

0.1 ESPECTROSCOPIA DE MASAS

En este experimento se utiliza un acelerador de partículas cargadas de baja energía como espectrómetro de masas. La muestra puede ser aire o una mezcla de gases. El objetivo es identificar la mayoría de las especies (atómicas y moleculares) que se generan en la fuente de iones.

0.1.1 INTRODUCCIÓN

Es difícil enfatizar la importancia de la espectroscopía de masas en ciencia. Quizás es suficiente notar que es una de las áreas de la ciencia que más impacto tiene en vida ordinaria de las personas. En medicina, en exploración minera, petrolera, espacial o en biología. Al momento en que escribo estas notas, el campo del aprovechamiento de residuos de metales pesados está en auge por sus aplicaciones en electrónica, su impacto positivo en el medio ambiente y sobre todo su perspectiva económica; es un campo en donde las técnicas de la espectroscopía de masas son el corazón de su desarrollo.

Es interesante notar que uno de los controles sobre la proliferación de armas nucleares que los países desarrollados ejercen sobre otros países consiste en limitar la venta de cierta clase de espectrómetros de masas.

0.1.2 EL ACELERADOR

El acelerador es un experimento que combina varias técnicas en una sola. Tiene varias componentes y mucha física. Para una lectura más completa se refiere al lector a una referencia más especializada [?]. El artículo también se puede encontrar en *esta liga*¹. En estas notas se presenta una descripción breve pero suficiente.

El acelerador (ver Fig. 1) genera un haz

¹Tengan paciencia, es un archivo PDF muy pesado.

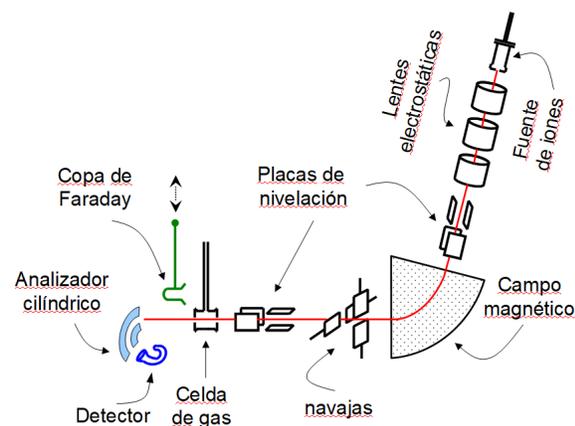


Figura 1: Boceto del acelerador de iones que se usa como espectrómetro de masas. En este caso el analizador cilíndrico se usa como paso intermedio antes de un multiplicador de electrones (detector) en donde se cuentan las partículas. La línea roja indica el eje central del acelerador y también corresponde a la trayectoria de una partícula que llega al detector.

de partículas cargadas que tienen la misma energía cinética. El haz es delgado y típicamente tiene un diámetro de 1.0 a 1.5 mm. Una propiedad importante es que los haces de iones que se generan para la espectrometría de masas, también tienen enfoque.

Para producir los haces de iones, se usa una fuente de iones cuyo esquema de presenta en la Fig. 2. La fuente de iones tiene una cámara de cuarzo en donde se inyecta una mezcla de gases o aire de la atmósfera. Ahí se encuentra un filamento de tungsteno por el cuál se hace pasar una corriente

que lo hace incandecer. Los electrones que emite encuentran un campo eléctrico entre el filamento mismo y la tapa de la cámara de cuarzo (ánodo), en donde normalmente se aplican cien volts. Estos electrones colisionan con la mezcla de gases y crean un plasma en el que coexisten diferentes iones, fragmentos de moléculas, partículas neutras y electrones (e^-). Los iones son extraídos de la cámara (que está flotada al voltaje de aceleración) por repulsión electrostática.

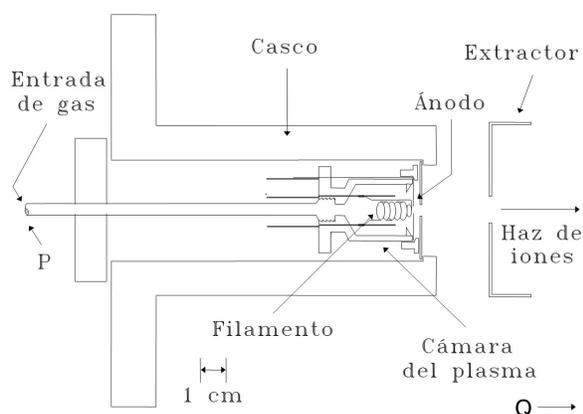


Figura 2: Boceto de la fuente de iones. En el punto P del tubo de la entrada de gas se mide la presión. El casco es de acero inoxidable y es hueco. Por la oquedad se hace circular agua con el propósito de enfriar toda la estructura la cuál se calienta debido a que el filamento está incandecente. La cámara de plasma al igual que el tubo de la entrada de gas están hechos de cuarzo. La estructura está flotada a un voltaje (V_a) hasta antes del punto Q. Los iones que salen por el orificio del ánodo se aceleran debido a la diferencia de potencial con respecto al primer elemento de las lentes electrostáticas: el extractor.

Las especies iónicas que salen de la fuente, encuentran una lente electrostática (lentes de Einzel) que los enfoca en la entrada de un electroimán analizador donde los iones se seleccionan como función del campo magnético según su relación carga-masa. Los aniones salen enfocados del electroimán y enseguida se coliman con un conjunto de

navajas que se pueden desplazar en dirección perpendicular a los iones y que se encuentran a la salida de este electroimán. Estas navajas también las usamos como perfiladores. Al haz que resulta, le llamamos "haz primario".

El acelerador cuenta con dos juegos de placas de nivelación para dirigir el haz hacia una zona de interacción donde hay una celda de gas. Las entrada y salida de esta celda de gas tienen diámetros de un milímetro y de un milímetro y medio respectivamente. Para el experimento de espectroscopía de masas, esta cámara se mantiene vacía y solo se usa como colimador.

El haz se dirige entonces hacia un analizador cilíndrico que en este caso solo se usa para desviar el haz. Finalmente, las partículas que forman el haz de cuentan con un multiplicador de electrones.

Hay una preparación previa del experimento que normalmente se realizará con anticipación. El experimento consiste en medir la intensidad del haz de iones como función del campo magnético B . Se deben registrar entonces los valores de B para los cuales hay un máximo en la intensidad. El procedimiento es el siguiente:

- Una vez que se tiene señal, registrar el valor del campo magnético para ese haz en particular.
- Cambiar lentamente el valor del campo magnético con pequeñas variaciones como función de la corriente que se aplica al electroimán. Tener en cuenta que el electroimán tiene histéresis y que se debe tener paciencia para lograr medir la intensidad máxima.

Campo magnético B	Intensidad Cuentas/s s^{-1}	masa (u.a.)	Especie
Se mide	Se mide	Se deriva	Se deduce
B_1	\vdots	\vdots	\vdots
\vdots	\vdots	\vdots	\vdots

Cuadro 1: Se sugiere ordenar los datos del experimento en una tabla como la que se muestra aquí. La columna 3 se deriva de la ecuación 6. La columna 4 se asigna de acuerdo al valor más cercano para su masa

0.1.3 ECUACIONES DE MOVIMIENTO

Una partícula cargada que se mueve dentro del campo electromagnético describe una trayectoria determinada por la fuerza de Lorentz \vec{F}_L :

$$\vec{F}_L = q (\vec{E} + \vec{v} \times \vec{B}) \quad (1)$$

en donde q y \vec{v} son la carga electrostática y la velocidad de la partícula, \vec{E} es un campo eléctrico y \vec{B} es el flujo de campo magnético que genera el electroimán del acelerador. Las unidades de q son Coulombs, de v son en m/s y de B son Teslas.

En la Fig. 3 se muestra una región de campo magnético (área de puntos) en la que la trayectoria de una partícula que entra se curva por efecto de la fuerza de Lorentz. Posteriormente sale de la región (la entrada y la salida se indican con flechas).

En este caso, el campo magnético siempre es perpendicular a la trayectoria y no hay campo eléctrico $\vec{E} = 0$. La ecuación (1) se puede escribir en forma escalar. Además la aceleración F_a asociada a la trayectoria curva de la partícula es centrípeta:

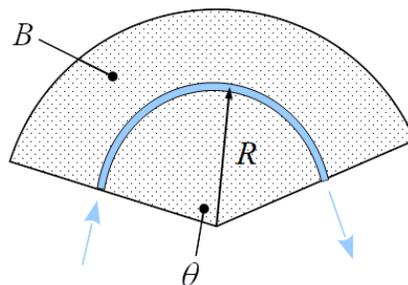


Figura 3: Con un electroimán se genera un campo magnético B (área punteada). El campo magnético está confinado en un sector caracterizado por un ángulo θ . La trayectoria de la partícula (en azul) tiene un radio de curvatura R que es fijo en el experimento.

$$F_a = m \frac{v^2}{R} \quad (2)$$

en donde v es la velocidad, m la masa y R el radio de curvatura de la trayectoria de la partícula. Esta velocidad es adquirida como resultado de la diferencia de potencia V_a que le imparte una energía de aceleración a la partícula dada por:

$$qV_a = \frac{1}{2}mv^2 \quad (3)$$

donde q es la carga eléctrica. Como resultado de igualar las ecuaciones (2) y la forma escalar de la ecuación (1) más la ecuación (3), se puede demostrar que:

$$\sqrt{\frac{m}{q}} = \frac{BR}{(2V_a)^{1/2}} \quad (4)$$

R es el radio de curvatura de la trayectoria y en los espectrómetros de masas es un parámetro que permanece fijo. V_a es la diferencia de potencial y también es, en general, un parámetro constante. Entonces la ecuación (4), para un ión cuya masa y carga sean m_i y q_i respectivamente, se puede escribir como:

$$\sqrt{\frac{m_i}{q_i}} = Bc \quad (5)$$

donde c es una constante. Si se toma el cociente de las ecuaciones correspondientes a dos iones $i = 1, 2$:

$$\sqrt{\frac{m_1 q_2}{m_2 q_1}} = \frac{B_1}{B_2} \quad (6)$$

Para el caso de la fuente de iones del presente experimento, la vasta mayoría de los iones tienen carga $q_i = 1$. Esto es especialmente cierto cuando se trata de iones negativos. La ecuación (6) es la ecuación clave para la identificación de masas.

La idea consiste en identificar uno de los picos y asignarlo como pico de referencia, es decir, asignar a este valor un valor m_1 . Este pico tiene un valor asociado de B , digamos B_1 . Luego, usar un valor B_2 , que corresponde a una masa por identificar. Con la ecuación (6) derivar m_2 . Este procedimiento se repite para todos los picos. Es muy práctico usar una hoja de cálculo.

0.1.4 PREGUNTAS Y PROBLEMAS

1. ¿Por qué se usan iones negativos y no positivos para la datación basada en el ^{14}C ?
2. ¿Por qué la selección de partículas depende de su relación carga-masa y no solamente de la masa?
3. ¿Explique qué es la histéresis magnética.
4. ¿Qué le pasa al electroimán como consecuencia de la histéresis magnética?
5. En que parte del acelerador y cómo se aceleran las partículas?

6. ¿Qué propiedades especiales tienen los iones negativos en la salud de las personas? (Ver referencia [?].)

0.1.5 GLOSARIO

- Anión.
- Histéresis.
- Acelerador de partículas.
- Haces de iones.

Cuernavaca a 22 de junio de 2023

1 PROCEDIMIENTO DE ENCENDIDO

1. Encender luces del laboratorio y las luces que están encima del acelerador.
2. Hacer una inspección visual del entorno del experimento.
3. Abrir la válvula del aire presurizado con precaución. Con la pistola de aire, evacuar un poco de aire para verificar.
4. Encender el interruptor del compresor-recirculador de agua. Está ubicado debajo del panel de interruptores. Observar la ventana con aspas para verificar.
5. Encender el regulador (interruptor no. 7 del panel principal).
6. Abrir la llave del agua recirculada.
7. Verificar el interruptor de flujo: sin flujo de agua, se debe encender la luz roja.
8. Poner en posición de encendido la fuentes de poder del electroimán y las dos (filamento y ánodo) de la Fuente de Iones (FI).
9. Encender el Interruptor de Parpadeo (IP) No. 1. (energiza fuentes de la FI).
10. Encender el IP No. 3.
11. Encender V1, esperar unos segundos y encender V2 del IP no. 3.
12. Encender IP no. 2.
13. Encender los monitores de presión (IGC100 y el pirani que está encima).

14. Esperar a que abran las válvulas sentry. NOTA: las válvulas sentry abren cuando la presión inicia un descenso. Fijarse en esto y esperar a que llegen a las escalas de 10^{-2} Torr (decenas de militor).
15. Abrir la compuerta de la de la Fuente de Iones (primera).
16. Abrir la compuerta de la *collision chamber main valve*.
17. Ir por un café.
18. Esperar a que presión de PG0 y PG1 llegen a mTorr (10^{-3} Torr). Si la lectura es más alta, esperar veinte minutos.
19. Encender bombas turbo-moleculares (turbo): T1 y T2
20. Encender V3 en IP No. 3.
21. Encender manualmente la bomba turbo de la cámara de detección (T3). Poner en baja velocidad, es el botón de encima del botón de encendido, los dos deben encender la luz verde propia del botón.
22. Abrir lentamente (girar) la compuerta de la cámara de detección.
23. Serciorarse de que todas las bombas turbo funcionen en modo de baja velocidad.
24. Aplicar 5 A al filamento.
25. Encender IG1 cuando todos los niveles de rotación estén completos.
26. Esperar a que la presión en cámara de detección llegue a 10^{-7} Torr.

2 PROCEDIMIENTO GENERAR UN HAZ DE IONES

1. Durante un intervalo de aproximadamente dos horas, dejar funcionar los sistemas de vacío hasta que la presión medida en IG2 sea de alrededor de 6×10^{-7} Torr.
2. Luego aplicar corriente al filamento de la fuente de iones. Dos amperes cada 15 minutos funciona cuando el filamento tiene algo de uso. Si es nuevo, alargar los intervalos a veinte minutos o según resulte de observar la presión en el pirani de la fuente.
3. Abrir las botellas de los gases y abrir el regulador de gas (normalmente es el Ar) hasta aproximadamente 15 psi.
4. Cuando el filamento está incandescente, es decir, cuando la corriente es del orden de 10 a 15 A, inyectar gases. Lo estándar es inyectar una mezcla de Ar con metano, o Ar con otro gas en proporciones iguales hasta 100 μ Hg. Ejercer especial cuidado con las válvulas de fuga ya que son muy sensibles.
5. Desenganchar el interruptor de tierra de la fuente de iones.
6. Cerrar la caja de acrílico.
7. Aplicar 100 V al ánodo de la fuente de iones.
8. De la bitácora, ajustar todos los parámetros, es decir, todos los voltajes, campo magnético, fuentes de los campos para dirigir el haz. La energía de aceleración se decide según los que se quiera medir.
9. Es importante verificar la especie iónica de haz. Para ello, se debe medir al menos dos haces con masas conocidas.

3 PROCEDIMIENTO DE APAGADO

1. APAGAR EL FILAMENTO Y SU FUENTE.
2. APAGAR TODAS LAS FUENTES DE PODER: ACELERACIÓN, FOCO, PLACAS, CHANELTRONS, ELECTROIMÁN, ÁNODO.
3. APAGAR MÓDULO ORTEC Y PC.
4. CERRAR GAS DE LA CELDA DE GAS.
5. CERRAR BOTELLA DE GAS DE LA CELDA.
6. PONER EN CERO EL BARATRÓN.
7. ABRIR FUENTE DE IONES (CAJA ACRÍLICO) Y ATERRIZAR CON EL INTERRUPTOR DE GANCHO.
8. CERRAR GASES Y BOTELLAS DE LA FUENTE DE IONES.
9. APAGAR ION-GAUGES Y PIRANIS.
10. APAGAR EL GAUSSMETRO Y EL ELECTROMETRO.
11. CERRAR COMPUERTAS BOMBAS TURBO.
12. APAGAR T1 Y T2.
13. APAGAR V3 Y APAGAR INMEDIATAMENTE T3.
14. ESPERAR 10 MINUTOS CON V1 Y V2 ENCENDIDAS.
15. GUARDAR BITÁCORAS.
16. VERIFICAR ENTORNO Y TODA LA LISTA ANTERIOR.
17. APAGAR V1 Y V2.

18. CERRAR EL AIRE COMPRIMIDO.
19. CERRAR AGUA RECIRCULADA.
20. APAGAR INTERRUPTOR 7 DEL PANEL CFE PRIMARIO.
21. APAGAR INTERRUPTOR MT PANEL SECUNDARIO.
22. APAGAR BARATRÓN.
23. CERRAR EL GANCHO DE TIERRA Y CERRAR CAJA DE ACRÍLICO DE LA FUENTE DE IONES.

4 PROCEDIMIENTO DE APAGADO DE EMERGENCIA

En caso de emergencia:

1. APAGAR LOS INTERRUPTORES TRIPLES (LOS ÚNICOS DOS) DEL PANEL PRINCIPAL. Esto apaga todo el acelerador.
2. Dejar todo como quede.

Una vez que las brigadas autoricen el reingreso, entonces cerrar los gases de la fuente de iones y de la celda de gas. Dejar todo como quede hasta el Responsable de Laboratorio (RL) o un Responsable de Experimento (RE) restablezca el equipo a su modo de apagado.

5 MANUAL DE ALINEACIÓN DEL ACELERADOR

Después de mucho tiempo de no alinear, alineamos sin este manual, tomó un día completo y fracasamos. Se produjo un retraso de varios días. La segunda vez, tomó también un día completo pero fue exitoso. Estos son los puntos a considerar si se quiere reproducir el éxito, o al menos esto es lo que hicimos.

Instalar plomadas en:

- (i) Sobre el atravesador de la navaja superior vertical. Esta indica el centro de la brida de la gaita después del imán. La brida o boca de la gaita al final del acelerador (opuesta al haz) no está centrada, a esta brida le llamaremos *boca torcida*. La boca de la gaita que sale del electroimán es un punto de referencia más cercano al eje del acelerador.
- (ii) Otra plomada en la brida final de la cámara de detección para marcar el centro de esta cámara, con el centro de la brida de 2.75" que está en el extremo final del acelerador en la cámara de detección. Esta brida se llamará brida final y es opuesta extremo a extremo con la *boca torcida*.
- (iii) Otra plomada a la salida del telescopio de alineación, y finalmente,
- (iv) una (cuarta) plomada cerca del ocular del telescopio de alineación.

Centrar todas las plomadas (con un ojo) con el eje de acelerador, hay que deslizar el cable según se necesite. Algunas plomadas las hicimos con o-rings de cobre usados de 2.75". Faltó probar péndulos dobles para ver si la amplitud de oscilación es menor.

Instalar el telescopio de alineación. sobre la mesa metálica y elevarlo con libros y con una mesa retráctil grande. Colocar el nivelador de precisión en la base metálica del telescopio de alineación. Marcar con diferentes colores la posición de los tornillos y dibujar una cruz con un color diferente para cada cuadrante en el centro en la brida final. Luego hacer este proceso iterativo:

1. Usar las plomadas (con un ojo) para alinear el telescopio de alineación con el eje del acelerador, esto implica mover el telescopio de alineación.

2. Centrar la cruz de la mira del telescopio de alineación en la brida final de la cámara.
3. Ajustar el nivel del telescopio de alineación hasta que sea horizontal con el nivel de precisión.

Instalar espejo vertical. Colgar el espejo vertical frente a la *boca torcida*. NOTA: esta brida está torcida y fuera de centro. Produce un gajo fuera de centro cuando se mira con el telescopio de alineación. Pero es lo único que se puede implementar por ahora. El espejo tiene una extensión que se debe sumergir en agua en un vaso de precipitado para que se amortigüe las vibraciones rápido.

Ajuste importante. Instalar una lámpara potente en el ocular del telescopio de alineación para usarlo como fuente de luz. Con las luces apagadas, encontrar la luz a la salida a través de la boca torcida y entonces ajustar el espejo para *meter* de regreso el reflejo en la boca torcida. Este procedimiento ayuda bastante a encontrar la horizontal y ahorra tiempo.

Encontrar la horizontal. Hacer ajustes (a veces de todo) para encontrar el reflejo que corresponde a la horizontal. Logramos hacer que casi coincidan las imágenes del reflejo enfocado en el espejo y del reflejo enfocado en el telescopio de alineación. Digamos que se sobrepone parcialmente pero no coinciden completamente.

Ajustar componentes. Primero ajustamos las navajas horizontales que no quedaron simétricas respecto a la boca de la brida. Luego se ajustó la altura de la mesa metálica dentro de la cámara usando las herramientas de alineación de los chaneltrones hasta que quedan centrados. Finalmente la celda de gas.