

SISTEMA DE ESPECTROSCOPIA ÓPTICA DE REFERENCIA EN EL CENAM

Tatiana Ortega, Michel Medina, y Carlos Matamoros
Dirección de Óptica y Radiometría, Centro Nacional de Metrología
km 4.5 carretera a los Cues, Municipio El Marqués, Querétaro, 76246
+52 442 2110500, tortega@cenam.mx

Resumen: El Centro Nacional de Metrología está desarrollando un sistema para realizar espectroscopía óptica por la técnica de espectrofotometría UV-Vis, lo cual mejorará el sistema de referencia actual para las mediciones de Transmitancia y Absorbancia espectral. El presente trabajo presenta los avances y resultados iniciales en el establecimiento de este sistema.

1. INTRODUCCIÓN

El Centro Nacional de Metrología (CENAM) en cumplimiento de la misión y visión, debe establecer, mantener y mejorar sus patrones nacionales y sistemas de medición. El Grupo de Propiedades Ópticas de los Materiales de la Dirección de Óptica y Radiometría del CENAM está trabajando en el desarrollo de un nuevo sistema de espectroscopía óptica con el objetivo de mejorar el sistema con el que se establece el Patrón Nacional de Transmitancia, Absorbancia y Reflectancia espectral (PNF-3). Las mediciones de transmitancia y absorbancia son requeridas como control de calidad por diferentes sectores, como por ejemplo: petroquímico, alimentario, salud, automotriz, aeronáutico, textil, entre otros. Para lograr esto se ha realizado la adquisición de equipo de alta exactitud que nos permita establecer un método de medición que brinde la posibilidad de evaluar los efectos de las variables de influencia en la medición de la transmitancia y absorbancia espectral, para brindar trazabilidad a los sectores usuarios de estas magnitudes en el país y a nivel internacional.

2. MATERIALES Y METODOS

El nuevo sistema de referencia para las mediciones de transmitancia y absorbancia espectral, se está instalando en un laboratorio del edificio de laboratorios especiales lo que permitirá desarrollar métodos primarios de alta exactitud, con condiciones ambientales controladas (temperatura ± 0.1 °C y HR ± 10 %) para el desarrollo del proyecto.

2.1. Equipo

En general el sistema estará constituido por cuatro áreas principales: Fuentes de radiación óptica,

monocromador, compartimento de muestras, y detector de radiación óptica.

Cada componente de cada área será controlado por medio de una PC y software desarrollado en CENAM para la adquisición y análisis de datos

Fuentes de radiación óptica.

Las fuentes de radiación que se han empleado son, una fuente incandescente-cuarzo-halógena (QTH), un diodo emisor de luz (LED), y láseres, con fuentes de poder de alta estabilidad.

Monocromador.

Es un monocromador marca Horiba, modelo FHR1000, con un alcance espectral de 185 nm a 1500 nm, es un dispositivo óptico que permite, seleccionar y transmitir una estrecha banda de longitudes de onda proveniente de la fuente de radiación óptica que produzca una amplia gama de longitudes de onda.

Compartimento de muestras.

Es el espacio físico donde se colocaran las muestras de diferentes dimensiones, las cuales pueden ser solidos traslucidos, celdas con muestras líquidas, materiales de referencia, entre otros, permitiendo realizar la medición de las propiedades ópticas del material a medir de acuerdo a la configuración requerida. Este espacio establece la disponibilidad para la medición de transmitancia y absorbancia espectral de los diferentes tamaños y formas de las muestras.

Detector de radiación óptica.

El detector usado es un fotodiodo de silicio (Si), Marca Hamamatsu S1337 con un alcance de longitud de onda de 190 nm a 1100 nm, el cual nos permite cubrir el intervalo espectral de trabajo de 400 nm a 750 nm. Al avanzar este trabajo se usara como detector un tubo fotomultiplicador (PMT) para

la región ultravioleta (200 nm a 400 nm) y un detector InGaAs (900 nm a 2500 nm), para contar con los detectores apropiados para cada región espectral.

Todo controlado por una PC y programas desarrollados específicamente para el propósito del proyecto, incluyendo tarjetas de adquisición de datos, microcontrolador (MSP430), que es el encargado del control de encendido y apagado de las fuentes de alimentación del monocromador.

2.2. Avance del proyecto

A la fecha se ha logrado la operación funcional del monocromador, la instalación de un par de fuentes de radiación óptica, las cuales son, una fuente QTH y una fuente LED, y el desarrollo de la interfaz por medio de un micro-controlador y la programación a través de LabVIEW. Este programa nos permite realizar la adquisición de datos del sistema de manera eficiente y practica en la selección de parámetros tales como, ancho de banda espectral, intervalo de datos y niveles de intensidad de la radiación proveniente de las fuentes ópticas.

El programa permite que el usuario sea capaz de seleccionar un intervalo de longitud de onda de 185 nm hasta 800 nm con una resolución de 0.01 nm y un ancho de banda que va desde 0.3 nm hasta 1.7 nm, controlando las aperturas de las rendijas que van desde 0.0 mm hasta 2.0 mm, también decidirá qué tipo de medición o tipo de barrido espectral.

- Tipo 1 (medición discreta): entrega lecturas en un solo punto.
- Tipo 2 (medición continua): va de un punto inicial a un final a una velocidad definida, tamaño del incremento en cada paso del monocromador.

Así mismo se da la opción de seleccionar el número de lecturas y el tiempo de espera entre cada lectura de la adquisición de datos, y el tiempo de encendido de nuestra fuente de radiación.

3. RESULTADOS

Los resultados de mediciones de transmitancia de un material en el sistema desarrollado se compararon con los resultados medidos del mismo material con el espectrofotómetro de referencia comercial, logrando los resultados mostrados en la figura 1. En dicha comparación se observa concordancia en los resultados. Los errores sistemáticos son menores a la incertidumbre de la

repetibilidad de las lecturas. En la región de 485 nm a 510 nm hay un de error del 4.83%.

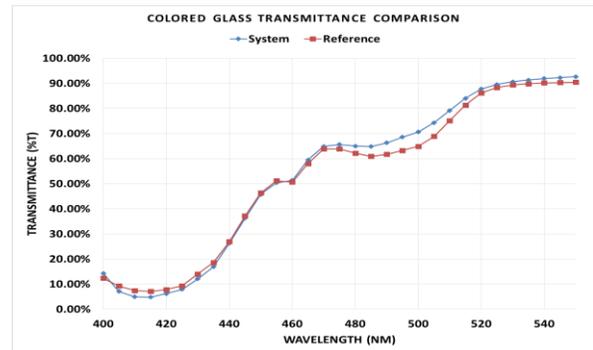


Fig. 1. Comparación de los resultados de mediciones del sistema desarrollado contra el sistema referencia actual.

4. DISCUSIÓN

Los resultados iniciales indican que los instrumentos adquiridos al momento satisfacen los requisitos establecidos y que el desarrollo del sistema avanza de forma apropiada. Se está trabajando en la parte de transmitancia dentro del espectro visible con la fuente de QTH, las mejoras a realizar serán usando una fuente de radiación de Deuterio para la región ultravioleta y la instalación del tubo fotomultiplicador (PMT).

La ventaja de este sistema es la adecuación del compartimento de muestras donde podremos instalar los accesorios para medir muestras solidas desde 1 cm x 1 cm hasta 10 cm x 10 cm.

5. CONCLUSIONES

Los resultados iniciales observados en la figura 1 indican que el desempeño del monocromador es muy satisfactorio y las mediciones iniciales apuntan a que se está en el camino correcto para establecer el sistema de referencia de espectroscopía óptica. Los siguientes meses permitirán continuar con la configuración del sistema, instalación de otros componentes y nuevas pruebas de desempeño.

REFERENCIAS

- [1] W. A. David, E. A. Edward, K. T. Benjamin, C. C. Catherine, "Regular Spectral Transmittance", NIST Special Publication, 250-69, pag. 11-28, 2011.
- [2] ORIBA Jobin Yvon inc., Optical Spectroscopy, "FHR Fully Automated Imaging Spectrometer User's Manual", www.jobinyvon.com, 1-66, 2008.