

Automatización del Sistema de Manipulación de Muestras de un Espectrómetro de Masas por Tiempo de Vuelo

C. Campaña¹ K. Espinoza² A. Rodas³ C. Costa⁴

Escuela Politécnica Nacional

E-mail: crisalex6@yahoo.com.mx

E-mail: kittyep152@yahoo.com

E-mail: ana.rodas@epn.edu.ec

E-mail: cesar.costa@epn.edu.ec

Resumen— En este proyecto se diseñó e implementó un sistema de manipulación de muestras del Espectrómetro de Masas por tiempo de vuelo del Departamento de Física. Se modificó la parte mecánica del soporte y se diseñó un software de control y monitoreo. El control de los motores permiten a la plataforma moverse en los ejes X, Y y Z. El HMI en LabVIEW tiene dos modos de operación: manual y programable. El monitoreo en el modo manual se realiza por medio de una cámara de video que tiene un sistema de enfriamiento. Se incrementó la capacidad de análisis del porta muestras en un 300%, además 69 puntos de disparos dentro de cada muestra en el mando manual y 58 puntos en el mando programable.

Índices— espectrómetro de masas, cámara de alto vacío, celda Peltier, motores a pasos, video cámara.

I. INTRODUCCIÓN

La espectrometría de masas es de gran utilidad para determinar la composición de compuestos conocidos y desconocidos, además que se está usando esta técnica en diferentes ramas de la ciencia y la investigación, como en arqueología, geología, petróleos, biología, microbiología, criminalística, entre otros.

En el presente trabajo se tiene el diseño y construcción del sistema de manipulación de muestras en el espectrómetro de masas por tiempo de vuelo del Departamento de Física de la Escuela Politécnica Nacional, por pedido de los usuarios permanentes del MALDI quienes trabajaban con un sistema sin automatización que no les permitía realizar sus estudios y pruebas de manera confiable.

Como solución a la ausencia de visualización dentro de la cámara de vacío se implementa un sistema de monitorización de video, con un sistema de enfriamiento especial utilizando un elemento Peltier, debido a que el prototipo se encuentra en un ambiente de alto vacío no tiene una atmósfera disipativa de calor. El sistema de enfriamiento con el Peltier se realiza mediante la técnica de PWM (Pulse-width modulation).

Gran parte del diseño involucra modificaciones importantes dentro de la cámara de vacío del instrumento. El sistema anterior solamente contaba con un porta muestras que permitía alojar 8 muestras, sin posibilidad de hacer un barrido en busca de puntos de disparo adecuados, ni de controlar el enfoque del láser. El nuevo sistema implementado permite introducir y analizar 25 muestras que están ubicadas en una matriz de 5X5 y realizar un barrido dentro de cada muestra.

Adicionalmente, se ha desarrollado un sistema de análisis con un control manual y programable que permitirá al experimentador manejar el sistema adecuadamente. Esta opción posibilitará explorar las muestras, y buscar puntos buenos para análisis dentro de ellas, tanto manual como automáticamente, mejorando notablemente el control del punto exacto del disparo permitiendo un análisis fiel y eficiente de las muestras lo que con el sistema anterior era imposible.

II. DISEÑO E IMPLEMENTACIÓN DEL HARDWARE DEL SISTEMA

A. Requerimientos del Sistema

Para el correcto funcionamiento del sistema se ha diseñado y construido un mecanismo que permite el movimiento del porta muestras. El cual tiene dos modos de trabajo, el modo manual y el programable. En el modo manual se utiliza un joystick y un HMI para realizar los movimientos tanto entre muestras como dentro de las mismas. También se puede observar en un HMI la imagen en tiempo real del porta muestras mediante la una cámara de video que tiene incluida iluminación LED. La circuitería de la cámara se enfría por medio de una celda Peltier que tiene un control PWM, generado por un microcontrolador. En los dos modos de operación se envía la señal de activación del rayo láser ultravioleta que se utiliza para vaporizar la muestra.

En la figura 1 se tiene el diagrama de bloques del sistema.

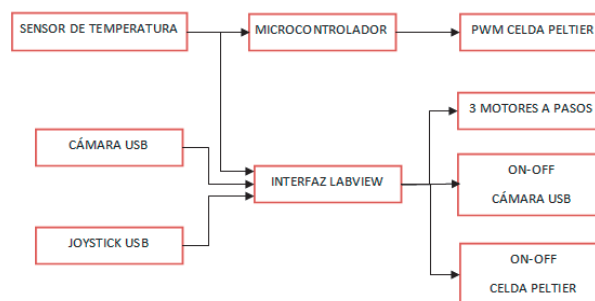


Fig. 1 Diagrama de Bloques del Sistema.

B. Diseño de la Estructura Mecánica

Para el diseño de la estructura mecánica se tomó en consideración que los materiales conductores y no contaminantes podían ser al acero, aluminio y cobre, mientras que para los materiales no conductores se eligió a demás por su dureza a la baquelita. Para la construcción de la placa porta muestras se definió que debían ubicarse en una matriz de 5x5, en radios circulares de 1.5mm como se muestra en la figura 2.

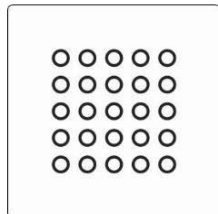


Fig. 2 Placa porta muestras

La transmisión del movimiento del eje Y se lo realiza por medio una leva (Fig.3), mientras que en los ejes X y Z mediante tornillos sin fin 39 y 38 respectivamente (Fig.4).



Fig. 3 Leva.

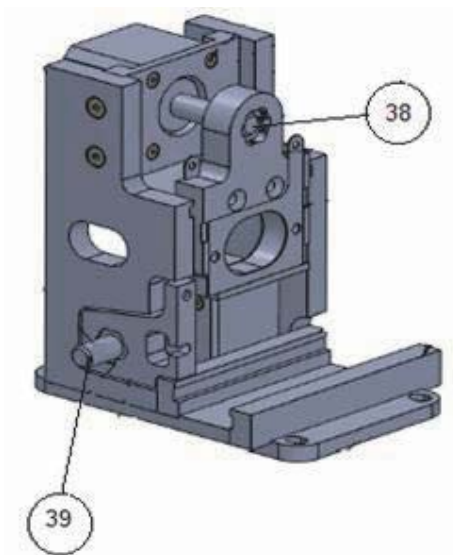


Fig. 4 Conjunto movimiento eje X y Z.

C. Hardware

1) Tarjeta de Adquisición de Datos y Microcontrolador

Las señales de activación son enviadas por la tarjeta de adquisición de datos NI-USB-6009 mostrada en la figura 5.

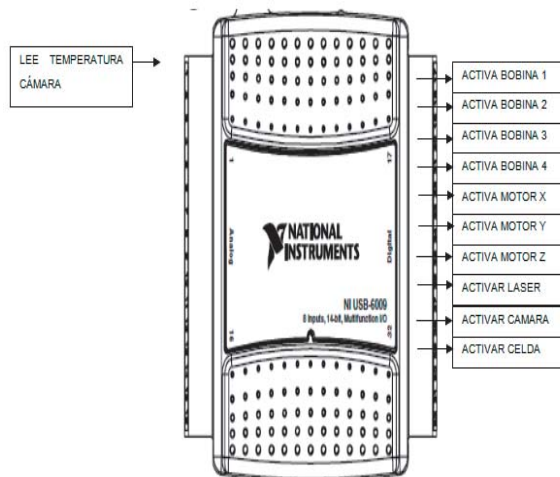


Fig. 5 Entradas y salidas DAQ NI-USB6009.

2) Control de movimiento de los motores a pasos

El movimiento de la plataforma en los ejes X, Y y Z se realiza por medio de 3 motores a pasos. Los puentes H manejan los motores a pasos en sentido bidireccional. En la figura 6 podemos observar el manejo del motor X.

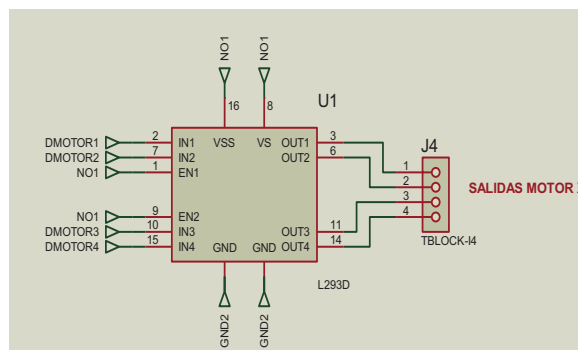


Fig. 6 Activación de las bobinas del motor X.

3) Sistema de Enfriamiento de la Cámara de Video

La cámara de video que se encuentra ubicada dentro de la cámara de vacío permite observar en tiempo real al porta muestras en el modo manual, por las condiciones en la que se encuentra su circuitería se sobrecalienta por lo que se implementó un sistema de enfriamiento mediante el control PWM del voltaje de alimentación de la celda Peltier que es la que enfría sus circuitos. El control PWM lo realiza un microcontrolador Atmega 16. El circuito on/aff de la cámara permite que esta al llegar a su temperatura de seguridad de 50°C se apague para evitar que se quemé, además que en cualquier momento el usuario pueda apagarla.

Para el sistema de enfriamiento se genera un PWM para la alimentación de la celda Peltier, dependiendo de la señal de temperatura de la cámara de video que envía el sensor de temperatura LM35. Como se puede ver en la figura 7.

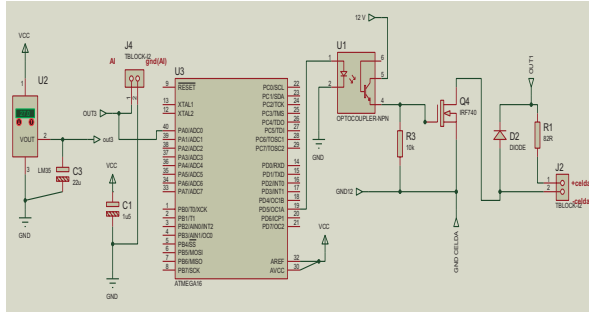


Fig. 7 Circuito de Enfriamiento de la cámara de video.

III. SOFTWARE DEL SISTEMA

En este capítulo se muestra todos los aspectos tomados en cuenta para el desarrollo del software de control del movimiento de la plataforma de soporte para las muestras a analizar en el espectrómetro de masas y su respectivo monitoreo en una HMI en LABVIEW 2011, así como también el software de control para micro controlador ATMEGA 16 que permite el enfriamiento de la cámara de video que se encuentra dentro del MALDI en el entorno de programación BASCOM AVR.

A. Desarrollo del Software en LABVIEW 2011

1) Movimientos en los ejes X, Y y Z

Los movimientos en los tres ejes se consiguen por medio del control de tres motores a pasos bipolares, por lo que se necesita una señal de activación al motor respectivo según sea el caso. Cada motor tiene cuatro bobinas, por lo cual se necesitan cuatro señales de activación que serán conectadas al controlador del motor que es un puente H.

En el eje X el usuario puede realizar movimientos horizontales dentro de la muestra o para cambiar de muestra. El motor que permite este movimiento está anclado a un tornillo sin fin de 16 hilos/pulgada, y el motor a pasos se mueve 1.8 grados/paso.

En el eje Y el usuario puede realizar movimientos verticales dentro de la muestra o para cambiar de muestra. El motor que permite este movimiento está anclado por su eje a una leva circular que dependiendo del sentido de giro del motor permite subir o bajar la plataforma; el motor a pasos se mueve 1.8 grados/paso. En la siguiente figura se muestra la distribución de pasos para cada eje.

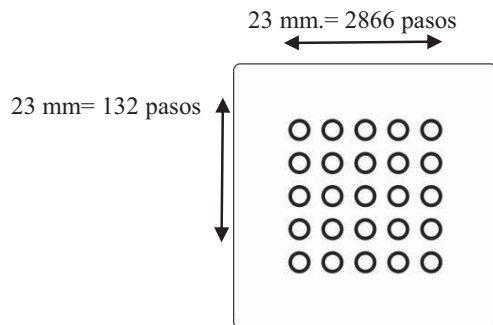


Fig. 8 Resolución eje X y Y.

En el eje Z se controla el movimiento hacia adelante o hacia atrás, cambiando únicamente el sentido de giro del motor a pasos, para acercar o alejar el electrodo de extracción que

permite mejorar los espectros ya que incide en el tiempo de vuelo de los iones. El mecanismo utilizado es el mismo que para el eje X, por lo que se tiene la misma resolución de $8,03 \times 10^{-3} \text{mm/paso}$.

2) Modos de operación del Sistema

En la ventana de inicio el usuario escoge el modo de operación que quiere usar el manual o el programable, además puede decidir reiniciar la posición actual de la plataforma de soporte del porta muestras. En la siguiente imagen se muestra el diagrama de flujo del proceso de inicio.

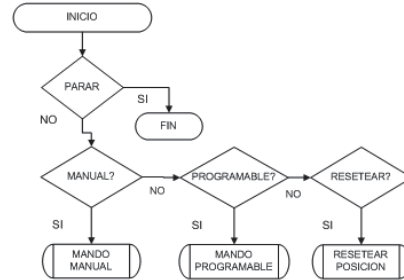


Fig. 9 Proceso de inicio.

3) Modo de operación Manual

En este modo el usuario controla la posición de la plataforma, tanto por un joystick como por unos cursores en pantalla, escoge cuando y cuantos disparos realizar y controla el encendido o apagado de la cámara de visualización de las muestras dentro de la cámara de vacío. Además el usuario, en cualquier momento, puede decidir un reinicio de la posición, de esta manera la plataforma regresa a una posición inicial que es la muestra C5.

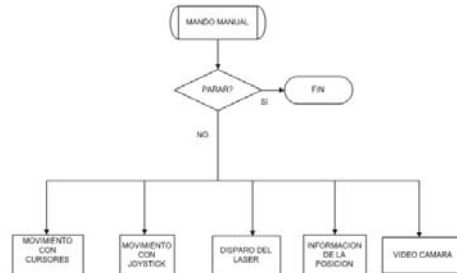


Fig. 10 Modo Manual.

Los movimientos entre muestras y dentro de las muestras, así como también el control de los disparos del láser se pueden realizar por medio de un joystick.





Fig. 11 Joystick.

El control de la distancia del electrodo de extracción permite mejorar los espectros, por lo que es útil para el usuario eventualmente modificar esta distancia que inicialmente tendrá un valor mínimo de 5mm. El usuario puede aumentar o disminuir desde 12mm hasta un valor mínimo de 5mm.

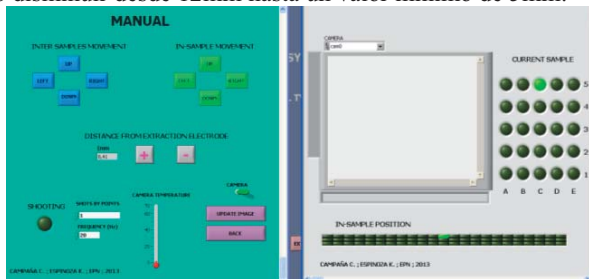


Fig. 12 Ventana del modo Manual.

4) *Modo de operación Programable*

En este modo de operación el usuario elige una secuencia de muestras en las que desea realizar los análisis de espectros, de qué forma quiere realizar los disparos, ya sea en el centro de la muestra o en forma de espiral donde tendrá 58 puntos de impacto dentro de la muestra y también cuantos disparos se realizarán en cada punto de impacto. Una vez guardados estos datos elegidos por el usuario el programa empezará a trabajar.

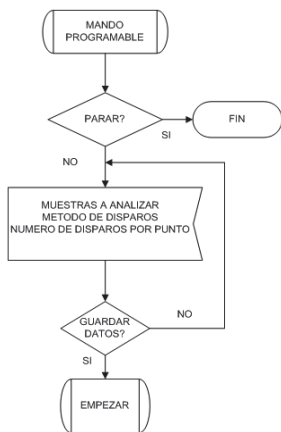


Fig. 13 Modo Programable.

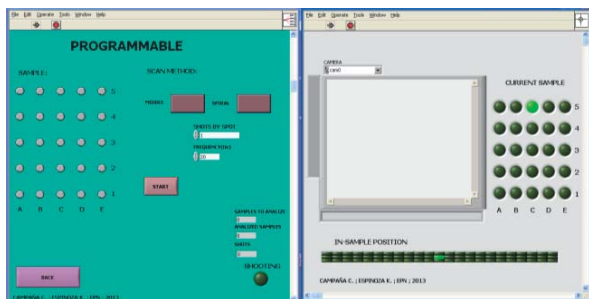


Fig. 14 Ventana del Modo Programable.

5) *Posición de extracción de la placa porta muestras*

El usuario, en cualquier momento, o cuando necesite cambiar de placa porta muestras deberá regresar a la posición inicial del sistema que es la muestra C5, cuyo valor para la posición x es 1404 y para la posición y es 8.

B. *Desarrollo del Software del Sistema de Enfriamiento de la cámara de video*

Para evitar el sobrecalentamiento de la cámara de video que se encuentra en alto vacío, se elaboró un software para enfriar la cámara de video en la plataforma de programación BASCOM AVR, este programa se encuentra compilado en un micro controlador ATMEGA 16.

Para conseguir que la cámara de video funcione correctamente, su temperatura debe estar bajo los 50°C, por lo que se utilizó una celda Peltier para su enfriamiento. La temperatura cámara de video es sensada mediante un LM35 y es el setpoint. Se realiza un control PWM (Modulación por ancho de pulso) para la celda Peltier, técnica que permite variar la cantidad de energía que se envía a la carga mediante el control del ciclo de trabajo de la señal periódica.

IV. PRUEBAS Y RESULTADOS

A. *Pruebas del Software del sistema*

Antes de poner al sistema en funcionamiento se probó el correcto trabajo del software y del HMI diseñado en LabVIEW.

1) *Prueba del Modo Manual*

Para este modo de operación se comprobó el funcionamiento del joystick, de los cursores en pantalla, se garantizó el envío adecuado de pulsos para cada motor, activación y desactivación de todas las señales involucradas. Estas pruebas se realizaron monitoreando pantallas de activación de variables y de señales.

2) *Prueba del Modo Programable*

En este modo de operación se comprobó el correcto ingreso, archivo y uso de los datos de las muestras a analizar ingresados por el usuario. De la misma manera que para el modo manual se utilizó pantallas de monitoreo de activación de variables y señales.

B. *Pruebas del Hardware del sistema*

1) *Prueba de Movimiento de la plataforma*

Se realizó una primera prueba del sistema en funcionamiento, en especial del movimiento de la plataforma de soporte del porta muestras en los tres ejes utilizando el joystick y los cursores en pantalla usando el modo de operación manual. Esta prueba permitió verificar que los rangos establecidos con respecto al número de pasos de cada motor era el correcto para cada muestra, notando que para el eje de movimiento vertical era necesario modificar la velocidad de movimiento del motor respectivo, ya que si dicha velocidad era muy alta la plataforma parecía no moverse en los rangos esperados, pero con la velocidad adecuada el movimiento en este eje era el correcto.

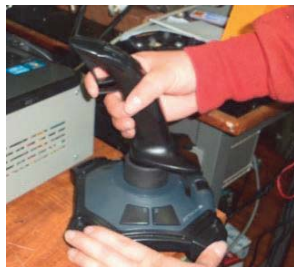


Fig. 15 Prueba de Movimiento con el Joystick.

2) *Prueba de la cámara y del sistema de enfriamiento*
Se comprobó el correcto funcionamiento del software de la cámara de video, así como también el sistema de enfriamiento de dicha cámara.



Fig. 16 Prueba de la cámara de video.

Físicamente se logró ubicar a la cámara de video en otra posición de manera que pudo disipar más el calor consiguiendo un aumento del tiempo de funcionamiento de 18 a 23 minutos, es decir aproximadamente aumentó un 30%(Figura 17).

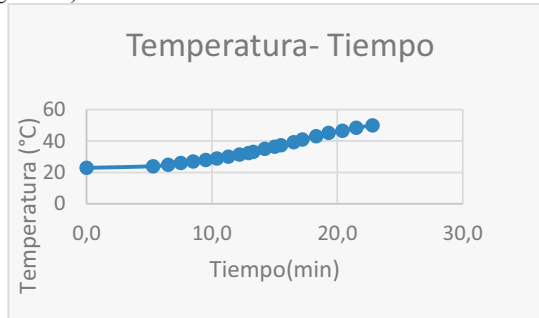


Fig. 17 Gráfico de Comportamiento Temperatura-Tiempo de Funcionamiento



Fig. 18 Sistema Completo.

V. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

A. Conclusiones

Se implementó una plataforma que permite el movimiento del porta muestras del espectrómetro de masas de tiempo de vuelo sobre el eje $X-Y$ y del electrodo de extracción en el eje Z , mediante la construcción de una estructura electro-mecánica, circuitería electrónica dedicada y programas de control adecuados. Esta plataforma está acompañada de un sistema de monitorización visual por medio de una cámara de video digital, la misma que cuenta con un dispositivo de enfriamiento. Para el control de la plataforma se tienen dos modos de operación Manual y Programable incluidos en el software desarrollado.

Con esta plataforma, se incrementó la capacidad de análisis del porta muestras de 8 a 25 muestras (~300%). En el nuevo sistema se tienen 69 puntos de disparos dentro de cada muestra en el mando manual y 58 puntos de impacto en el mando programable para una forma de barrido en espiral.

La alarma de temperatura permite que la cámara de video se apague a un set point de temperatura de 50 °C, permitiendo que la misma no sufra daños por sobre temperatura. Con esta temperatura límite, el periodo máximo de operación continua alcanza los 23 minutos, lo que permite trabajar de manera conveniente. La plataforma puede seguir operando sin supervisión visual de manera normal. El sistema visual puede volver operarse luego de un tiempo de enfriamiento adecuado (entre 5-10min).

La automatización del sistema de manipulación de muestras del espectrómetro de masas por tiempo de vuelo MALDI, cumple con todos los objetivos planteados y discutidos con los usuarios permanentes del sistema. Se consiguió mejorar de manera notable el volumen de análisis. Adicionalmente, el nuevo sistema provee de una mayor precisión para posicionar los puntos de impacto del láser, gracias a la capacidad de control del movimiento de la plataforma y, la visualización remota de las muestras dentro de la cámara de vacío. Todo esto de manera automática o manual.

B. Recomendaciones

Antes de la utilización del sistema se recomienda leer el manual de usuario y realizar pruebas de familiarización con el software del sistema, además de verificar la correcta conexión los cables USB y del cable del poder antes de la utilización del sistema.

Para proyectos de control es necesario la utilización de una computadora dedicada, es decir de uso único para esta aplicación, para mejorar la respuesta del software.

VI. REFERENCIAS

- [1] R. L. Acosta Guevara, Sistema de Adquisición de Datos para un Espectrómetro de Masas por Tiempo de Vuelo, Quito: EPN, Junio del 2000.
- [2] G. D. Lisci, «UNAM,» [En línea]. Available: http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/4.1InstrumentacionEspectrometriadeMasas_2462.pdf. [Último acceso: 2013].
- [3] D. C. César, «Ablación de sólidos (como una aplicación del láser) y su combinación con espectrometría de masas para análisis clínico,» Quito.
- [4] U. Alicante. [En línea]. Available: <http://rua.ua.es/dspace/bitstream/10045/8249/4/T5masas.pdf>. [Último acceso: 05 2013].
- [5] A. Requena, R. Quintanilla, J. M. Bolarín, A. Vázquez, A. Bastida y L. M. Tomás, «UNIVERSIDAD DE MURCIA,» [En línea]. Available: <http://www.um.es/LEQ/Atmosferas/Ch-V-1/F51s8p1.htm>. [Último acceso: 04 2013].
- [6] Muñoz, Vega, Ferreira, Sánchez y González, «ELSEVIER,» 2012. [En línea]. Available: <http://www.elsevier.es/es/revistas/enfermedades-infecciosas-microbiologia-clinica-28/aplicaciones-proteomica-laboratorio-microbiologia-clinica-90150147-revisiones-2012>. [Último acceso: 04 2013].
- [7] N. Instruments. [En línea]. Available: http://zone.ni.com/reference/en-XX/help/370466V-01/device_pinouts/6009pinout/. [Último acceso: agosto 2013].

INGENIERA CRISTINA ALEXANDRA CAMPAÑA ENRÍQUEZ



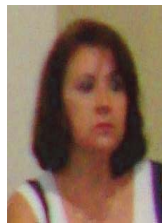
Nació el 6 de Septiembre de 1986 en Ambato. Sus estudios secundarios los realizó en los colegios “Natalia Jarrín” y en la “Unidad Educativa Domingo Savio” de la ciudad de Cayambe, obteniendo el título de Bachiller en Ciencias Exactas y Naturales. Sus estudios superiores los realizó en la Escuela Politécnica Nacional, obteniendo el título de Ingeniera en Electrónica y Control. Actualmente labora como docente en la Escuela Politécnica Nacional en la Facultad de Electrónica y Control y cursa la Maestría en Ingeniería Industrial y Productividad. Sus áreas de interés son: la automatización e instrumentación y el control industrial.

INGENIERA KATIUSKA EVELYN ESPINOZA PÉREZ



Nació el 12 de Mayo de 1987 en Quito, sus estudios secundarios los realizó en el Colegio “Simón Bolívar” obteniendo el título de Bachiller en Ciencias especialidad Físico Matemático. Sus estudios superiores los realizó en la Escuela Politécnica Nacional, obteniendo el título de Ingeniera en Electrónica y Control. Actualmente labora como docente en el Instituto Tecnológico Superior Central Técnico, en la Escuela de Electricidad y cursa la Maestría en Ingeniería Industrial y Productividad. Sus áreas de interés son: la automatización, el control industrial e instrumentación.

INGENIERA ANA VERÓNICA RODAS BENALCAZAR



Actualmente es Representante ante el Consejo Politécnico. Exjefa del Departamento de Automatización y Control Industrial, ex coordinadora de la carrera de Electrónica y Control. Profesora e investigadora del Departamento de Automatización y Control Industrial. Tiene un MBA. Sus áreas de interés son: La Instrumentación Industrial y la enseñanza de Electrónica.

DOCTOR CÉSAR COSTA VERA



Profesor e investigador del Departamento de Física y Astronomía de la Escuela Politécnica Nacional. Tiene un doctorado en Física especialidad Física de Iones y Espectrometría de Masas, de la Universidad Uppsala de Suecia. Sus áreas de interés son: La espectrometría de masas asistida por láser (MALDI), laser-induced Breakdown Spectroscopy (LIBS), espectroscopia óptica y láser, enseñanza Física. Ha realizado varias publicaciones a nivel nacional e internacional.