



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

Facultad de Ciencias

**Diseño de un Espectrómetro de Masas para
Muestras Gaseosas de UF_6**

PARTE I

T E S I S

Que para obtener el título de:

F I S I C O

p r e s e n t a :

JUAN MANUEL MUÑOZ LEDO MUÑOZ

México, D. F.

1982



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

INDICE

INTRODUCCION	1
CAPITULO I	
SISTEMA DE INTRODUCCION DE MUESTRAS	6
Operación	11
Proceso de purga	12
Toma de muestras	13
Limpieza de trampas	15
Esquemas y tablas	19
CAPITULO II	
FUENTE DE IONES Y CAMARA DE IONIZACION	30
Bombardeo con electrones	31
Principios de operación	32
Potenciales de aceleración	40
Cámara de ionización	41
Esquemas	43
CAPITULO III	
SISTEMA DE VACIO	48
Selección de bombas	55
Difusoras	56
Turbomoleculares	58
Bombas iónicas	61
Cálculo del sistema	62
Esquemas y tablas	68

CAPITULO IV	
COLECTORES Y TUBO DE VUELO	83
Colectores	83
Colección de los iones	84
Caja de Faraday	85
Amplificación y conversión de la corriente	86
Conteo y procesamiento de la información	89
Tubo de vuelo	89
<i>Esquemas y gráficas</i>	91
CAPITULO V	
TRAMPAS	100
Trampas para conservar la limpieza del alto vacío	100
Trampas químicas para UF₆	102
Trampas frías para el sistema de bombeo	104
<i>Esquemas</i>	109
CONCLUSIONES	115
BIBLIOGRAFIA	117

I N T R O D U C C I O N

La operación actual y el incremento de las facilidades nucleares han implicado el manejo de grandes cantidades de materiales fisionables.

Una determinación precisa de estas cantidades es de importancia básica por las siguientes razones:

- I.- La operación de una planta nuclear y sus medidas de seguridad requieren del conocimiento exacto de los materiales que se manejan.
- II.- Los materiales nucleares poseen un alto valor en términos económicos.
- III.- El balance de los materiales fisionables debe conservarse estrictamente dentro de las regulaciones de organismos internacionales.

Para realizar el análisis de estos materiales existen diversas técnicas su aplicación depende, en muchos casos, de la precisión requerida para su estudio.

Para el caso del uso comercial del uranio, el conocimiento de su composición esta centrado en la relación isotópica $^{235}\text{U} / ^{238}\text{U}$.

Si el uranio se encuentra en forma gaseosa (de UF_6), puede usarse para determinar su composición isotópica un

espectrómetro de masas para muestras gaseosas. Un espectrómetro de masas es un instrumento para separar e identificar átomos o moléculas de acuerdo a sus relaciones de masa-carga, por medio de la acción de campos eléctricos y/o magnéticos. En él se separan los elementos de un haz de iones por masas, tal y como un prisma de vidrio separa, en un rayo de luz blanca, el espectro de sus colores componentes.

Sobre una carga eléctrica que se desplaza por un campo magnético actúa la fuerza de Lorentz*.

$$\vec{F} = q [\vec{v} \times \vec{B}]$$

donde q es la magnitud algebraica de la carga en movimiento, \vec{v} su velocidad y \vec{B} la inducción magnética del campo.

Si el campo magnético es uniforme y perpendicular a la velocidad \vec{v} , la partícula se desplazará por una circunferencia de radio constante R en un plano perpendicular al vector \vec{B} , en este caso la fuerza de Lorentz es centrípeta y la expresión para el radio de la trayectoria de la partícula es:

$$R = \frac{m v}{q B}$$

En esta última ecuación se observa que para un haz de partículas uniformemente cargadas y con distribución

*En el sistema MKS racionalizado.

de velocidades constantes el radio de las trayectorias, al atravesar el campo magnético, dependerá exclusivamente de m (la masa de las partículas). De esta forma en un haz de iones pueden separarse los elementos de diferentes masas para posteriormente ser registrados, esta es la característica fundamental en el funcionamiento de un espectrómetro de masas.

El hexafluoruro de uranio es, a presión y temperatura ambiente, un sólido cristalino volátil, su estructura en fase líquida o gaseosa es simétrico-octaédrica con el átomo de uranio centrado, es altamente reactivo siendo agente de fluoración, corroe la mayoría de los metales y es sumamente tóxico, ataca la piel y las mucosas y a través de la sangre puede depositarse en los riñones donde causa graves daños, su manejo requiere de técnicas especiales así como de particulares medidas de seguridad. Un espectrómetro de masas para hexafluoruro de uranio deberá, por lo tanto, presentar características muy singulares tanto en su diseño como en su operación.

Todos los espectrómetros de masas presentan un diseño característico, este es un compromiso entre seis elementos fundamentales que son:

- 1) Sistema de Introducción de Muestras.
- 2) Fuente de Iones.

- 3) Sistema de Vacío.
- 4) Colector de Iones.
- 5) Tubo de Vuelo.
- 6) Analizador Magnético.

La presente tesis consiste en diseñar los elementos 1, 2, 3, 4 y 5 de un espectrómetro de masas para hexafluoruro de uranio, el Analizador Magnético es parte de otra tesis que paralelamente se desarrolló en el Instituto de Física de la U.N.A.M.

1.

—

CAPITULO I

SISTEMA DE INTRODUCCION DE MUESTRAS

El sistema de introducción de muestras (S.I.M.), tiene como objeto el manejo y alimentación del espectrómetro de masas con varias muestras de UF_6 , este sistema debe reunir varias características entre las que podemos destacar las siguientes:

- Tener capacidad para manejar varias muestras;
- No debe presentar efectos de memoria;
- No contaminar las muestras durante el manejo;
- Controlar los gases residuales;
- Ser seguro en su operación;
- Pueda controlarse automáticamente (por computadora);
- Ser rápido en el manejo de las muestras.

De todo el espectrómetro de masas es en el S.I.M. donde se manejarán los más altos volúmenes de UF_6 , es por esto por lo que el diseño y su posterior operación requieren de una atención especial. El sistema debe concebirse de tal forma que evite, hasta donde sea posible, la participación de operadores así como de personal de supervisión, el diseño debe permitir la entrada de las muestras ya sea por botellas o por tubería "On Line".

El número de muestras que podrá manejar es de 5,

donde una se encuentra reservada para el patrón y las cuatro restantes para las diferentes etapas del enriquecimiento. El diagrama de este sistema, se presenta en el esquema SIM-1, en él pueden observarse las 5 botellas de muestra (M-1 a M-5) que pueden ser substituidas si se requieren por una tubería de alimentación ("On Line").

Como puede observarse en el diagrama de fases del UF_6 (figura SIM-5)¹⁷, si se varían las condiciones de presión y temperatura dentro de niveles fácilmente alcanzables se puede cambiar el estado de este compuesto de tal forma que pueda manejarse como sólido, líquido o gas. Esta característica se aprovechó para generar un sistema de bombeo basado en trampas frías con la consiguiente ventaja de permitir el reprocesamiento posterior de los gases residuales y de que el sistema queda totalmente cerrado al exterior, disminuyendo así la posibilidad de una fuga accidental.

Las trampas frías utilizadas son 3 (T-1 a T-3), su diseño y operación pueden verse con más detalle en el capítulo de trampas. Por razones de claridad estas trampas aparecen en el diagrama como totalmente independientes, sin embargo, es más conveniente el que se colocasen en un mismo recipiente contenedor o termo, de esta forma solo se tendría que controlar un sólo nivel de nitrógeno líquido y utilizar un sólo termómetro. Este termómetro tiene una función de seguridad ya que se encuentra conectado a la computadora y ésta lo utiliza para monitorear

la temperatura de las trampas y cerrar las servoválvulas en caso de que la temperatura suba por arriba de los -100°C .

La propiedad del hexafluoruro de condensarse si la temperatura baja hasta cierto nivel puede convertirse en un inconveniente si no se toman las precauciones pertinentes; en efecto, al cabo de varias horas de operación podría bajar la temperatura de las líneas de bombeo en los puntos próximos a las trampas, pudiendo provocar con ello un taponamiento, para evitar esto se han colocado sobre las líneas de bombeo y muy próximos a las trampas, unos calefactores cuya misión es la de evitar su enfriamiento.

Las líneas de bombeo deben dimensionarse de tal forma que su conductancia concuerde con los volúmenes a evacuar y la velocidad de bombeo del sistema de vacío. Podemos suponer que la tubería de la zona c, ver diagrama SIM-2, es una cámara de vacío que debe evacuarse, la longitud máxima de esta tubería se estima, en el peor de los casos, en 65 cm con un diámetro de $1/4'' \text{ } \varnothing$ (6.35 cm), entonces el volumen máximo a evacuarse será:

$$V \approx 20.26 \text{ cm}^3$$

La longitud de las líneas de bombeo se estima en

100 cm más 10 cm por efecto de un codo, entonces la longitud total será de 110 cm con un diámetro de 1" \emptyset .

La conductancia viscosa de la tubería (C_V), puede obtenerse de la ecuación de Poireville:

$$C_V = \frac{\pi D^4 \bar{P}}{128 h L}$$

donde:

h = viscosidad del UF_6 en poises

\bar{P} = Presión media del proceso en mbar.

D = Diámetro de la tubería en cm.

L = Longitud de la tubería en cm.

La presión de vapor del UF_6 a temperatura ambiente es de 80 torr y la presión a la que se desea llevar el sistema es de 10^{-2} torr, de donde:

$$\bar{P} = \frac{1}{2} (80 - 10^{-2}) \text{ torr}$$

$$\bar{P} = 5.32 \times 10^1 \text{ mbar}$$

entonces:

$$C_V = \frac{\pi (2.54)^4 \times 5.32 \times 10^1}{128 \times 176 \times 10^{-6} \times 110} \text{ 1/seg}$$

$$C_V = 2804 \text{ 1/seg}$$

Si la velocidad de bombeo de la trampa fría es $S_p = 500$ l/seg, la velocidad efectiva de bombeo será:

$$S_c = \frac{C_v S_p}{C_v + S_p}$$

$$S_c = \frac{2804 \times 500}{2804 + 500}$$

$$\therefore S_c = 424.33 \text{ l/seg}$$

como se puede observar con estas dimensiones la velocidad de bombeo prácticamente no cae debido a las líneas. Toda la tubería deberá construirse de acero inoxidable de la serie 316, las líneas de bombeo tendrán un diámetro de 1" \emptyset y todas las demás líneas del sistema serán de 1/4" \emptyset , esto con el fin de reducir el gasto de muestras y los efectos de memoria.

Todas las válvulas deberán ser de acero inoxidable con sistema de fuelle (Bellows) totalmente metálicas con conexiones soldables, de tal manera que puedan ser calentadas, en caso necesario, sin problemas, la válvula de fuga (ver figura SIM-1) será de aguja y fuelle con tornillo micrométrico para ajuste fino, la tubería de la salida de la válvula de fuga es de 1/8" \emptyset y es a través de la cual se acoplan el S.I.M. y el Espectrómetro de Masas (E.M.).

En la tabla SIM-4 se presentan los componentes principales de este sistema.

El S.I.M. puede operarse automática o manualmente, la operación automática se realiza utilizando una mini-computadora como la HP-9826 u otra similar, que controlaría tanto al S.I.M. como al espectrómetro de masas, ²⁻⁵⁻²² en el diagrama SIM-3 puede observarse la computadora, los dos relés y el voltímetro, las flechas en las líneas indican el sentido de la información, el control de las presiones y la temperatura se realiza por medio del voltímetro usando el relé como un buscador (scanner), el otro relé es usado para accionar cada una de las servoválvulas utilizando para ello una fuente de 24 volts. El sistema está concebido para operar fundamentalmente de esta forma, sin embargo, si se desea prescindir de la computadora para su manejo simplemente deberán eliminarse las servoválvulas (1-7) y el procedimiento de operación sería similar al que inmediatamente se describe.

Operación:

El procedimiento de operación consta de tres etapas fundamentales:

- 1.- Proceso de purga,
- 2.- Toma de muestras,
- 3.- Limpieza de trampas.

Proceso de purga.

Para evitar la contaminación de las muestras con los residuos de muestras anteriores que se encontraban en la misma línea o con el aire que se introduce a las líneas, o para evitar la fuga de gases al exterior al hacer el cambio de botellas deberá purgarse en dos pasos la línea correspondiente.

Primero: para eliminar el aire de la zona (a), ver diagrama SIM-2, no puede utilizarse una trampa fría, porque éste no es condensable, por lo que deberá usarse un sistema de bombeo convencional a base de una bomba turbomolecular. El acoplamiento de esta bomba se logra a través de una conexión en T, tal y como se muestra en el diagrama SIM-1, entonces con la bomba turbomolecular funcionando y la válvula de la trampa T-1 cerrada se abre la válvula de purga correspondiente hasta que la presión en el manómetro P-3 descienda lo suficiente (10^{-5} torr).

Cuando se requiera cambiar una botella de muestra por otra, el UF_6 que se encuentra en la zona (a) podría escapar al exterior si simplemente se quitase la botella, es por esto que deberá realizarse una limpieza previa en esta zona, para ello deberá cerrarse la válvula de la botella de muestra y posteriormente elegirse cual.

quiera de los dos procedimientos siguientes: puede utilizarse la válvula de purga en combinación con la trampa T-1 o puede realizarse mediante el programa de la computadora, en tal caso la computadora pregunta si desea hacer cambio de botellas, después de contestar afirmativamente se dan las direcciones de las botellas a cambiarse y la computadora controla la limpieza, para ello utiliza las servoválvulas de la línea correspondiente y las de las trampas T-2 y T-3, este procedimiento es particularmente útil cuando se desean cambiar varias botellas.

En ambos procedimientos las válvulas de las botellas a cambiarse, así como de la bomba turbomolecular deberán permanecer cerradas.

Para eliminar los residuos de muestras anteriores que quedarían en la zona (b), ver diagrama SIM-2, cuando se realizara un cambio de botellas, se mantendrán las válvulas manuales de las líneas cerradas y se abrirán las servoválvulas de bombeo, (6,7) hasta que la presión en P-1 y P-2 baje a los niveles de operación, este procedimiento sólo puede efectuarse automáticamente, en el programa de la computadora se incluye una rutina para dicho efecto (ver prog-1).

Toma de muestras.

Un procedimiento adecuado en la toma de muestras es

tan importante como el dispositivo físico del S.I.M., de él pueden reducirse los efectos de memoria, el consumo de muestra, los tiempos de muestreo, así como incrementar la seguridad de operación; un proceso adecuado deberá contemplar etapas de limpieza entre la toma de muestras sucesivas, comparación con patrones determinados, ser a prueba de errores accidentales y estar protegido contra fallas de corriente o vacío.

Según Beyrich y Grossynt (1979)³ la aparición de errores sistemáticos del mismo signo pero de diferente magnitud pueden ser debidos a efectos de memoria. Presumiblemente estos efectos son causados por las reacciones de intercambio isotópico de la muestra a medirse y los depósitos de UF_6 o de subfluoruros de uranio UF_4 , UF_5 , etc. sobre las superficies metálicas del S.I.M. o la fuente de iones del espectrómetro de masas, originados por las muestras anteriores.

En términos de reducir las diferencias observadas en la composición isotópica de dos muestras de UF_6 gaseosas, se sugiere realizar las mediciones de la muestra y un patrón, alternativamente.⁴

La calibración necesaria se realiza mediante la medición alternativa de por lo menos un material de refe-

rencia del que se conoce precisamente su composición. El análisis de muestras se realiza en ciclos. Un ciclo representa la entrada del material de muestra en la fuente de iones del espectrómetro, su medida, y la entrada del material de referencia para su comparación.

Todas estas características se contemplaron para diseñar un programa de computadora que permitiese la operación del S.I.M. automáticamente, este programa (ver prog-1) permite utilizar de 1 a 4 muestras y un patrón para referencia, el orden del análisis puede ser seleccionado a voluntad y su ejecución puede ser detenida en cualquier momento sin riesgo de contaminación de las muestras entre sí, el programa está protegido contra errores accidentales en la introducción de datos y permite el monitoreo del análisis.

Dadas las características del tipo de servoválvulas a emplearse (normalmente cerradas) el sistema queda protegido también contra la falta de corriente.

Limpieza de trampas.

El funcionamiento correcto del sistema de bombeo del S.I.M. dependerá en buena parte de un mantenimiento adecuado de las trampas frías, este mantenimiento consiste básicamente en conservar la temperatura dentro de los

límites de operación, cosa que se logra manteniendo el nitrógeno líquido en su nivel correcto, y evitando la saturación de las trampas con UF_6 esta saturación es el producto de la condensación de UF_6 en las paredes frías de la trampa, como el hexafluoruro de uranio es un mal conductor del calor la eficiencia de la trampa disminuirá en cuanto el espesor de UF_6 sólido llegue a un cierto límite, por lo que estos depósitos deberán ser retirados en cuanto esto suceda. Desafortunadamente no se poseen los elementos suficientes para hacer una estimación correcta de los intervalos de tiempo necesarios para realizar este mantenimiento, ya que estos dependerán fundamentalmente de los tiempos de operación, el número de veces que se haga cambio de botellas, el número de veces que se purgue el sistema, etc. Sin embargo, por experiencia en otros equipos que trabajan con sistemas de bombeo similares se sabe que bajo condiciones de operación continua los intervalos de limpieza son del orden de 6 a 12 meses. Por otro lado, podemos saber que es necesario este mantenimiento debido a que los intervalos de bombeo se incrementarán notablemente.

La limpieza de las trampas puede realizarse ya sea, desmontándolas para llevarlas a algún sistema de transvase, para lo cual la trampa está provista de una brida que permite esta operación, o realizando la limpieza den

tro del sistema mismo, este procedimiento resulta particularmente ventajoso ya que evita la aparición de posibles fugas en el sistema debidas al manejo de las componentes del mismo.

Esta rutina de limpieza consite básicamente en habilitar una o más botellas de muestras como trampas frías y canalizar hacia ellas los depósitos de UF_6 , para ello deberá procederse de la siguiente forma:

Deberán cerrarse todas las válvulas manuales de las trampas y retirarse el termo que contiene el nitrógeno líquido, se deben identificar la o las trampas que se de seen limpiar así como las botellas que recibirán los depósitos de hexafluoruro, estas botellas deberán estar va cías y previamente purgadas de aire junto con la zona (a) del sistema (ver diagrama SIM-2), posteriormente usando algún recipiente que pueda contener nitrógeno líquido se sumergirán parcialmente las botellas de muestra de tal forma que éstas funcionen como trampas frías; entonces se abrirán las servoválvulas y las válvulas manuales de las botellas y trampas en cuestión hasta que se complete la limpieza, esto puede determinarse observando los manó metros P-1 y P-2.

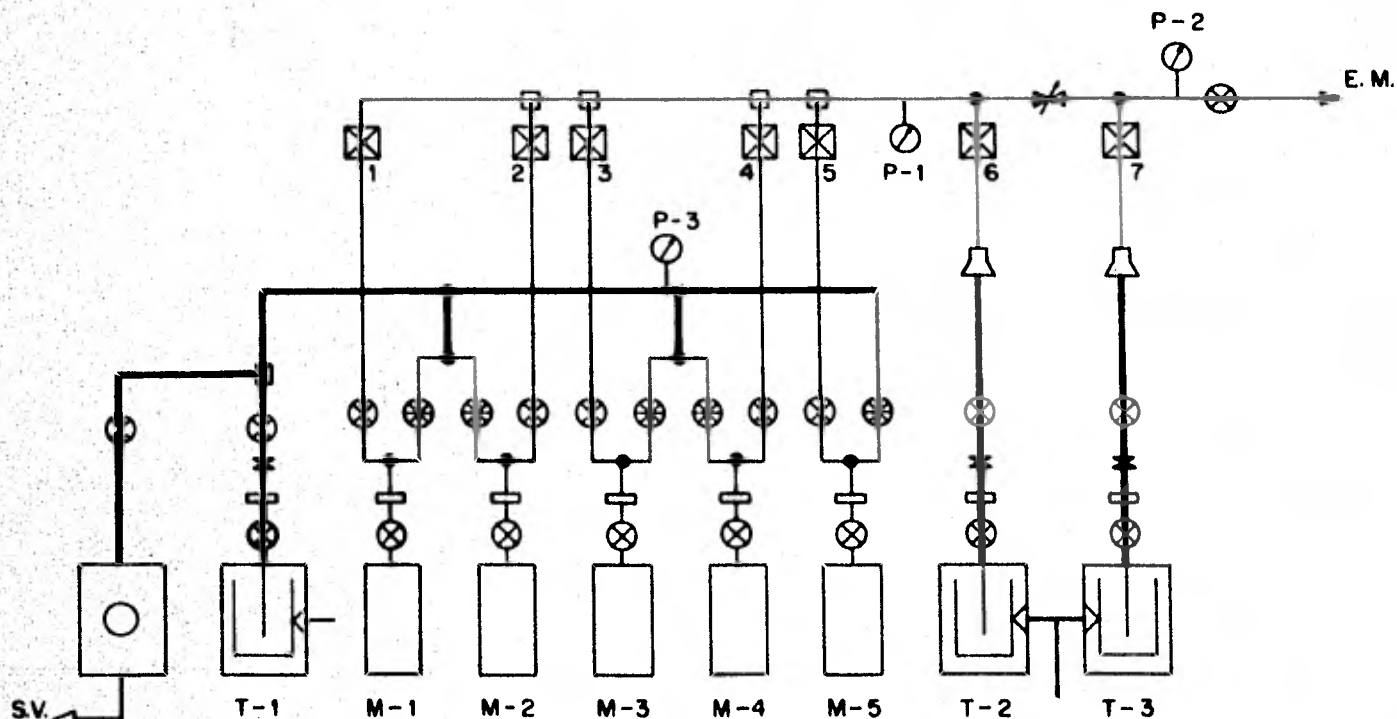
En el caso de la trampa T-3 la válvula de fuga deberá abrirse totalmente con el objeto de permitir un flujo

más rápido de los vapores. Para la trampa T-1 el procedimiento anterior no es aplicable por lo que deberán usar se las válvulas manuales de purga, verificando previamente que la válvula de la turbomolecular así como las válvulas manuales de las líneas esten cerradas, en este caso la limpieza estará completada cuando la presión baje lo suficiente en el manómetro P-3.

Cuando la limpieza de las trampas haya concluido, y antes de quitar las botellas de muestras que contienen los depósitos de UF_6 , deberá ponerse el sistema en condi ciones de operar normalmente y recurrirse a la rutina de "cambio de botellas" del programa de la computadora, esto con el fin de reducir al máximo la posibilidad de una fuga.

SIM-1

SISTEMA DE INTRODRODUCCION DE MUESTRAS

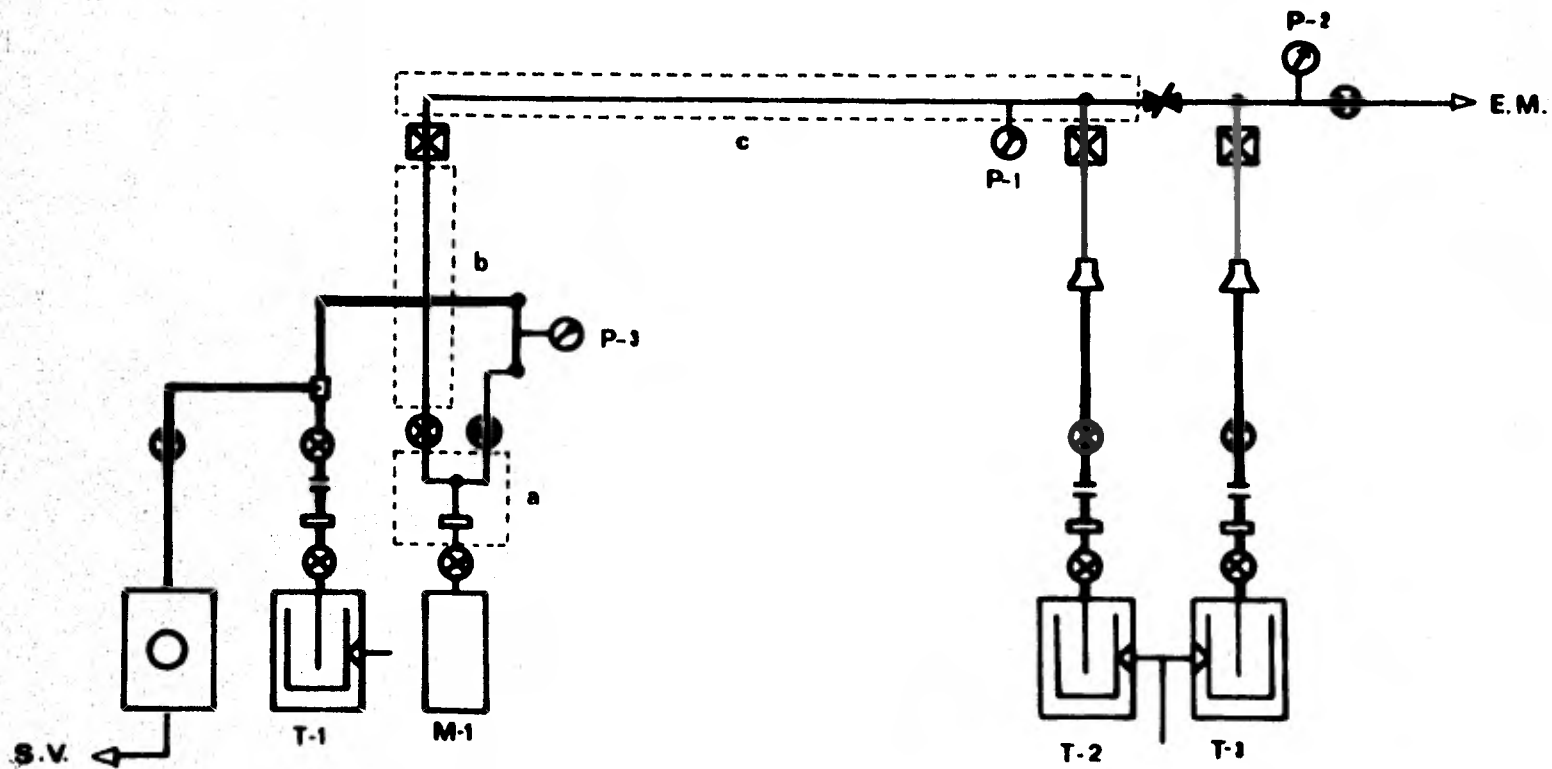


NOMENCLATURA:

- | | | | |
|---|-------------------|---|------------------------|
| ⊕ | VALVULA DE PURGA. | ⊙ | MEDIDOR DE PRESION |
| ⊗ | VALVULAS MANUALES | ⊖ | TERMOMETRO |
| ⊠ | SERVOVALVULAS | ⊔ | TRAMPA FRIA |
| ⊙ | FUGA | ⊕ | BOMBA TURBO |
| ⊛ | CALEFACTOR | ⊞ | CONEXION EN "T" |
| □ | BRIDA | △ | REDUCCION DE 1" X 1/4" |

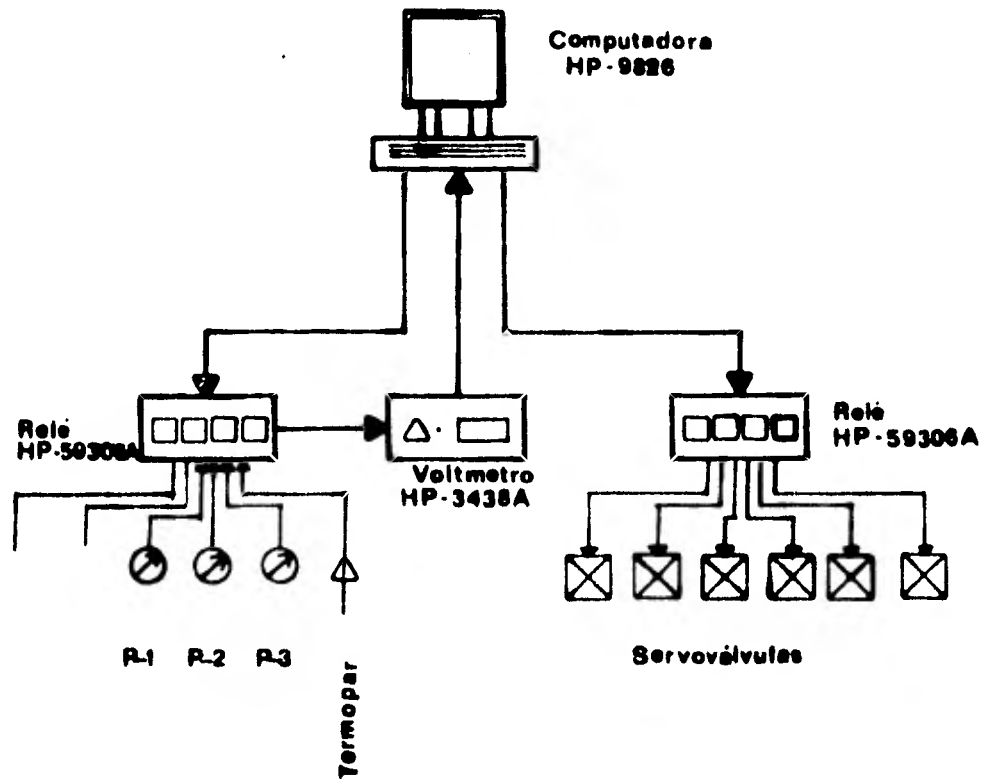
Juan M. Muñoz Ledo

SIM-2



Esquema simplificado del Sistema de introducción de muestras, mostrando las zonas de limpieza para la tubería.

CONTROL DEL S.I.M. SIM-3



Control del S.I.M., se muestran los manómetros (P-1 a P-3), las flechas indican el sentido de la señal.

Tabla SIM-4

Número	Descripción
3	Trampas Frías.
5	Botellas de muestra de acero inoxidable con válvula y brida plana.
1	Bomba Turbomolecular, "Leybold 150"
1	Bomba rotatoria, "Leybold Trivac D8A"
3	Calefactores eléctricos para líneas de bombeo.
1	Conexión en "T" de 1" Ø.
1	Válvula de aguja para fuga de 1/4" Ø, "NUPRO 4BM".
5	Válvulas manuales 1/4"Ø, NUPRO de acero inoxidable.
5	Válvulas de purga 1/4" Ø, NUPRO tipo de "Toggle", en acero inoxidable.
7	Servoválvulas neumáticas 1/4" Ø, normalmente cerradas de acero inoxidable.
7	Relevadores neumáticos, Linear Dynamics parte N° 11704SB.
4	Válvulas manuales de 1" Ø en acero inoxidable.
2	Manómetros digitales de rango ($10^3 - 10^{-5}$) torr
1	Manómetro digital de rango ($10^6 - 10^{-3}$)
2	Reducciones de acero inoxidable de 1" Ø
1	Termopar digital (-180°C - 100°C).

SIM-5

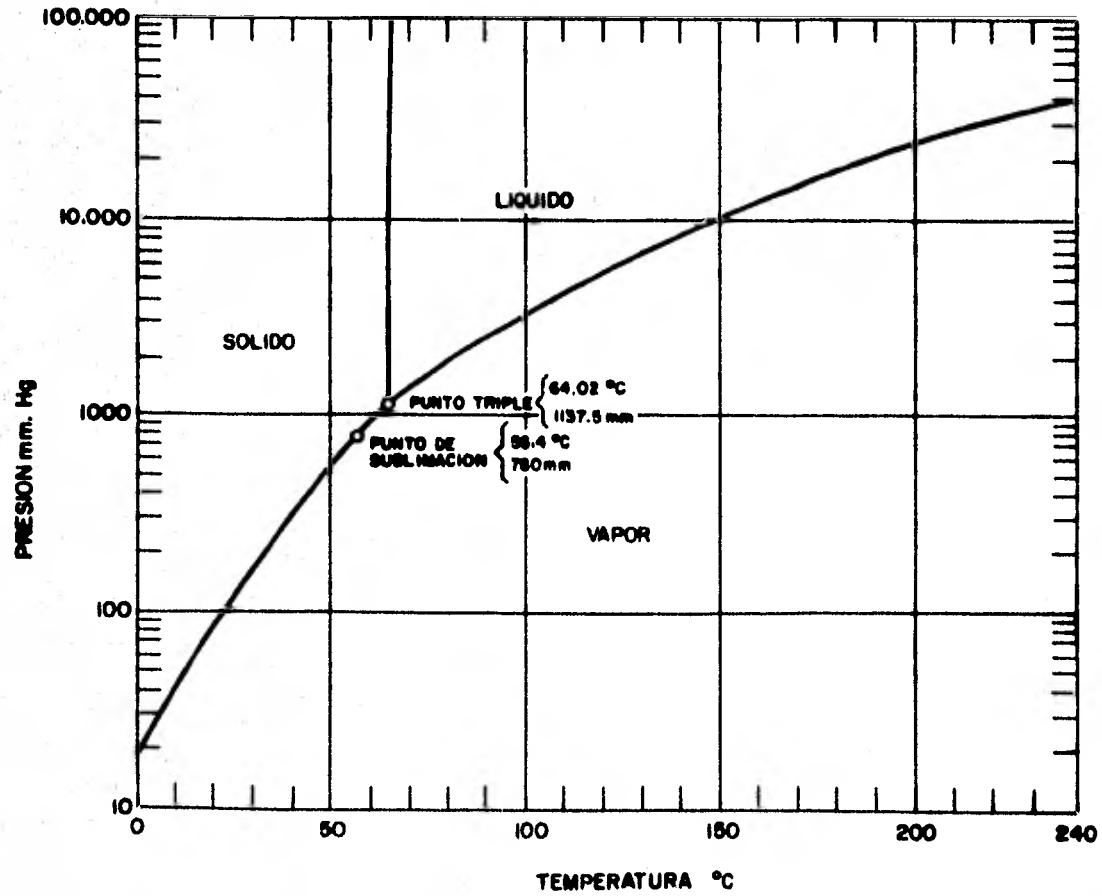


DIAGRAMA DE FASES DEL UF_6

```

10      |          PROG - 1
20      |
30      | CONTROL DEL SISTEMA DE INTRODUCCION DE MUESTRAS
40      | NOMBRE DEL PROGRAMA "CONTRO"
50      Voltmetro=715
60      RESET Voltmetro
70      REMOTE Voltmetro
80      OUTPUT Voltmetro;"PF?G5S1347R"
90      OPTION BASE 1
100     LOAD KEY "LLAVE"
110     ON KEY #0,15 GOTO 1870
120     ON KEY #12,2 GOTO 1430
130     DIM Muestras(5),Purga(5),Di(5)
140     OUTPUT 717;"B123456"
150     BEEP
160     PRINT " SIMULACION DEL SISTEMA DE INTRODUCCION DE MUESTRAS"
170     WAIT 2000
180     PRINT LIN(3)
190     BEEP
200     GOTO 310
210     BEEP
220     DISP "NUMERO INCORRECTO DE MUESTRAS"
230     WAIT 2500
240     BEEP
250     GOTO 310
260     PRINT PAGE
270     OUTPUT 717;"A6"
280     GOSUB Vac
290     OUTPUT 717;"B6"
300     BEEP
310     INPUT "¿ NUMERO DE MUESTRAS A ANALIZAR (1-4) ?",Muestras
320     IF (Muestras<1) OR (Muestras>4) THEN GOTO 210
330     REDIM Muestras(Muestras)
340     BEEP
350     DISP "Atencion: EL PATRON DEBE COLOCARSE EN LA LINEA 1"
360     WAIT 2500
370     BEEP
380     DISP " ¿ ORDEN DEL MUESTREO (2,3,4,5) ";
390     MAT INPUT Muestras
400     FOR I=1 TO Muestras
410     IF (Muestras(I)<2) OR (Muestras(I)>5) THEN GOTO 440
420     NEXT I
430     GOTO 450
440     BEEP
450     DISP "DATOS DEL ORDEN ERRONEOS"
460     WAIT 2500
470     GOTO 370
480     BEEP
490     INPUT "¿ DESEA PURGAR TODO EL SISTEMA (NO,SI) ? ",As
500     IF As="NO" THEN 540

```

```

510 IF A$="SI" THEN 890
520 BEEP
530 GOTO 490
540 BEEP
550 INPUT "¿ DESEA PURGAR ALGUNA LINEA (NO,SI) ?",P$
560 IF P$="SI" THEN 600
570 IF P$="NO" THEN 1010
580 BEEP
590 GOTO 550
600 BEEP
610 INPUT "¿ CUANTAS LINEAS DESEA PURGAR (1-4) ? ",Purga
620 IF (Purga<1) OR (Purga>4) THEN GOTO 600
630 REDIM Purga(Purga)
640 GOTO 680
650 DISP " Error: LINEA INEXISTENTE"
660 WAIT 2500
670 BEEP
680 DISP " ¿ QUE LINEAS DESEA PURGAR (1,2,3,4,5)? ";
690 MAT INPUT Purga
700 FOR I=1 TO Purga
710 IF (Purga(I)<1) OR (Purga(I)>5) THEN 650
720 NEXT I
730 DISP "COMIENZA LA PURGA DE LAS LINEAS"
740 BEEP
750 WAIT 2500
760 FOR I=1 TO Purga
770 BEEP
780 DISP "PURGANDOSE LA LINEA ";VAL$(Purga(I))
790 OUTPUT 717;"A6"&VAL$(Purga(I))
800 GOSUB Vac
810 BEEP
820 OUTPUT 717;"B6"&VAL$(Purga(I))
830 GOSUB Vac
840 NEXT I
850 BEEP
860 DISP "TERMINA LA PURGA DE LAS LINEAS"
870 WAIT 2500
880 GOTO 1010
890 DISP "IMPORTANTE: Las valvulas de las lineas deben estar cerradas"
900 FOR I=1 TO 15
910 WAIT 400
920 BEEP
930 NEXT I
940 DISP "COMIENZA LA PURGA DEL SISTEMA"
950 OUTPUT 717;"A123456"
960 GOSUB Vac
970 OUTPUT 717;"B123456"
980 BEEP
990 DISP "PURGA COMPLETADA"
1000 WAIT 2000

```

```
1010 BEEP
1020 DISP "EL SISTEMA ESTA LISTO PARA SU OPERACION"
1030 WAIT 2000
1040 BEEP
1050 PRINT " SI DESEA DETENER LA EJECUCION DEL ANALISIS OPRIMA K0"
1060 WAIT 700
1070 PRINT LINK(3)
1080 BEEP
1090 DISP "COMIENZA EL ANALISIS DE MUESTRAS"
1100 FOR I=1 TO Muestras
1110 BEEP
1120 OUTPUT 717;"A1"
1130 GOSUB Vac
1140 BEEP
1150 OUTPUT 717;"B1"
1160 WAIT 1000
1170 BEEP
1180 OUTPUT 717;"A6"
1190 GOSUB Vac
1200 BEEP
1210 OUTPUT 717;"B6"
1220 WAIT 1000
1230 BEEP
1240 DISP "ANALIZANDOSE MUESTRA";I,"Linea ";VAL$(Muestras(I))
1250 OUTPUT 717;"A"&VAL$(Muestras(I))
1260 GOSUB Vac
1270 BEEP
1280 OUTPUT 717;"B"&VAL$(Muestras(I))
1290 WAIT 1000
1300 BEEP
1310 OUTPUT 717;"A6"
1320 GOSUB Vac
1330 BEEP
1340 OUTPUT 717;"B6"
1350 WAIT 1000
1360 NEXT I
1370 PRINT PAGE
1380 DISP "ANALISIS TERMINADO"
1390 FOR I=1 TO 10
1400 BEEP
1410 WAIT 250
1420 NEXT I
1430 WAIT 700
1440 BEEP
1450 INPUT "¿DESEA HACER CAMBIO DE BOTELLAS (NO,SI) ?",F$
1460 IF F$="NO" THEN 1850
1470 IF F$="SI" THEN 1530
1480 BEEP
1490 GOTO 1440
1500 BEEP
```

```

1510 DISP " NUMERO INCORRECTO DE BOTELLAS "
1520 WAIT 2000
1530 BEEP
1540 INPUT "¿ CUANTAS BOTELLAS DESEA CAMBIAR (1-5) ?",Di
1550 IF (Di<1) OR (Di>5) THEN GOTO 1500
1560 REDIM Di(Di)
1570 BEEP
1580 DISP " ¿ QUE BOTELLAS DESEA CAMBIAR (1,2,3,4,5)? ";
1590 MAT INPUT Di
1600 FOR I=1 TO Di
1610 IF (Di(I)<1) OR (Di(I)>5) THEN 1570
1620 NEXT I
1630 PRINT "IMPORTANTE: Todas las valvulas de las botellas a cambiarse deben e
star CERRADAS"
1640 PRINT ""
1650 PRINT " ESPERE HASTA QUE APAREZCA LA SEÑAL PARA HACER EL "
1660 PRINT " CAMBIO "
1670 FOR I=1 TO 15
1680 WAIT 400
1690 BEEP
1700 NEXT I
1710 FOR I=1 TO Di
1720 OUTPUT 717;"A6"&VAL$(Di(I))
1730 GOSUB Vac
1740 BEEP
1750 OUTPUT 717;"B6"&VAL$(Di(I))
1760 WAIT 1000
1770 BEEP
1780 NEXT I
1790 DISP " YA PUEDEN CAMBIARSE LAS BOTELLAS "
1800 FOR I=1 TO 10
1810 BEEP
1820 WAIT 250
1830 NEXT I
1840 PRINT PAGE
1850 DISP "PROGRAMA DE ANALISIS COMPLETO, OPRIMA RUN PARA REINICIAR"
1860 END
1870 OUTPUT 717;"B123456"
1880 PRINT PAGE
1890 PRINT "EJECUCION DETENIDA TODAS LAS VALVULAS ESTAN CERRADAS, OPRIMA k1
SI DESEA REINICIAR"
1900 ON KEY #1,11 GOTO 260
1910 BEEP
1920 WAIT 1000
1930 PRINT PAGE
1940 GOTO 1890
1950 END
1960 Vac: I
1970 N=0
1980 WAIT 1000
1990 ENTER Voltmetro;Vacio
2000 N=N+1

```

```
2010 IF N>10 THEN GOTO 2040
2020 IF Vacio>.001 THEN GOTO 1980
2030 RETURN
2040 FOR I=1 TO 10
2050 BEEP
2060 WAIT 200
2070 PRINT " Atencion: TIEMPO DE EVACUACION EXCECIVO, REVISAR SISTEMA DE VACIO
"
2080 PRINT "
"
Y REINICIE CON k0
2090 PAUSE
```


—

2.

CAPITULO II

Fuente de Iones y Cámara de Ionización.

Los métodos de espectrometría de masas pueden ser bien descritos en referencia al tipo de fuente de iones usada.

El objetivo de una fuente de iones es el de producir eficientemente iones que sean representativos de la muestra, preferentemente monoenergéticos y obtener con ellos un haz delgado de intensidad adecuada a la entrada del analizador magnético.

Cuatro son las técnicas que principalmente se usan en la producción de iones, a saber:¹⁴

- a) Ionización térmica
- b) Bombardeo de iones secundarios
- c) Descarga de chispa
- d) Bombardeo con electrones.

La aplicación apropiada de cada una de éstas queda determinada por la naturaleza de la muestra y por la clase de información que se desea obtener. En la siguiente tabla se hace una breve descripción de estas y de algunas de sus características más sobresalientes.

T i p o	Dispersión de energía aproximada (eV)	U s o s
Ionización térmica	0.2	Abundancia isotópica pureza química y análisis general.
Iones secundarios	5-100	Muestras sólidas y fenómenos de superficie.
Descarga de chispa	2-10	Haces intensos.
Bombardeo con electrones	0.1-5.0	Propósito general.

Las tres primeras se utilizan fundamentalmente en la producción de iones en muestras sólidas, en tanto que la cuarta es utilizada para muestras gaseosas.

Bombardeo con electrones:

El método más usado como fuente de iones en la espectrometría de masas es el clásico bombardeo con electrones.²³ El material a investigarse se introduce en forma gaseosa en el interior de una cámara de vacío en donde es bombardeado por un flujo de electrones, la dirección de estos es perpendicular al flujo de gas (ver figura FI-1). La energía de los electrones de bombardeo debe ser bien definida, ésta puede controlarse por medio

de un campo eléctrico entre el filamento y una placa colectora, con éllo se permite obtener un máximo de iones singularmente cargados. Los iones son separados de los electrones y son retirados de la región de ionización por medio de un voltaje repulsivo, para posteriormente ser acelerados electrostáticamente con voltaje que varía entre los 6 y 10 Kv, el enfoque del haz se logra mediante el uso de lentes al final de la fuente.

Principios de operación:

Si un ion con carga q viaja a través de un campo eléctrico de longitud L es sometido a una fuerza dada por:

$$\bar{F} = q\bar{E}$$

el trabajo realizado sobre esta partícula es entonces:

$$W = \bar{F} \cdot \bar{L}$$

$$W = q \bar{L} \cdot \bar{E}$$

La diferencia de potencial entre dos puntos A y B dados es:

$$V_B - V_A = \int_A^B \bar{E} \cdot d\bar{l} = V$$

si el campo \bar{E} es constante entonces se tiene:

$$V = \bar{E} \cdot \int_A^B d\bar{l}$$

$$\text{ó} \quad V = \bar{E} \cdot \bar{L}$$

$$\therefore \quad W = qV$$

Suponiendo que el ion no posea energía cinética inicial podemos obtener finalmente.

$$qV = \frac{1}{2} mv^2$$

$$\text{ó} \quad v = \sqrt{\frac{2qV}{m}} \quad \dots(1)$$

Esto es, si un ion no adquiere carga en el trayecto y el potencial se mantiene constante la velocidad adquirida al final del campo depende únicamente de su masa. La longitud L es la longitud entre las placas aceleradoras, en el caso del bombardeo con electrones la carga adquirida por el ion corresponde a la carga del electrón o múltiplos de ésta, de donde:

$$v = \left[\frac{2neV}{m} \right]^{1/2} \quad \text{con } n = 1, 2, \dots$$

Un elemento fundamental en la espectrometría de masas es el hecho de atribuir las diferentes deflexiones de los iones de un haz al atravesar un campo magnético, úni-

camente a las diferencias en sus masas. Cuando un ion penetra en el campo magnético del iman se ejerce sobre él la fuerza:

$$\vec{F} = q \vec{v} \times \vec{B}$$

dado que esta actua siempre perpendicularmente a la velocidad del ion la trayectoria descrita por él será circular, de donde:

$$qvB = \frac{mv^2}{R}$$

6

$$qBR = mv$$

donde R es el radio de la trayectoria, substituyendo la expresión (1) en esta última se obtiene:

$$m \left[\frac{2qV}{m} \right]^{\frac{1}{2}} = qBR$$

$$2mV = q B^2 R^2$$

y

$$R = \left[\frac{2mV}{qB^2} \right]^{\frac{1}{2}}$$

de donde R sólo depende de la masa del ion, partículas con diferente masa describirán diferentes trayectorias. Este es uno de los fundamentos de la espectrometría de masas, pero sólo es válido si todos los iones fueron pro-

ducidos en la misma región del campo, en efecto si dos moléculas con la misma masa son ionizadas a distancias d_1 y d_2 de las placas, sus energías serán respectivamente.

$$E_{c_1} = qEd_1 \quad \dots(2)$$

$$E_{c_2} = qEd_2 \quad \dots(3)$$

y

$$V_1 = \left[\frac{2qEd_1}{m} \right]^{1/2}$$

$$V_2 = \left[\frac{2qEd_2}{m} \right]^{1/2}$$

$$R_1 = \left[\frac{2mEd_1}{qB^2} \right]^{1/2}$$

$$R_2 = \left[\frac{2mEd_2}{qB^2} \right]^{1/2}$$

De donde partículas con la misma masa describirían diferentes trayectorias, ahora la diferencia en radios es:

$$\Delta R = R_1 - R_2$$

$$\begin{aligned} R_1 - R_2 &= \left[\frac{2mEd_1}{qB^2} \right]^{1/2} - \left[\frac{2mEd_2}{qB^2} \right]^{1/2} \\ &= \frac{2mE}{qB^2} \left[\sqrt{d_1} - \sqrt{d_2} \right] \end{aligned}$$

$$\Delta R \propto \sqrt{d_1} - \sqrt{d_2}$$

Esta dependencia es particularmente importante ya que el efecto de tener una zona de formación de iones no puntual se refleja netamente en la dispersión de los iones con la misma masa por un factor $\alpha = (d_1)^{1/2} - (d_2)^{1/2}$, donde d_1 y d_2 serán los extremos de la zona de formación de iones. Si se desea reducir este efecto debe producirse una zona de ionización bien definida y con la menor anchura posible.

La formación de una zona de ionización es debida a que el filamento no es una fuente de electrones puntual y a que los electrones son emitidos por este en todas direcciones. Si se coloca una rejilla extractora junto al filamento, puede obtenerse un haz de electrones más ó menos colimado, sin embargo este es un haz de partículas con la misma carga que forzosamente tenderá a dispersarse, para evitar esto puede colocarse un campo magnético alineado con el haz de electrones, el efecto producido por este campo es el de hacer que los electrones se muevan en trayectorias helicoidales de radio definido, que en consecuencia estarían relacionadas con la anchura máxima de la zona de ionización, los valores típicos de la energía de los electrones y del campo magnético son:

$$E_e = 100 \text{ eV}$$

$$B = 300 \text{ gauss,}$$

con esta energía la velocidad de los electrones es aproximadamente:

$$v = 6 \times 10^6 \text{ m/seg}$$

suponiendo que estos se dispersen desde el filamento con un ángulo α su componente de la velocidad perpendicular al campo magnético es:

$$v_n = v \text{ sen } \alpha$$

Dadas las dimensiones de la rejilla colimadora este ángulo no puede ser mayor de 5° y en este caso la velocidad perpendicular es:

$$v_n = 5.17 \times 10^5 \text{ m/seg}$$

La fuerza debida al campo magnético que actúa sobre el electrón esta dada como:

$$\vec{F}_e = q\vec{v}_n \times \vec{B}_e$$

y similarmente al caso de los iones:

$$\frac{m_e v_n^2}{r_e} = qv_n B_e$$

6

$$\frac{m_e v_n}{r_e} = qB_e$$

donde:

B_e = Campo magnético que actúa sobre el electrón.

q = Carga del electrón.

v_n = Velocidad del electrón normal al campo.

m_e = masa del electrón.

r_e = radio de la trayectoria.

Despejando r_e se obtiene finalmente:

$$r_e = \frac{m_e v_n}{qB_e}$$

$$\therefore r_e = 9.81 \times 10^{-5} \text{ m.}$$

Como se ve el radio de las trayectorias es muy pequeño por lo que la dispersión en el haz de iones puede ser reducida fácilmente, por otro lado la formación de trayectorias helicoidales aumenta la probabilidad de ionización dentro de la cámara.

El campo magnético puede producirse mediante el montaje de un par de imanes permanentes dentro de la cámara de ionización, estos deberán colocarse de tal forma que queden alineados con el haz de electrones y perpendicularmente al flujo de gas.

En todo el desarrollo previo se supuso que la ener-

gía cinética de los iones es proporcionada por el campo eléctrico entre las placas, esto sólo es cierto si la velocidad de las moléculas de UF_6 en la dirección del campo eléctrico es cero, de no ser así las diferencias en la energía cinética de los iones no pueden únicamente atribuirse a la existencia de una zona de ionización, sino a que además las moléculas del gas pueden tener diferentes velocidades. Para evitar esto la admisión de las muestras debe hacerse perpendicularmente a la dirección del campo eléctrico (ver figura FI-3), la alimentación puede hacerse mediante un tubo largo y delgado, esto permite disminuir los efectos de la energía cinética de las moléculas de la muestra y presentar un flujo de gas laminar con componentes de velocidad en la dirección del campo acelerador despreciables. La longitud de este tubo de alimentación es sin embargo un compromiso entre la reducción de los efectos antes mencionados, la velocidad de bombeo y los efectos de memoria.

Por otro lado Coggeshall²⁴ demostró que las velocidades térmicas son en buena parte las causas de los efectos de discriminación presentados a la salida de una fuente de iones. Debido a esto deberá tenerse particular cuidado en evitar gradientes de temperatura a lo largo del sistema de alimentación.

Potenciales de aceleración:

La fuente de iones que se empleará en el espectrómetro de masas, es similar a la que fabrica la firma Finigan para su espectrómetro MAT 250 UF, de hexafluoruro de uranio. El esquema de esta fuente se presenta en la figura FI-2, su construcción es básicamente en acero inoxidable con separadores de cerámica y filamento de renio, tiene un calefactor en la caja de ionización que impide la formación de depósitos sólidos de UF_6 en ella, como parte de la caja de ionización se encuentra la rejilla colimadora, la fuente viene provista de dos lentes Einzel que permiten obtener un buen enfoque en el eje vertical, los potenciales a los que se encuentran cada una de las placas aceleradoras se presentan en la siguiente tabla.

Tabla de Potenciales

Placa de extracción derecha	10 Kv
" " izquierda	10 Kv
Placa de blindaje	9.7 Kv
Lente derecha	8.8 Kv
Lente izquierda	8.8 Kv
Placa X	2 Kv
Placa de tierra	0 Kv
Placa Y 1	2.6 Kv
Placa Y 2	2.6 Kv
Placa de tierra	0 Kv
Lente Einzel 1	2.9 Kv
Lente Einzel 2	2.9 Kv

Como puede verse en esta tabla existen 2 placas de extracción, 2 lentes, 2 placas Y y 2 lentes Einzel, esta disposición permite cambiar ligeramente la dirección del haz con sólo variar un poco los voltajes de cada placa, como se mencionó anteriormente la fuente de iones tiene 2 lentes Einzel, una lente Einzel es un conjunto de 3 placas dispuestas consecutivamente a lo largo de la dirección de propagación del haz, de tal forma que las de los extremos están a un potencial y la del centro a otro mayor, ver figura FI-2, tal disposición tiene la característica de enfocar un haz de partículas cargadas.

La primer lente Einzel de la fuente esta formada por dos placas de tierra y las placas Y, la segunda por el conjunto de las tres placas finales de la fuente que se muestran en la figura FI-2.

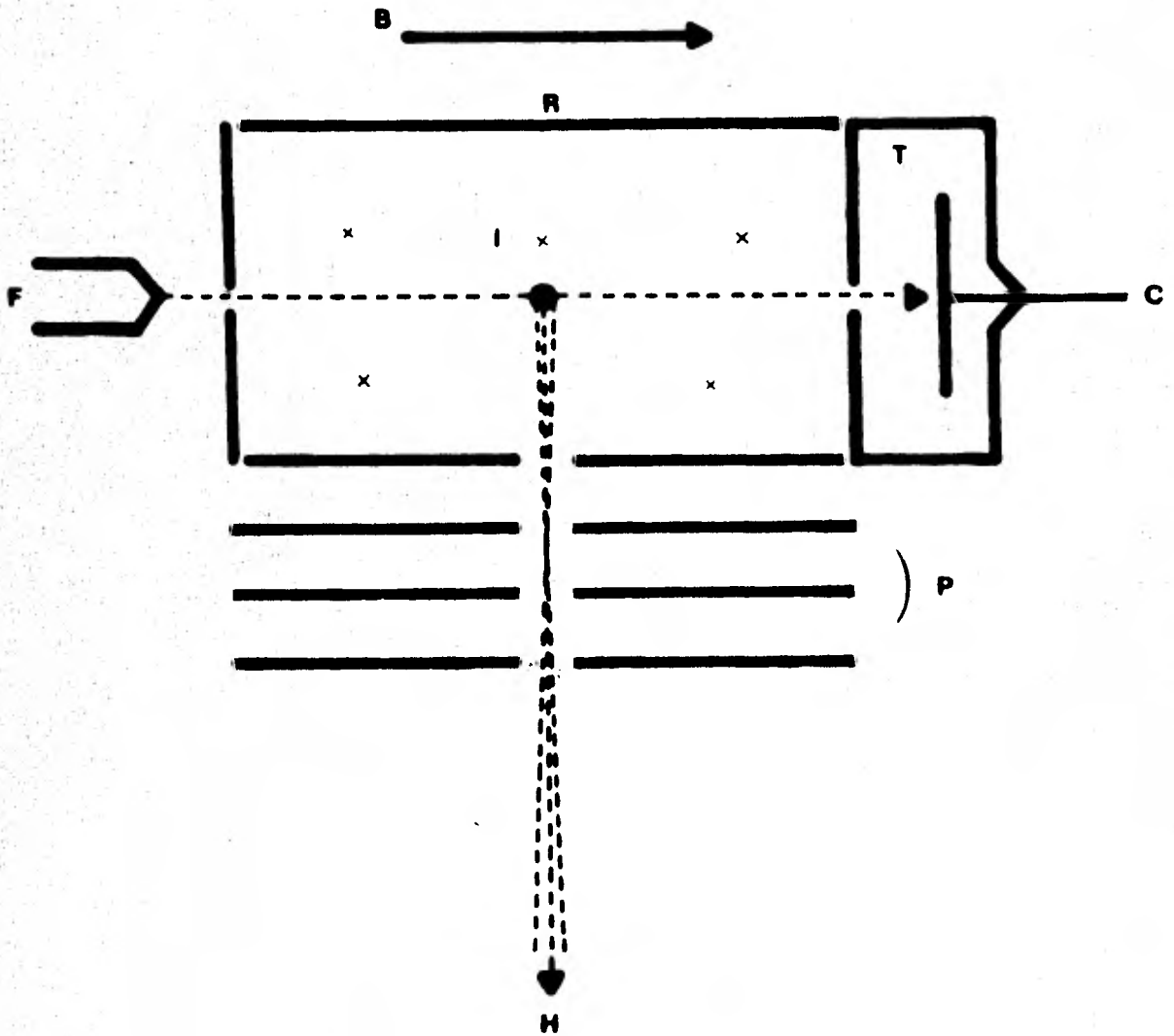
Cámara de ionización:

La cámara de ionización esta destinada a contener a la fuente de iones, en ella se montarán los imanes y la tubería para la admisión del gas, estará provista en su parte inferior de una conexión para la bomba iónica de 60 l/seg, deberá construirse en acero inoxidable y su interior ser altamente pulido para reducir los efectos de memoria, una probable geometría para esta cámara se presenta en el esquema FI-4, como en él puede obser-

vase al final de la cámara hay una constricción que tiene por objeto el reducir tanto como sea posible el paso de los gases de la muestra al resto del sistema, también se ha provisto a la cámara de una válvula de cortina que evite la contaminación del tubo de vuelo y colectores cuando se llegue a desmontar la fuente para su mantenimiento. Según el fabricante de la fuente los intervalos de mantenimiento para ésta rebasan las 1500 horas de operación continua.

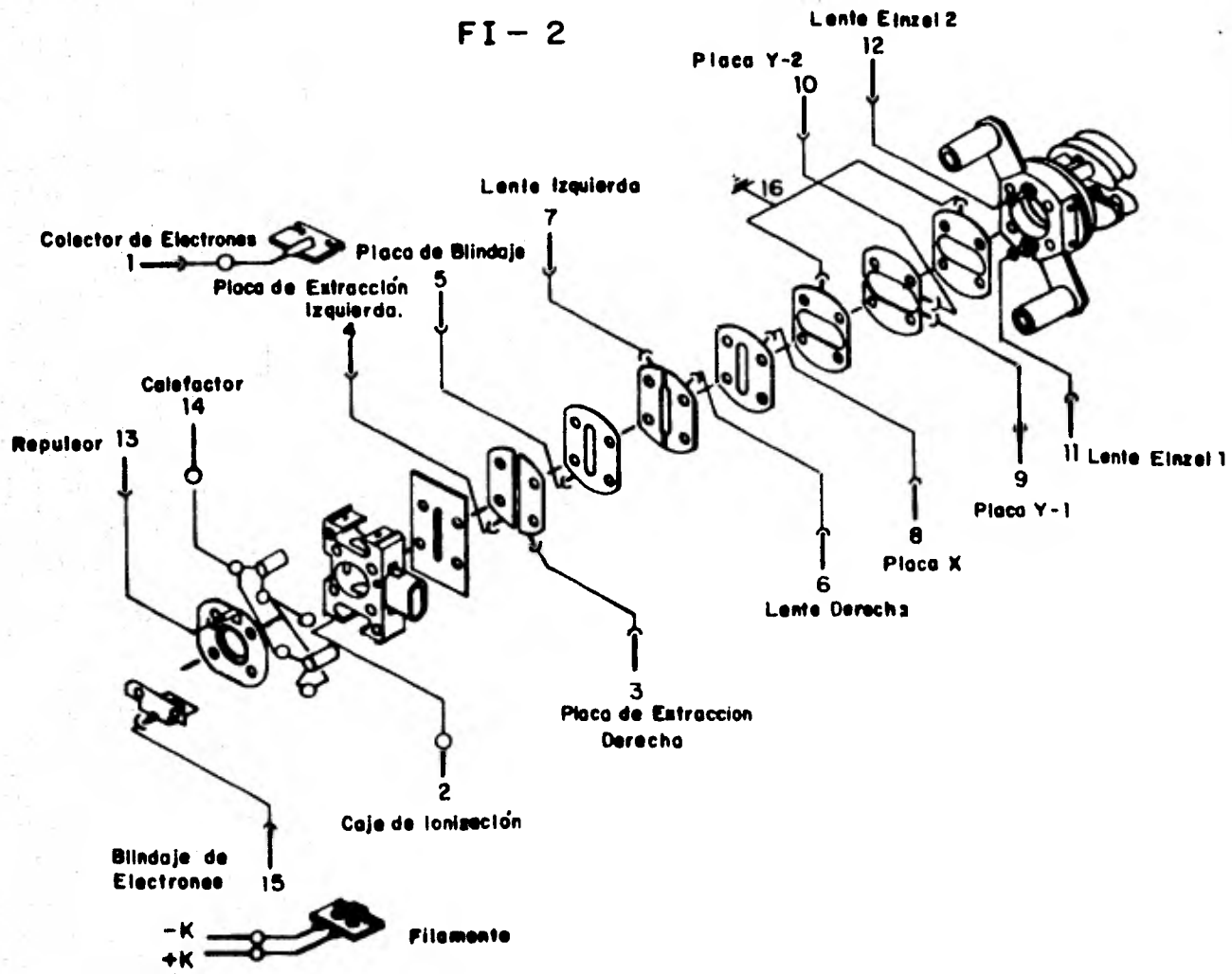
La alineación de la fuente con respecto al resto del sistema se logra mediante el uso de 2 pernos-guía colocados en dirección perpendicular al flujo del gas de muestra dentro de la cámara.

FI-1



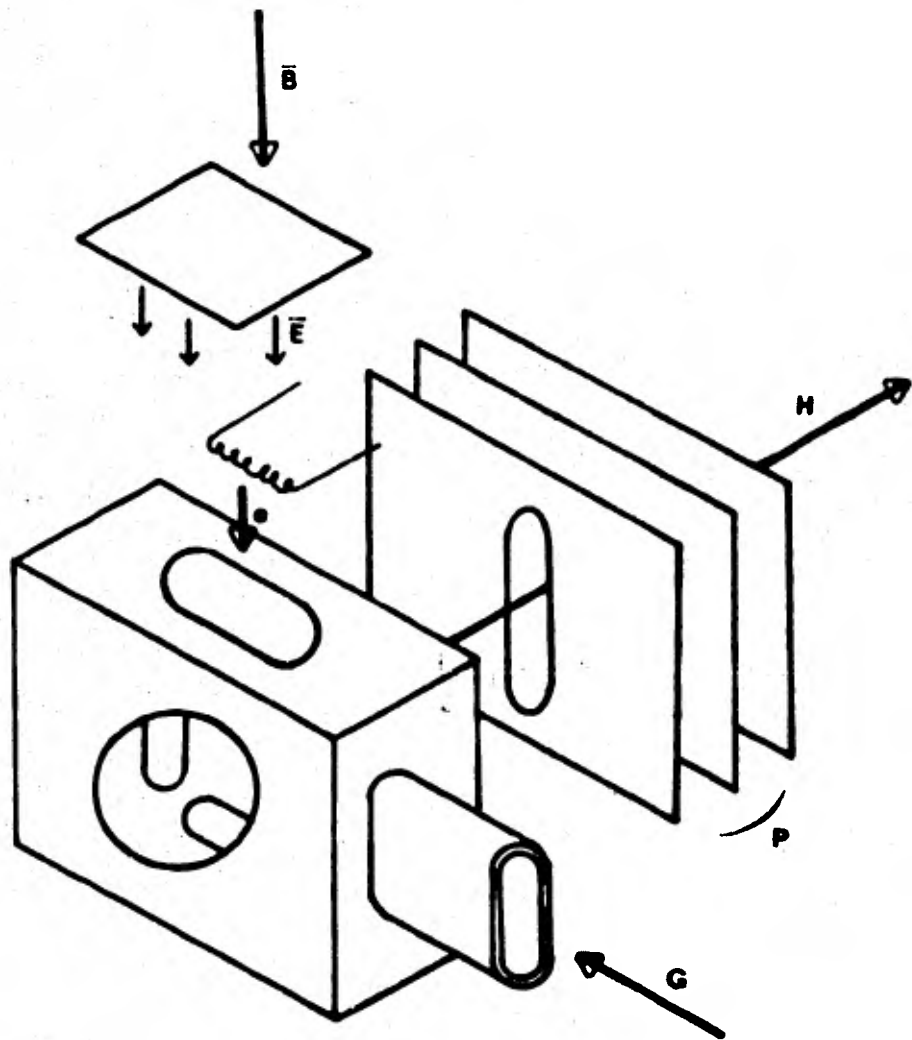
Esquema de una fuente de iones mostrando los elementos principales. B-dirección del campo magnético, R-repulsor de los iones, T-trampa para electrones, I-zona de ionización, F-filamento, C-colector de electrones, P-placas aceleradoras, H-haz, las cruces indican la dirección en la que fluye el gas de la muestra.

FI - 2



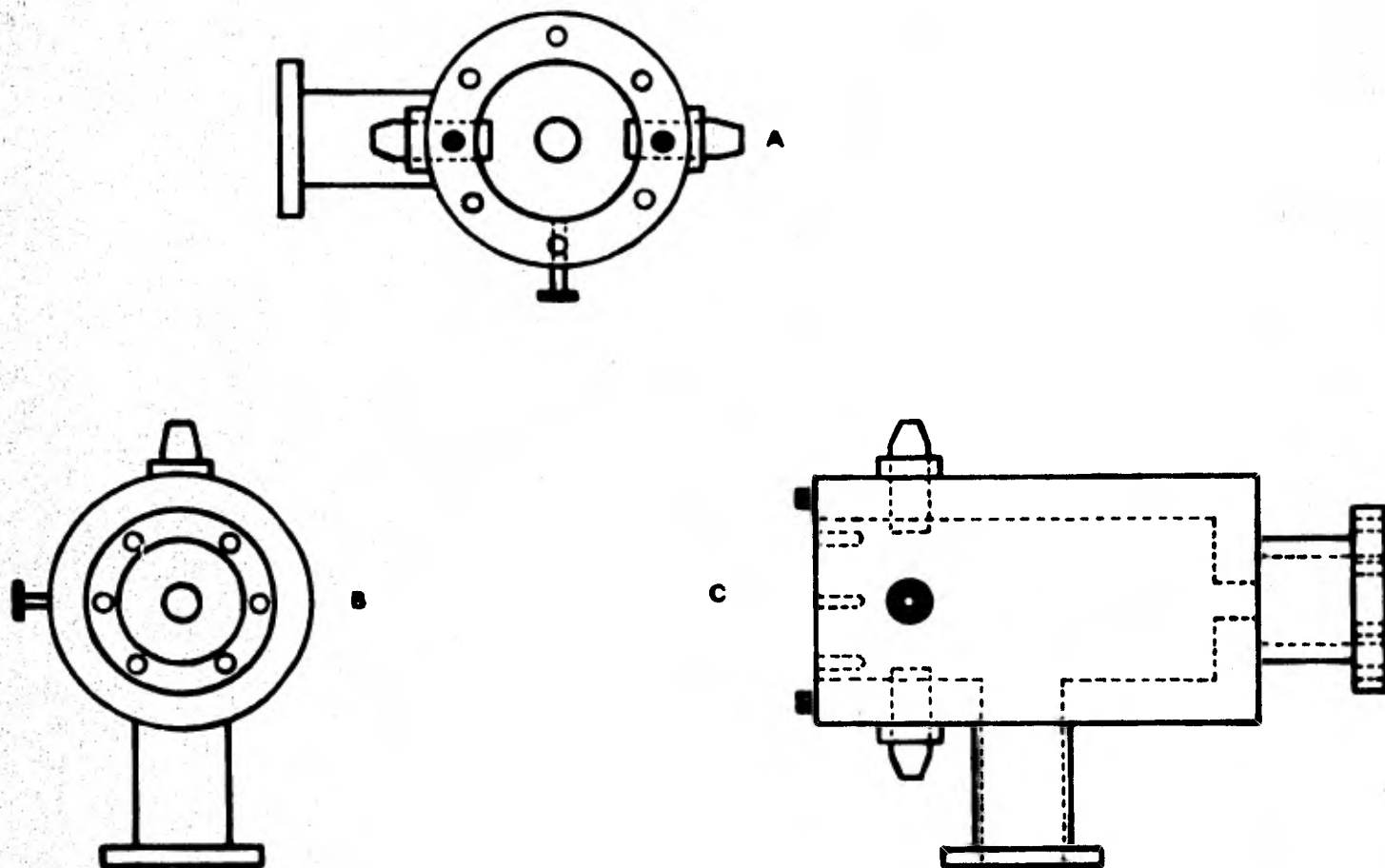
Despiece de la fuente de iones.

FI-3



Esquema de la caja de ionización, \bar{B} -campo magnético, \bar{E} -campo eléctrico, H-haz de iones, e-haz de electrones, P-placas aceleradoras, G-dirección del gas, observese el alineamiento de los campos eléctrico y magnético.

FI-4



Diferentes vistas de la cámara de ionización, a-frontal,
b-posterior, c-lateral.

—

3.

CAPITULO III

SISTEMA DE VACIO.

Las condiciones de operación del espectrómetro de masas deberán garantizar:

- a) Precisión en el conteo de los iones producidos.
- b) Proporcionalidad entre el número de iones y los elementos de la muestra.

Para é $\text{\`{l}}$ o, entre otras cosas, deberán reducirse adecuadamente el número de colisiones del haz de iones con los gases residuales en la cámara de ionización y el tubo de vuelo.

El choque entre dos partículas se caracteriza por la sección eficaz de colisión σ . En el caso de la colisión de dos moléculas del mismo tipo, la sección eficaz es igual al área del círculo más pequeño que contenga totalmente a una de estas moléculas.

La estructura molecular del UF_6 gaseoso es la de un octaedro totalmente simétrico, con el átomo de uranio en el centro y los átomos de fluor en los vértices, siendo las distancias de enlace U-F de 2.04 \AA . Entonces el diámetro de la sección eficaz es aproximadamente de:

$$d = 4.08 \times 10^{-8} \text{ cm}$$

y la sección es entonces:

$$\sigma_0 = \pi d^2$$

$$\sigma_0 = 5.23 \times 10^{-15} \text{ cm}^2.$$

Entre cada dos colisiones consecutivas la molécula se mueve rectilínea y uniformemente. La distancia que viaja alguna molécula antes de chocar con otra es diferente de colisión a colisión, sin embargo, se puede hablar de la distancia promedio que viaja una molécula antes de chocar con cualquier otra. A esta distancia promedio entre colisiones se le llama camino libre medio λ y es una cantidad muy importante porque determina el diseño de varios tipos de bombas e interviene en muchos aspectos de la práctica del vacfo.

La ley de la distribución de los recorridos libres define la probabilidad $dw(x)$ de que la molécula recorra sin chocar una distancia x y sufra una colisión en el siguiente tramo infinitesimal dx de su recorrido como: ¹²⁻²⁵

$$dw(x) = e^{-n_0 \sigma_0 x} n_0 \sigma_0 dx$$

donde n_0 es el número de moléculas que hay en 1 cm^3 del gas, σ_0 es la sección eficaz de la colisión.

La distancia media que recorre la molécula sin chocar es ent:

$$\begin{aligned} x = \lambda &= \int_0^{\infty} x dw(x) \\ &= \int_0^{\infty} x e^{-n_0 \sigma_0 x} n_0 \sigma_0 dx \end{aligned}$$

$$\lambda = \frac{1}{n_0 \sigma_0} \quad 25$$

Si se tiene en cuenta la distribución de las moléculas que chocan por sus velocidades relativas se introduce el factor $\frac{1}{\sqrt{2}}$ de donde:

$$\lambda = \frac{1}{\sqrt{2} n_0 \sigma_0}$$

6

$$\lambda = \frac{1}{\sqrt{2} n_0 \pi d^2}$$

De la ecuación de estado para un gas ideal,

$$PV = \mu RT$$

con

$$\mu = n_0 V$$

se obtiene finalmente:

$$\lambda = \frac{RT}{\sqrt{2\pi} d^2 P}$$

6

$$= \frac{2.33 \times 10^{-20} T}{d^2 P} \text{ (cm)}$$

donde T esta en °K, d en cm y P en torr. Para el caso del UF₆ esta expresión se reduce a:

$$\lambda = \frac{1.40 \times 10^{-5} T}{P} \text{ (cm)}$$

Como se verá más adelante, el espectrómetro operará a temperatura ambiente (T=300°K) por lo que:

$$\lambda = \frac{4.20 \times 10^{-3}}{P} \text{ (cm)}$$

La tabla SV-1 muestra la variación del camino libre medio para moléculas de UF₆ desde 10³ hasta 10⁻¹² torr. a una temperatura de 300°K.

En un espectrómetro de masas la distancia entre la fuente de iones y los colectores es aproximadamente de 3 mt., si hacemos $\lambda = 5$ mt., de la tabla SV-1, se tiene que:

$$P \approx 5 \times 10^{-5} \text{ torr.}$$

Sin embargo, con objeto de reducir los efectos de memoria e incrementar la resolución del aparato, es recomendable operar a presiones del orden de 10^{-6} torr.

Convencionalmente los sistemas de vacfo pueden clasificarse de acuerdo a su presión de operación, para toda referencia porterior la clasificaicón aquí adoptada para los intervalos de vacfo es la siguiente⁶:

Bajo vacfo	760 a 25 mmHg
Vacfo medio	25 a 10^{-3} mmHg
Alto vacfo	10^{-3} a 10^{-6} mmHg
Muy alto vacfo	10^{-6} a 10^{-9} mmHg
Ultra alto vacfo	10^{-9} mmHg y menores.

La cámara a evacuarse tiene una entrada de gas, esto es, se está alimentando a la fuente de iones con UF_6 y esta para funcionar requiere de un flujo molecular del gas, la geometría de la fuente permite tener una presión relativamente alta (10^{-4} torr) en la zona del filamento, ver capítulo II, esta geometría aunada con la entrada de gas pueden provocar que el flujo no sea molecualar en la fuente de iones si no se tiene una buena capacidad de bombeo.

Por otro lado, cuando los iones de UF_5^+ inciden en los colectores del espectrómetro pueden, al ceder su carga, formar "nubes" de diferentes compuestos de UF que de

no ser removidos interferirán con el haz, además la geometría de las cajas de Faraday puede dificultar el bombeo y propiciar con ello la formación de depósitos en las mismas, esto sin contar con los efectos no deseados de los electrones secundarios producidos por el choque del haz con las cajas. Para reducir todos estos efectos, puede colocarse una bomba de capacidad adecuada conectada directamente a la cámara de los colectores.

Considerando todo lo anterior se diseñó un sistema de vacío cuyos dispositivos y geometría básica pueden apreciarse en el esquema SV-2.

Entre otras este sistema deberá poseer las siguientes características:

- a) Ser resistente al UF_6 ,
- b) Poseer una alta velocidad de bombeo,
- c) Ser suficientemente hermético para preservar vacíos de hasta 10^{-7} torr.
- d) Estar protegido contra fallas humanas y de corriente.
- e) Tener un mantenimiento simple y seguro.

El diseño presentado en el esquema SV-2 es tal que cumple con estas características.

Aunque el consumo de muestra del espectrómetro de

masas se estima del orden de 2 mg/h y estas son concentraciones tan pequeñas que prácticamente cualquier material podría resistir sin fugas, sería totalmente inconveniente tener reacciones, aunque fuesen en pequeña escala, en el interior del tubo de vuelo, fuente de iones o líneas de bombeo. Esto puede evitarse si se escogen adecuadamente los materiales que intervengan en la construcción.

La velocidad de bombeo depende fundamentalmente de la capacidad de las bombas utilizadas, la geometría escogida y la conductancia de las líneas de bombeo, más adelante se presenta el cálculo de estos parámetros. Por lo que se refiere a la geometría escogida es tal que permite bombear directamente en los puntos críticos del sistema, el utilizar tres bombas de alto vacío (B-1 a B-3), puede parecer exagerado sin embargo, esto obedece a las múltiples llamadas de atención que sobre los efectos de memoria hacen diferentes autores,²⁻⁴⁻¹⁷ estos efectos juegan un papel determinante en la espectrometría de masas del UF_6 y pueden ser de tal magnitud que no permiten el reconocimiento de los espectros obtenidos.

En la construcción del sistema de bombeo, así como la de la cámara de vacío se sugiere el uso de "heliarc" en las soldaduras para garantizar su hermetismo, además el sistema deberá ser probado con detector de fugas hasta

una presión de 10^{-7} torr.

La producción de alto vacío en el E.M. es debida a la acción de las tres bombas de alto vacío (B-1 a B-3), el prevacío es generado por las bombas B-4 y B-5 que a su vez dan asistencia al Sistema de Introducción de Muestras, esto es posible ya que, en ningún caso se requerirá hacer simultáneamente prevacío en ambos.

Selección de bombas:

La evacuación de cualquier cámara, sin reparar eventualmente en su tamaño o en la presión inicial a la que se encuentra, comienza con un bombeo mecánico que puede obtenerse con una bomba de tipo rotatorio, este es el tipo de bomba mecánica más comunmente empleada en los sistemas de vacío, consiste, como su nombre lo dice, de un elemento rotatorio que es el responsable de la producción del vacío, el aire que penetra por el puerto de admisión procedente de la cámara a evacuarse es atrapado, comprimido y finalmente expulsado a la atmósfera a través del puerto de escape por medio del rotatorio.

Existen en el mercado varias bombas comerciales de este tipo sus diferencias son básicamente de detalle ya que todas operan bajo el mismo principio básico.

En el espectrómetro de hexafluoruro podría emplearse como la bomba B-5, del diagrama SV-2, una bomba rotatoria de mediana capacidad como la Leybold-Heraeus D8A, las características de esta bomba se muestran en las tablas SV-4, SV-5 y SV-6.

Como bomba B-4 del diagrama SV-2, puede utilizarse o una bomba difusora o una bomba turbomolecular.

Difusoras:

Una bomba difusora es, básicamente, un cilindro con la entrada de gas en la parte superior, un sistema de calefacción en el fondo y una bobina refrigerante en sus partes media y superior. En el interior consta de una serie de baffles cónicos y el líquido que será el elemento de bombeo (ver figura SV-7). El calefactor convierte el líquido en vapor y este asciende por el interior de las columnas concéntricas emitiendo un chorro de vapor por los baffles, haciendo con éllo un efecto de venturi. La corriente de vapor se mueve entonces a velocidades supersónicas arrastrando así a las moléculas del gas por evacuarse, estas moléculas son llevadas hasta la parte inferior de donde son sacadas por la bomba mecánica, el vapor se condensa sobre las superficies frías de la bomba y escurre por las paredes hasta el depósito para con-

tinuar el ciclo.

La vida de una bomba difusora depende del fluido empleado, el cual después de un cierto tiempo de operación se descompone produciendo fracciones de bajo peso molecular y de bajo punto de embullición que no son fluidos de bombeo, cuando éllo ocurre estas fracciones se acumulan reduciendo la velocidad de bombeo haciendo necesario limpiar y rellenar la bomba.

Tradicionalmente en los espectrómetros de masas se ha recurrido a las bombas de difusión para lograr el alto vacio, ¹¹⁻²¹ sus inconvenientes son varios sobre todo por la delicadeza de su operación y mantenimiento así como de los problemas que se enfrentan para mantener la limpieza del vacio mismo.

Para el espectrómetro de masas podría utilizarse una bomba difusora como la LEYBODIFF -170 Leybold- Heraeus, esta es una bomba de difusión de aceite refrigerada por agua con cuerpo y bridas de acero inoxidable y sus características se muestran en las tablas SV-8 y SV-9. Se recomienda como elemento de bombeo el uso de Fómblin Y 6 Fómblin Y 06, estos son fluidos fluorinados que se caracterizan por su alta resistencia térmica, ser químicamente inertes y ya han sido probados como elementos de bombeo para UF_6 , con resultados satisfactorios.

Turbomoleculares:

Una bomba turbomolecular consiste de una turbina de flujo axial (ver figura SV-10) y un sistema de manejo o comando. La característica fundamental del mecanismo de bombeo es que la velocidad de las hojas de la turbina es del mismo orden que la velocidad media térmica de las moléculas, de esta forma la probabilidad de que una molécula que ha chocado con un plano de aspas pase al siguiente es relativamente alta.

Actualmente las bombas turbomoleculares han encontrado un gran rango de aplicaciones en la industria e investigación tecnológica, fundamentalmente por producir vacíos extremadamente limpios y de tener altas velocidades de bombeo para todos los gases, así como de una simple y eficaz construcción.

Un sistema de bombeo basado en una turbomolecular es menos complicado en su diseño y operación que los sistemas convencionales de alto vacío, su electrónica es muy simple y su instalación así como sus costos de operación son bajos comparados con los de sistemas convencionales de similares rendimientos. Entre las características importantes de las bombas turbomoleculares podemos destacar las siguientes:

- a) Construcción simple y confiable.

- b) Libre de hidrocarburos.
- c) Compactas.
- d) Operación silenciosa, sin vibración.
- e) Insensibles a la admisión accidental de aire.
- f) Fácil de limpiar por el propio usuario.

Todas estas ventajas hacen ver como recomendable el uso de una turbomolecular en lugar de una difusora, si esta alternativa se escoge puede utilizarse una bomba como la "Turbovac 150" de Leybold-Heraeus, su capacidad de bombeo es de 150 lts/seg con refrigeración por agua y suspensión del rotor en chumaceras. Las características de esta bomba se detallan en las tablas SV-11 y SV-12.

La cámara a evacuarse tiene un volumen aproximado de 20 lts. y debe ser llevada de presión atmosférica a una presión de 0.1μ para que operen las bombas de alto vacío el tiempo requerido para este proceso ("pump-down time") está dado por la expresión :

$$\text{Tiempo} = \frac{16.1 \times \text{Volumen}}{\text{Velocidad de bombeo}}$$

Donde la velocidad de bombeo a considerarse es la de la bomba B-5 (S_5) a la presión mínima del puerto de escape de la bomba B-4 (10^{-3} torr.) de la gráfica SV-2 se obtiene que esta velocidad es:

$$S_5 = 0.83 \text{ l/seg.}$$

y ent:

$$T = 387 \text{ seg}$$

6

$$T = 6,5 \text{ min.}$$

Que es un tiempo bastante aceptable si se considera que esta operación sólo se realizará eventualmente.

Entre las características que el sistema de bombeo debe reunir está la de ser seguro en el manejo del hexafluoruro, esta seguridad se refiere fundamentalmente a la forma de evitar que por alguna falla, ya sea humana o de algún dispositivo pudiese escapar a la atmósfera el UF_6 . Si concibiesemos un sistema de bombeo que no tuviera puertos de escape, esta posibilidad quedaría reducida únicamente a las fugas que en el sistema pudiesen aparecer por alguna causa. Un sistema de tales características puede lograrse si se utilizan bombas iónicas.

Estas no poseen puertos de escape y una vez que se ha adquirido cierta presión de operación puede prescindirse de las bombas de apoyo, con lo que el sistema quedaría totalmente aislado.

Bombas Iónicas.

El principio básico de una bomba iónica es el de ionizar las moléculas del gas a evacuarse mediante el bombardeo de electrones que son emitidos por un cátodo y acelerados en espirales por medio de campos magnéticos, los iones producidos son llevados por un campo eléctrico a una placa colectora donde se absorben, ver figura SV-13, una bomba iónica por lo tanto, únicamente contiene el flujo por evacuarse disminuyendo con éllo la contaminación del sistema.

En la mayoría de las bombas iónicas el colector esta hecho de Titanio que es un material sumamente activo, la vida útil de las placas colectoras se alarga debido a la erosión del metal producida por el bombardeo de los iones, sin embargo estas requieren de un mantenimiento periódico, la vida media típica de estas placas es de aproximadamente unas 20,000 horas a 10^{-6} mm. de fig. Entre las características importantes de estas bombas podemos destacar las siguientes:

- a) La única contaminación del sistema es debida al reflujo de pequeñas cantidades de Titanio.
- b) Permiten tener sistemas aislados del exterior.
- c) Los apagones no exponen el sistema a la contaminación.

- d) Pueden obtenerse vacíos de hasta 10^{-10} mm Hg.
- e) Proveen velocidades de bombeo constantes sobre intervalos de presión muy grandes.
- f) Su operación es muy económica a presiones menores de 10^{-5} mm Hg.
- g) La admisión accidental de aire no las daña.

La curva característica de la velocidad de bombeo para una bomba iónica se presenta en la gráfica SV-14, de ella se puede observar que entre el intervalo de (10^{-8} a 10^{-5} mm Hg.) la variación no es mayor del 10% en la velocidad de bombeo, esto es particularmente importante debido a que la admisión de muestras en el E.M. es cíclica y esto hará variar la presión en la cámara de vacío entre estos valores, por lo que mantener una velocidad de bombeo uniforme resulta conveniente.

Cálculo del Sistema:

La cámara de vacío a evacuarse está formada por: la cámara de ionización (i), el tubo de vuelo (v) y la cámara de los colectores (c); como se verá en los capítulos correspondientes los volúmenes para cada uno de estos son:

$$V_i = 6 \text{ lts.}$$

$$V_v = 12 \text{ lts.}$$

$$V_c = 6 \text{ lts.}$$

En todos los casos debe agregarse el volumen de la tubería que conecta a las bombas con las cámaras, en el caso de la cámara de ionización deben también considerarse las válvulas y la tubería que acopla con la turbomolecular.

Para calcular las necesidades del sistema de alto vacío podemos suponer que cada una de estas cámaras se encuentra aislada de las demás, en el caso de la cámara de ionización ésta es una buena aproximación ya que se encuentra provista de una constricción que le permite contener, relativamente hablando, los gases de la alimentación dentro de ella, por otro lado, dado que cada cámara estará asociada a una bomba esta suposición es razonable.

Para cualquier bomba la velocidad de bombeo (S), se define como la velocidad a la que el gas se remueve a una presión fija, i.e.⁶⁻²¹

$$\frac{dP}{dt} = 0$$

si

$$\frac{dV}{dt} = \text{volumen desalojado por unidad de tiempo.}$$

entonces:

$$\frac{dV}{dt} = S$$

$$\delta \quad dV = Sdt \quad (1).$$

$$\text{si} \quad S = \text{cte.}$$

entonces integrando (1) se obtiene:

$$V(t) = St. \quad (2)$$

Como se mencionó anteriormente para una bomba iónica $S = \text{cte.}$ dentro de un gran intervalo de presiones por lo que la expresión (2) es aplicable en este caso.

En cada una de las cámaras el flujo de gas es molecular, la conductancia molecular de las líneas de bombeo puede obtenerse de la gráfica SV-15, esta muestra la conductancia molecular contra la longitud, para 20°C de temperatura.

En el caso de la cámara de ionización se estima que la bomba iónica se colocará a una distancia de 26 cm., esto incluye una válvula de cortina y una conexión en "T" para las bombas de apoyo, la tubería a utilizarse deberá ser de acero inoxidable 316 con un diámetro interior de $\emptyset 13 \text{ cm} : \emptyset 5''$ la conductancia molecular para esta línea es entonces:

$$C_m = 600 \text{ cfm}$$

6

$$C_m = 238.16 \text{ l/s.}$$

Supongamos momentáneamente que la velocidad de bombeo es la misma a la entrada y a la salida de la línea por lo que podríamos aplicar directamente la expresión (2), si fijamos un tiempo para la evacuación de muestras sucesivas podemos calcular que velocidad de bombeo se requiere, hagamos $t = 1$ seg y consideremos los volúmenes de las tuberías y las válvulas, entonces:

$$S = \frac{10.38 \text{ l}}{1 \text{ seg}}$$

$$S = 10.38 \text{ l/seg}$$

Ahora bien, la velocidad efectiva de bombeo esta dada por la expresión:

$$S_e = \frac{C_m S}{C_m + S}$$

entonces:

$$S_e = \frac{238.16 \times 10.38}{238.16 + 10.38}$$

y

$$S_e = 9.95 \text{ l/seg}$$

Que representa el 96% de la velocidad de la bomba

como se ve la suposición de que la velocidad de bombeo no cae debido a la tubería no es mala. Sin embargo, la cifra calculada para la velocidad de bombeo no puede ser correcta porque se obtiene de un cálculo que no toma en cuenta las características geométricas de la cámara y sobre todo de la fuente de iones, estas son tales que forzosamente deberán disminuir la velocidad de bombeo en la cámara ya que por las múltiples placas y rejillas se dificulta el paso de las moléculas entre ellas, dichos factores no permiten hacer una estimación teórica de la velocidad de bombeo para un tiempo de evacuación dado, por otro lado y como un factor más importante se encuentran los efectos de memoria, estos tampoco pueden ser estimados teóricamente y quizá sean el problema más grande a vencer. En consecuencia no se dispone de un método teórico para establecer las necesidades de bombeo de la cámara de ionización pero pueden usarse como referencia las dimensiones de la bomba empleada por la firma Varian en su espectrómetro "MAT 250 UF", este utiliza una bomba iónica de 60 l/seg, el funcionamiento de este espectrómetro es similar al que se está diseñando por lo que sería recomendable una bomba con tales rendimientos.

En el caso de tubo de vuelo el volumen total por desalojarse es:

$$V_{vt} = 16 \text{ lts.}$$

entonces:

$$S = .16 \text{ lts/seg}$$

Podría a efecto de estar ligeramente sobrado en la capacidad de bombeo utilizarse una bomba de 20 lts/seg.

En los colectores el volumen es:

$$V_{ct} = 10 \text{ lts}$$

$$S = 10 \text{ lts/seg.}$$

Como en el caso de la cámara de ionización aquí también la geometría es importante, aunque en este caso los volúmenes de muestra serán pequeños, comparados con los de la cámara de ionización, en base a lo anterior podría sugerirse el uso de una bomba similar a la del tubo de vuelo, esto es:

$$S = 20 \text{ lts/seg.}$$

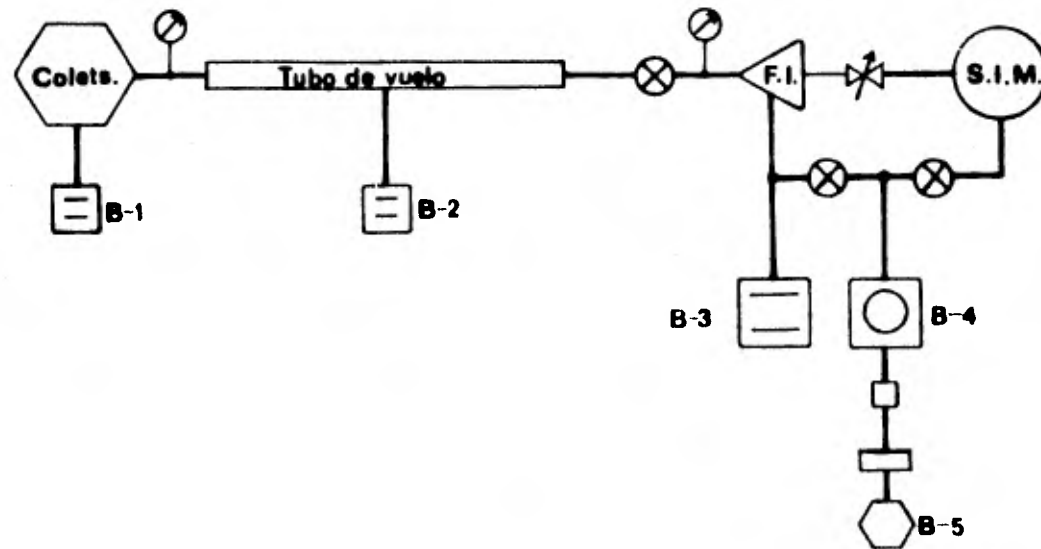
El sistema de bombeo quedaría entonces tal y como se muestra en el esquema SV-3, la descripción de los componentes del mismo se presentan en la tabla SV-16.

SV - 1

P(Torr)	L(cm)
1.0000E+03	4.2000E-06
1.0000E+02	4.2000E-05
1.0000E+01	4.2000E-04
1.0000E+00	4.2000E-03
1.0000E-01	4.2000E-02
1.0000E-02	4.2000E-01
1.0000E-03	4.2000E+00
1.0000E-04	4.2000E+01
1.0000E-05	4.2000E+02
1.0000E-06	4.2000E+03
1.0000E-07	4.2000E+04
1.0000E-08	4.2000E+05
1.0000E-09	4.2000E+06
1.0000E-10	4.2000E+07
1.0000E-11	4.2000E+08
1.0000E-12	4.2000E+09

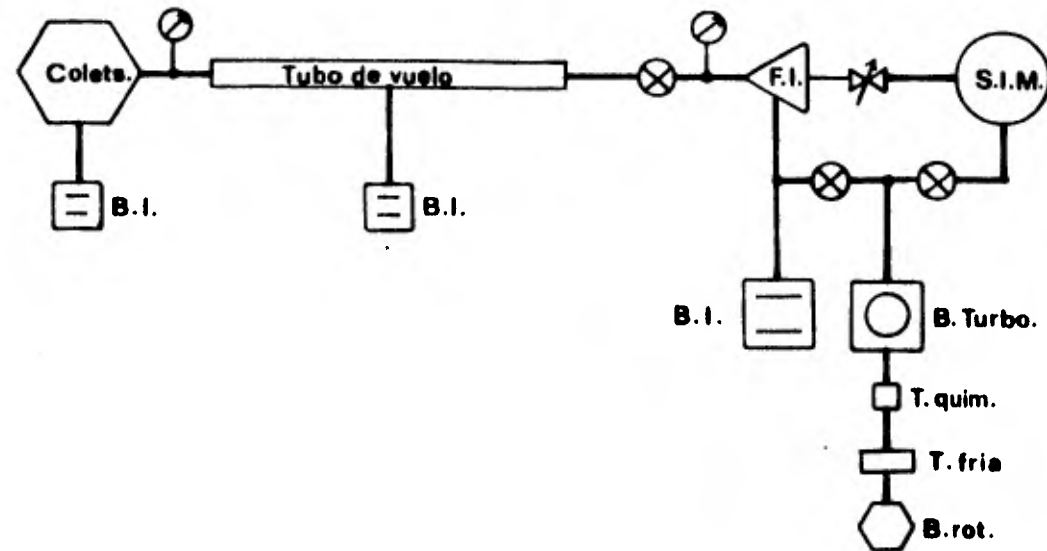
Tabla de Variación de Camino Libre Medio
con respecto a la Presión (T=300°K)
para UF6

SV-2



Disposición de las bombas en el espectrómetro de masas.

SV-3



Disposición de las bombas en el espectrómetro de masas.

Tabla SV-4

Bomba rotatoria de 2 pasos D8A

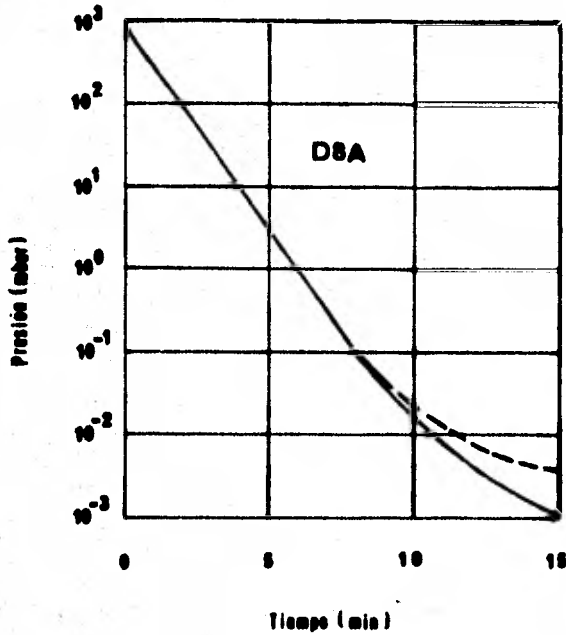
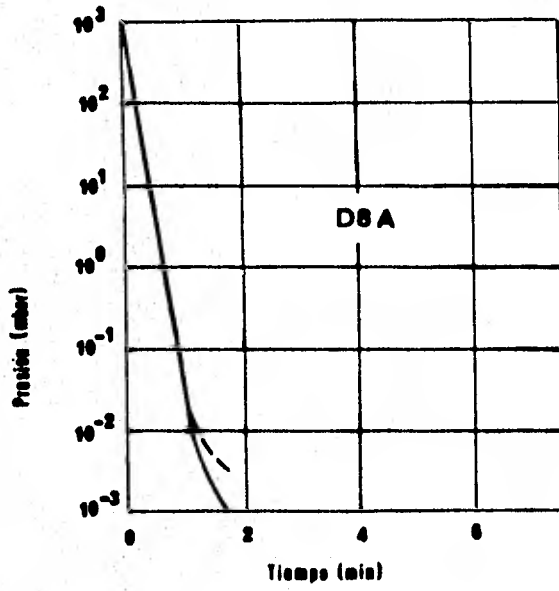
Velocidad de bombeo, m ³ /h	10
Presión última sin balastra, m bar	< 2.5 x 10 ⁻⁴
Capacidad del carter de aceite, cm ³	700
Potencia del motor. Watts	750
Velocidad de rotación de la bomba, rpm.	1500
Peso, kg.	35.5

Tabla SV-8

Bomba difusora LEYBODIFF 400

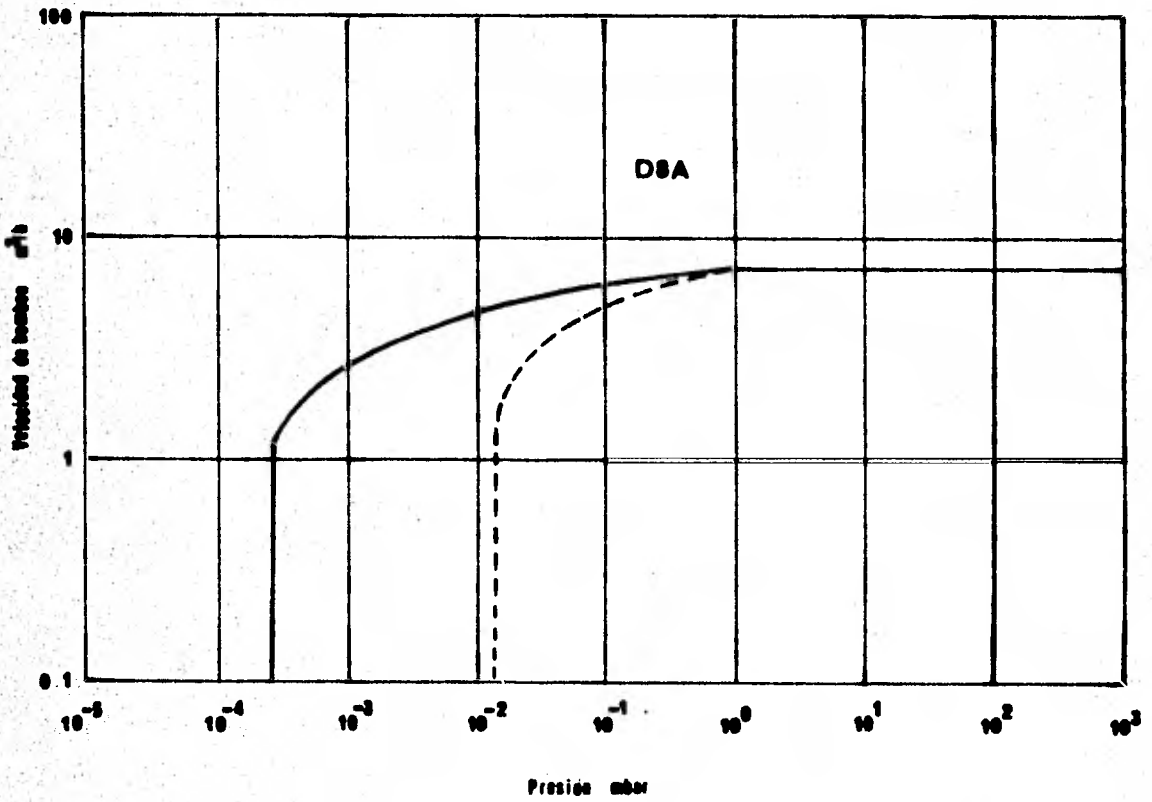
Velocidad de bombeo para aire	
a 1 x 10 ⁻³ mbar, ltr/seg.	315
a 1 x 10 ⁻⁵ mbar, ltr/seg.	400
Rango de trabajo, mbar	< 10 ⁻³
Capacidad de fluido de bombeo, cm ³	140
Voltaje de operación, V	220
Tiempo de calentamiento, min	15-18
Agua para enfriamiento (flujo mínimo) ltr/h.	17
Bomba de apoyo	D8A

SV-5

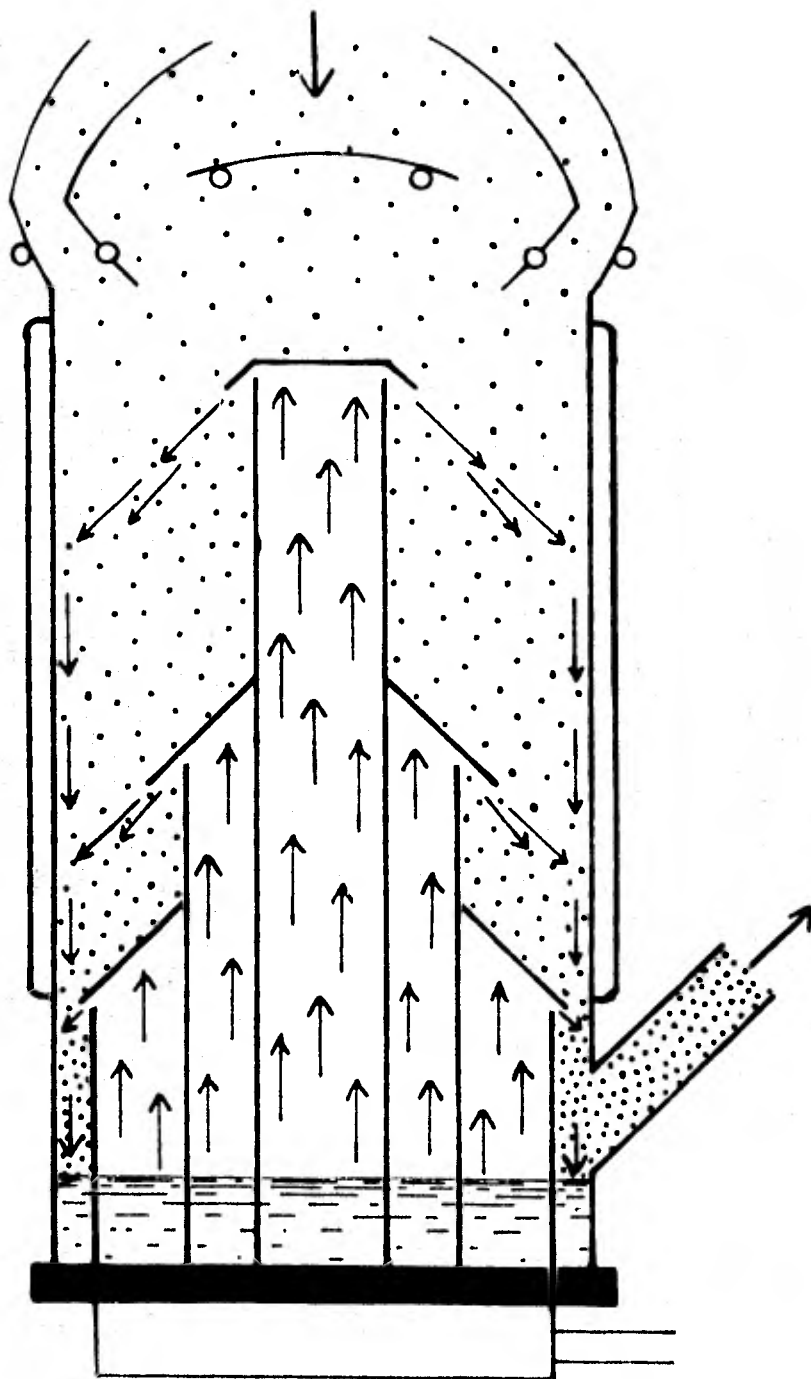


Tiempos de bombeo para la bomba de apoyo, para una cámara de 10 litros (superior), para una cámara de 100 litros (inferior) — con balastra, --- sin balastra.

SV-6



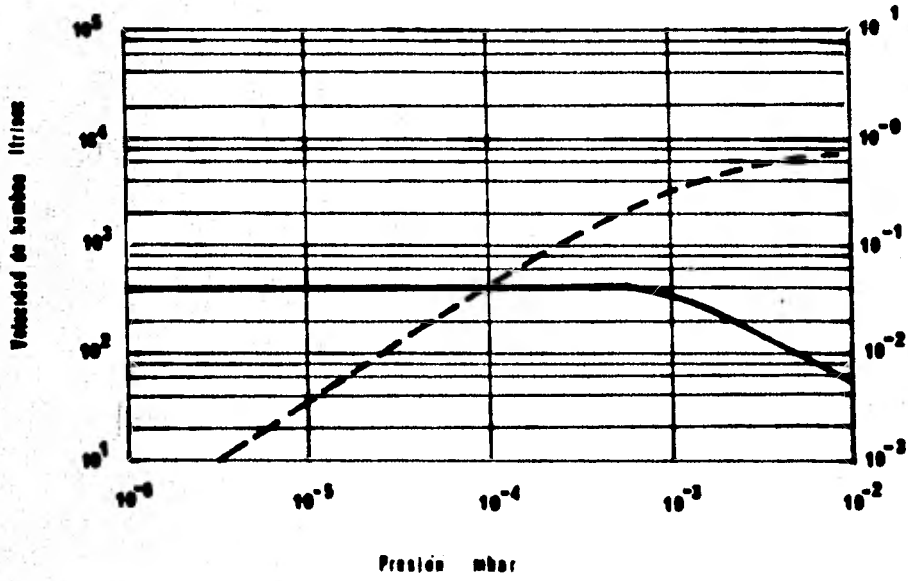
Velocidad de bombeo para una bomba "Trivac DBA"
— con balastra, --- sin balastra.



SV-7

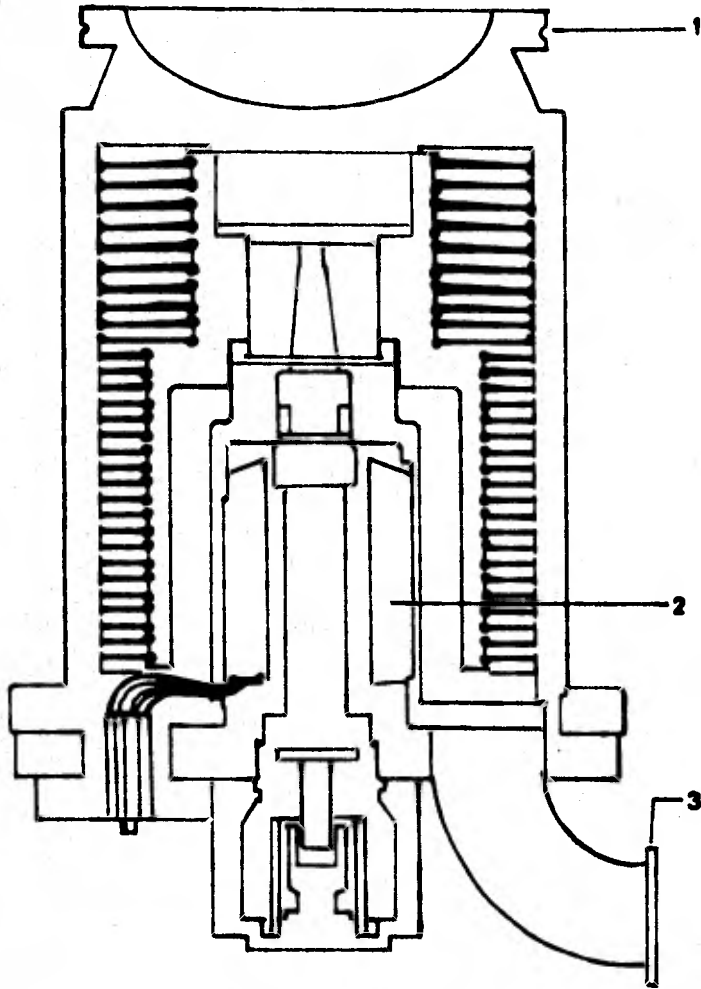
Esquema de una bomba difusora, observese la admisión de gases en la parte superior y el escape en la inferior derecha.

SV-9



Velocidad de bombeo de la bomba difusora "Leybodiff-170".

SV·10



Corte transversal de una bomba turbomolecular, 1-puerto de admisión del gas, R-motor de la bomba, 3-puerto de escape.

Tabla SV-11.

Bomba Turbomolecular, "TURBOVAC 150".

Velocidad de bombeo.

para N ₂	ltr/seg	145
para He	ltr/seg	135
para H ₂	ltr/seg	115

Razón de compresión.

para N ₂	> 1 x 10 ⁹
para H ₂	850

Ultima presión, mbar < 10⁻¹⁰

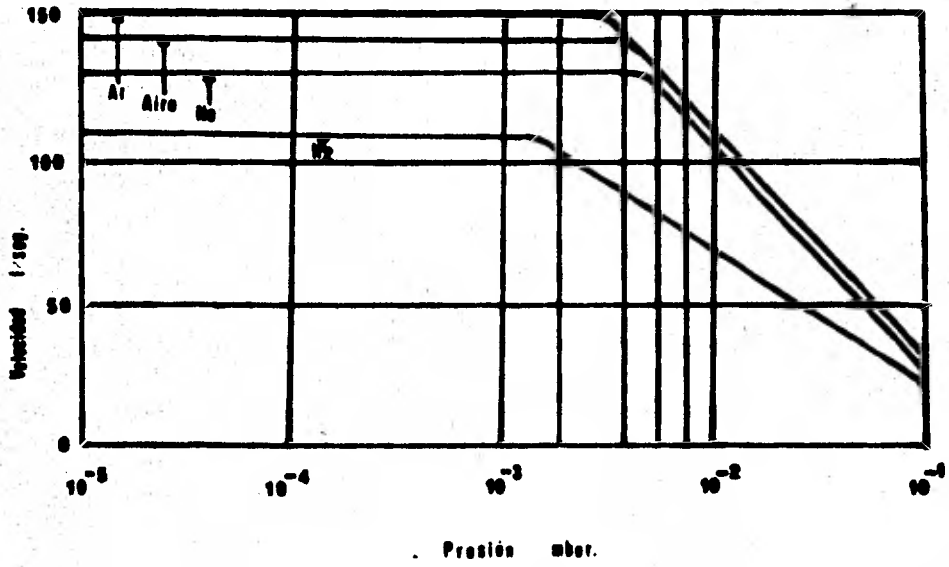
Velocidad de rotación r.p.m. 50,000

Enfriamiento agua/aire

peso Kg 7

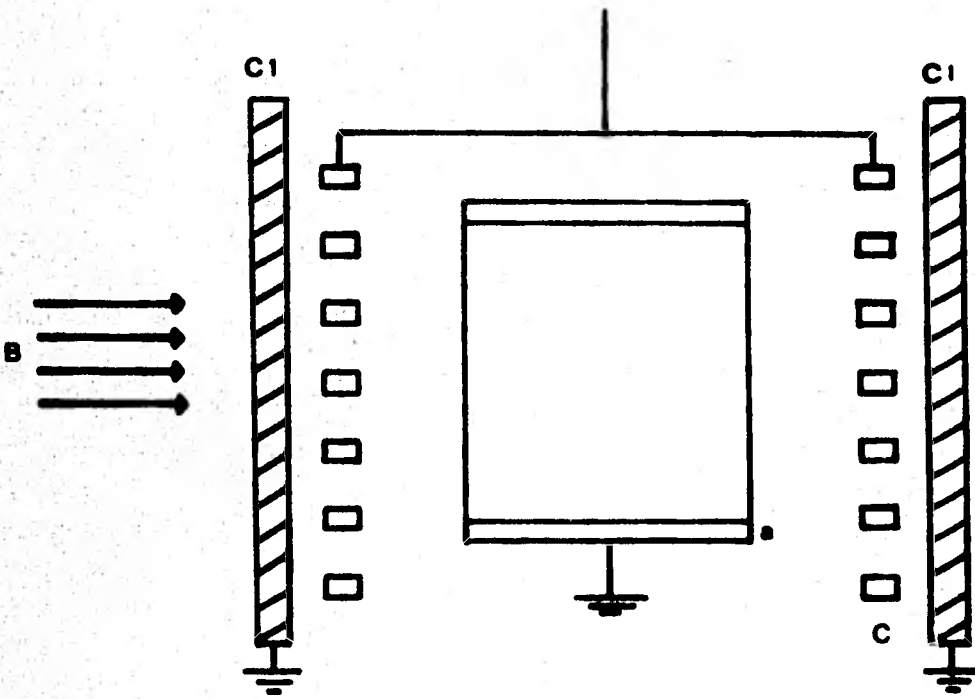
Bomba de apoyo D8A

SV-12



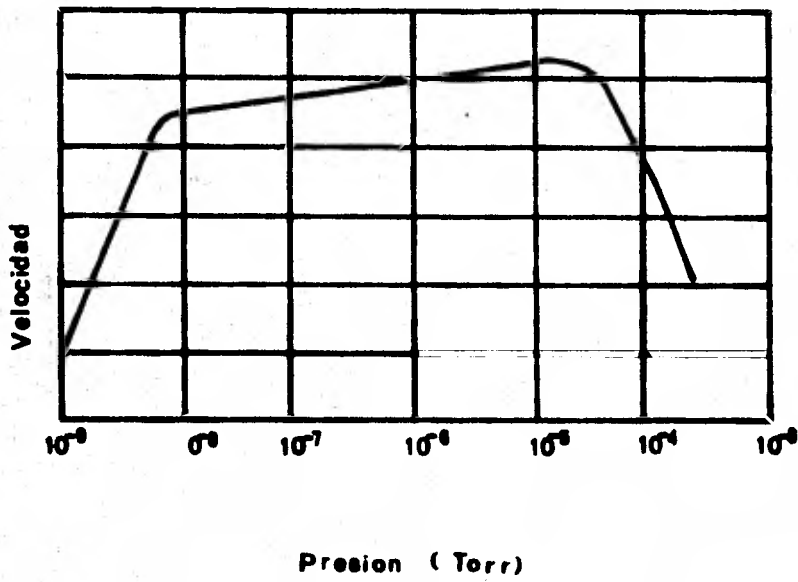
Velocidad de bombeo de la "Turbovac 150" en función de la presión de entrada para diferentes gases.

SV-13



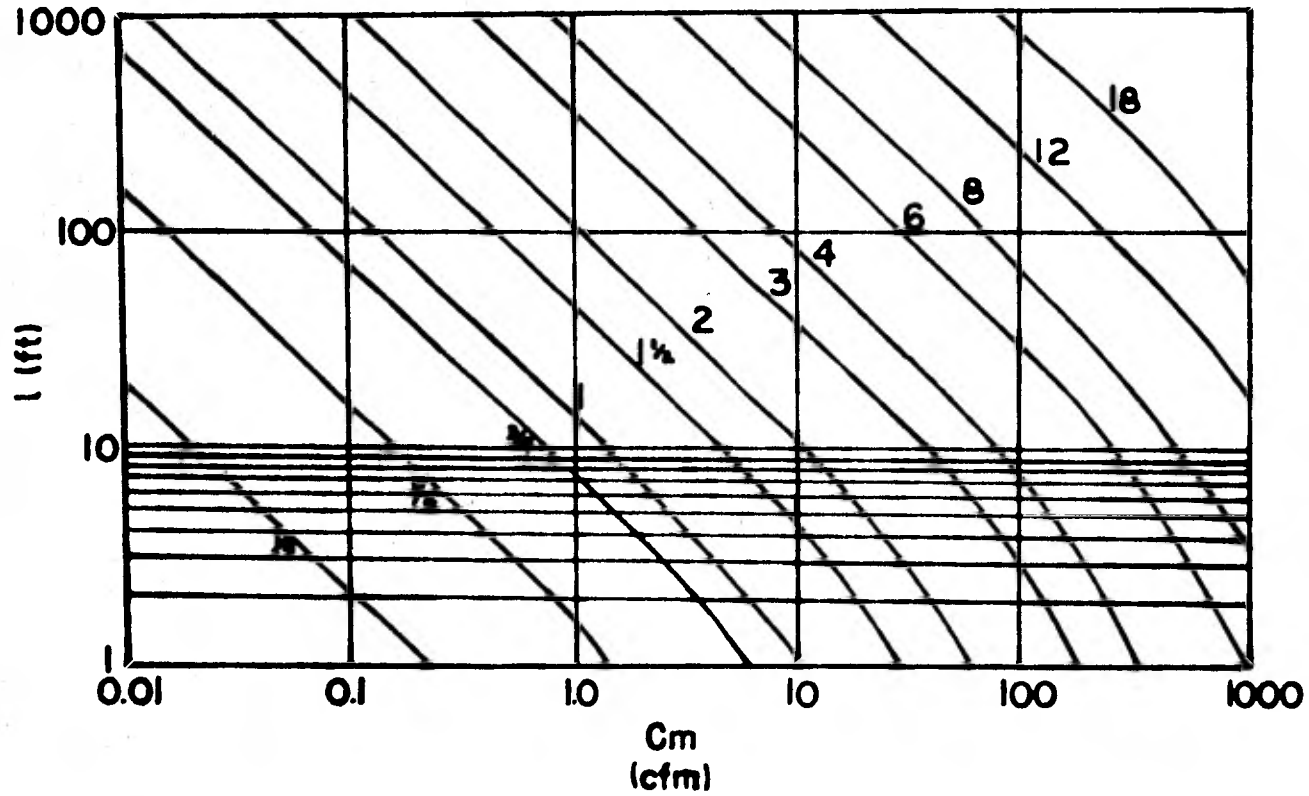
Bomba iónica de tipo triodo, B-campo magnético, C1-colector auxiliar, C-cátodo, a-ánodo.

SV-14



Curva típica de la velocidad de bombeo para una bomba iónica.

SV-15



Conductancia molecular, en función del diámetro interior del tubo y de la longitud de este.

Tabla SV-16

Número	Descripción
1	Bomba rotatoria Leybold DBA
1	Trampa fría para vapores de aceite
1	Trampa química para UF_6
1	Bomba turbomolecular, "TURBOVAC 150", de Leybold
1	Control para bomba turbo, "Drive".
1	Sistema de refrigeración para bomba turbo, a base de agua.
2	Valvulas de paso de acero inoxidable de 1 1/2" \emptyset
1	Bomba Ionica de 60 l/seg.
2	Bombas Ionicas de 20 l/seg.
3	Controles para bombas iónicas
1	Valvula de cortina de 2" \emptyset
2	Manómetros digitales de 10^{-4} a 10^{-9} torr.

4.

—

C A P I T U L O I V

Colectores y Tubo de Vuelo .

Colectores .

La detección y conteo de los iones positivos puede ser realizada por medio de dos técnicas básicas, fotográfica o eléctrica. La primera de estas es muy imprecisa cuando se tratan de medir abundancias isotópicas y por los requerimientos de operación del espectrómetro de UF_6 la hacen inaplicable en este caso.

El conteo eléctrico de los iones se realiza midiendo la variación de la corriente con respecto al tiempo, utilizando para ello algún tipo de dispositivo que integre la corriente del haz de iones. En este caso la sensibilidad y el tiempo de respuesta son parámetros definidos y el incremento de uno de ellos sólo puede lograrse a expensas del otro.

La detección eléctrica de una corriente de iones puede ser desglosada en los siguientes pasos:

- a) Colección de los iones.
- b) Amplificación y conversión de la corriente.
- c) Conteo y procesamiento de la información.

a) Colección de los iones:

Los tipos básicos de detectores eléctricos que con más frecuencia son empleados en la espectrometría de masas se presentan en la siguiente tabla²⁶.

Tipo	Intervalo de Operación	Uso principal
Caja de Faraday	Depende del amplificador	General
Multiplicador de electrones	hasta 10^{-9} Amp.	Identificación de potenciales de ionización.
Electrómetros de red vibrante	hasta 10^{-15} Amp.	General

La máxima corriente de iones que se desarrolla para una componente en el espectrómetro es del orden de 1×10^{-9} Amp.²⁷, por lo que el uso de un multiplicador de electrones sería muy limitado, los electrómetros de red vibrante no tienen ese inconveniente pero son extremadamente complejos, por ello las cajas de Faraday han sido tradicionalmente empleadas en la medición de relaciones isotópicas con excelentes resultados.

Caja de Faraday.

Si una placa metálica aislada se conecta a un medidor de corriente y se hace incidir sobre ésta un haz de iones positivos, se registrará en el medidor una corriente de electrones que deberá ser exactamente igual al número de iones que sean neutralizados en la placa. Esto es sólo parcialmente cierto debido a que al incidir el haz no sólo se lleva a cabo la neutralización del ion, sino que también hay una reemisión de electrones secundarios, estos aparecen en el aparato de medición como una corriente adicional, la emisión de estos electrones depende de varios parámetros entre los que podemos citar los siguientes:

- Angulo de incidencia del haz sobre la placa.
- Energía del haz.
- Masa de los iones incidentes.

En las gráficas C-1 a C-3 se presenta la variación del número de electrones secundarios con respecto a el ángulo de incidencia, la energía del haz y la masa del ion incidente²⁷. Además de la emisión de electrones secundarios, en la placa colectora pueden llevarse a cabo otros procesos como es la emisión de partículas neutras, pero éstas debido a su ausencia de carga no afectan el funcionamiento del colector.

Para aumentar la corriente por los iones producida y obtener un blindaje electrostático contra los iones secundarios puede diseñarse un colector con los siguientes elementos.

- Placa de definición.
- Supresor de electrones.
- Caja de Faraday.

Además de estos elementos, en algunos colectores se coloca una placa entre la caja de Faraday y el supresor de electrones con el objeto de evitar corrientes parásitas a través de los aisladores, esto más bien queda condicionado por el tipo de dieléctrico que se utilice.

En las figuras C-4 y C-5 se presentan dos diferentes geometrías de colectores.

b) Amplificación y conversión de la corriente.

Cada colector produce una señal que debe ser representativa del número de iones incidentes sobre él, esta señal debe transmitirse a los elementos de medición para posteriormente ser analizada, la transmisión de la señal puede lograrse mediante el uso de amplificadores operacionales de estado sólido seguidos de convertidores lineales de voltaje a frecuencia. Los convertidores

transforman el voltaje de las cajas a señales pulsadas de amplitud constante donde el parámetro que cambia es la frecuencia, por este procedimiento puede obtenerse una reducción considerable en el ruido transmitido, además de esto y con el mismo fin, los amplificadores deberán colocarse lo más cerca posible de cada caja, evitando con ello que la capacitancia del sistema y por consiguiente los tiempos de respuesta aumenten.

En efecto, una manera de calcular la carga total depositada en el colector, es considerarla como producida por la acumulación de pequeños elementos diferenciales de carga (dq):

$$Q = \int_{q_1}^{q_2} dq$$

como $dq = i dt$:

$$Q = \int_{t_1}^{t_2} i dt$$

Consideremos la capacitancia del colector (C), entonces el voltaje que entrega el colector debido a la carga está dado por la ecuación;

$$V = Q/C$$

$$\therefore Q = CV = \int_{t_1}^{t_2} i \, dt$$

$$\text{ó } V = \frac{1}{C} \int_{t_1}^{t_2} i \, dt .$$

Si aumentamos la capacitancia del sistema y pretendemos que el voltaje no caiga por debajo de ciertos límites, debemos forzosamente aumentar los intervalos de integración, o lo que es lo mismo al aumentar la capacitancia del sistema los tiempos de respuesta aumentan.

Como se mencionó anteriormente la amplificación de la señal de la caja de Faraday se logra mediante el uso de amplificadores operacionales de estado sólido, estos son sensibles a los cambios de temperatura y a la humedad, por lo que es conveniente colocarlos en un ambiente que los proteja, esto puede lograrse si son introducidos en una cámara al vacío detrás de la cámara de colectores, la geometría propuesta para este efecto se presenta en la figura C-6. Los amplificadores a utilizarse pueden ser como los "Burr-Brown 3523L", éstos son amplificadores electrométricos sensibles en un intervalo de 0.01 pA a 1 nA y con corrientes de salida de hasta 10 mA a 10 Volts.

c) Conteo y procesamiento de la información.

Una vez que la corriente de las cajas es convertida en pulsos, éstos deben ser contados por medio de al gún dispositivo para posteriormente formar con ellos el espectro de la muestra analizada. El dispositivo de con teo debe ser tal que permita discriminar pulsos muy próximos entre si, de tal forma que estos no puedan pasar como una sola cuenta y además tener capacidad para contar un número adecuado de estos. Puede usarse para tal efecto un contador como el "5316A" de Hewlett Packard, este es tal que puede operar en un intervalo de 10 ns - 10,000 segs. y puede, sin necesidad de interfase, conec tarse a la computadora lo que permitiría mandar a esta la información directamente.

Por otro lado la computadora, con un programa adecuado, puede servir como base de tiempo de tal forma que pueda tomar las lecturas de cada uno de los contadores alternativamente.

En el esquema C-7 puede apreciarse todo el sistema para la detección de los iones, en el esquema C-8 se pre senta completo el sistema de control del espectrómetro de masas.

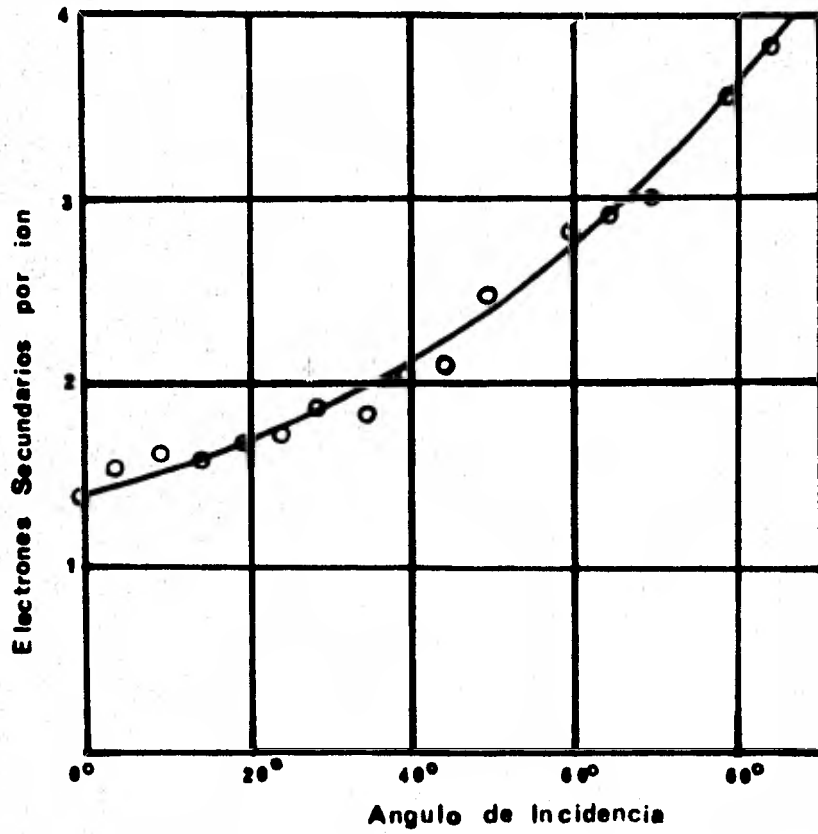
Tubo de vuelo.

El recorrido que los iones siguen desde la fuente

hasta los colectores lo hacen a través del tubo de vuelo, este debe ser tal que permita preservar el vacío y evitar interferencias de cualquier tipo con el haz, una de las características más importantes que debe tener, es la de evitar la posible acumulación de partículas cargadas en sus paredes interiores⁸ ya que si esto sucediera podrían presentarse efectos indeseables como son, el desenfoque del haz, o el incremento de los efectos de memoria. Esto puede evitarse dimensionando adecuadamente el radio del tubo de vuelo y manteniendo un buen vacío dentro del mismo, las dimensiones del tubo quedan más bien condicionadas por el entrehierro que se use en el analizador magnético.

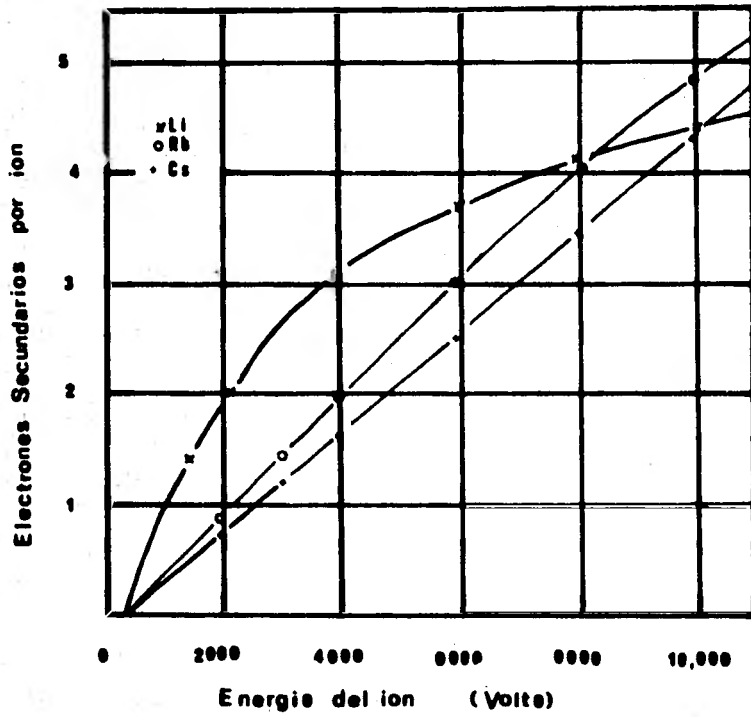
Un buen vacío puede ser logrado si, como en el capítulo 3 se mencionó, se bombea directamente en el tubo para éllo, éste debe de estar provisto de una brida en su parte media que permita acoplar la bomba y un soporte que impida la desalineación del mismo, en sus extremos deben también colocarse bridas que permitan el montaje de las cámaras de ionización y colectores. En la figura C-9 se presenta un esquema de este tubo.

C-1

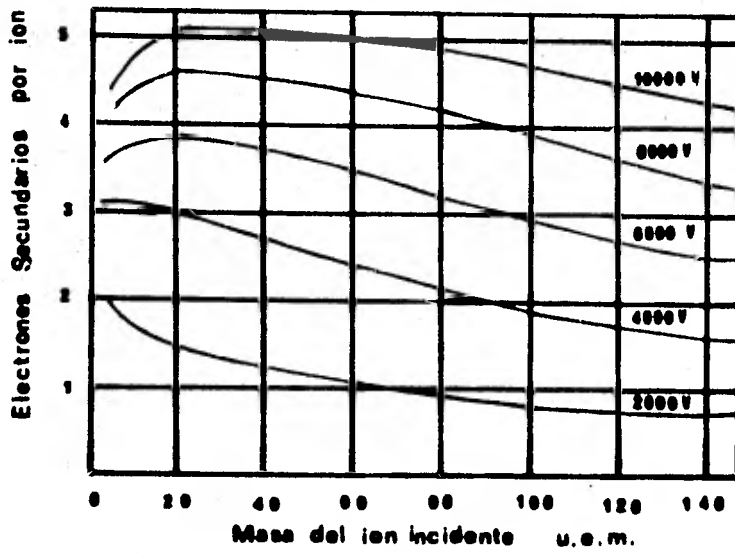


Número de electrones secundarios como función del ángulo de incidencia del haz de iones.

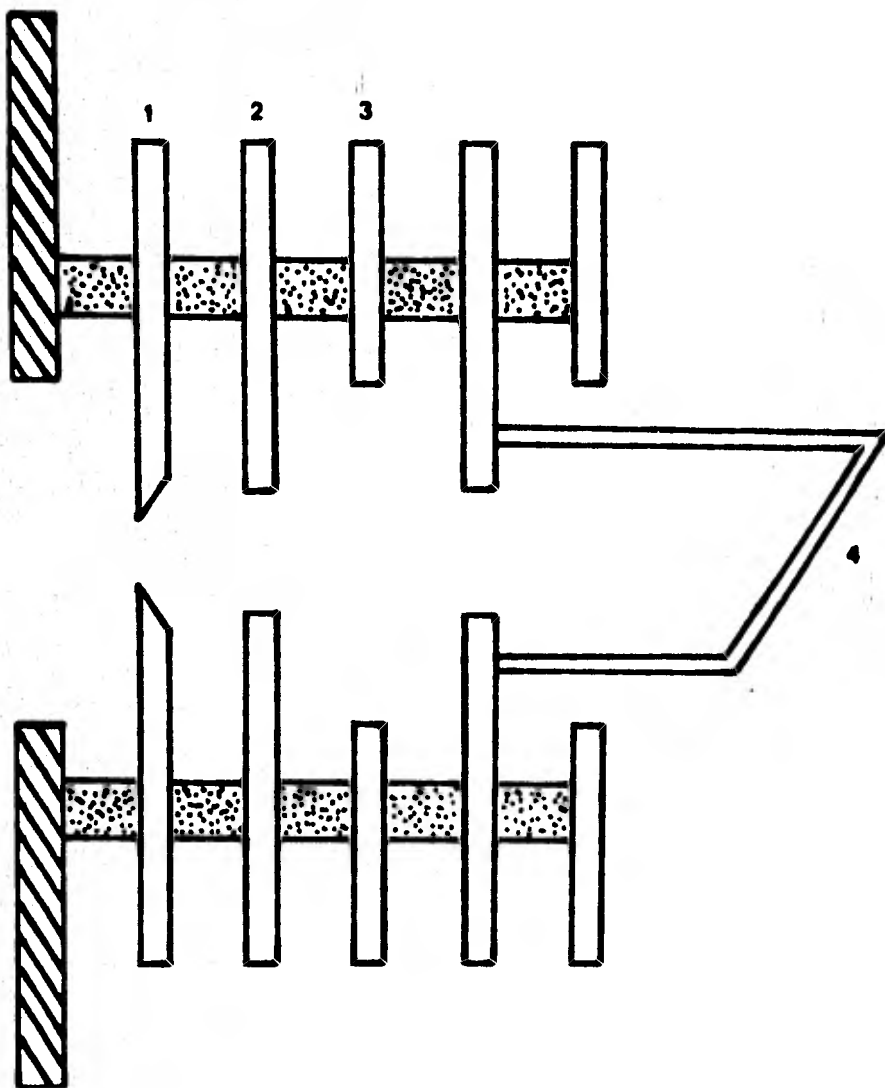
C-2



C-3

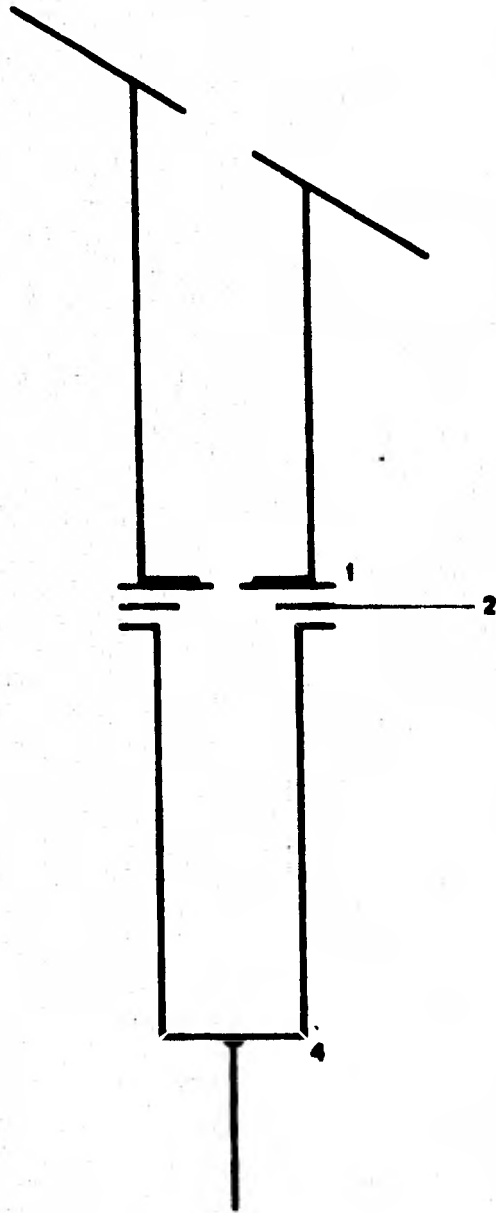


Número de electrones secundarios en función de la energía y la masa del ion incidente.

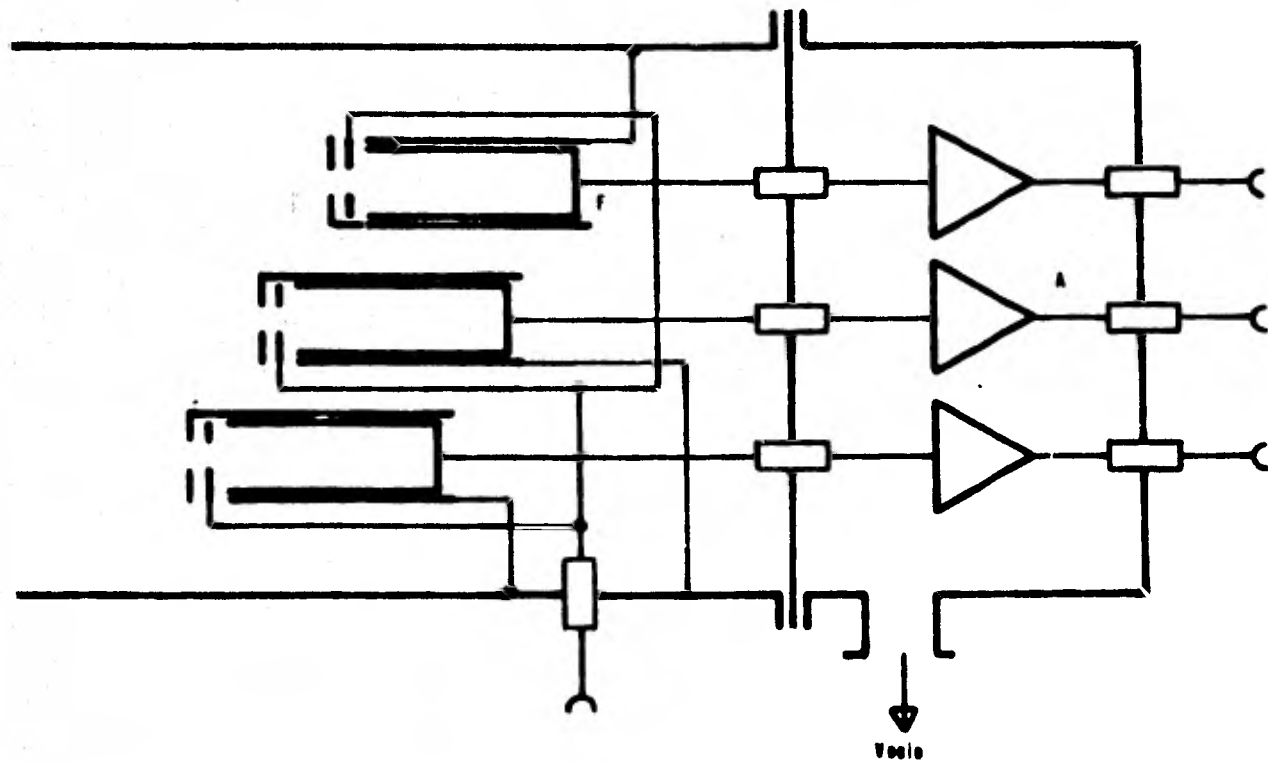


Colector, 1-Placa de definición, 2-Supresor de electrones, 3-Anillo de guardia, 4-Caja de Faraday.

C-5

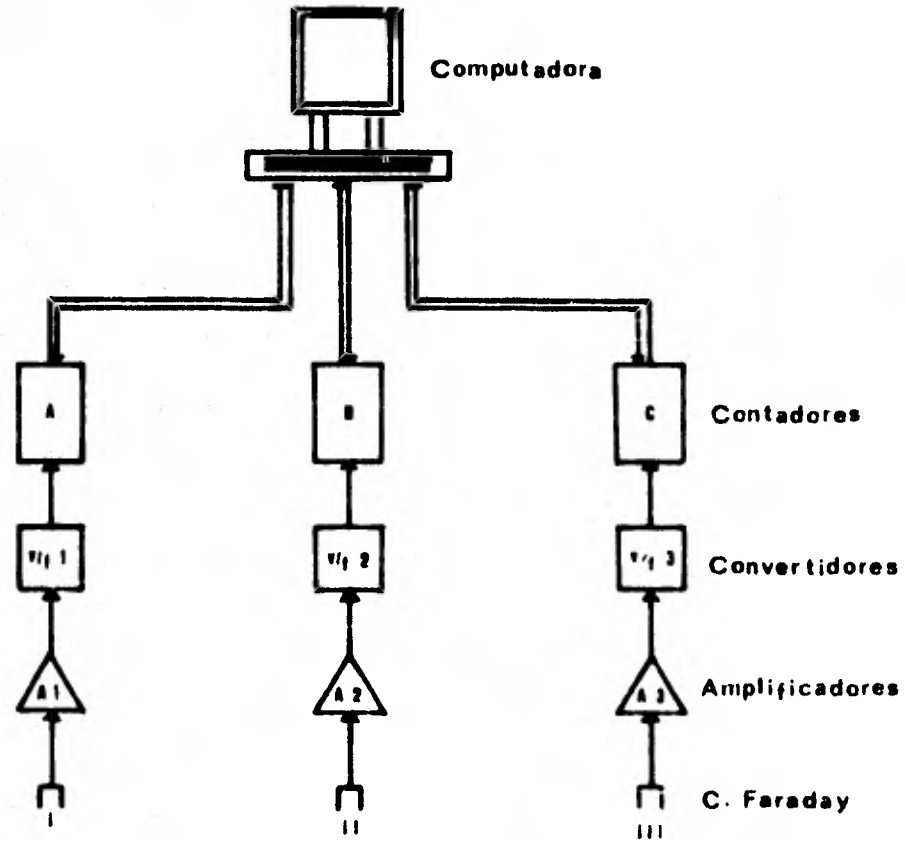


Colector, 1-placa de definición, 2-supresor de electrones, 4-caja de Faraday.



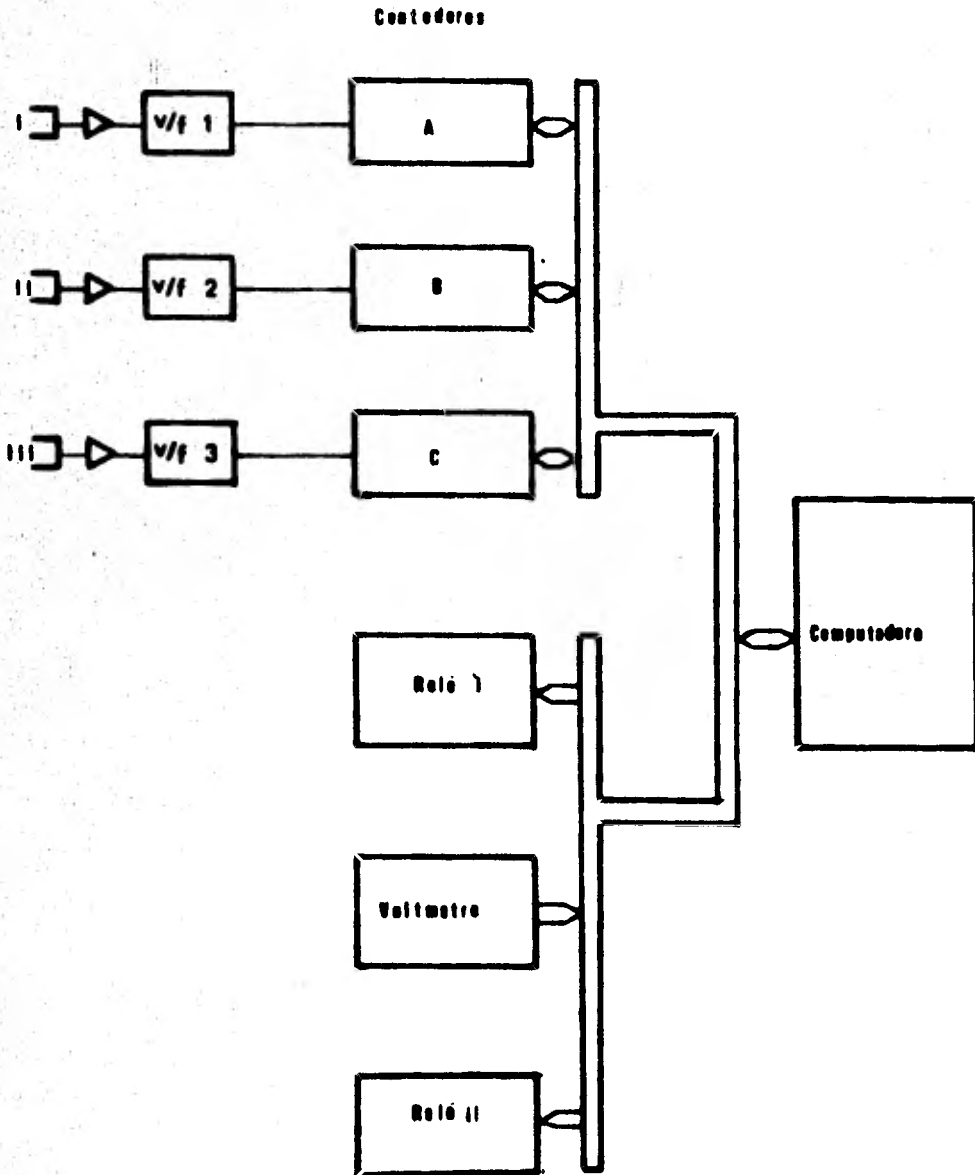
Disposición de los amplificadores en su cámara de vacío, F-cajas de Faraday, A-amplificadores.

C-7

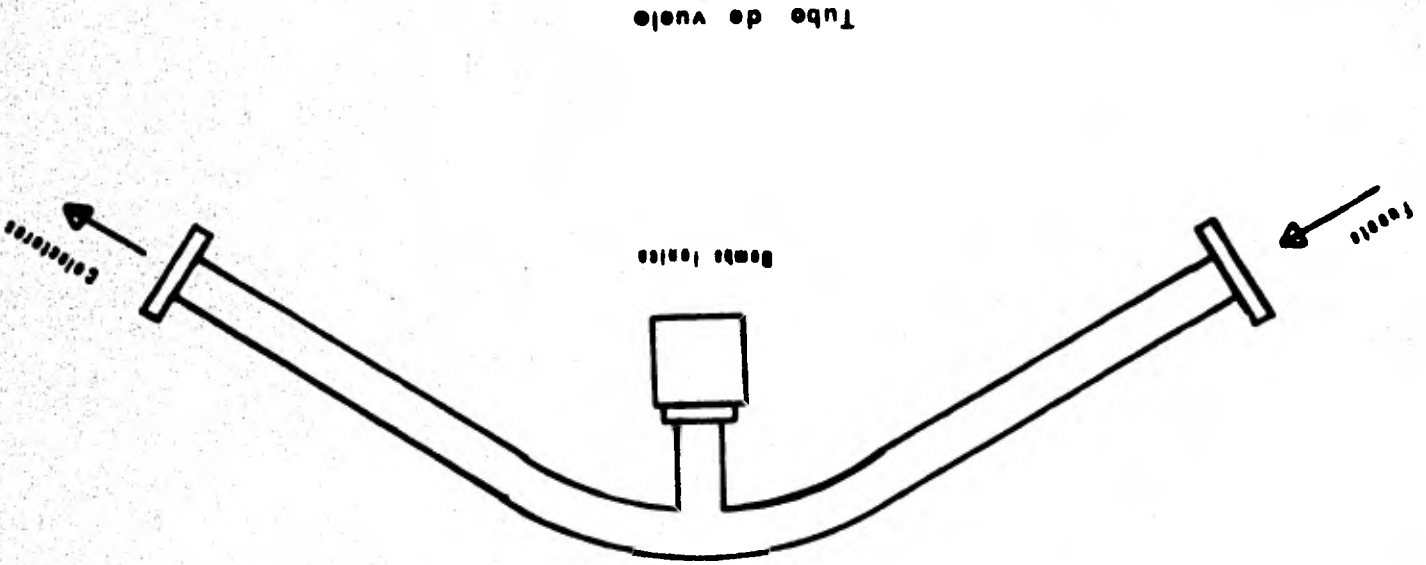


Sistema de detección de iones.

C-8



Control del espectrómetro de masas.



5.

—

CAPITULO V

TRAMPAS

Una condición importante en el análisis de cualquier muestra es la de que esta no se contamine durante el proceso del análisis mismo, esta contaminación podría deberse, entre otras causas, a una mala "limpieza del vacío".

Entre las características importantes del hexafluoruro de uranio destaca su extrema toxicidad, por lo que a efecto de reducir los riesgos de operación sería conveniente utilizar algún sistema de seguridad en los puertos de escape del sistema de bombeo, para atrapar los residuos que ocasionalmente pudiesen salir a la atmósfera.

Por otro lado el hexafluoruro de uranio gaseoso puede condensarse bajo ciertas circunstancias, ello permite desarrollar sistemas de bombeo utilizando esta propiedad.

En el diseño del espectrómetro de masas se consideraron estas características y se proyectaron tres tipos básicos de trampas, que son:

- 1) Para conservar la limpieza del alto vacío,
- 2) Químicas, para retener el UF_6 ,
- 3) Frías, para el sistema de bombeo.

Trampas para conservar la limpieza del alto vacío:
Este tipo de trampa es muy común en los sistemas de

vacío, tiene por objeto capturar los vapores de agua y aceite provenientes de la lubricación de la bomba mecánica de apoyo o de la atmósfera con lo cual la limpieza en la cámara se conserva. Este atrapamiento puede lograrse por condensación de los vapores, que al entrar en contacto con una superficie metálica fría se solidifican y quedan depositados. El elemento refrigerante puede ser nitrógeno líquido, que es el mismo que se utilizará en el sistema de bombeo del S.I.M., obteniéndose por ende una operación más económica del conjunto.

La geometría de la trampa debe ser del tipo de las denominadas "trampas ópticas" que son tales que cualquier molécula de vapor no puede "ver" directamente a la cámara de vacío.

Para todos los fines prácticos la trampa es un obstáculo al flujo de moléculas, por lo que deberá dimensionarse de tal forma que la velocidad de bombeo en la cámara de vacío no disminuya considerablemente. Esta trampa deberá colocarse entre la bomba turbomolecular y la bomba mecánica de apoyo.

Dado que la trampa química, como se verá más adelante, funciona bajo una reacción de contacto superficial, no deberá permitirse que los vapores del aceite la contaminen, para evitarlo la trampa fría deberá colocarse entre la trampa química y la bomba mecánica de apoyo, ver

esquema T-1.

La temperatura del aire líquido es de aproximadamente -180°C , a esta temperatura el hexafluoruro de uranio es un sólido, por lo que con esta disposición de la trampa fría podría además capturarse el hexafluoruro que por alguna circunstancia escapase a la trampa química.

Para la limpieza de la trampa fría podría utilizarse simplemente agua, con lo que se produciría la hidrólisis espontánea del hexafluoruro que ocasionalmente puede llegar a ella, siendo ésta la única característica especial en su mantenimiento, la geometría de esta trampa puede verse en el esquema T-2.

Trampas químicas para UF_6 :

El espectrómetro de masas, tal y como se ha concebido, no requiere de puertos de escape para el vacío siempre que se haya adquirido cierta presión de operación, sin embargo cuando sea necesario hacer el prevacío para que puedan funcionar las bombas iónicas del espectrómetro o cuando se desee purgar de aire el sistema de introducción de muestras será necesario recurrir a la bomba turbomolecular, en estos casos se correría el riesgo de sacar a la atmósfera pequeñas cantidades de UF_6 , a menos de que se dispusiese de alguna trampa para tal efecto.

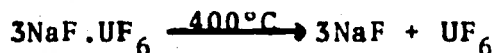
El hexafluoruro de uranio reacciona con la mayor

parte de los compuestos orgánicos siendo un agente de fluoración, en el caso del UF_6 gaseoso puede usarse para su atrapamiento un absorbente sólido como el NaF, el Carbono activado, el $CaSO_4$ o el CaF_2 , sin embargo, el NaF es el absorbente sólido más empleado dado que permite la posterior recuperación del hexafluoruro.¹⁷

El NaF al entrar en contacto con el UF_6 produce la reacción reversible:



El sentido de esta reacción está gobernado fundamentalmente por la temperatura por lo que también es posible la reacción:



Esta reversibilidad permite reutilizar la trampa después de que se haya saturado, alargando con éllo su vida útil.

Como puede apreciarse de la expresión (i) la trampa para funcionar requiere una temperatura de $120^\circ C$ por lo que se deberá contar con algún sistema de calefacción, este sistema puede ser simplemente una resistencia eléctrica de la potencia adecuada.

Generalmente una trampa de este tipo es un cilindro metálico de acero inoxidable o monel con conexiones en

los extremos para la entrada y salida del gas y en cuyo interior se encuentra el NaF, dado que la reacción con el UF_6 se realiza fundamentalmente en la superficie de contacto, podría pensarse que el NaF debe usarse en forma de polvo, sin embargo, esto reduciría considerablemente la velocidad de bombeo y podría hacer que las zonas interiores no reaccionasen. Para evitar estos inconvenientes se utilizan pequeñas pastillas de NaF con una superficie específica del orden de $1\text{cm}^2/\text{g}$, ver esquema T-3.

La eficiencia de estas trampas para retener hexafluoruro se estima en un 50% en peso de NaF cuando las pastillas estas nuevas.

Aunque el atrapamiento de UF_6 con NaF es más caro que por otros métodos, resulta particularmente adecuado para la eliminación de trazas en los gases de escape de instalaciones tales como el sistema de introducción de muestras.

Trampas para el sistema de bombeo:

Para el sistema de introducción de muestras se requiere un sistema de bombeo a prueba de fugas, de errores accidentales, de falta de corriente, versátil en su operación, con buena capacidad de bombeo y que permita además controlar los gases residuales. Un sistema con estas características puede obtenerse si se utilizan tram-

pas frías como elementos de bombeo.

Los vapores de hexafluoruro de uranio pueden ser condensados si entran en contacto con superficies suficientemente frías, en este sentido es posible hablar de velocidad de bombeo de una superficie o trampa fría.

La velocidad de bombeo para una trampa fría esta da da por:

$$(1) \quad S = 11.6 \sqrt{\frac{29}{M}} \left(1 - \frac{P_2}{P_1}\right) A \text{ Lt/seg.}$$

donde:

M = peso molecular del UF_6 ,

P_1 = presión de vapor del UF_6 a temperatura ambiente,

P_2 = presión de vapor del UF_6 a -180°C ,

A = área de la superficie fría en cm^2

entonces:

M = 253

P_1 = 100 torr.

P_2 = 10^{-19} torr.

El siguiente paso es obtener la geometría y dimensiones de una trampa con las que se obtenga una capacidad de bombeo adecuada, para efectos de cálculo puede suponerse que las líneas de bombeo tendrán bajas conductancias y que por ende la velocidad de la bomba debe ser muy alta,

escojamos $S = 500$ lt/seg. La geometría más simple de la trampa puede ser la que se presenta en el esquema T-4, por facilidad en la construcción puede escogerse un diámetro de 3" en la base, entonces lo que resta por determinar es la altura mínima que deberá tener. De la expresión (1) tenemos:

$$500 = 11.6 \sqrt{\frac{29}{352}} \left(1 - \frac{10^{-19}}{100}\right) A \text{ lt/seg}$$

despejando A:

$$A = \frac{500}{11.6 \sqrt{\frac{29}{352}}}$$

$$A = 150.17 \text{ cm}^2$$

la expresión del área A es:

$$A = \pi r^2 + 2\pi r h$$

o

$$A = \pi r (r + 2h),$$

despejando h se tiene:

$$h = \frac{A}{2\pi r} - \frac{r}{2}$$

Substituyendo valores:

$$h = \frac{150.17}{2\pi \times 3.75} - \frac{3.75}{2} \text{ cm}$$

$$h = 4.49 \text{ cm.}$$

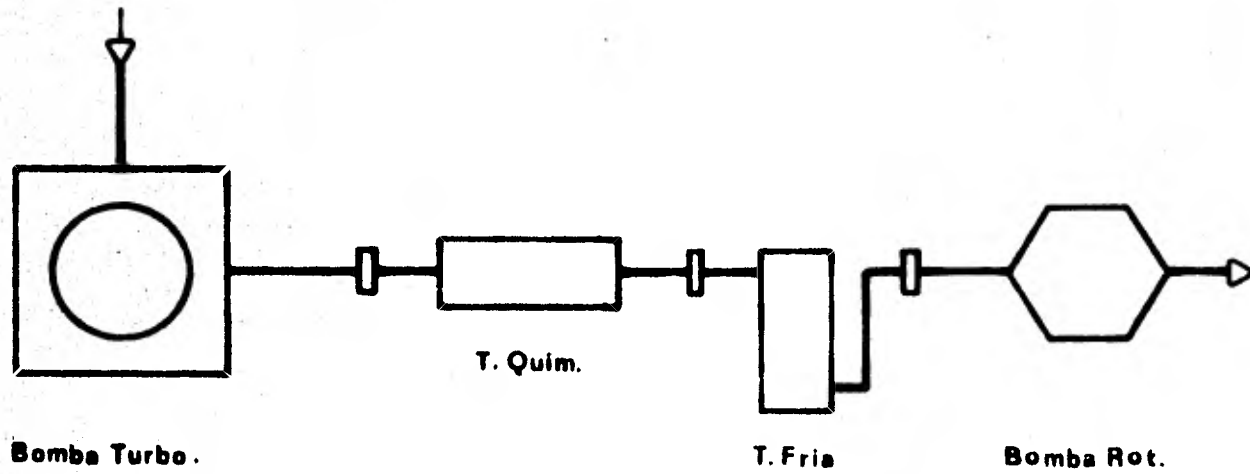
Una altura tan pequeña permite tener una gran versatilidad en el diseño de la trampa para satisfacer otras necesidades.

El UF_6 sólido es un mal conductor de calor, por lo que la capa que se deposite en el interior de las paredes de la trampa reducirá la capacidad de bombeo de la misma, con objeto de reducir este efecto desfavorable puede irse variando de abajo hacia arriba el nivel del nitrógeno líquido conforme se vaya depositando el hexafluoruro, por otro lado al escogerse un diámetro interior de 3" para la trampa, se favorece el que los incrementos en el nivel del nitrógeno sean muy pequeños. De hecho esta forma de variar el nivel del nitrógeno líquido no sólo es debida a la pérdida en la capacidad de bombeo, sino que además asegura un correcto llenado de la trampa, evitando con éllo taponamientos en su parte superior, el llenado se hará entonces por "escalones", donde cada uno tendrá una altura de 4.5 cm. Hacer una estimación teórica del espesor del volumen depositado para cada "escalón" es prácticamente imposible, ya que esto depende de la eficiencia de la trampa, de la falta de compacidad de los depósitos, etc. Esto impide conocer a priori el volumen que podrá atraparse para cada uno de estos "escalones" y en consecuencia tampoco es posible establecer el número de ellos necesario para hacer que los intervalos de limpieza sean lo más espaciados posibles. Sin embargo,

podemos fijar tentativamente una longitud para la trampa de 30 cm, con lo que podríamos tener de 4 a 5 "escalones" y un espacio libre para vapores, en caso de que la trampa se quedare sin refrigeración.

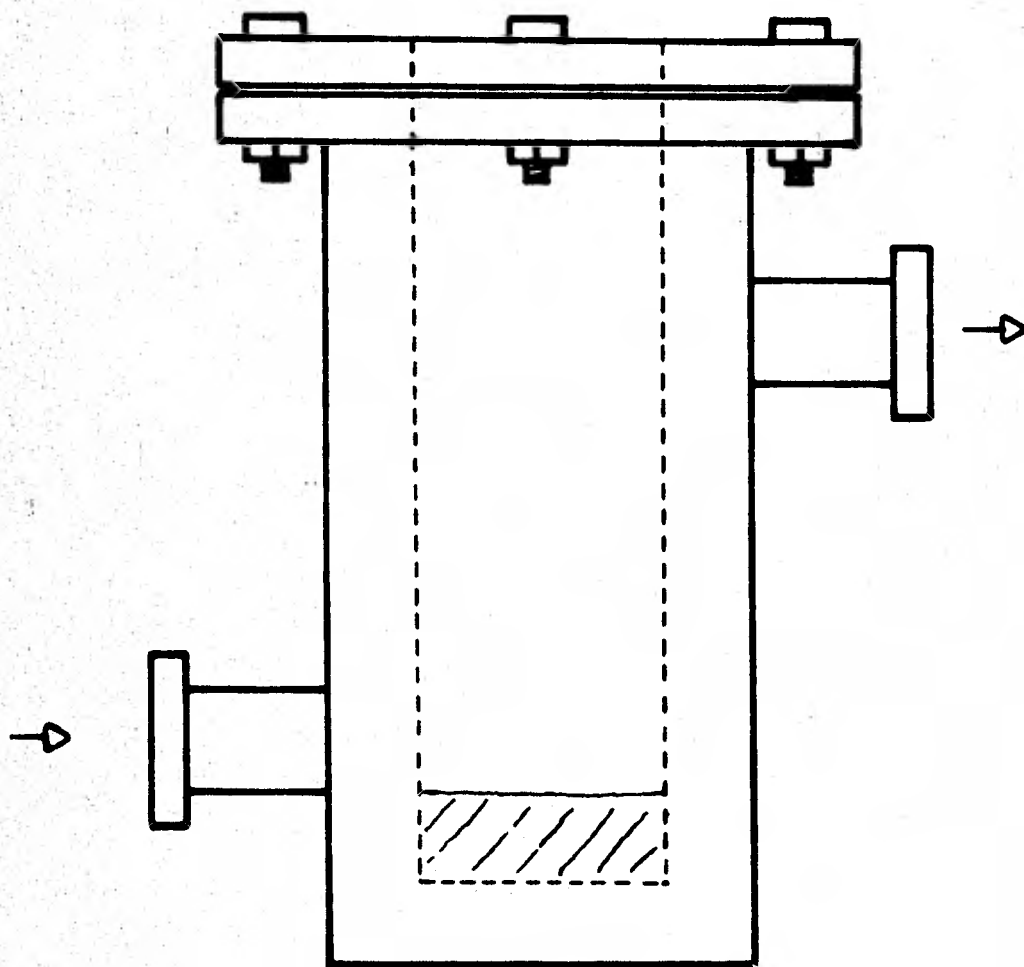
En el diseño de la trampa se contempla, además de lo citado anteriormente, la necesidad de obtener un bajo consumo de nitrógeno líquido, esto puede obtenerse si se reduce al máximo la transferencia de calor entre la trampa y el medio ambiente, para ello se redujó el espesor de las paredes de las líneas de bombeo en los puntos próximos a la trampa, además de utilizarse un termo especial para el nitrógeno líquido, tanto las trampas como el termo y su disposición entre si pueden verse en los esquemas T-5 y T-6.

T-1



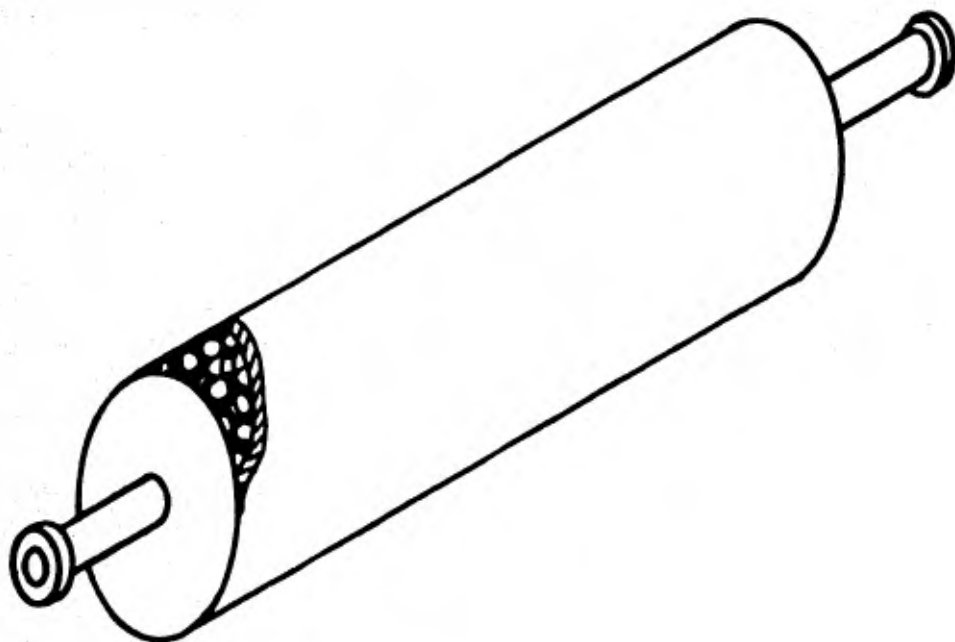
Disposición de las trampas.

T-2



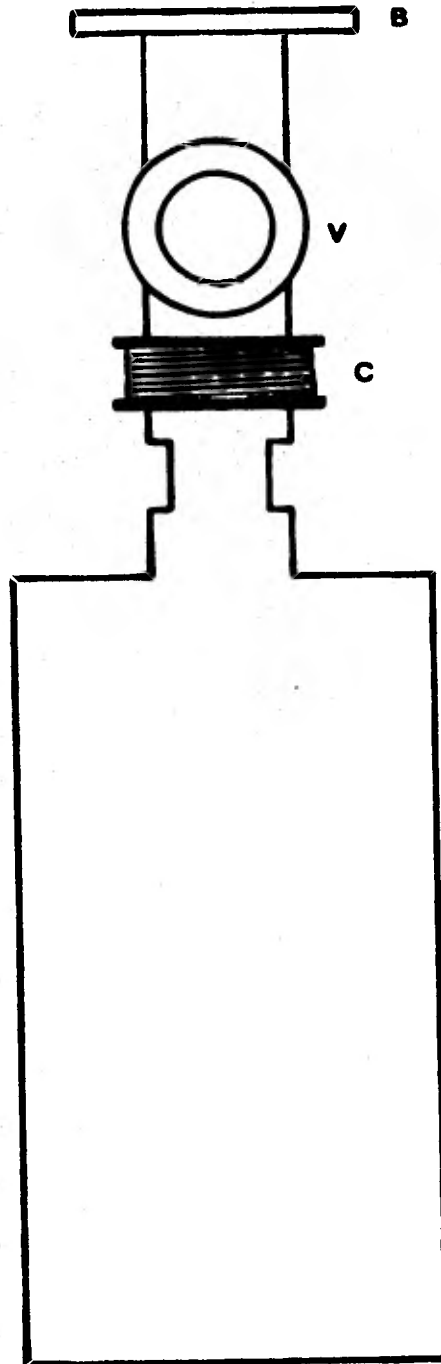
Trampa fría, las flechas indican el sentido del flujo, se presenta simulado el nivel del nitrógeno líquido.

T-3



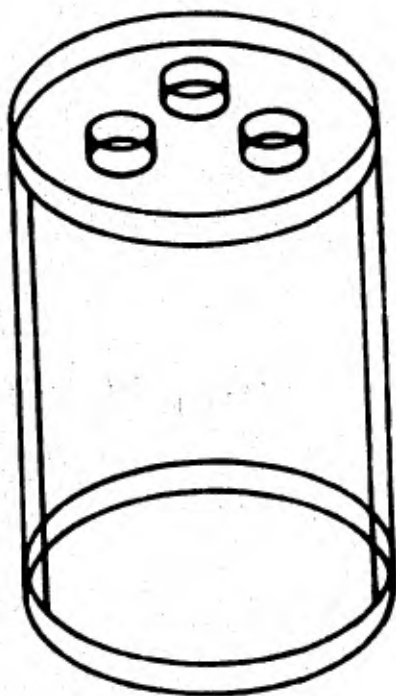
Trampa química sin calefactor, se muestra en el interior
las pastillas de NaF .

T-4



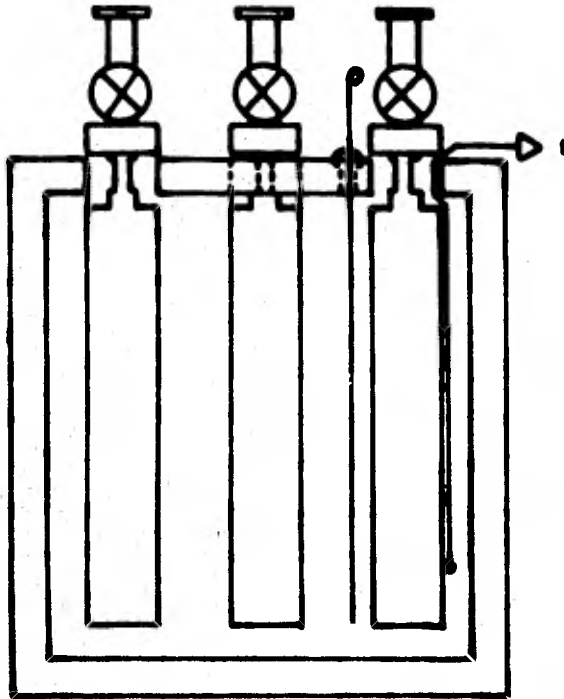
Trampa fría para el sistema de bombeo, se presenta con su calefactor (C), la válvula (V) y la brida de montaje (B).

T-5



Termo para las trampas, se muestran las paredes interior y exterior del mismo.

TRAMPAS
T-6



Conjunto de trampas para el sistema de bombeo con termopar (t).

C O N C L U S I O N E S

El trabajo desarrollado en esta tesis permite definir la estructura básica del espectrómetro de masas para UF_6 , entre algunas de las características que pueden destacarse de este diseño mencionaré las siguientes:

- a) Sistema de introducción de muestras con capacidad para operar por medio de botellas o en línea.
- b) Sistema de bombeo sin puertos de escape, basado en trampas frías y bombas iónicas.
- c) Control computarizado del sistema de introducción de muestras y de los colectores, que permiten una operación totalmente automatizada.
- d) Protección contra fallas de corriente y vacío.

Por otro lado existen algunos puntos que no fueron totalmente considerados, como por ejemplo, la geometría del tubo de vuelo, esto fué debido a que hasta el momento de terminarse esta tesis la geometría del analizador magnético no se encontraba perfectamente definida, también las características del diseño de ingeniería, de elementos tales como el sistema de introducción de muestras y el sistema de bombeo no fueron considerados por quedar fuera de los alcances de esta tesis. Los parámetros tales como, los tiempos de evacuación, la eficien-

cia de los colectores, los intervalos de servicio para las trampas frías, etc., que no son reportados, deberán determinarse experimentalmente en cuanto se construya el espectrómetro.

B I B L I O G R A F I A

- 1) Aleksandrov, M.L.; Gan., L.N. *Optimum Parameters for a Mass Analyser*. U.S.A., Physics and Technology, 1973.
- 2) Asakura, Y.; Sato, H.; Kagami, K. *Mass Spectrometry of Uranium and Plutonium Isotopic Analysis used Together with a Mini-Computer*. Iwakari, Japan, 1973.
- 3) Betts, R.R. *Time of Flight Detectors for Heavy Ions*. Yale University, New Haven, Conn. 1979.
- 4) Beyrich W., G., Spannagel, *The Mass Spectrometric Determination of Uranium-235 in Uranium Hexafluoride*. Nuclear Technology, Vol. 42, 1979.
- 5) Byrd, J.S. *Micromputer-Based Control and Data Collection for a Mass Spectrometer*. Appl. Spectrosc. U.S.A., Vol.30.
- 6) Guthrie, *Tecnología del Vacío*, John Wiley, 1976.
- 7) Gostkowska, B. *Modern Mass Spectrometry*. Trans. of Przegląd Elektroniki, V10, 1969.
- 8) Casar Aldrete Isabel. *Diseño, Construcción y Operación de un Espectrómetro de Masas para Relaciones Isotópicas de Uranio*. Tesis U.N.A.M. 1973.
- 9) Day, M. *A Miniature Mass Spectrometer Incorporating a Channel Multiplier*. Italian Chem. Soc. Roma, Italia, 1971.

- 10) *Electrometer Measurements*. Keithley Instruments 1972.
- 11) Hablanian, M. H. *Stable Pumping with Small Diffusion Pumps*, Varian Vacuum Div. 1976.
- 12) Kikoin I. Kikoin A. *Física Molecular*, Ed. Mir, Moscú, 1971.
- 13) Morales Puente Pedro A. *Mejoras en el Enfoque de Espectrógrafos de Masas*. Tesis U.N.A.M., 1966.
- 14) Morrison. *Trace Analysis, Physical Methods*, Interscience.
- 15) Roth A. *Vacuum Technology*, North-Holland Publis. 1976.
- 16) Resource Library, *Physical Sciences and Technology*, Scientific American, Vol. 2.
- 17) Saniger Blesa José M. *Manejo de Hexafluoruro de Uranio, Propiedades y Operaciones Básicas*. Centro de Instrumentos, U.N.A.M., 1980.
- 18) Smith, R.D. *Mass Spectrometer*, Patent Appl. 16 Feb. 1972. U.K.
- 19) Pittaway L.G. *Computer Aided Design of a New Mass Spectrometer Ion Source*. Mullard Res. Lab. 1969.
- 20) Prahallada Rao, *Vacuum Lock-Sample Changer for a Mass Spectrometer*. Bhabha at Res. Cent. Trombay, Bombay 1a India, 1976.

- 21) *Técnicas de Vacío, Notas, I.F.U.N.A.M., 1972.*
- 22) Venkataraghavan R. *Applications of a Small Digital Computer in the Mass Spectrometer Laboratory. Annual Conference on Mass Spectrometry, Dallas Tex. Mayo 18-23, 1969.*
- 23) V.G. Isotopes Limited, *Thermal Ionization Mass Spectrometers. Isomass 54E and Isomass 54R. 1981.*
- 24) N.D. Goggeshall, *J. Chem. Phys. 12, 19 (1944).*
- 25) Yavorski, A. *Manual de Física, Mir (1972).*
- 26) Kiser W. Robert, *I. Mass Spectrometry. Prentice-Hall Inc.*
- 27) Morales Puente A., *Espectrómetro de Masas y Tesis de Posgrado, 1981. UNAM.*

AGRADECIMIENTOS

El autor desea hacer patente su agradecimiento al Dr. Fernando de Alba Andrade, por su ayuda y discusiones sin las cuales la elaboración de la presente tesis no hubiera sido posible.

Al Señor Jesús Lara Olvera, por la paciente mecanografía y magnífica disposición que hicieron posible llevar este trabajo a su forma definitiva.

A todos aquéllos que de alguna forma contribuyeron para elaborar esta tesis.