de la Facultad de Ciencias de la UNAM. Debido a su importancia para el desarrollo de nuestro experimento, la siguiente sección está dedicada a describir, de forma simplificada, su funcionamiento.

1. El acelerador

El acelerador consta de dos partes principales: un cañón de iones tipo Colutron, modelo G1 y una cámara de reacción. En el cañón se encuentran la fuente de iones, un conjunto de lentes electrostáticas y un filtro de velocidades. En la cámara

de reacción se introduce el blanco y se efectúan las colisiones. El acelerador también cuenta con zonas de detección: la primera, destinada a la selección y el conteo de los fragmentos derivados del haz; y la segunda, exclusivamente para el análisis de los iones positivos generados a partir del blanco. Adicionalmente, cuenta con varias componentes dedicadas a la regulación y monitoreo de la presión [4].

El primer paso a seguir para el desarrollo de nuestro experimento es la generación de iones que conforman al haz. Posteriormente, se aceleran y se enfocan y finalmente se selecciona el tipo específico de partículas para realizar las colisiones.

Los iones se generan al generar una descarga a partir de introducir una mezcla de H_2 y Ar en una fuente de Nitrato de Boro. La descarga se inicia al aplicar una corriente de aproximadamente $10A$ a un filamento de tungsteno. Esto genera termoelectrones, los cuales, son acelerados hacia un ánodo mediante la aplicación de un voltaje. Al moverse, los electrones inciden sobre la mezcla de gases y generan distintas especies de iones como: H^+ , H_2^+ , H_3^+ y Ar^+ .

Los iones creados en la fuente son extraídos, acelerados y enfocados por un conjunto de lentes electrostáticas. Las lentes constan de un arreglo de tres electrodos cilíndricos conocido como lentes de Einzel. El primero y el último de estos electrodos aceleran los iones, mientras que el segundo sirve como lente de enfoque.

Entre las diferentes especies creadas en la fuente, se seleccionan los protones con un filtro de velocidades tipo Wien. El filtro consiste en un par de electroimanes que generan un campo magnético vertical B y un par de placas que crean un campo eléctrico horizontal E . Ambos campos son ortogonales a la dirección de incidencia del haz y desvían todos los iones que no tengan una velocidad dada por la siguiente ecuación:

$$v = \frac{E}{B} \quad (2)$$

Cuando los protones pasan el filtro, son desviados 10 por un par de placas electrostáticas verticales. La desviación sirve para impedir que los fotones alcancen la zona de reacción. Después, el haz es colimado por dos discos concéntricos antes de ingresar a la zona de interacción. Entre los colimadores, se introduce una bandera para caracterizar el haz. Es importante mencionar que el interior del acelerador se encuentra a; alto vacío, para evitar que los protones interactúen con las partículas residuales de aire. Este vacío se logra con dos bombas mecánicas y dos bombas turbomoleculares.

Después de atravesar la línea del acelerador, el haz llega a la cámara de reacción. Aquí, se introduce el gas de interés y se producen las colisiones. Cuenta con un arreglo de placas electrostáticas llamado sistema de tiempo de vuelo. En la zona de reacción, se introduce el blanco a través de una inyección con una aguja hipodérmica, aprovechando las

diferencias de presión.

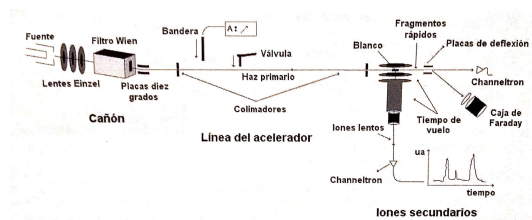


Fig. 1. Esquema del acelerador

2. OBJETIVOS

- Generar un haz con el acelerador lineal e identificar los iones que lo conforman.
- Generar un espectro de vuelo de iones lentos y obtener la probabilidad de formación de cada ión generado.

3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Primero, se abrieron las compuertas internas del acelerador, abriendo las válvulas de un tanque de nitrógeno. Luego, se generó alto vacío en dos pasos: se encendieron las bombas mecánicas y posteriormente, al alcanzar una presión de $60 \times 10^{-3} Torr$, se encendieron las bombas turbomoleculares. Después, se encendió el refrigerador. Posteriormente, se encendió el filamento para comenzar la producción de termoelectrones.

Ya que los electrones estaban listos, se procedió a aplicar la corriente de aceleración. Luego, se introdujo la mezcla de gases de H_2 y Ar . Una vez que se generó el plasma, se activó el filtro de velocidades. Después, se conectó un electrómetro a la bandera y con ayuda de un tornillo micrométrico, se puso a la altura del haz. Después, se realizó un barrido sobre la corriente del imán para caracterizar el haz.

Finalmente, se introdujo el gas de SF_6 al acelerador y se obtuvieron los datos con la computadora. El software registró el conteo por tiempo de vuelo y fue posible obtener un espectro. La tabla 2 muestra los parámetros más importantes del experimento.

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS

1. Caracterización del haz

En la primera parte del experimento, se caracterizó el haz. Se graficó la corriente del imán, contra la corriente de iones. Se realizaron gráficas para diferentes voltajes de filtro. A continuación se muestra la gráfica más representativa, la cual

Variable	Valor	Función
V_f	200 V-290 V	Campo E
i_m	0 A – 3 A	Intensidad del campo B
V_1	1000 V	Potencial pulsante
f	2000 kHz	Apertura de conteo
t_0	400 ns-500 ns	Tamaño del pulso
Lente de enfoque	0 V, 10 V, 15 V, 20 V	'Colimar' iones lentos

Tabla II. Parámetros importantes

Ión	Valor porcentual
S^+	2.3
SF^+	5.4
SF_2^+	5.2
SF_3^+	7.9
SF_4^+	13.6
SF_5^+	2.6
SF_6^+	62.7

Tabla III. Iones encontrados en la colisión

corresponde a un voltaje de filtro de 290 V.

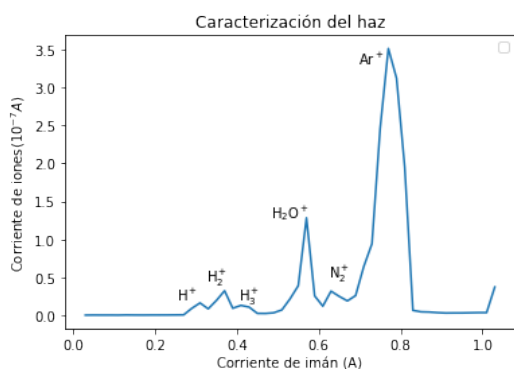


Fig. 2. Corriente de iones en función de corriente del imán

La gráfica es espectral, ya que los iones se diferencian en masa de manera discreta. Así, para valores de i_m en la región intermedia entre dos 'picos', no se permite el paso de ninguna partícula hacia la bandera y la corriente registrada es nula.

Es importante mencionar que la altura y el ancho del pico asociado a una masa determinada, corresponden a la cantidad de iones producidos de cierta especie.

En nuestra gráfica podemos observar que el pico más intenso corresponde al Ar^+ . Se llega a esta conclusión al considerar que $m \propto i_m$ y que el Ar^+ es el ión más pesado que se puede generar con nuestra mezcla de gases. Los siguientes dos picos (de derecha a izquierda), son provenientes del entorno. A pesar de que se procura generar alto vacío en el colisionador, es posible que haya residuos de aire. Por último, los siguientes tres picos, corresponden a los iones de hidrógeno. Se observa que se produce el H_2^+ en mayor cantidad. Esto se debe a que la ionización es la más probable de las reacciones.

Este análisis nos permite afirmar que existe un conjunto de valores específicos para el voltaje de filtro y corriente del imán, a partir de los cuales se puede afirmar que estamos generando protones.

2. Espectro de tiempo de vuelo de iones lentos

Se obtuvo el espectro de tiempo de vuelo con los datos recolectados con el software del colisionador. Se realizaron gráficas diferentes para diferentes valores de: . A continuación se muestra la gráfica más representativa, la cual corresponde a un voltaje de filtro de 2 V.

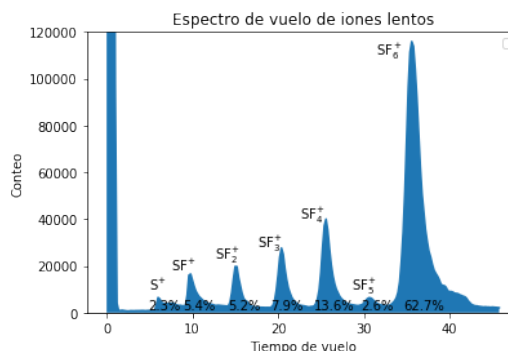


Fig. 3. Espectro de tiempo de vuelo

Para obtener el porcentaje de producción de cada especie, se obtuvo el número total de conteos realizados en cada corrida y se obtuvieron los conteos correspondientes a cada pico. Se ignoraron los datos cercanos al cero (el pico que sale de la gráfica), pues se concluyó que eran detecciones de fotones producidos por el haz. En la tabla 3 se muestran los resultados de nuestros cálculos.

Se observó que el ión con mayor presencia es el SF_6^+ . Se concluyó que se trataba de este ión, pues es el ión más pesado que se puede generar por ionización y según la ecuación 1, el tiempo de vuelo es proporcional a la masa del ión. Con un razonamiento similar se identificaron el resto de los iones.

Se comparó nuestro experimento con un experimento realizado con CH_4 [4] y se observaron resultados muy similares, con la excepción de una disminución en la producción del penúltimo ión. Se conjeturó que este comportamiento del SF_5^+ podría deberse al comportamiento electronegativo del F.

5. CONCLUSIONES

De la primera parte del experimento se concluyó que hay una metodología precisa para producir, en el colisionador, un haz compuesto por iones de cierta especie, a partir de un conjunto específico de parámetros.

En la segunda parte del experimento se concluyó que las ionizaciones directas son las reacciones más probables que ocurren en el acelerador y se determinaron los porcentajes de producción de cada ión del SF_6 .

REFERENCIAS

- [1] UNAM, Facultad de Química. (s.f.). Fundamentos de la espectrometría de masas. Recuperado 8 de marzo, 2019, desde http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/masas_10832.pdf
- [2] Plascencia Villa, Germán. Espectrometría de masas. (Junio 2003). Recuperado el 8 de marzo, 2019, desde http://www.ibt.unam.mx/computo/pdfs/met/Spec_Masas.pdf
- [3] López Patiño, Juan. Detección de los fragmentos del blanco en la colisión de protones e bajas energías en aire. (2011). Recuperado el 8 de marzo, 2019, desde <http://132.248.9.195/ptb2011/agosto/0671459/Index.html>
- [4] López Patiño, Juan. Procesos disociativos en colisiones de protones a bajas energías en gases atmosféricos. (Mayo 2016). Recuperado el 8 de marzo, 2019, desde <http://132.248.9.195/ptd2016/junio/0746486/Index.html>