

# UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

# FACULTAD DE CIENCIAS

"INTEGRACION Y OPTIMIZACION DE UN SISTEMA DE ANALISIS DE GASES RESIDUALES Y PRODUCTO DE REACCIONES''

Т		Ε		S		I		S
QUE	F	PARA	OBTER	NER	EL	TITUL	0	DE:
F		I	S		1	С		0
Р	R	Е	S	Е	N	т	A	:
JUA	Ν	CAR	LOS	OL	.VER/	Т	DRI	RES



DIRECTOR DE TESIS: HECTOR DE JESUS CRUZ-MANJARREZ FLORES ALONSO

SUCCION ESCOLAR



Universidad Nacional Autónoma de México



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.



Ververadad Nacional Azīmema ef Mexico

### ACT. MAURICIO AGUILAR GONZÁLEZ Jefe de la División de Estudios Profesionales de la Facultad de Ciencias Presente

Comunicamos a usted que hemos revisado el trabajo escrito: "Integración y optimización de un sistema de análisis de gases residuales y producto de reacciones"

realizado por Olvera Torres Juan Carlos

con número de cuenta 09554295-1 , quien cubrió los créditos de la carrera de: Física.

Dicho trabajo cuenta con nuestro voto aprobatorio.

Atentamente



### Dedico esta tesis

A mi madre Esther Torres Acosta Gracias por la carrera que me diste, por tu infinito amor, compañía, apoyo y por creer siempre en mis sueños.

A mi hermana María Esther Olvera Torres Por tu gran cariño, paciencia, consejos y por estar siempre a mi lado en los momentos más importantes de mi vida.

A mi abuela Ángela Acosta † Por el amor y apoyo que me diste

A mis tías Guillermina Torres Acosta Socorro Torres Acosta Por su apoyo, compañía y buenos deseos.

A mis primos Antonio Martínez Torres Sergio Martínez Torres Por haber sido mi compañía durante muchos años de mi infancia.

A Ernesto Palomares Ortiz † Por haber sido parte de mi vida, por los valores y principios que me diste, porque fuiste un padre en todos los aspectos.

### Agradecimientos

A la UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO, por permitirme terminar una carrera profesional.

Al Instituto de Física de la UNAM y en particular al Laboratorio de Alto Vacío, por darme la oportunidad de aprender los fundamentos para utilizar la instrumentación de la física en el vacío.

Al Taller de Vacío del Edificio Tlahuizcalpan de la Facultad de Ciencias, por haberme permitido realizar toda la parte experimental con ayuda del sistema de Vacío y Analizador de Gases Residuales que ahí se encuentran.

A Héctor de Jesús Cruz-Manjarrez Flores-Alonso le agradezco infinitamente su apoyo, compañía, tiempo y consejos académicos pero sobre todo, por sus palabras de amigo que me ayudaron a salir adelante para la realización de esta tesis.

A mis sinodales:

Fís. Héctor de Jesús Cruz-Manjarrez Flores-Alonso Dr. José Manuel Saniger Blesa Dra. Beatriz Elizabeth Fuentes Madariaga Fís. Angel Arturo Nogueira Jiménez Dr. Juan Carlos Cheang Wong Por darse el tiempo para la revisión de este trabajo y su motivación para que desarrolle más profundamente acerca de este tema.

## INDICE

Capitulo 1	
Sistemas de Análisis de Gas Residual	1
1.1 Espectrometría de masas	2
1.2 El espectrómetro de masas de selector magnético	5
1.3 El espectrómetro de masas tipo cuadrupolo	7
1.3.1 El ionizador	8
1.3.2 El analizador de iones	10
1.3.3 El multiplicador de electrones	11
1.3.4 Interpretación del espectro másico	14
Capítulo 2	
El sistema de Análisis de Gases	20
2.1 Analizador de gas residual como medidor de presión	21
2.2 Sistema de análisis de gas residual acoplado a un sistema de vacío	24
2.3 Sistema de análisis de gas residual autónomo	27
2.4 Las variables del sistema de analisis 2.5 Eluío de dases	29
	54
Capítulo 3	40
integración y optimización del sistema de analisis de gas	40
3.1 El sistema de alto vacío del Taller de Vacío	40
3.2 Integración del sistema de análisis de gas al sistema de pruebas	42
3.3 Sistema de análisis de gas residual acoplado al sistema de vacío	45
3.3.1 Espectro másico base y el espectro con gas de pruebas	45
3.4 Analizador de gas residual integrado al sistema de vacio 3.4.1 Obtención del espectro másico base	50
3.5 Sistema de análisis de gas residual autónomo	54
3.5.1 Obtención del espectro másico base	55
Capítulo 4	
Resultados y Conclusiones	57

Resultados y Conclusiones

### Apéndice 1

# Bibliografía

#### Introducción.

La tecnología de vacío está presente en una gran variedad de procesos industriales y es fundamental para la investigación científica; a nivel industrial, el vacio está involucrado en la elaboración de medicinas y la conservación de alimentos mediante el proceso de liofilizado, en la electrónica con la producción de circuitos integrados y otros dispositivos para almacenamiento de datos en medios magnéticos y ópticos. Las aplicaciones científicas abarcan desde la investigación pura en física nuclear hasta la ciencia e ingeniería de materiales.

En todos los casos, no sólo es importante mantener la cámara de procesos a presión menor que la presión atmosférica, también es necesario conocer la naturaleza de los gases residuales, que aunque a presión parcial muy baja, para muchas aplicaciones son la diferencia entre un buen o mal producto (resultado favorable).

La tecnología actual ha permitido desarrollar la instrumentación precisa para evaluar la presión parcial de cada uno de los gases o vapores que están presentes en una mezcla gaseosa, como es el caso de la atmósfera residual en un sistema de vacío; el instrumento capaz de llevar a cabo el análisis se denomina Analizador de Gas Residual y se puede instalar en cámaras de proceso de producción, sistemas de vacío y reactores químicos o biológicos.

El trabajo que presento tiene como objetivo evaluar en diferentes configuraciones, un sistema de análisis de gas residual Spectra modelo MicroVision con intervalo de 1 a 200 uma, con detector tipo Copa de Faraday o Multiplicador de electrones disponible en el Taller de Vacío del Edificio Tlahuizcalpan en la Facultad de Ciencias de la UNAM.

El presente trabajo está dividido en tres Capítulos, en el primero se describe de manera general las componentes del analizador de tipo cuadrupolo y sus principios físicos de operación. En el Capítulo dos, se proponen las configuraciones del sistema de análisis para diferentes aplicaciones, ya sea instalado en el sistema de alto vacío del Taller de Vacio o bien como sistema autónomo para análisis en otros reactores. En el Capitulo tres se describen las experiencias en el Taller de Vacío y se muestran los espectros másicos para la presión base (que en los tres casos es diferente según el tipo de análisis a realizar) y para un gas de prueba; cabe destacar que durante el desarrollo de las pruebas se pudieron determinar las condiciones de presión máxima de operación eficiente del sistema y el tiempo de bombeo para obtener la presión base.

La integración y optimización de los parámetros del sistema de análisis de gas residual, permite tener una herramienta versátil para análisis cuantitativo de mezcla de gases o vapores provenientes de una fuente cualquiera, con la restricción de que los gases o vapores componentes de la mezcla tengan una masa en el intervalo de 1 a 200 unidades de masa atómica.

# Capitulo I

### Sistemas de Análisis de Gas Residual.

La Atmósfera es la capa gaseosa que rodea la tierra y la unidad en que se mide la presión es la Atmósfera Estándar (a 0°C y a nivel del mar); su equivalente en el Sistema Internacional es 101325 Pascales (N/m<sup>2</sup>) y en unidades congruentes 760 Torr (1 Torr = 1 mm de Hg). La capa más cercana a la superficie terrestre está compuesta de una mezcla de gases a la que se denomina aire atmosférico y sus principales componentes son: nitrógeno, oxígeno, argón, bióxido de carbono, helio y neón. Sin embargo, el vapor de agua es un componente siempre presente pero en diferente concentración, la que depende de factores ambientales como la altura sobre el nivel del mar y la temperatura promedio del lugar geográfico sobre la superficie terrestre [ 1 ]. Cuando se hace referencia a los componentes del aire atmosférico y su presión parcial, el problema es buscar un método que permita identificar la cantidad de cada uno, cuando se muestrea una unidad volumétrica; sin embargo, es predecible que la cantidad de un gas específico a la misma altura sobre el nivel del mar y en diferentes puntos sobre la superficie terrestre será prácticamente la misma.

Cuando cambia la presión interna en sistemas cerrados, la proporción de los gases componentes también se modifica, como el caso de los sistemas al "vacío" -aquellos que se mantienen por abajo de la presión atmosférica estándar- donde la proporción final de los componentes será modificada sustancialmente de acuerdo al procedimiento que se usa para generar el cambio de presión.

El modelo físico del gas ideal a través de la ecuación de estado, permite describir los cambios en las variables macroscópicas (p) presión, (V) volumen y (T) temperatura absoluta:

1

$$pV = NKT$$

donde *N* es la cantidad total de unidades de materia (moléculas) en un recipiente cerrado de volumen *V* en m<sup>3</sup>; *T* es la temperatura absoluta en Kelvin y *K* la constante de Boltzmann igual a  $1.3806 \times 10^{-23}$  Joules/Kelvin.

Esta relación permite calcular el valor de la presión en función del número de unidades de materia o moléculas cuando el volumen y la temperatura se mantienen constantes, sin embargo, si se trata de aire atmosférico, no es posible determinar el número de moléculas de cada uno de los gases componentes, por lo que la relación debe escribirse como:

$$pV = (N_1 + N_2 + N_3 + \dots)KT$$

$$pV = N_1 KT + N_2 KT + N_3 KT + \dots$$

 $p_{Total} = p_1 + p_2 + p_3 + p_4 + p_5 + \dots = n$  una unidad de volumen

en donde p<sub>Total</sub> es la suma de la presión parcial de cada componente; esta relación se conoce como Ley de Dalton de las Presiones Parciales [2].

En este Capítulo se describe la instrumentación más actual que permite obtener de manera precisa, el valor de la presión de cada componente en una muestra de gas, que puede ser una mezcla de gases o bien vapores.

#### 1.1 Espectrometría de masas.

La espectrometría de masas surge de la necesidad de controlar las condiciones en las que se llevan a cabo los experimentos de la física en vacío. Dado que se trata de una presión por debajo de la presión atmosférica estándar, es esencial conocer el comportamiento de la presión total del sistema de vacío antes, durante y después de un experimento o proceso; más aún, en muchos casos es útil conocer la evolución de los componentes específicos de una mezcla de gases o bien los gases o vapores que se generan como consecuencia del proceso. Así, el registro y evolución de la presión de los gases y vapores producto o de los gases residuales, permiten interpretar o justificar los resultados experimentales.

La espectrometría de masas es una técnica de aplicación general, ya que aporta información cualitativa y cuantitativa acerca de la composición y proporción de los gases residuales o producto de reacciones. El instrumento que se asocia a la espectrometría de masas es el Espectrómetro de Masas, cuya función es identificar los componentes de una mezcla de gases o vapores a partir de la producción de partículas cargadas eléctricamente -compuestas por iones completos y iones fragmentados procedentes de una molécula original-, para luego separarlos de acuerdo a su relación masa-carga; posteriormente se registra y cuantifica la proporción de los diferentes tipos de iones.

En la siguiente Figura, se muestra el diagrama de bloques de un espectrómetro de masas:



Figura 1.1 Diagrama de bloques de un espectrómetro de masas.

En la Figura 1.1, la muestra es una mezcla de gases, la atmósfera residual de un sistema de vacío o los gases y vapores resultantes de un proceso en un reactor. El sistema de introducción está constituido en general por un tubo capilar de longitud infinitamente mayor a su diámetro y que contiene una cantidad muy pequeña de gas residual. La fuente de iones es un dispositivo cuya función consiste en generar electrones térmicos a partir de un filamento al que se le aplica una diferencia de potencial; estos electrones al chocar con las moléculas de la atmósfera circundante producen iones de las diferentes especies. Las partículas cargadas se aceleran en una dirección preferencial debido a la presencia de rejillas electrostáticas a un potencial fijo, las que coliman la nube acelerada para formar un haz de iones monoenergético que llegará a un analizador másico. El "analizador" se encarga de separar los iones según su masa.

La tecnología actual permite construir dos tipos de separadores: el selector magnético con un campo fijo o variable y el selector de cuadrupolo eléctrico.

- a) El selector de campo magnético se fundamenta en la relación de Lorentz, en donde se involucra la energía cinética de las especies y la intensidad de campo magnético normal a la trayectoria del haz de iones.
- b) El cuadrupolo eléctrico se fundamenta en las reglas de comportamiento de partículas cargadas en presencia de campos alternos.

La función del colector es capturar los iones de las diferentes especies, para producir una corriente eléctrica proporcional a la cantidad de iones generados en la cámara de ionización, que son representativos de la densidad de una especie específica. El colector más simple es la Copa de Faraday, en donde la corriente eléctrica se genera directamente cuando los iones chocan; este tipo de detector es muy útil cuando la corriente eléctrica generada es alta. Cuando la corriente iónica es muy pequeña, es decir, la densidad de

4

una especie en la cámara es muy baja, será necesario amplificar la corriente producida por los iones. Esta función la realizan los detectores multiplicadores de electrones.

#### 1.2 El espectrómetro de masas de selector magnético.

El principio físico asociado al espectrómetro de masas con separador magnético, consiste en que cuando un haz de partículas cargadas interacciona con un campo magnético, cambia su trayectoria debido a la fuerza de Lorentz:

#### F = q v x B

en donde v es la velocidad de la partícula con carga q y B la intensidad de un campo magnético; la dirección de la fuerza resultante desvía a los iones acelerados según travectorias curvas.



Figura 1.2 Diagrama de un espectrómetro de masas de sector magnético

En la Figura 1.2, el conjunto de rejillas electrostáticas (S<sub>1</sub>) aceleran y coliman los iones que se producen en la cámara de ionización. El haz es dirigido hacia un campo magnético **B** constante, perpendicular al haz y paralelo a las rejillas; la velocidad de los iones en el haz se controla con el potencial *V* aplicado a las rejillas.

Cuando el haz entra perpendicular a las líneas de campo magnético, cada ion, según su masa, describirá una trayectoria circular, la cual está en función de la intensidad de campo magnético y de la cantidad de movimiento del ion. Cada haz iónico describirá una trayectoria curva de radio *r*. Esta trayectoria depende de la relación masa-carga (m/q).

Después de atravesar el campo magnético y sabiendo que cada ion lleva consigo una relación de m/q desde que es acelerado, el detector sólo podrá colectar aquellos iones que presenten la misma trayectoria y por lo tanto el mismo valor para m/q.

Si se varía la intensidad del campo **B**, es posible enfocar diferentes haces iónicos con otro radio de curvatura y a su vez otro valor de m/q.

La velocidad v asociada a la energía cinética adquirida por los iones es:

$$\frac{1}{2}mv^2 = qV_0 \qquad \Rightarrow \qquad v = [2qV/m]^{1/2}$$

en donde m es la masa del ion, q la carga y v la velocidad; V es la diferencia de potencial de las rejillas.

En el momento en que los iones entran a la zona del campo magnético, experimentan una fuerza aplicada en ángulo recto. Si se iguala la fuerza centrífuga de la velocidad del ion y la del campo aplicado entonces:

$$mv^2 / r = Bqv \implies r = mv / qB$$

6

$$r = \frac{1}{B} \left[ 2Vm/q \right]^{1/2}$$

Los iones que tienen otros valores de m/q chocan contra las paredes del tubo analizador (el cual se encuentra conectado a tierra), se neutralizan y son evacuados mediante el sistema de vacío junto con las moléculas no ionizadas y los fragmentos neutros. De esta manera, el campo magnético separa y selecciona los iones en forma de haces individuales, donde cada uno de ellos tiene una relación diferente de m/q.

En la Figura 1.2, se puede ver que la fuente de iones y el detector se encuentran fuera del campo magnético, con lo que es posible utilizar distintas fuentes y diferentes multiplicadores electrónicos para detectar cada haz iónico [3].

#### 1.3 El espectrómetro de masas tipo cuadrupolo.

En este espectrómetro de masas el principio físico consiste en generar un campo cuadrupolar formado por cuatro barras paralelas conductoras.



Figura 1.3 Diagrama del selector de cuadrupolo.

En la Figura 1.3, se observan las cuatro barras paralelas que estarán sujetas a un potencial fijo por parejas, de modo que al pasar el haz de iones por el espacio interno del cuadrupolo, experimente un viaje transversal pero a la vez cicloidal por el cambio de polaridad que habrá en las cuatro barras. En la sección transversal se observa que se mantiene constante un radio r<sub>o</sub> que dará la oportunidad de manipular la radiofrecuencia y así colectar diferentes tipos de iones, es decir, iones que tengan una diferente masa y por consiguiente una diferente velocidad en magnitud.

El espectrómetro de cuadrupolo se divide en tres partes fundamentales:

- a) El lonizador
- b) El analizador de iones
- c) El detector de iones

#### 1.3.1 El ionizador.

Tiene la función de ionizar las partículas del gas muestra con electrones térmicos generados en un filamento:



Figura 1.4 Diagrama del ionizador.

En la Figura 1.4, el filamento F genera los electrones (e<sup>-</sup>), los cuales son emitidos en todas direcciones, además su energía (eV) es la necesaria para ionizar la molécula; a esta energía se le llama "potencial de ionización". Es importante mencionar que la energía tiene un valor mínimo y un valor máximo según sea la naturaleza del gas o gases; sin embargo, la máxima probabilidad de ionización ocurre en el intervalo de 50-100 eV.

Una vez que los electrones están en la zona de ionización, la rejilla G<sub>1</sub> a un potencial positivo, atrae a los electrones generados por el filamento F atrapando algunos y dejando pasar sólo a los que tienen una dirección preferencial dentro del ángulo sólido definido por el orificio de la rejilla G<sub>1</sub>. La rejilla G<sub>2</sub> que también se mantiene a una diferencia de potencial con respecto al filamento, acelera a los electrones que vuelven a colimarse logrando reducir el ángulo sólido definido ahora por el orificio de la rejilla G<sub>2</sub>. Los electrones colimados por la rejilla G<sub>2</sub> también son acelerados por la rejilla G<sub>3</sub> que se mantiene a un potencial con respecto a G<sub>2</sub>. Los electrones que atraviezan el orificio de la rejilla G<sub>3</sub> serán colectados por el ánodo o trampa T; esta trampa T mide la corriente electrónica o el "haz de corriente" generado por el flujo de los electrones desde F hasta T. La trampa T se mantiene a un potencial positivo con respecto a la rejilla G<sub>3</sub> de alrededor de 10-20 V para que los "electrones secundarios" generados por el choque no regresen a la cámara de ionización C. Este "haz", llamado corriente electrónica, incrementa su energía y se logra un haz de electrones monoenergético. Dentro de la cámara de ionización C, el haz electrónico choca con el gas y genera iones con carga positiva (i<sup>\*</sup>).

Como se ve en la sección de la cámara de ionización, la pared R y la rejilla G<sub>4</sub> mantienen un potencial entre sí, donde R está cargado positivamente y G<sub>4</sub> negativamente. Al ser atraídos los iones por la rejilla G<sub>4</sub>, algunos quedarán atrapados en ella y otros pasarán si es que la dirección de su velocidad está dentro del ángulo sólido generado por el orificio de esta rejilla G<sub>4</sub> Las rejillas G<sub>5</sub> y G<sub>6</sub>, al encontrarse cargadas negativamente, realizarán el

9

mismo proceso que la rejilla  $G_4$ , es decir, colimarán cada una de ellas el haz de iones<sup>\*</sup> que pase por la rejilla  $G_4$  [ 4 ]

#### 1.3.2 El analizador de iones.

El analizador está integrado por cuatro barras paralelas como lo muestra la siguiente figura.



Figura 1.5 Diagrama del espectrómetro de masas de cuadrupolo.

En la Figura 1.5, los pares de electrodos opuestos se conectan de modo que a un par diagonalmente opuesto se le aplica un potencial  $+U_{cd}$  y al otro par  $-U_{cd}$ ; con un oscilador de radio frecuencia se aplica una señal al primer par de electrodos:

#### +V cos wt

mientras que al segundo par, se le aplica otra señal de RF retardada 180° es decir - V cos wt. Las superficies con potenciales equivalentes en la que forman los cuatro electrodos, aparecen como potenciales hiperbólicos oscilantes. Los iones procedentes de la fuente iónica se incorporan a la distribución cuadrupolar a través de una rendija de abertura circular donde se puede admitir un intervalo de energías cinéticas. A medida que los iones se mueven longitudinalmente a lo largo del eje *z*, experimentan movimientos transversales en los planos *x* y *y*, perpendiculares al eje longitudinal.

Los campos de corriente directa (cd) tienden a enfocar los iones positivos en el plano positivo y a desenfocarlos en el plano negativo. Así, cuando el campo alterno en el intervalo de radio frecuencia (rf) sobrepuesto se vuelve negativo, es decir, cuando se encuentra en el medio ciclo negativo, los iones son acelerados alcanzando velocidades altas a lo largo de los electrodos. Cuando aparece el segundo medio ciclo positivo, los iones experimentan una influencia mayor en su movimiento y ocasionan un cambio en su dirección, es decir, alejándose del electrodo y acelerándose aún más. Durante este movimiento, los iones describen oscilaciones con amplitudes crecientes hasta que sufren colisiones con los electrodos y se neutralizan.

A medida que el ion sea más ligero, se requerirá un número menor de ciclos antes de que sean colectados por el electrodo.

Es importante el hecho de que si se controla la relación V<sub>cd</sub> / V<sub>rf</sub> , se podrá entonces establecer un campo que permita el paso de un sólo haz m/q a lo largo del arreglo cuadrupolar [ 5 ].

#### 1.3.3 El detector de iones.

Después de que el haz de iones sale del analizador y sus componentes son separadas por su masa, es necesario usar un equipo que mida el número de iones (corriente iónica) por unidad de tiempo.

11



Figura 1.6 Diagrama del detector de iones.

En la Figura 1.6, la copa de Faraday mide la incidencia de corriente iónica directamente, ya que golpean la pared metálica, posteriormente son neutralizados por los electrones que se transfieren desde el electrodo conductor; la corriente generada es interpretada como corriente iónica.

Frecuentemente la incidencia de iones con suficiente energía puede generar electrones secundarios desde la superficie del detector; si los electrones no son recapturados, la corriente del circuito del detector puede incrementarse.

Este proceso es importante realizarlo en las condiciones normales de alto vacío ( $\leq 10^{-6}$  Torr); la corriente de iones buscada en el detector para un análisis de presión parcial es muy pequeña ( $\leq 10^{-10}$  A).

El detector de Copa de Faraday es útil cuando la densidad de partículas de las especies objeto de análisis es alta. Por el contrario, si la densidad es baja será necesario complementar el sistema de detección con un multiplicador de electrones.

#### 1.3.3a El multiplicador de electrones.

Su función dentro del espectrómetro de masas es, como su nombre lo dice, generar más electrones (electrones secundarios) por cada ion que llegue al detector, para así poder registrar con mayor efectividad una señal de corriente iónica.



Figura 1.7 Diagrama de un multiplicador de electrones.

En la Figura 1.7, el haz de iones positivos entra en la celosía del multiplicador, chocan de principio a fin con las paredes que están hechas de un material altamente emisor de electrones secundarios, los cuales son llevados a un proceso de aceleración próximos a otra superficie, los que, al golpearla vuelven a provocar una nueva emisión de electrones secundarios y así sucesivamente hasta lograr una ganancia de 10<sup>6</sup> electrones secundarios.

Es importante mencionar que el ion incidente debe tener una alta probabilidad de producir electrones secundarios en la primera superficie; esto quiere decir que los iones incidentes deben tener una energía de entre 100 a 200 eV para garantizar una buena producción de electrones secundarios en un factor de 2-3 electrones por cada ion incidente. El número de estaciones o superficies de incidencia influye en la ganancia, es decir, a mayores estaciones, mayor la ganancia.

donde N es el número de estaciones.

Este tipo de detector se usa en conjunto con la Copa de Faraday para aumentar el intervalo de detección.

#### 1.3.4 Interpretación del espectro másico.

El punto más delicado de la espectrometría de masas es la interpretación de los espectros generados por el instrumento para una muestra. En los equipos más actuales, el espectro se despliega en la pantalla de una PC, el eje "x" representa las unidades de masa atómica (uma) del gas y el eje de las "y" la intensidad de la corriente ionica ya transformada en unidades de presión; aunque la señal del espectro puede ser complicada, se facilita al identificar los picos principales de un patrón de rompimiento de los componentes de una mezcla.

Cabe mencionar que la tabla de patrones de rompimiento o fragmentación puede ser muy útil para la descripción e identificación del espectro. Primero que nada el Espectrómetro de masas debe identificar el número o números de masa que barrerá el espectro másico, es decir, se debe calibrar correctamente el intervalo para las unidades de masa atómica dado por la masa de gas residual.

El análisis del espectro másico se puede hacer de dos formas:

- a) Análisis cualitativo.
- b) Análisis cuantitativo.

El análisis cualitativo consiste en:

- · Identificar los picos principales del espectro.
- Determinar a qué uma corresponden y con qué porcentaje de intensidad contribuye el o los picos principales.
- Con ayuda de la tabla de patrones de rompimiento es posible conocer el tipo de molécula así como su uma a la que se refiere ese patrón.

El análisis cuantitativo se lleva acabo de la siguiente forma:

Sumar los gases mezclados

 $H_i = \sum h_{ij}$ , suma sobre j elementos.

Donde "," es cada uno de los gases, Hi altura del pico total y hij número de las uma.

Para esto se debe calcular el valor de h<sub>ij</sub> número de masa.

Es importante mencionar que el término h<sub>ij</sub> está relacionado con el patrón de fragmentación, la sensibilidad del analizador y la presión parcial del gas.

$$h_{ij} = S_j p_j \propto _{ij}$$

donde S<sub>j</sub> es la sensibilidad del analizador para el gas "j", p<sub>j</sub> la presión parcial del gas "j" y " $\propto_{ij}$ " radio patrón de fragmentación para el pico con masa "i" comparado con el pico principal. Al siguiente espectro se le hace un análisis de tipo cualitativo.



Gráfica 1 Espectro iónico para el Hidrógeno (H<sub>2</sub>).

En la Gráfica 1, se tiene el espectro del H<sub>2</sub> con su patrón de fragmentación. Estos patrones de fragmentación son las posibles moléculas que se forman a partir del efecto de la ionización.

Para poder interpretar e identificar sus elementos en forma cualitativa o cuantitativa correctamente, es necesario saber de qué parámetros dependen, esto incluye la energía de los iones con que se bombardea el gas, la sensibilidad del analizador, la presión parcial del gas, la estructura detallada de la región de ionización y el patrón de campo eléctrico entre otros. También, para hacer un análisis más detallado del espectro, es costumbre usar patrones de espectros estándares de gases puros, los cuales están sujetos a

condiciones base de operación, es decir, se sabe qué parámetros de operación se encuentran en el proceso.

El hidrógeno molecular, que tiene sólo dos electrones, nos enseña un espectro con dos picos, esto quiere decir que podemos encontrar al  $H_2$  o al  $H^+$  (Hidrógeno ionizado).



Figura 1.8 Patrón de Fragmentación estándar del hidrógeno (H<sub>2</sub>).

La Figura 1.8, muestra los patrones de fragmentación que se despliegan en el espectro como picos de menor altura con respecto al pico principal. El pico más alto en el espectro, se refiere al H<sub>2</sub> (molécula original) con una intensidad de ion del 100% y con una m/q de 2; el segundo pico en el espectro está dado por la molécula H<sup>+</sup> con una intensidad de ion del 5% y con una m/q de 1; en la siguiente Tabla se muestran las intensidades de ion normalizadas a 100 unidades que representan el 100%.

Importancia del pico (principal o de patrón de fragmentación)	Unidad de masa atómica (uma)	Intensidad de ion (%)	
Pico Principal	2	100.0	
Patrón de fragmentación	1	5.0	

 Tabla 1.1

 Análisis cualitativo para el espectro del Hidrógeno (H2).

A continuación se presenta un segundo espectro másico donde la molécula está compuesta de dos elementos distintos el Nitrógeno (N) y el Oxigeno (O<sub>2</sub>).



Gráfica 2 Espectro iónico del Dióxido de Nitrógeno (NO<sub>2</sub>)

En la Gráfica 2. se observan los picos principales y los que se refieren a los formados por patrones de fragmentación o rompimiento que despliega la molécula NO<sub>2</sub>; todos estos picos son el resultado de las posibles combinaciones hechas por las masas atómicas de los dos elementos que componen esta molécula, es decir, N y O<sub>2</sub>.

La siguiente Tabla muestra los porcentajes de intensidad de ion para cada molécula formada, así como el número m/q que la caracteriza.

Molécula	m/q	%
NO	30	100.0
NO <sub>2</sub>	46	37.0
0	16	22.3
N	14	9.6
NO <sub>3</sub>	47	0.1

#### Tabla 1.2

Patrones de fragmentación para la molécula: Dióxido de Nitrógeno (NO2)

Es importante mencionar que los patrones de fragmentación siempre estarán presentes en el espectro másico. Con esto podemos conocer los componentes principales del gas residual y a sus patrones de fragmentación, sin olvidar las condiciones de operación para un espectro de gas residual.

En el diagrama de bloques de la Figura 1.1, se hace mención de un sistema de vacío. En el siguiente Capítulo se presenta en forma detallada y se destaca la función de este sistema.

# Capítulo 2.

### El sistema de análisis de gases.

La investigación de las propiedades y comportamiento de los gases se inició hace ya unos 400 años. El inicio resultó incierto, ya que los experimentos y actividades de laboratorio estaban limitados, por lo que las leyes universales resultaron empíricas. A la fecha, el desarrollo de la tecnología y la instrumentación permiten estudiar a los gases en casi cualquier condición de presión, volumen y temperatura. Una condición especial es la de "vacío", que se puede definir como aquella en donde a un volumen le fue removido tanto el aire atmosférico como otros gases y vapores.

Como se mencionó en el Capítulo I, uno de los instrumentos más útiles para el estudio de gases y vapores desde el punto de vista de la concentración, son los analizadores de gas residual (AGR).

En este Capítulo, se muestran tres diferentes configuraciones para un analizador de gas tipo cuadrupolo eléctrico.

#### 2.1 Analizador de gas residual como medidor de presión.





En la Figura 2.1, destacan tres partes fundamentales del dispositivo.

- a) Cámara de proceso y sistema de bombeo de alto vacío.
- b) Analizador de Gas Residual (AGR.)
- c) Sistema de medición.

a) La Cámara de proceso y sistema de bombeo de alto vacío están constituidos por:

- i) Válvula de alto vacío.
- ii) Válvulas de paso.
- iii) Válvula de venteo.

- iv) Bomba Turbo molecular.
- v) Bomba Mecánica de paletas deslizantes.

La válvula de alto vacío se encarga de mantener aislada la cámara de proceso de la bomba de alto vacío turbo molecular; al igual que la anterior, las válvulas de paso aíslan o abren la línea de bombeo primario en donde la bomba mecánica de paletas deslizantes es la responsable de la evacuación primaria y del apoyo a la bomba de alto vacío.

La válvula de venteo tiene la función de romper el "vacío" en la cámara cuando se necesita abrir a la atmósfera. En general, se usa aire a presión atmosférica para romper el vacío, sin embargo, para sistemas en donde se requiere un alto vacío, se usa nitrógeno u otro gas seco para ventilar la cámara de proceso. La bomba turbo molecular mantiene la cámara de proceso a una presión en el intervalo de 1X 10<sup>-4</sup> a 1X10<sup>-9</sup> Torr.

El principio físico de la bomba mecánica (bomba de paletas deslizantes) se asocia con la expansión compresión del gas, por lo que tiene un intervalo de operación eficiente entre:

Presión Atmosférica (760 Torr) y 1x10<sup>-3</sup> Torr;

es claro que su primera función es la evacuación primaria de la cámara de vacío.

b) El Analizador de Gas Residual esta integrado por:

- i) Cuadrupolo eléctrico
- ii) Fuente de alimentación
- iii) Computadora

En esta configuración, el cuadrupolo eléctrico está instalado directamente a la cámara de proceso y permite monitorear los gases y vapores producto de reacciones químicas; o bien aquellos vapores provenientes de la desadsorción de las superficies internas o sellos. Mientras los medidores de vacío de ionización de cátodo frío o cátodo caliente, sólo

registran la presión parcial del gas o vapor más abundante. la información del analizador es la presión total y las presiones parciales de los gases y vapores.

En la computadora asociada al sistema, se despliegan tanto el espectro másico como la presión total a través de un programa de control para el AGR.

#### c) El sistema de medición está formado por:

- i) Medidor de conductividad térmica de bajo vacío.
- ii) Medidor de Ionización de alto y ultra alto vacío.
- iii) Válvula de Introducción de Gas.

Con los medidores de conductividad térmica y de ionización, se mide la presión interna en el intervalo de presión atmosférica al alto vacío.

La Válvula de Introducción de Gas permite introducir a la cámara de vacío el gas o vapores para su análisis.

#### 2.2 Sistema de Análisis de Gas Residual acoplado a un sistema de vacío.

En esta configuración, el analizador de gas residual (AGR y sistema de bombeo) se instalan en la cámara mediante una válvula de aislamiento como se muestra en la siguiente Figura:





Sistema de análisis de gas residual acoplado a una cámara de vacío mediante una válvula de paso.

La Figura 2.2, consta de los siguientes elementos:

a) Sistema de análisis de gases.

- i) Analizador de gas residual (AGR).
- ii) Bomba Turbo molecular.
- iii) Bomba Mecánica de paletas deslizantes.
- iv) Válvula de flujo controlado.

#### v) Control de la conductancia.

Como se dijo en la Sección 2.1 de este Capítulo, el analizador de gas residual (AGR) permite monitorear los gases y vapores en la cámara cuando existe una comunicación directa a través de la válvula entre el volumen principal y el volumen en el analizador de cuadrupolo. La bomba turbo molecular del sistema de análisis mantiene al AGR a una presión base menor, e independiente de la presión de la cámara de vacío.

La válvula de flujo controlado en la Figura 2.2, es la responsable de la comunicación entre los dos sistemas; el control se lleva a cabo mediante una conductancia variable. Es claro que cuando la cámara de proceso se mantiene sin carga y la conductancia de la válvula de flujo controlado es muy pobre, la presión en los dos volúmenes es muy parecida y corresponde a la presión base. Sin embargo, la configuración y la conductancia variable de la válvula, permiten realizar el análisis de un volumen de gases o vapores que se mantienen en la cámara a una presión mayor que la presión máxima de operación del AGR.

#### b) Sistema de vacío.

- i) Cámara de Vacio.
- ii) Medidor de conductividad térmica de bajo vacío.
- iii) Medidor de Ionización de alto y ultra alto vacío.
- iv) Válvula de fuga controlada.
- vi) Válvula de alto vacío.
- vii) Válvulas de paso.
- viii) Válvula de venteo.
- ix) Bomba Turbo molecular.
- x) Bomba Mecánica de paletas deslizantes.

Cabe destacar que en esta configuración, se establece una diferencia de presión entre los extremos de la línea que une a la cámara principal con el sistema de análisis. Sin embargo, la diferencia está limitada a la velocidad de bombeo de las bombas en cada cámara y a la conductancia. Este aspecto se tratará con mayor detalle en una de las secciones del Capítulo 3.

Por último, se muestra la configuración para un Sistema de Análisis de Gas Residual para producto de reacciones, el cual es el más funcional, ya que permite desplazarlo de un lugar a otro según la fuente que se requiere analizar.



#### 2.3 Sistema de Análisis de Gas Residual autónomo.

Figura 2.3 Sistema de Análisis de Gases.

La Figura 2.3, muestra el sistema de análisis de gas residual como herramienta independiente para analizar gases o vapores provenientes de fuentes externas, como sistemas de vacío o reactores:

#### a) Sistema de Análisis de Gases.

- i) Sistema de Análisis de Gas Residual (AGR).
- ii) Fuente de Alimentación.
- iii) Bomba Turbo molecular.

- iv) Bomba Mecánica de paletas deslizantes auxiliar.
- v) Computadora
- vi) Capilar
- vii) Válvula de Venteo.
- viii) Válvula de doble via.

El tubo capilar que se coloca entre la fuente de gas o vapor es la vía de acceso al Sistema de Análisis de Gas Residual, ya que, dada la conductancia cercana a cero de este elemento, se mantiene la condición de alto vacío en el analizador y una presión en ocasiones mayor que la presión atmosférica en el extremo abierto del capilar; además. para evitar una carga excesiva a la bomba turbo molecular que puede generar un aumento de presión que rebase los límites operativos del analizador de gas, se instala una válvula de flujo controlado en la misma línea.

La válvula de flujo controlado permite introducir de manera controlada el gas o vapor de prueba; sin embargo, para diversas pruebas la válvula no es suficiente, por lo que una opción es instalar en la línea de admisión – tubo capilar- una válvula de doble vía y una bomba de vacío auxiliar. El arreglo permite mantener la presión de la línea por debajo de la atmósfera, sin embargo, cuando el volumen por muestrear es pequeño, este sistema de bombeo resulta negativo, ya que todo el volumen disponible, puede perderse a través de la línea de bombeo auxiliar.

#### b) Sistemas de Vacio.

Los sistemas de vacío en esta configuración no están definidos, ya que el Sistema de Análisis de Gas Residual será conectado a cualquiera de ellos.
### 2.4 Las variables del sistema de análisis.

Las variables macroscópicas asociadas a los sistemas de vacio son la presión, el volumen y la temperatura, que se relacionan por la ecuación de estado de gas ideal:

$$pV = NKT$$

donde p es la presión del sistema en Pascales Pa (N/m<sup>2</sup>), V el volumen de la cámara en m<sup>3</sup>; N es el número de partículas y K la constante de Boltzmann que es igual a la energía por grado Kelvin de cada partícula (su valor es 1.3806x10<sup>-23</sup> Joules/°K) T es la temperatura absoluta en Kelvin. El producto pV es la energía del sistema.

Cuando se trata de un sistema de vacío, la cámara de proceso está sujeta a cambios de presión cíclicos; es decir, las bombas instaladas modifican la presión interna desde la atmósfera hasta una presión base, posteriormente se lleva a cabo alguna tarea e inmediatamente después el volumen se lleva nuevamente a presión atmosférica, por lo que es útil introducir la variable tiempo en el proceso de bombeo.

pV = NKT

$$\frac{d}{dt} (pV) = \frac{d}{dt} (NKT)$$
$$\frac{dV}{dt} p + V \frac{dp}{dt} = \frac{dN}{dt} KT$$

Tomando el primer término de la derivada, se define la velocidad de bombeo (S)

$$p \frac{dV}{dt} \equiv pS$$

$$\frac{dV}{dt}$$
 = S (Velocidad de bombeo)

que sustituyendo la nueva variable

$$pS + V \frac{dp}{dt} = KT \frac{dN}{dt}$$

29

Al término de la derecha de la igualdad, se le define como el gasto (Q)

$$Q = KT \frac{dN}{dt}$$

por lo tanto, la ecuación que describe al proceso de bombeo en un sistema de vacío es:

$$pS + V \frac{dp}{dt} = Q.$$

Este resultado, a partir de la ecuación de estado del gas ideal presenta tres casos según el comportamiento de las variables:

# Caso 1.

La siguiente figura, muestra una cámara de vacío en la cual la cantidad de materia que entra es la misma que sale, entonces el sistema se mantiene en un estado estacionario con la presión constante.

$$\frac{dp}{dt} = 0$$
 y Q = S



Figura 2.4 Sistema de vacío con una bomba de velocidad de bombeo S.

# Caso 2.

La siguiente figura, muestra un modelo de sistema de vacío donde la presión de la cámara aumenta. Si la presión del sistema es baja con respecto a la presión del exterior, entonces entra materia a la cámara ya que el volumen V está al vacío, por lo tanto al no tener bomba, S es igual acero.



Figura 2.5 Sistema de vacío con una presión interna menor a la presión externa.

Cuando la presión del sistema es alta con respecto a la presión del exterior, entonces la materia contenida en la cámara tiende a salir aún sin tener bomba, como se muestra en la siguiente figura.



Figura 2.6 Sistema de vacío con una presión interna mayor a la presión externa.

Dado que en este caso S es igual a cero, el término pS no aparece en la ecuación que describe a un sistema de vacío, por lo tanto al ser Q igual a  $V^{\Delta p}_{\Delta t}$  entonces el gasto

depende sólo de la diferencia de presiones existente entre el sistema de vacío y el exterior, esto es:

$$V \frac{\Delta p}{\Delta t} = Q$$
 obien  $(p_f - p_f / t) V = Q$ 

#### Caso 3.

Se presenta cuando el sistema de vacío está en el estado estacionario.

Siendo Q = 0, la ecuación que describe un sistema de vacío es:

$$pS + V \frac{dp}{dt} = 0$$

por lo tanto,

$$V \frac{dp}{dt} = -pS$$

Integrando la igualdad

$$\int \frac{dp}{p} = -\frac{S}{V} \int dt$$

$$\ln p \bigg|_{P_0}^{P} = -\frac{S}{V} t$$

$$p = p_0 \exp\left(-\frac{\delta}{V}t\right)$$

0

este resultado permite estimar el tiempo en que la cámara de vacío alcanza una presión final parcial o base P a partir de una presión inicial P<sub>0</sub> que en general es la presión atmosférica.

Después de describir la naturaleza de las variables involucradas en el sistema de vacío, es importante la evolución de los gases en el sistema para estudiar los estados del gas:

# a) Estado viscoso

b) Estado molecular.

# a) El estado viscoso.

El estado viscoso, es aquel donde las partículas experimentan fricción cuando estan en movimiento. La presión se encuentra en el intervalo P<sub>atm</sub> – 1X10<sup>-3</sup> Torr. El medio y la molécula presentan ciertas propiedades que son:

- Se considera una molécula como esfera rígida.
- Se da una reflexión especular.
- La energía se conserva.
- Se dan los choques elásticos.
- El recorrido libre medio λ es menor a 1cm.
- Se manifiesta la viscosidad µ.

# b) El estado molecular.

En estas condiciones, el movimiento se lleva a cabo por partículas que viajan por todo el volumen que las contiene; la presión se encuentra en el intervalo de 10<sup>-3</sup> Torr o menos. La molécula, al igual que el medio, presenta las siguientes características:

- La molécula no tiene forma y no es rígida.
- La reflexión es difusa.
- No hay viscosidad.
- No hay conductividad térmica.
- Los choques son con las paredes del recipiente que contiene al gas.
- Los choques son inelásticos.
- Fenómenos de superficie:
  - o Adsorción física y química.
  - o Desadsorción
  - Difusión
  - Difusión superficial
  - Permeación
  - Evaporación

En un sistema de vacio, es importante el comportamiento de los gases en movimiento a través de tubos durante el proceso de bombeo o bien cuando están presentes una o varias fuentes de gas. El término flujo se aplica a los fluídos en movimiento y se presenta tanto en el estado viscoso, como en el estado molecular.

# 2.5 Flujo de gases.

En la Figura 2.5 se representa el flujo de gas en régimen viscoso.



Figura 2.5 Movimiento de un gas en régimen viscoso.

En régimen viscoso, el camino libre medio de las partículas es menor que las dimensiones del tubo por el que se mueven debido a la diferencia de presión entre los extremos. En este caso, las partículas interaccionan entre sí constantemente, destacando el hecho de que aquellas partículas cercanas a las paredes del tubo, viajan más lentamente por efectos de fricción con el área interna; sin embargo, aquellas que se mueven en el centro del tubo lo hacen con menos resistencia. El flujo en régimen viscoso puede ser laminar o turbulento.

Cuando el número de partículas se reduce considerablemente, el camino libre medio aumenta y las partículas sólo interaccionan con las paredes internas del tubo. En estas condiciones, el flujo es de partículas libres y se conoce como flujo en régimen molecular.

# Flujo molecular.

En la Figura 2.6, se muestra esquemáticamente el flujo en régimen molecular:



Figura 2.6 Movimiento de partículas en régimen molecular.

En la Figura 2.6, la diferencia de presiones es prácticamente cero, las partículas no chocan entre sí y la reflexión es difusa, por lo que la probabilidad de que una partícula viaje desde un extremo del tubo hasta el otro es igual en ambas direcciones. Este tipo de flujo se favorece cuando la longitud del tubo se reduce y cuando el diámetro del conducto aumenta.

La capacidad de un elemento (tubo u orificio) para permitir el paso de partículas se denomina conductancia (C) del elemento:

$$C = Q / \Delta p$$

donde Q es el gasto y Ap la diferencia de presión entre los extremos del tubo.



 $C = A \left(\frac{KT}{2\pi m}\right)^{1/2} \quad \text{litros/s}$ 

Figura 2.7 Flujo de gas a través de un orificio circular.

## Conductancia para tubos cilíndricos.

La conductancia en el régimen molecular para tubos circulares se define a partir de la siguiente configuración:



Figura 2.8 Flujo de gas a través de un tubo cilíndrico.

El tubo de diámetro es D, la longitud L y una diferencia de presiones  $\Delta P$  dado por las presiones P<sub>1</sub> y P<sub>2</sub> en los extremos del tubo, a una temperatura T en grados Kelvin:

$$C = \frac{\pi}{16} \left(\frac{2\pi KT}{m}\right)^{1/2} D^{3}/L$$
 litros/s

Esta expresión permite calcular la conductancia de un gas con masa m en gramos en un tubo de longitud L dado en centímetros y de diámetro D dado en cm<sup>2</sup>.

Al existir en el sistema de vacío diferentes tamaños de tubos y orificios, es importante calcular la conductancia total, según la colocación de las regiones conectoras.

#### La conductancia total para un sistema de vacío.

Cuando se habla de conductancia, se hace referencia a la capacidad que tiene un elemento de generar un flujo de gas. Al estar restrigida la conductancia por las dimensiones de los tubos u orificios, es importante mencionar los casos posibles de arreglos en un sistema de vacío.

### Caso 1.

Cuando los tubos u orificios se encuentran conectados en serie.



Figura 2.9 Diagrama de tubos conectados en serie.

En este arreglo de tubos u orificios mostrados en la Figura 2.9, se observa que el flujo de gas viaja en una sola dirección, por lo tanto su movimiento es semejante a una corriente eléctrica dada por tres diferentes conductores y con  $\Delta P$  la diferencia de potencial,

considerando a la conductancia como el inverso de la resistencia. Con esta equivalencia, las reglas de cálculo para la conductancia son:

$$1/C_1 = 1/C_1 + 1/C_2 + 1/C_3$$
 (m<sup>3</sup>/s)

donde C<sub>T</sub> es la conductancia equivalente.

# Caso 2.

De la misma forma que el anterior, la conductancia total se calcula en forma análoga como el inverso de la resistencia en un circuito en paralelo.



Figura 2.10 Diagrama de conductancias en paralelo.

En la Figura 2.10, el flujo del gas se lleva a cabo por tres caminos distintos, esto quiere decir que, el valor de cada conductancia depende de las dimensiones del tubo u orificio, por lo tanto, la conductancia es:

$$C_T = C_1 + C_2 + C_3$$
 (m<sup>3</sup>/s)

La Figura 2.11, muestra el cálculo de la conductancia total para un sistema de vacío con las siguientes características:



Figura 2.11 Sistema de vacío.

La velocidad de bombeo (S) en un arreglo en serie como en paralelo, se puede considerar como una conductancia, ya que el gas no distingue si se trata de una bomba o un tubo. La conductancia total para este sistema es:

si la conductancia CT es:

 $1/C_{T} = 1/C_{1} + 1/C_{2}$ 

y la conductancia efectiva es:

$$1/S_{f} = 1/C_{T} + 1/S_{b}$$

entonces:

$$1/S_{\rm f} = 1/C_1 + 1/C_2 + 1/S_{\rm b}$$

Los resultados presentados en este Capítulo son las herramientas necesarias que deben considerarse para una operación segura del AGR en cualquiera de sus configuraciones. En el Capítulo 3, se describen la metodología experimental y los resultados más relevantes del trabajo que realicé en el Taller de Vacío de la Facultad de Ciencias, en donde como se mencionó antes, se han acondicionado, operado y optimizado los parámetros de un sistema de análisis de gas residual [7], [8], [9], [10].

# Capítulo 3.

# Integración y optimización del sistema de análisis de gas.

En el Taller de Vacío de la Facultad de Ciencias, se dispone de un sistema de alto vacío al que se acopló el sistema de análisis de gas residual, de tal manera que permite estudiar la evolución de gases y vapores en la cámara de proceso y analizar las diferentes configuraciones que se plantearon en el Capítulo 2. A continuación se describe el procedimiento experimental para la instalación, las características de cada instrumento y las aplicaciones de cada configuración.

#### 3.1 El sistema de alto vacío del Taller de Vacío.

En la Figura 3.1, se muestra la fotografía del sistema de pruebas del Taller de Vacío:



- A) Gabinete
- B) Cámara principal
- C) Bomba de paletas para bombeo primario y de apoyo a la bomba turbo molecular.
- D) Fuente de alimentación y control de bomba turbo molecular del sistema.
- E) Fuente de alimentación y control de medidores de alto vacío.
- F) Medidores de alto y bajo vacío.
- F) Válvula manual de introducción de gas.
- H) Bomba turbomolecular.

Figura 3.1 Vista frontal del sistema de alto vacío

La cámara de proceso del sistema es una cruz de acero inoxidable 304 antimagnético de seis vías, el diámetro de los tubos es de 10 cm con bridas de tipo CF100 con sello de cobre libre de oxígeno (OFHC) y volumen de 5000 cm<sup>3</sup> (5 litros). Una bomba turbo molecular Alcatel modelo ATP100 está colocada en una de las bridas de la cámara y tiene una velocidad de bombeo nominal ( $S_N$ ) de 150 l/s; la velocidad de rotación es de 27 000 rpm fija y se enfría con agua. La presión última de la bomba es de 3.5 X10<sup>-9</sup> Torr.

La bomba de paletas deslizantes (bomba mecánica) tiene la función de apoyo a la bomba turbomolecular cuando la cámara se mantiene en alto vacío; además, es la responsable del bombeo inicial desde atmósfera hasta .001 Torr. La bomba de apoyo es Alcatel modelo SD2010 con un desplazamiento nominal de 9.7 m<sup>3</sup>/hora y una presión última de 8X10<sup>-4</sup> Torr.



Diagrama esquemático del sistema de alto vacío del laboratorio

La válvula de alto vacío es tipo cortina y está colocada entre la bomba turbo molecular y la cámara de proceso con sello de cobre OFHC estándar NW100.

El diagrama de la Figura 3.2, muestra el sistema de bombeo en arreglo paralelo, la línea de la bomba de paletas a la cámara de proceso permite evacuarla desde atmósfera a 0.001 Torr cuando la válvula de alto vacío se mantiene cerrada. Para el bombeo hasta la presión base en el intervalo de alto vacío, se cierra la válvula de paso y se abre la válvula de alto vacío. Cabe destacar que el sistema sólo cuenta con una bomba de paletas, por lo que su función de bombeo primario se comparte con la bomba turbo molecular.



# 3.2 Integración del sistema de análisis de gas al sistema de pruebas.

- A) Válvula de aguja
- B) Analizador de gas residual.
- C) Dispositivo electrónico
- D) Bomba Turbo molecular
- E) Bomba de paletas para bombeo primario y de apoyo a la bomba turbo molecular.
- F) Bomba Turbo molecular del sistema de vacío.
- G) Válvula de cortina.

Figura 3.3 Sistema de análisis integrado al sistema de vacío.

En el recuadro de la fotografía, se observan el analizador de masas de tipo cuadrupolo eléctrico y su módulo de control en posición horizontal, la bomba de alto vacio turbo molecular, la línea de apoyo y la bomba mecánica de paletas.

El módulo de análisis de gas está acoplado al sistema en una de las bridas de la cámara de crecimiento. Las características técnicas del Analizador de Gas Residual se presentan en el Apéndice 1. La bomba turbo molecular está instalada directamente al analizador de gas es Alcatel modelo ATP 80 con una velocidad de bombeo nominal de 80 litros/segundo y su velocidad de rotación de 27000 rpm fija, alcanzando una presión total última de 5X10<sup>-9</sup> Torr nominal. La bomba mecánica de apoyo es Alcatel modelo SD2005 con un desplazamiento de 5 m<sup>3</sup>/hora y presión última de 8X10<sup>-4</sup> Torr.



Figura 3.4 Diagrama esquemático del sistema de alto vacio acoplado al analizador de gas residual.

En el diagrama de la Figura 3.4, el analizador de gas tipo cuadrupolo se representa como un rectángulo, sin embargo, debe señalarse que el analizador se encuentra dentro de una cámara cilíndrica que tiene un puerto de alto vacío perpendicular al eje longitudinal, como se muestra en el diagrama de la Figura 3.4 (a):



Figura 3.4 (a) Diagrama y arreglo del Sistema de Análisis de Gas Residual.

La bomba turbomolecular de 80 litros/segundo está directamente acoplada a la cámara que contiene al analizador de tipo cuadrupolo, lo que permite mantenerlo independiente en el intervalo de alto vacío. La responsable de mantener la diferencia de presión es la válvula de conductancia variable que complementa el sistema de análisis, ya que permite, bajo ciertas condiciones de temperatura y volumen de muestra, mantener presión atmosférica en el exterior de la brida de acoplamiento. En el diagrama se muestra la disposición de los calefactores en la cámara del sistema que permiten reducir la presión al promover la desadsorción mediante el aumento de la temperatura; estos calefactores se alimentan con 120 V y alcanzan una temperatura constante de 250°C.

#### 3.3 Sistema de Análisis de Gas Residual acoplado al sistema de vacío.

En esta primera configuración, el sistema de análisis de gas residual Figura 3.4 (a), está conectado al sistema de vacío por medio de una válvula de flujo controlado (conductancia variable) como se muestra en el diagrama de la Figura 3.4.

## 3.3.1 Espectro másico base y el espectro con gas de prueba.

El espectro másico base se refiere a la atmósfera residual del sistema de análisis de gas integrado al sistema del Taller de Vacío. A continuación se presenta el procedimiento:

- 1. Se hace vacío en el analizador de gas residual hasta llegar a una presión base.
- Se procede a obtener el espectro másico base del analizador de gas aislado como referencia.
- 3. Es necesario que la cámara se mantenga en un estado estacionario a la menor presión (máximo vacío = presión última o presión base del sistema) que es aproximadamente igual a 2.1X10<sup>-7</sup> Torr después de 2 horas de bombeo continuo sin carga externa, medido con un sensor de ionización de tipo cátodo frío, instalado directamente en la cámara de proceso.

- 4. Para obtener el espectro másico base, se abre la válvula de comunicación (válvula de aguja para control de flujo), los dos sistemas forman uno sólo (cámara de proceso y analizador de gas residual); tomando en cuenta que ambas cámaras se mantienen a una presión semejante, debe esperarse que la diferencia de presión se iguale después de un tiempo breve.
- Cuando se alcanza la presión base del sistema se obtiene el espectro másico del sistema completo.



(a)

46



Figura 3.5 Espectro base del analizador de gas residual.

En la Figura 3.5, se muestran los espectros de masa a la presión base del sistema de análisis de gas -con la válvula de conductancia variable cerrada- después de un bombeo continuo con la bomba turbo molecular. Cabe destacar que el sistema de análisis no está horneado, por lo que en el espectro (a), las masas más representativas corresponden al vapor de agua (18/100, 17/25, 1/6, 16/2, 2/2) y a la masa 2, que aunque en el patrón de fraccionamiento tiene un porcentaje despreciable, la presión parcial es significativa; este hecho resulta debido a que se trata de un sistema que se evacua con una bomba turbo molecular, cuya velocidad de bombeo para H<sub>2</sub> es muy baja; esto quiere decir que el hidrógeno es el atmosférico. En la Figura 3.5 (a) se muestra el espectro másico después de 1 hora 40 minutos y en el espectro (b) después de 20 minutos adicionales de bombeo; las presiones parciales de ciertos gases se reducen considerablemente por debajo de 1X10<sup>-8</sup> Torr, sin embargo la presión base del sistema se mantiene del mismo orden, ya que la desadsorción del agua no fue

promovida por temperatura.

En estas condiciones, el sistema de análisis de gas residual se mantiene a una presión base de 1.2X10<sup>-6</sup> Torr, que es el resultado de la suma de la presión parcial de la masa 17 y 18. Si es necesario que la presión base sea menor, entonces debe promoverse la desadsorción del agua por medio de un aumento de la temperatura en la cámara y también en la bomba turbo molecular. La presencia de masas provenientes de los vapores de aceite se puede evitar por medio de una trampa fría entre la bomba mecánica de paletas y la bomba turbo molecular.



#### Espectro base del sistema integrado

Figura 3.6 Espectro másico base del sistema integrado de análisis.

En la Figura 3.6, se presenta el espectro másico del sistema integrado. Al compararlo con los espectros de las Figuras 3.5 (a) y (b), es claro que la presión parcial de la masa 18 correspondiente al vapor de agua decrece en dos órdenes magnitud. Esto se debe al bombeo primario de la bomba turbo molecular colocada en una de las bridas de la cámara de proceso. Debe destacarse que la presión parcial de la masa 28 (N<sub>2</sub>) está en el mismo orden de magnitud a la del vapor de agua, esto quiere decir que la presión total del sistema integrado se reduce en un orden de magnitud.

En estas condiciones, el espectro base del sistema puede considerarse a partir de 8X10<sup>-8</sup> Torr, es decir, cuando se pretenda obtener un espectro másico, debe cumplirse que la presión parcial de los gases producto de la muestra sea mayor a la presión de la línea base. Si por el contrario la presión parcial generada por la muestra es menor a la presión de la línea base anterior, será necesario definir una nueva línea base, con el inconveniente de la presencia de otros picos, lo que ocasiona una interpretación menos precisa debido a los patrones de fraccionamiento de los gases de estudio, los cuales pueden coincidir con el espectro másico de la cámara sin carga.

Con objeto de evaluar el sistema integrado, se llevó a cabo una prueba de respuesta al nitrógeno, que consistió en introducir nitrógeno puro a través de la válvula de aguja.



Figura 3.7 Espectro másico con Nitrógeno puro (N<sub>2</sub>).

En la Figura 3.7, el espectro másico muestra una variación en las presiones parciales debido a la presencia del nitrógeno puro (masa 28) en el sistema. Con este resultado, la presión parcial del nitrógeno predomina y se concluye que el gas más abundante en la atmósfera de gas residual es, en primer lugar, la correspondiente al nitrógeno, y en segundo término las masas correspondientes al vapor de agua junto con la masa del nitrógeno monoatómico 14.

# 3.4 Analizador de Gas Residual integrado al sistema de vacío.

En esta segunda configuración, el analizador de gas residual tipo cuadrupolo está colocado directamente por una de las seis vías CF100 a la cámara de proceso.

La Fotografía de la Figura 3.8, muestra al analizador de gas residual en posición horizontal dentro de la cámara de crecimiento a través de la ventana frontal. En la brida izquierda está instalado el módulo electrónico para el analizador de gas.



- A) Brida superior de la cámara de proceso con válvula de flujo controlado, medidor de bajo vacío tipo Pirani y atravesador de movimiento.
- B) Puerta con ventana de vidrio Pirex
- C) Brida derecha para instalación de accesorios.
- D) Analizador de Gas Residual

Figura 3.8 Fotografía del analizador de gas residual dentro de la cámara de proceso.



Diagrama esquemático del Analizador de Gas Residual integrado al sistema de vacío.

# 3.4.1 Obtención del espectro másico base.

En esta configuración, el espectro másico base corresponde al gas residual de la cámara de procesos.

- Se hace vacío en la cámara de proceso del sistema, manteniéndola en un estado estacionario a la presión mínima alcanzable que es aproximadamente igual a 3.4X10<sup>-7</sup> Torr después de 2 horas de bombeo continuo sin carga externa, medido con un sensor de ionización de tipo cátodo frío, instalado directamente en la cámara de proceso.
- 2. Para obtener el espectro base, se abre la válvula de aguja para control de flujo.

 Cuando el sistema integrado alcanza la presión base, se obtiene el espectro másico.



Figura 3.10 Espectro base del Analizador de Gas Residual integrado al sistema de vacío.

En la Figura 3.10, se muestra el espectro base de la cámara de proceso. Como el sistema no está horneado al igual que en la primera configuración, la presión parcial del vapor de agua (masa 18) se mantiene por encima de 1X10<sup>-7</sup> Torr, por lo tanto la presión base del sistema, bajo estas condiciones es de 3.5X10<sup>-7</sup> Torr.

Si la condición de operación para un análisis de gas requiere de una presión base menor a la propuesta anteriormente, entonces el tiempo de bombeo debe ser mayor o se debe promover la desadsorción elevando la temperatura en el sistema, considerando la resistencia de los materiales componentes del sistema.

## 3.5 Sistema de Análisis de Gas Residual autónomo.

En esta tercera configuración, al sistema de Análisis de Gas Residual se le acopla un tubo capilar con una válvula de aguja para flujo controlado. Este versátil sistema, permite analizar gases de cualquier fuente externa.

El siguiente diagrama muestra detalladamente el sistema de análisis de gas residual.



Figura 3.11 Diagrama del Analizador de Gas Residual autónomo.

En la Figura 3.11, el analizador de gas residual se considera como un sistema independiente, ya que tiene su propio sistema de bombeo; y también la fuente generadora de gases no tiene elementos definidos por lo que su descripción detallada no es posible.

# 3.5.1 Obtención del espectro másico base.

En esta configuración, el espectro base se refiere al analizador, ya que la fuente externa de gas o vapores tiene su propia presión base de operación.



Figura 3.12 Espectro másico base del sistema de Análisis de Gas Residual autónomo.

En la Figura 3.12, el espectro base está dado por la presión parcial de los picos más representativos correspondientes a las masas 17 y 18. Bajo estas condiciones, la presión total de la cámara de proceso o del sistema resulta de sumar las presiones parciales de las masas 17 y 18 que es de 2.2X10<sup>-7</sup> Torr.

El método para llegar a la presión base en esta configuración es:

- 1. Se hace vacío a la cámara que contiene el analizador de gas residual.
- Se mantiene el sistema de análisis de gas residual en un estado estacionario a la presión mínima alcanzable durante 2 horas de bombeo continuo sin carga externa.
- 3. Se procede a obtener el espectro base.

De la experiencia que logré en el Taller de Vacío durante la evaluación de las tres configuraciones, se deduce que un analizador de gas residual es una herramienta versátil por su facilidad de instalación tanto en los equipos del Taller como en otros para diferentes aplicaciones. En el siguiente Capítulo presento los resultados finales, las conclusiones y dos configuraciones que permiten aumentar el campo de trabajo para este tipo de analizador.

# Capitulo 4.

# Resultados y conclusiones.

Los resultados obtenidos después de las evaluaciones hechas a las tres configuraciones presentadas en este trabajo se muestran a continuación.

La siguiente metodología se realizó para estudiar un gas o vapor desconocido.

### Sistema de análisis de gas residual acoplado a un sistema de vacío.

- 1. Se hace vacío en la cámara de proceso y en el sistema de análisis de gas residual.
- Después de 2 horas de bombeo continuo en los dos sistemas sin carga de gas, se abre la válvula de comunicación para integrar al analizador de gas residual con el sistema de vacío.
- Al pasar 20 minutos de bombeo continuo en el sistema ya integrado, se procede a obtener la presión base del sistema, considerando que a presión base más baja el sistema tendrá mayor sensibilidad en cuanto a las pruebas.
- 4. Se abre la válvula de aguja para introducir el gas o vapor desconocido a la cámara de proceso. Sin embargo, al no tener una referencia precisa en cuanto a la conductancia que proporciona la válvula de aguja y también para fijar la presión final del sistema, se repite este proceso hasta obtener una conductancia que permita tener al gas o vapor de prueba un suficiente tiempo en la cámara de proceso y así obtener el espectro.

Con la finalidad de optimizar esta configuración se propone lo siguiente:



Figura 4.1 Diagrama de la línea de vacío externo propuesta.

Este diagrama complementa a la primera configuración como una "línea de vacío externo", es decir, se realiza un bombeo continuo en toda la línea (tubo capilar) reduciendo la diferencia de presiones entre los extremos de la válvula de aguja. Con esto, es posible introducir pequeñas cantidades de gas o vapor de prueba en el sistema. También con este arreglo se garantiza que la conductancia en la "línea de vacío externo" sea muy pequeña y permita introducir por particiones a la cámara de proceso el gas o vapor de prueba.

Es necesario mantener cerrada casi por completo la válvula de cortina de la bomba turbo molecular que tiene la cámara de proceso, abrir totalmente la válvula de comunicación entre el sistema de análisis de gas residual y el sistema de vacío para "bombear" solamente con la bomba turbo molecular y la bomba mecánica de paletas que tiene instalado el analizador de gas residual. Bajo estas condiciones se puede controlar mucho mejor la presión final total que tendrá el sistema cuando la cámara de proceso contenga al gas o vapor de prueba.

# Sistema de análisis de gas residual integrado al sistema de vacío.

- Se hace vacío en la cámara de proceso durante 2 horas de bombeo continuo sin carga externa.
- Se obtiene la presión base del sistema (siempre que la presión base sea más baja, el sistema adquiere más sensibilidad) y por lo tanto las pruebas serán más precisas.
- Se abre la válvula de aguja para introducir el gas o vapor de prueba a la cámara de proceso.
- 4. Se procede a obtener el espectro para el gas o vapor de prueba.

Aunque la válvula de aguja es para flujo controlado, se necesita realizar más de una prueba para obtener la cantidad de gas o vapor suficiente dentro de la cámara, cerrando casi en su totalidad la válvula de cortina que tiene la bomba turbo molecular instalada en la cámara de proceso. Con estas condiciones de operación también es posible determinar la presión final total del sistema sin exceder los límites del intervalo de operación del analizador de gas residual, y así poder tener como resultado un buen espectro.

Para aprovechar y optimizar esta configuración, se puede instalar la "línea de vacio externo" presentado en la primera configuración realizando la misma función.

ESTA TESIS NO SALE DE LA BIBLIOTECA

#### Sistema de análisis de gas residual autónomo.

- Se hace vacío en la cámara que contiene al espectrómetro de masas tipo cuadrupolo.
- Se obtiene la presión base del sistema condicionada a la presión base de trabajo de la fuente de gas o vapores.
- Después de 2 horas de un bombeo continuo sin carga externa al sistema, se abre la válvula que comunica al analizador de gas residual con la fuente de gas o vapores.
- 4. Se procede a obtener el espectro.

Al ser esta última configuración la más versátil, es importante tener en cuenta las condiciones de operación de la fuente de gas o vapores. Con esto es posible determinar los instrumentos que se deben agregar a este sistema y así poder garantizar un mayor aprovechamiento durante las pruebas.

A continuación se presenta una optimización necesaria para esta configuración.



Figura 4.2 Complemento sugerido al sistema de análisis de gas residual independiente.

En esta configuración, se acoplan dos medidores de vacío (bajo y alto) con la intención de monitorear la presión total que tiene todo el sistema de análisis de gas residual ya que el software utilizado para este modelo de analizador no proporciona esta variable.

## Conclusiones

Al trabajar con este tipo de sistemas de vacío y con este modelo de analizador de gases residuales, se debe saber que los medidores de alto y bajo vacío tienen un <u>tiempo de</u> <u>respuesta</u>, es decir, durante el barrido que hace el espectrómetro de masas existe un tiempo de respuesta entre la introducción del gas o vapor, la medida de la presión total y la detección de los iones realizada por el espectrómetro, por lo cual se debe esperar

alrededor de unos 10 s. Para poder leer las presiones parciales del gas o vapores, también se debe tomar en cuenta que la ubicación de estos medidores dentro de la cámara influyen en el tiempo de respuesta.

Otra condición de operación tiene que ver con la instalación de las bombas turbo moleculares, esto significa que si la bomba se encuentra directamente conectada en una de las bridas de la cámara de proceso, entonces no permite analizar de manera precisa un gas o vapor en pequeñas cantidades. En la instalación de las bombas mecánicas de paletas es imprescindible instalar una trampa criogénica para reducir la migración de los vapores del aceite de trabajo hacia la zona de menor presión, que es la cámara de proceso o bien la cámara del espectrómetro.

El tener una alta sensibilidad en el sistema implica una presión base más baja. Esto quiere decir que los picos no significativos en uno o más órdenes de magnitud menores al de la presión base establecida, se convierten en picos o presiones parciales importantes durante el proceso de análisis y también en la interpretación de los espectros.

#### Aplicaciones

Debido a que un sistema de análisis de gas residual tiene la capacidad de realizar análisis cualitativos y cuantitativos, puede usarse en aplicaciones físicas, químicas o biológicas, destacando las siguientes:

 a) Monitoreo del gas atmosférico o gases en cámaras de proceso o bien en sistemas para la investigación, en donde se requiere de control de cada uno de los componentes de la mezcla.

62

- En la industria alimenticia para control de humedad y oxígeno.
- En la industria farmacéutica para evaluación de humedad.
- En la preparación de películas delgadas y recubrimientos para la industria eléctrica y electrónica.
- Cámaras de análisis de superficies en alto y ultra alto vacío como SIMS y Auger.
- b) Evaluación de la hermeticidad
  - En la industria alimenticia para monitorear en el tiempo la evolución de los gases contenidos en productos enlatados.
  - En cámaras de vacío, donde es necesario mantener una atmósfera limpia.
  - Detección de fugas con Helio o gases trazadores como hidrógeno o gas natural.
- c) Pruebas de adsorción y permeación.
  - Evaluación de gases adsorbidos en tuberías o líneas de alimentación.
  - Gases adsorbidos en tanques de almacenamiento.
  - Permeación de gases o vapores en filtros para la industria automotriz y aero espacial.
  - Permeación y adsorción en polímeros y plásticos.
  - Adsorción en películas delgadas y recubrimientos.
  - Investigación y desarrollo de materiales adsorbentes y permeación selectiva.

- d) Control de calidad en mezclado de gases
  - Gases de alta pureza
  - Mezclas especiales
  - Medida y control de gases para mezclas en procesos químicos.
  - En sputtering y evaporación reactiva.

las anteriores son sólo algunas de las aplicaciones del sistema que se integró y optimizó en el Taller de Vacío: es decir, el Taller cuenta con una herramienta versátil para su operación dentro y fuera de las instalaciones del nuevo edificio Tlahuizcalpan.
Apéndice 1



HARDWARE	
Mass Range Options	1-100, 1-200 & 1-300 amu standard 1-6, & 1-100 amu high performance optional
Maximum Operating Pressure*	7.6x10 <sup>5</sup> Torr (1x10 <sup>4</sup> mbar)
Minimum Detectable Partial Pressure*	Faraday: 1.5x10 <sup>11</sup> Torr (2x10 <sup>11</sup> mbar) Channelplate SEM: 3.8x10 <sup>14</sup> Torr (5x10 <sup>14</sup> mbar) Single channel SEM: 7.6x10 <sup>15</sup> Torr (1x10 <sup>14</sup> mbar)
Mass Stability	Better than ±0.1 amu over 8 hours at stable ambient temperature
Resolution	Better than 10% valley between peaks of equal height, throughout mass range
ANALYZER	
Bakeout Temperature	250°C (electronics dismounted)
Maximum Operating Temperature	200°C (Faraday mode only, electronics in horizontal orientation)
Mounting Flange	DN40CF (70 mm/2.75" OD) Conflat <sup>®</sup> Flange
Ion Source Options	Open, UHV, Closed and Cross-Beam
Ion Source Sensitivity	2x10 <sup>4</sup> A/mbar
Ion Source Parameter Variables	Electron energy: 20-100eV. Emission current: 0-5 mA. Ion energy: 0-10V. Ion extraction potential: 0 - minus 130 V (adjustable from PC)
UHV Analyzer Outgassing Spec	Less than 1x10 <sup>9</sup> mbar-l/s
Filaments	Twin tungsten (optional ThO <sub>2</sub> /Ir or Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /Ir)
CONTROL UNIT/PC	
MicroVision Plus Electronics Module Weight	2.1 kg
Power	24 VDC, 3.4 A external supply (included)
Maximum Ambient Operating Temperature	35°C, 80% RH (non condensing)
LED Status Indication	Filament 1, filament 2, SEM, power & communications
MicroVision Plus I/O Capability	RGA for Windows: 4 analog inputs (1 for external gauge reading), 12 TTL output signals; Process Eye 2000: 4 analog inputs (0-10V, 16 bit), 1 analog output (0-10V, 16 bit), 16 digital TTL I/O, 1 opto-isolated filament control input
I/O Capability (optional PC based)	Process Eye 2000: Generic I/O card support for ISA slots, DTS300 I/O card support for PCI slots, Modbus/GEM SECS support for some product configurations
Other Facilities	Leak-check audio headset socket with volume adjustment, external filament-protect speaker and socket, instrument reset
Software	Software: RGA for Windows: Windows 3.1, 3.11, 95/98*, NT 4.0*, Millennium* and 2000* compatible: Process Eye 2000; fully network compatible control platform generating under Microsoft* Windows NT 4.0, 98, Me, 2000* or XP* (recommended) *Contact MKS for degree of functionality
MicroVision Plus Communications (baud rate & max. distance)	RGA for Windows: RS232C, 9600 baud, 15 m (50ft) maximum; Process Eye 2000: RS232C, 9600 baud, 15 m (50ft) RS422, 115000 baud, 1.2 Km (4000ft)
Recommended PC Spec	Pentium III 233 MHz, 64MB RAM, 6 GB disk drive. Multi-sensor installations may require higher specifications.
OPTIONS AND PLUG-IN MODULES	
Radiation Resistant Extenders for Remote Location of Electronics	Two optional extender lengths available: 3 meters & 15 meters
Remote Vacuum Controller (RVC)	Provides interlocked PC-based control of differentially pumped vacuum system
Valve Actuator	Converts TTL logic signals to multiple 24 volt output signals
Valve Controller	Provides automated PC-based control of multi-way valve manifold
SHIPPING INFORMATION	
Complete Instrument Shipping Weight	10 kg
MicroVision Plus Packaging Dimensions	430 mm x 390 mm x 330 mm

## Bibliografía.

- [1] Berman, A., Vacuum Engineering Calculations, Formulas, and Solved Excercises, Academic Press, Inc., 1992.
- [2] Ib Idem [1] pags. 7-9.
- [3] O'Hanlon, J.F., A User's Guide to Vacuum Technology, John Willey & Sons, Second Edition, 1989. pags. 122-130.
- [4] Drinkwine, M.J., Lichtman D., Partial Pressure Analyzer and Analysis, The Education Committee, American Vacuum Society, 1979. pags. 3-17.
- [5] Roth A., Vacuum, Pergamon Press, Second Edition, 1992.
- [6] Ib Idem [4] pags. 23-25, 34-35, 45-56.
- [7] Lewin, G., Fundamentos de la Ciencia y Técnica del Vacío, Editorial Aguilar, 1980.
- [8] Nota Técnica. Cruz-Manjarrez H., 2002.
- [9] Ib Idem [1], Capitulo 5.
- [10] Ib Idem [1], Capitulo 6.
- [11] Spectra Reference, RGA Application Boletin 208, Spectra International.
- [12] Technical Note, The Advantage of a Mobile RGA Sampling System, Leybold Inficon Inc., 1998.
- [13] Technical Note, Residual Gas Analyzer for Contamination Checking, Leybold Inficon Inc., 1998.
- [14] Technical Note, The Application of a RGA for Helium Leak Detection Leybold Inficon Inc., 1993.
- [15] Technical Note, the Use of Quadrupole Mass Spectrometry to Detect Sub-PPM Lebel Contaminants in Gas-Phase Samples and Processes, Leybold Inficon Inc., 1996.
- [16] Manual de Operación de una Bomba Mecánica de paletas deslizantes, Alcatel Vacuum Products.
- [17] Manual de Operación de una Bomba Turbomolecular, Alcatel Vacuum Products.
- [18] Manual de Operación de un RGA Spectra, Instruments.