

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
INSTITUTO DE FÍSICA “GLEB WATAGHIN”

F530A – Instrumentação

Relatório Final: Programação e
Dimensionamento de um
Equipamento Baseado num
Espectrômetro de Massa

ALUNO: Lucas Ferrari de Carvalho Costa
e-mail: lucas.prk@gmail.com
ORIENTADOR: Prof. Dr. Carlos Alberto Luengo
e-mail: luengo@ifi.unicamp.br
COORDENADOR: Prof. Dr. José Joaquin Lunazzi



2ºSemestre 2009
Campinas - SP – Brasil

Resumo

O Grupo de Combustíveis Alternativos desenvolve pesquisas nas quais se faz necessária à análise de gases provenientes dos respectivos processos, assim optou-se pela montagem e construção de um equipamento com um espectrômetro de massa como detector.

Este projeto de iniciação científica propôs a automação do controlador lógico programável e estudo da técnica de espectrometria de massa para depois caracterizar os parâmetros do equipamento.

A automação visou fazer com que o equipamento fosse ligado e desligado automaticamente, além de fazer os controles de segurança, em geral, e temperatura do sistema, no qual temos a câmara de vácuo e o capilar que leva o gás até a câmara. Controlando a temperatura do capilar evitamos que o gás se condense no interior dele, o que prejudica as análises a serem feitas, pois não podemos ter líquido no interior da câmara.

Introdução

O Grupo Combustível Alternativo (GCA) do Instituto de Física Gleb Wataghin há vinte anos tem-se dedicado à pesquisa fuligem de carbono e seus particulados de tamanhos maiores resultando na síntese de Nanotubos de Parede Simples (NTPS) e outros nano-objetos utilizando-se o método do Arco Elétrico. Pesquisa em gaseificação de hidrocarbonetos principalmente insumos de final de processo no refino de petróleo. Outras duas linhas estão ocupadas com a remediação de resíduos perigosos com a utilização de plasma térmico.

Em todas essas linhas há a produção de gases de reação necessitando-se sua análise, assim foi implementada uma técnica, Espectrometria de Massa (EM) que atenderá a todas as linhas atuais de pesquisa do GCA.

O estudo termodinâmico e da cinética de reações pode ser feitos utilizando-se um espectrômetro de massa como sugerido por Auciello et al [1,2] onde se permitindo que amostras ionizadas saiam do reator e sejam analisadas pela EM via análise de fluxo ou por pressão parcial.

Os primeiros espectrômetros datam da década de 1950, cujos primeiros forneciam apenas alguns espectros de massa por dia através da medida do raio de um íon acelerado por um campo elétrico devido a uma diferença de potencial V , que entra em uma câmara separadora na qual é submetido a um campo magnético B perpendicular a trajetória do íon. O campo magnético faz com que o íon se mova em um semicírculo atingindo assim uma placa fotográfica a uma distância x (raio) que é dado em função de sua massa que varia de íon para íon dependendo do elemento químico. Através da seguinte equação: $m(r) = (B^2qr^2)/8V$ [3].

Hoje em dia com toda a evolução tecnológica, temos sistemas altamente automatizados que são capazes de produzir muitos espectros por dia, quando usada uma rotina de trabalho específica. Uma grande gama de métodos de ionização é utilizada hoje em dia para fazer essas análises, no nosso caso em específico foi utilizado o instrumento de medição baseado em um quadrupolo, principalmente pelos seguintes motivos: i) rápida transmissão de informação, ii) são leves, compactos e de baixo custo, iii) os íons podem ser acelerados a baixas diferenças de potencial, e iv) permite altas velocidades de análise da amostra [2].

Com a escolha de um quadrupolo a intenção é a velocidade e automação do processo de análise, foi montado um Analisador Residual de Gases (ARG) e um sistema de preparação de misturas gasosas acoplados a um Controlador Lógico Programável (CLP) onde foi desenvolvido um firmware próprio programado pelo aluno. Este sistema pode ser acessado diretamente ou via rede de Ethernet.

Atividades Desenvolvidas

- **Resultados Atingidos**

Foi possível através da leitura dos manuais do equipamento buscar os principais parâmetros que poderiam ser usados na programação. O equipamento em questão encontra-se na Figura 1 a estrutura física e na Figura 2 a instalação eletroeletrônica. Assim a programação foi feita conforme pode ser vista nas Figuras 3 e 4. O programa fornece os parâmetros de segurança do equipamento, para ver se não está ocorrendo nada de errado, controla as funções de fazer vácuo na câmara e controla a temperatura através de um sistema de PID, onde é possível ver as pressões na câmara, e as

temperaturas no capilar e na câmara pelo programa usando um pequena conversão de bits para volts e assim encontrar o valor dele nas medidas convencionais.



Figura 1: Equipamento a qual é destinado o Firmware

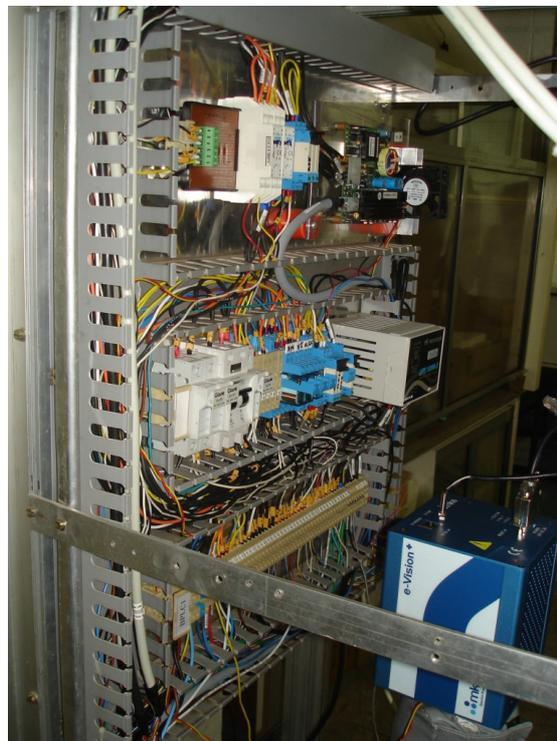


Figura 2: Montagem eletroeletrônica

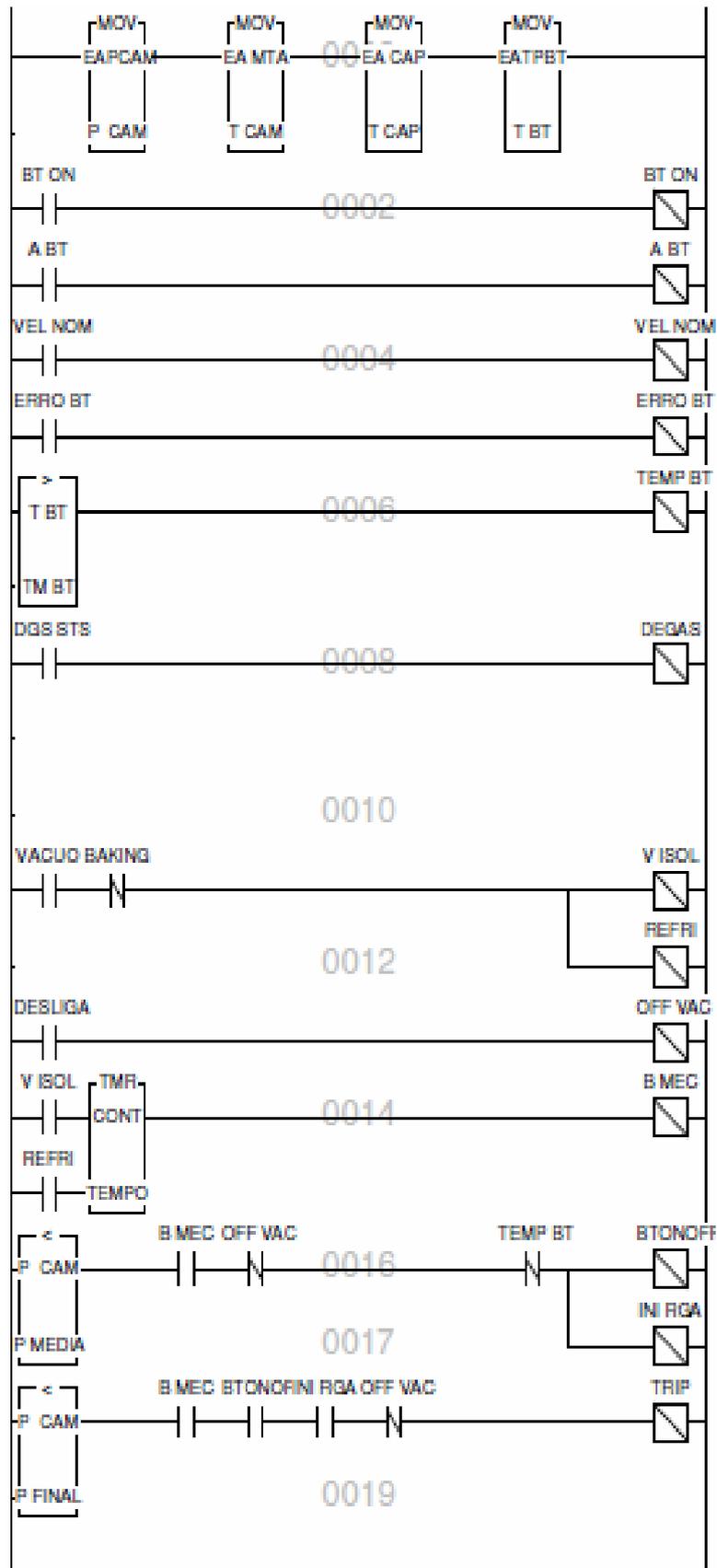


Figura 3: Firmware parte 1

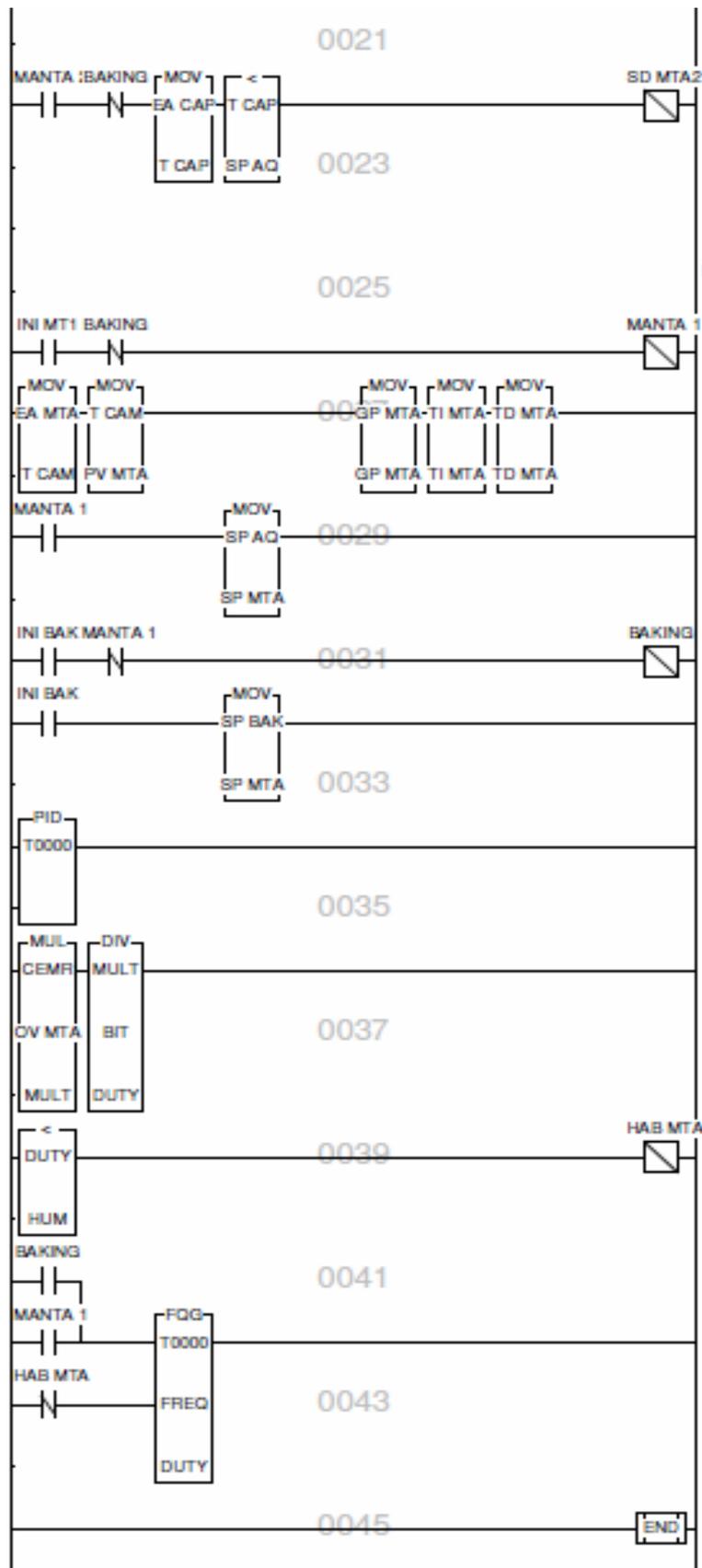


Figura 4: Firmware Parte 2

- **Problemas encontrados**

Com o programa pronto foi iniciado a parte de testes com a injeção de gases na câmara, porém neste ponto começamos a ter problemas, pois a pressão na câmara começou a oscilar muito, fazendo com que o filamento do espectrômetro se desligasse impedindo a medição, assim procuramos primeiro por um vazamento na câmara de vácuo onde não foi encontrado nenhum que pudesse fazer a pressão oscilar tanto, tinha um vazamento no local da entrada de gases, mas que não era capaz de causar um oscilação com as que estavam sendo vistas.

Como segunda hipótese, pensamos que o sensor de vácuo pudesse estar não estar calibrado, assim começamos a fazer testes juntamente com o Laboratório de Vácuo do IFGW, UNICAMP a fim de verificar se este estava medindo corretamente. Para isso para termos certeza de que estaríamos obtendo os valores esperados, foi calibrada a entrada analógica do CLP eZAP900, que é o usado para controlar o processo para podermos fazer os testes, foram feitos 2 testes, que foram interrompidos por conta das férias do funcionário do Laboratório de Vácuo e em seguida mais 3 testes, mesmo assim não foi possível obter uma conclusão se estava calibrado ou não, já que seriam necessários mais testes.

E por ultimo que também esta dando problemas é a parte eletrônica da bomba turbomolecular, pois a mesma esta ligando e desligando por conta própria sem obedecer aos sinais que são emitidos pelo CLP de ligamento e desligamento da mesma, mas por conta de não termos uma precisão do sensor de vácuo não é possível solucionarmos este problema.

Assim como surgiram problemas eletrônicos na parte de vácuo não foi possível fazer as medidas de volume estático e dinâmico do equipamento, nem medir sua condutância.

Conclusão

O firmware para o equipamento foi desenvolvido e atendeu aos propósitos que lhe cabiam, porém surgiram problemas eletrônicos que não foram possíveis de resolver prejudicando as medidas de volume estático e dinâmico e de condutância do sistema. Mesmo com todos estes problemas foi possível se aprofundar em sistemas de vácuo

como buscar vazamentos e medidas dos mesmos, já na parte eletrônica, para a calibração do CLP e no circuito eletrônico do equipamento para que fosse possível encontrar qual o problema que existe na bomba turbomolecular através da análise de seu mapa eletrônico. Com isso apesar de não ter sido atingido o objetivo final, foi possível fazer o principal que era a programação do equipamento e também os problemas que apareceram fizeram com que eu aprendesse bastante em cima dos temas abordados pelo projeto como o sistema de vácuo, sistema eletro-eletrônicos, e dispositivos de controle de temperatura.

Referências

[1] O. Auciello, D.L. Flamm (ed.), Plasma Diagnostics, Discharge Parameters and Chemistry, vol 1, Acad. Press, Inc. , London (1989) p.p. 185 – 191.

[2] Gross J.H., Mass Spectrometry – A textbook, Springer Verlag, Berlim (2004) p.p. 1 – 10 e p.p. 145 – 153.

[3] Halliday D., Resnik R., Walker J., Fundamentos de Física, vol 3, LTC, Rio de Janeiro (2003) p.p. 137 – 155.

[4] [http:// www.ece.ufrgs.br/~jmgomes/pid/Apostila/apostila/node24.html](http://www.ece.ufrgs.br/~jmgomes/pid/Apostila/apostila/node24.html)

ultimo acesso 15/09/2009

[5] <http://www.unb.br/iq/pg/espectroscopia/Espectroscopia%20de%20Massa-PG-2007-2.pdf>

ultimo acesso 16/09/2009

[6] <http://profs.ccems.pt/PauloPortugal/physica/e-m/em.htm>

[7] <http://sassine.br.tripod.com/Texto-atecap1.htm>

[8] <http://qopn.iqsc.usp.br/files/2008/05/cursoem-2.pdf>

[9] [http://www.linde.com/International/Web/LG/Br/like35lgspgbr.nsf/docbyalias/appl_](http://www.linde.com/International/Web/LG/Br/like35lgspgbr.nsf/docbyalias/appl_mass)
mass

Declaração do Orientador

A estrutura mecânica e eletrônica do Espectrômetro de massa, já esta montada, cabendo ao aluno automatizar o sistema através de um CLP baseado na linguagem LADDER, o programa de automatização foi elaborado tornando o equipamento operacional mas, após colocar o mesmo em operação foram encontrados problemas eletrônicos primeiro no sensor de vácuo, no qual foram feitos testes para sua calibração, e também existem problemas na bomba turbomolecular, que não foi possível solucionar comprometendo as medições de volume estático, dinâmico e a de condução do equipamento, precisando-se um pouco mais de tempo para concluir.