

ESPECTROMETRO DE MASAS VARIAN MAT-250

LABORATORIO DE ISOTOPOS ESTABLES

Víctor Hernández Magadán y Ma Leticia Tavera Dívila

Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares

Gerencia de Ciencias del Ambiente

Departamento de Física de Radiaciones

Resumen

En este trabajo se presenta el espectrómetro de masas, su funcionamiento y sus aplicaciones.



MX0100310

1.- INTRODUCCION.

El fraccionamiento isotópico es el intercambio de átomos de la misma especie en dos fases diferentes y es debido a pequeñas diferencias en las propiedades físicas y químicas de los isótopos y es proporcional a la diferencia en sus masas. El fraccionamiento isotópico es consecuencia de ciertas propiedades termodinámicas de las moléculas, dependientes de la masa de los átomos, tales como la presión de vapor, el punto de condensación, el de evaporación, etc. El fenómeno de fraccionamiento isotópico puede ser utilizado como herramienta auxiliar, entre otras, para el estudio del agua. La composición isotópica distintiva y característica de aguas de diferente origen geográfico o naturaleza hidrológica, por un lado, y la conservación del contenido isotópico del agua en los cuerpos de agua subterránea, por otro, son las bases para esta aplicación. Como regla, las aguas subterráneas solamente cambian su relación isotópica cuando se mezclan con otras aguas. Los trazadores isotópicos tienen normalmente ventajas prácticas de una mayor variabilidad de composición y menores interacciones con el material del terreno (si la temperatura no es muy alta). Como resultado, la evidencia isotópica es menos ambigua y en conjunción con otros datos, bastante seguros.

De la importancia que tiene el agua para la vida animal y vegetal surge la necesidad del conocimiento de los fenómenos físicos y químicos que sufre en el ciclo hidrológico natural. El agua se encuentra formada principalmente de tres tipos de moléculas: $^1\text{H}^1\text{H}^{16}\text{O}$, $^1\text{H}^2\text{H}^{16}\text{O}$ y $^1\text{H}^1\text{H}^{18}\text{O}$, en otras palabras, las moléculas de agua se forman de hidrógeno (masa 1) y oxígeno (masa 16) en mayor abundancia y sus isótopos: el deuterio (masa 2) y el oxígeno 18 (masa 18), principalmente. Basándonos en las relaciones $^2\text{H}/\text{H}^1$ y $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ es posible estudiar mecanismos de **evaporación, filtración, intrusión salina, mezcla de aguas y orígenes.**

Los diferentes tipos de moléculas que componen el agua tienen diferentes presiones de vapor, de lo anterior se desprende que el agua al evaporarse durante los procesos naturales, va sufriendo enriquecimiento de sus moléculas pesadas en su fase líquida. La medida de la relación de moléculas ligeras a pesadas es dependiente de la evaporación, o sea, el balance isotópico de una muestra de agua nos da el grado de evaporación que ha sufrido, respecto a otra que no haya sufrido el mismo proceso y

sea del mismo origen que la primera. Se puede hacer una evaluación de las pérdidas por filtración en un vaso, tomando en cuenta el flujo de entrada, el flujo de salida y las relaciones isotópicas de éstos y la del vaso. La penetración de agua de mar en agua dulce es fácil de ver por la observación de relaciones isotópicas, ya que el agua dulce difiere isotópicamente del agua salada. Cuando a una determinada agua se le asigna un origen, es posible confirmarlo por medio de las relaciones isotópicas, ya que tanto las del agua en cuestión, como las del agua origen, deberán ser muy similares. De lo anterior resalta claramente la importancia de conocer las relaciones isotópicas del agua. Este estudio se logra de una manera muy precisa con la ayuda de los espectrómetros de masas.

2-ESPECTROMETRO DE MASAS

El espectrómetro de masas, marca Varian, modelo MAT-250 es uno de los equipos principales del laboratorio de isotopía ambiental del Departamento de Física de Radiaciones del Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares.

El propósito de este trabajo es el de dar a conocer la existencia de éste y su potencialidad con la finalidad de solicitar el apoyo para la compra de materiales y suministros para la puesta en operación del laboratorio.

Antecedentes

El principio fundamental del espectrómetro de masa fue señalado por Wien en 1898, quien vio que un haz de iones positivos pueden ser deflectados usando campos eléctricos y magnéticos.

En 1910 J.J.Thomson, creó el primer espectrógrafo de masas de tipo parabólico. En 1918 Dempster y Aston, diseñaron espectrómetros de masa con campos magnéticos que deflectaron el haz de iones 180° con los que pudieran medir con gran precisión la masa y la abundancia relativa de los isótopos de los elementos analizados.

Descripción del espectrómetro de masas Varian MAT-250.

Un espectrómetro de masas es un instrumento diseñado para separar moléculas de acuerdo a sus relaciones carga-masa, en base a su movimiento en campos eléctricos y/o magnéticos (Ver la figura 1). Esencialmente consiste de los siguientes sistemas: formación, aceleración, colimación, separación, colección y medición de iones, así como de un sistema de vacío (Ver la figura 2). El vacío en el espectrómetro de masas deberá ser de al menos 10^{-6} torr, pero por lo general es mejor por uno o dos órdenes de magnitud. A 10^{-6} torr la trayectoria libre media de las moléculas del gas es de casi 150 m, mucho mayor que la trayectoria, que moléculas y iones cubren en el espectrómetro.

En la fuente de iones, donde se admite el gas a analizar, la presión del gas es mucho mayor, del orden de 10^{-3} a 10^{-4} torr.

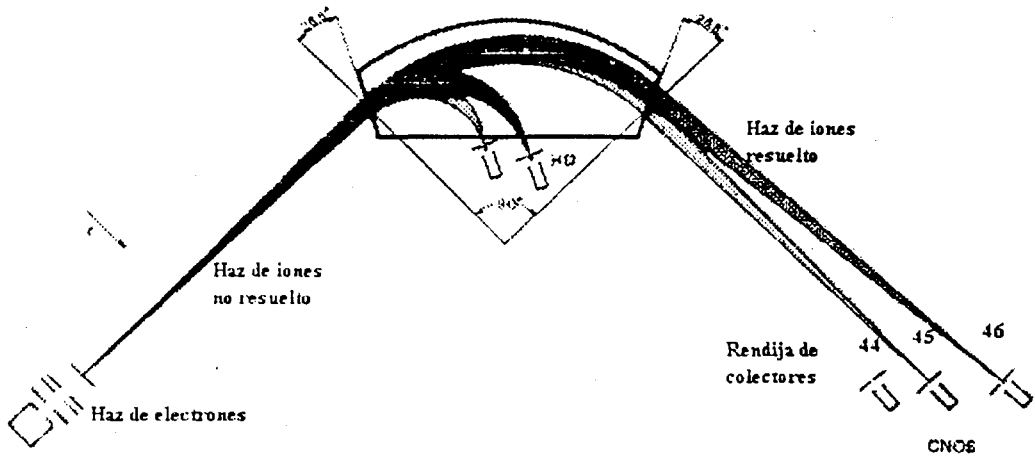


Figura 1.- Trayectoria del haz de iones en campos eléctricos y/o magnéticos

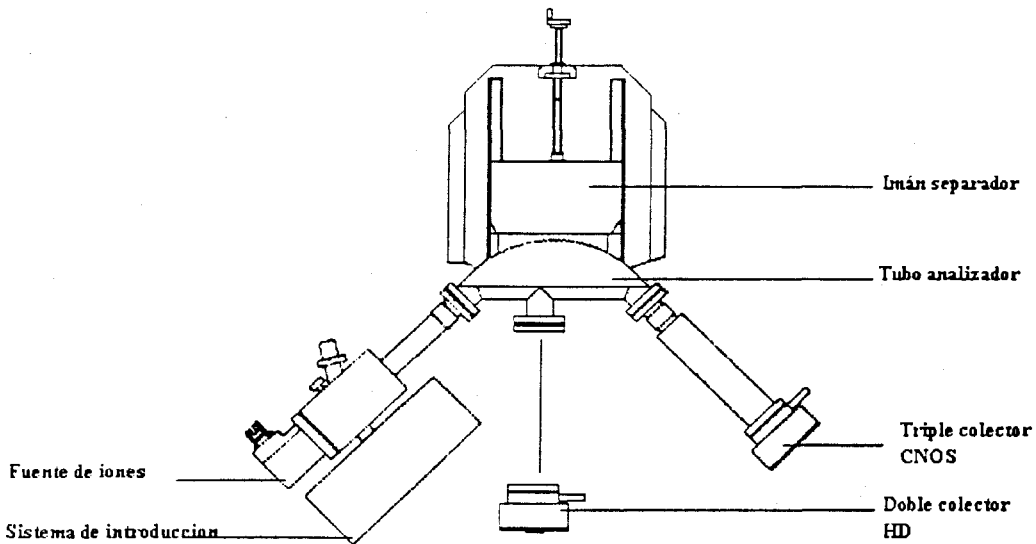


Figura 2.- Principales componentes del espectrómetro de masa

Formación de iones.

El gas, del que se quiere determinar la relación isotópica, es admitido en la fuente de iones, desarrollada por Dempster (1922) y Nier (1940). El gas es convertido en iones por impacto de electrones con energías entre 10 y 100 eV, provenientes de un filamento de tungsteno.

Para obtener mejores resultados en las mediciones deben tomarse en cuenta las siguientes consideraciones:

- El haz de iones producidos debe tener una intensidad del orden de 10^{-9} A para ser medido con precisión.
- Los haces de iones deben ser estables para poder permitir su comparación.
- La dispersión de energía deberá ser lo más baja posible, del orden de 1 eV.
- No debe haber "efectos de memoria" entre muestras sucesivas.

Como el número de iones producidos depende de la energía y de la corriente de los electrones emitidos por el filamento, es conveniente controlar estos parámetros.

Aceleración y colimación.

Los iones formados en la cámara de ionización son acelerados y colimados al exterior de ésta mediante un potencial constante con un valor de 2,500 a 3,000 V adquiriendo una energía:

$$E = mv^2/2 = qV$$

donde:

m = Masa del ión
q = Carga.V

v = Velocidad
V = Diferencia de Potencial

El haz de iones es enfocado por las lentes electrostáticas, cuyo voltaje se puede variar y es menor al de la cámara de ionización. Una vez enfocado, el haz pasa a través de un par de placas, que se encuentran conectadas a tierra, con las cuales es colimado.

Separación de iones.

Los iones formados viajan a través de una región equipotencial hasta llegar a un campo magnético uniforme. Como el campo es perpendicular al plano de la trayectoria del haz, aparece una fuerza centrífuga sobre los iones que los hace describir trayectorias circulares de radio r, que dependerá de la masa de las partículas. El campo magnético es de 3,250 gauss para el espectrómetro Varian, modelo MAT-250.

Detección de iones.

La detección se considera la parte más importante del espectrómetro de masas debido a que la señal de salida corresponde a la medida cualitativa y cuantitativa y a la presencia del número de átomos presentes en el haz de iones. Esta señal será proporcional a la abundancia isotópica que se desea determinar y es detectada como señal eléctrica captadas por aparatos de alta sensibilidad.

Para la detección de iones se utilizan colectores que neutralizan y miden el haz de iones incidente utilizando cajas de Faraday colocadas en posiciones previamente calculadas.

El triple colector Faraday CNOS localizado al final del sistema analizador cubre el intervalo de masas de 28 a 70 uma. Las distancias entre los tres colectores pueden ser fácilmente adaptadas para la medición del isótopo de que se trate $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ y $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ en CO_2 .

El doble colector Faraday HD para las masas 2 y 3 (el cual está localizado en la sección media del sistema analizador) está preparado para análisis de $^2\text{H}/^1\text{H}$.

Transformación de datos.

Las señales eléctricas producidas por los iones en las cajas de Faraday son ~~pasadas~~ cargadas a través de resistencias de muy alta impedancia, del orden de $10^3 - 10^{12} \Omega$. Esa señal es pasada a los preamplificadores, los cuales mandan la señal a la computadora por medio de contadores, convertidores e interfase, de donde se obtienen los datos en forma digital dando directamente la relación de abundancia isotópica del isótopo pesado o "raro" respecto al ligero o abundante, mediante programas preestablecidos.

Preparación de muestras.

Debido a la incapacidad del espectrómetro para analizar directamente el agua, la muestra deberá ser previamente preparada. En las mediciones de relaciones isotópicas, la calidad de los resultados de los análisis no sólo depende del espectrómetro de masas, sino también en gran parte de la preparación de las muestras. Por esta razón se desarrolló en el laboratorio un accesorio de preparación.

El método de determinación de ^{18}O en aguas naturales se realiza midiendo la relación isotópica de CO_2 que ha estado en equilibrio con el agua de la cual se desea conocer la relación. Los análisis isotópicos del hidrógeno de aguas naturales se efectúan del hidrógeno gaseoso obtenido por reducción cuantitativa de agua.

La notación δ

Generalmente, la relación de abundancia absoluta de isótopos, no es medida en aguas naturales ni en otros compuestos naturales, solamente se determina la diferencia relativa de la razón del isótopo pesado al isótopo ligero más abundante de la muestra, con respecto a una referencia. Esta diferencia es designada con la letra griega δ y se define así:

$$\delta = (R_{\text{muestra}} - R_{\text{referencia}}) / R_{\text{referencia}}$$

donde las R, en el caso del agua, son las relaciones de concentración de isótopos $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ o $^2\text{H}/^1\text{H}$. Obviamente, valores positivos corresponden a muestras enriquecidas en la especie del isótopo pesado respecto a la referencia, valores negativos corresponden a muestras pobres en la especie del isótopo pesado.

Como las diferencias entre las muestras y la referencia son, por lo general, bastante pequeñas, es conveniente expresar los valores δ en diferencias por mil, es decir:

$$\delta (\text{‰}) = \delta \times 1000$$

Altas precisiones, por ejemplo 0.1‰ para $\delta^{18}\text{O}$ y 1.0‰ para $\delta^2\text{H}$, son alcanzadas fácilmente en determinaciones de δ , mientras que sólo excepcionalmente pueden ser obtenidas en mediciones de relación absoluta de isótopos. La escala δ ha sido introducida debido a esto y al hecho de que el conocimiento de las variaciones relativas del contenido del isótopo pesado entre las muestras es suficiente para las investigaciones geoquímicas e hidrológicas.

3.-PRUEBAS DEL EQUIPO Y APLICACIONES

Pruebas

Con objeto de poner en operación el Espectrómetro de masas se realizaron las actividades.

- Verificación de funcionamiento del equipo.
- Diagnóstico de la precisión del sistema automático de preparación de ^{18}O .
- Diagnóstico del sistema de preparación de hidrógeno.
- Establecer un listado de equipo y material necesario para poner en operación el laboratorio.

Aplicaciones

Los espectrómetros de masas han sido empleados en los siguientes rubros:

- Determinación del origen de los alcoholes en los aguardientes de uva.
- Estudio de acuíferos con isótopos.
- Estudio de aguas muy antiguas.
- Estudio de depresiones piezométricas.
- Estudio de interconexión entre acuíferos.
- Estudio isotópico de la materia orgánica.
- Estudio sobre el origen de los nitratos.
- Evaluación de la nutrición.
- Hidrología superficial.
- Isótopos naturales como auxiliares en la exploración geotérmica.
- La investigación de los recursos hídricos.
- Mecanismos de salinización.
- Relación entre aguas superficiales y aguas subterráneas.