

UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERÍA

FACULTAD DE CIENCIAS

ESCUELA PROFESIONAL DE FÍSICA



**“DESARROLLO DE UN SISTEMA
ESPECTROSCÓPICO FOTOACÚSTICO”**

INFORME DE SUFICIENCIA

PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE

LICENCIADO EN FÍSICA

**TITULACIÓN POR ACTUALIZACIÓN DE
CONOCIMIENTOS**

**PRESENTADO POR:
GREGORIO CUSTODIO CORTÉZ REYES**

LIMA - PERÚ

2006

Dedicado a mis padres y a mis hermanos

Agradecimientos,

El autor agradece al grupo experimental del Laboratorio de Fotónica de la Facultad de Ciencias-UNI, por todo el apoyo incondicional demostrado, y sobretodo a la confianza depositada en mi persona por el prof. Aníbal Valera; sin el cuál no hubiera sido posible alcanzar el éxito conseguido en este trabajo de investigación.

Contenido

	Páginas
Resumen	1
1. Introducción	2
2. Objetivos	3
3. Fundamento	3
4. Experimental	6
4.1 Equipo empleado	6
4.2 Proceso y descripción del equipo experimental desarrollado	8
4.2.1 Motor a pasos	11
4.2.2 Calibración del motor a pasos	12
4.2.3 Preparación de una celda fotoacústica	13
4.2.4 Diagrama de bloques que muestran las dimensiones de los componentes de la celda fotoacústica	16
4.2.5 Caracterización de los micrófonos (electretos)	17
5. Obtención de espectros fotoacústicos con el equipo desarrollado	19
5.1 Resultados	19
5.2 Consideraciones de experimentación	27
5.3 Mejoramiento en la sensibilidad de la celda fotoacústica	28
6. Sugerencias	33
7. Obtención de un espectro de transmisión.	34
7.1 Procedimiento	34
8. Discusiones	42
9. Conclusiones	44
10. Referencias	45
 ANEXO I	 46
 ANEXO II	 52
 ANEXO III	 56

Desarrollo de un sistema espectroscópico fotoacústico

Gregorio Custodio Cortez Reyes, Aníbal Abel Valera Palacios

Laboratorio de Fotónica de la Facultad de Ciencias de la Universidad Nacional de Ingeniería

E-mail: gcortez@uni.edu.pe, avalera@uni.edu.pe

Resumen

El presente informe trata sobre el *“Desarrollo de un sistema espectroscópico fotoacústico”*, realizado en el laboratorio de Fotónica de la Facultad de Ciencias de la Universidad Nacional de Ingeniería.

Las principales modificaciones realizadas con respecto al equipo de laboratorio utilizado por los profesores Eyzaguirre C. y Valera A. /Ref. 1/, en sus investigaciones sobre el mismo tema; aparte del micrófono sensible y la amplificación electrónica, es la implementación de una microcomputadora para la adquisición, procesamiento, visualización de la gráfica del espectro, almacenamiento de datos y también para el control de un motor a pasos que permite la variación automática de la longitud de onda de la luz incidente sobre la muestra.

Con este equipo se logró medir espectros fotoacústicos de dos fuentes de luz y el espectro óptico de transmisión dada por una película semiconductor patrón, con buena resolución en el intervalo de longitudes de onda $\lambda \in [575, 700]$ nanómetros.

1. Introducción

Fenómenos físicos descubiertos tiempo atrás que parecían poco accesibles y de difícil uso en el avance tecnológico de nuestra sociedad; hoy, aparecen como conocimientos totalmente de fácil acceso e interpretación.

Esto es posible debido a la aparición de técnicas de medición especiales, apoyados con la introducción de mecanismos computacionales de alta efectividad.

Es un hecho que la automatización en la toma de datos de un fenómeno físico en análisis; y el inmediato procesamiento de la información así obtenida, llegó para sentar las bases de una nueva forma de escudriñar los secretos de la naturaleza.

Por ejemplo, utilizando un sensor de movimiento podemos registrar el movimiento de un carrito de juguete que desliza, desde el reposo, por un plano inclinado.

Lo que para el ojo humano duró un par de segundos, para la computadora significa totalmente elemental visualizar en la pantalla del monitor, no sólo la gráfica de la variación de la posición con el tiempo, sino también la gráfica de cómo varía la velocidad y la aceleración del móvil en esos dos segundos; desde que partió arriba en la pendiente hasta el pie de ella.

Tenemos ante nosotros una nueva forma de ver el mundo, y, es urgente el familiarizarnos con los nuevos avances que trae la tecnología.

Es evidente que, si bien los principios de los métodos más modernos han sido conocidos desde hace largo tiempo, la explosión en la cantidad de instrumentos disponibles, la sensibilidad y la selectividad, los límites de detección extremadamente bajos y la facilidad de uso, se deben en gran parte al surgimiento de las computadoras especializadas, al dispositivo láser y a los sistemas electrónicos bastamente mejorados.

Los fenómenos ahora pueden ser observados y registrados en el intervalo de nanosegundos, o incluso de picosegundos.

Desarrollo de un sistema espectroscópico fotoacústico

Grandes cantidades de puntos de datos se pueden recopilar, almacenar, manejar y presentar en cuestión de segundos o de fracciones de segundos.

Las computadoras no sólo colectan, conservan y manipulan datos, sino que también controlan toda una operación instrumental.

2. Objetivos

1. Búsqueda de los requisitos indispensables, necesarios, para implementar un equipo de laboratorio capaz de medir espectros fotoacústicos sin la intervención directa del operador.
2. Obtención de espectros ópticos, de una fuente de luz patrón, utilizando el efecto fotoacústico de la materia.
3. Obtención de un espectro fotoacústico de transmisión de una muestra semiconductor patrón, con el fin de comparar este espectro, con el obtenido con un analizador óptico multicanal (OMA).

3. Fundamento

La espectroscopia fotoacústica (PAS) u optoacústica /Ref. 2/, se basa en el efecto de absorción de la luz que fue investigado por primera vez en 1880 por Alexander Graham Bell y otros. Este efecto se observa cuando un gas que se encuentra en el interior de una cubeta cerrada es irradiado con un haz de radiación intermitente de una longitud de onda que es absorbida por el gas. La radiación absorbida provoca calentamientos periódicos del gas, que, como consecuencia, dan lugar a fluctuaciones regulares de la presión en el interior de la cámara. Estos impulsos de la presión pueden detectarse con un micrófono sensible. El efecto fotoacústico se ha utilizado

Desarrollo de un sistema espectroscópico fotoacústico

desde los comienzos del siglo XX para el análisis de gases absorbentes y, recientemente, con la llegada de los láseres de radiación en el infrarrojo sintonizables, como fuentes, han adquirido nueva importancia para este objetivo.

En la figura 1 puede observarse un esquema descriptivo de un espectrómetro fotoacústico.

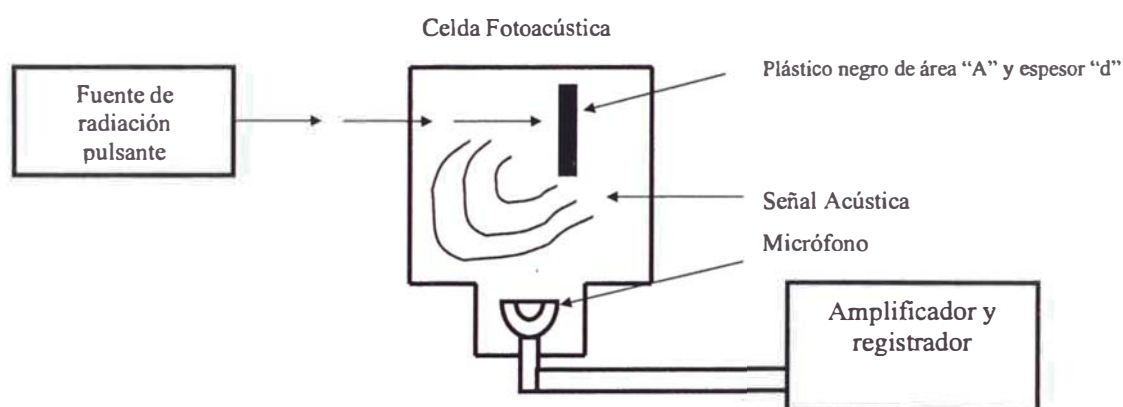


Figura 1.- Esquema de un espectrómetro fotoacústico.

La luz modulada procedente de un monocromador incide sobre una hoja de plástico de color negro de área "A" y espesor "d". /Ref. 3/.

El efecto fotoacústico se observa siempre que la radiación incidente es absorbida por el sólido (plástico negro); la potencia del sonido resultante está directamente relacionada con el grado de absorción. La radiación reflejada o dispersada por la muestra no tiene ningún efecto en el micrófono y por tanto no interfiere. Esta última propiedad es, quizás, la característica más importante del método /Ref. 1/.

En la década de 1970 dos investigadores de la compañía Bell, Allan Roscenaig y Allen Gersho, publicaron un artículo donde se muestra que /Ref. 5/:

“La energía electromagnética absorbida por el sólido cuando la frecuencia de la luz corresponde a una de sus frecuencias de absorción, sirve en un primer momento, para trasladar a los átomos del sólido a un estado excitado, para luego pasar

Desarrollo de un sistema espectroscópico fotoacústico

inmediatamente al estado fundamental, de este modo una parte de la energía así absorbida es devuelta en forma no radiativa (es decir sin dar lugar a una emisión de luz) y se transforma en calor; produciéndose así una transferencia de calor del sólido hacia el gas, transferencia que es modulada a la frecuencia de iluminación a la que es sometida la celda”.

La relajación no radiante del sólido absorbente provoca un flujo de calor periódico desde el sólido hacia el gas que le rodea; las fluctuaciones de presión resultantes en el gas son, entonces, detectadas por el micrófono (figura 1)

Para analizar la transmisión de la luz por una película semiconductor, basta colocar ésta película delante de la fuente de luz (figura 2).

La luz transmitida por la película es ahora la que causará el efecto fotoacústico en el plástico negro.

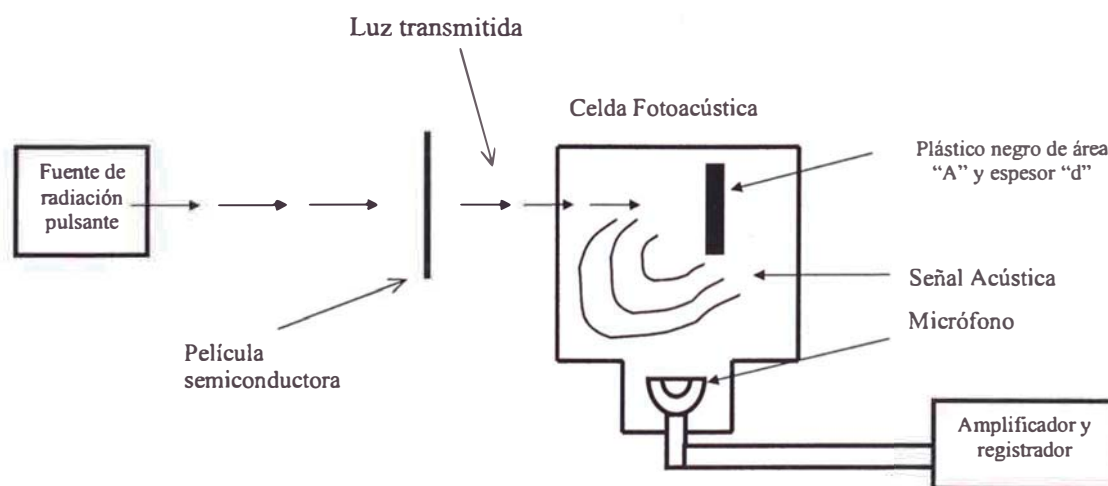


Figura 2.- Esquema del proceso de medición de un espectro fotoacústico de transmisión de la luz por una película semiconductor.

4. Experimental

4.1 Equipo empleado

En la figura 3 se observa el diagrama de la disposición de los componentes del equipo experimental realizado. De acuerdo con la numeración otorgada a cada parte componente, tenemos:

1. Fuente de luz (Halogen Lamp OSRAM II LX XENOPHOT 24V 150W GERMANY)
2. Lentes para focalizar los rayos de luz
3. Disco giratorio para provocar la intermitencia de los rayos de luz (Cortador)
4. Modulador electromecánico (Chopper) para el control de giro del disco cortador y que proporciona la frecuencia de referencia al amplificador LOCK-IN (Frequency programmable Light Chopper model 650 series)
5. Monocromador (Mc Pherson 2 meter UV scanning monochromator)
6. Motor a pasos
7. Interfase 1, sirve para controlar la rotación del motor a pasos.
8. Celda fotoacústica
9. Amplificador LOCK IN
10. Interfase 2, Multímetro digital (Frequency counter PC DATA INTERFACE)
11. Computadora (PC 80386SX 33 MHz, RAM 60 MB)
Programa de adquisición y control en lenguaje Pascal (ANEXO I)

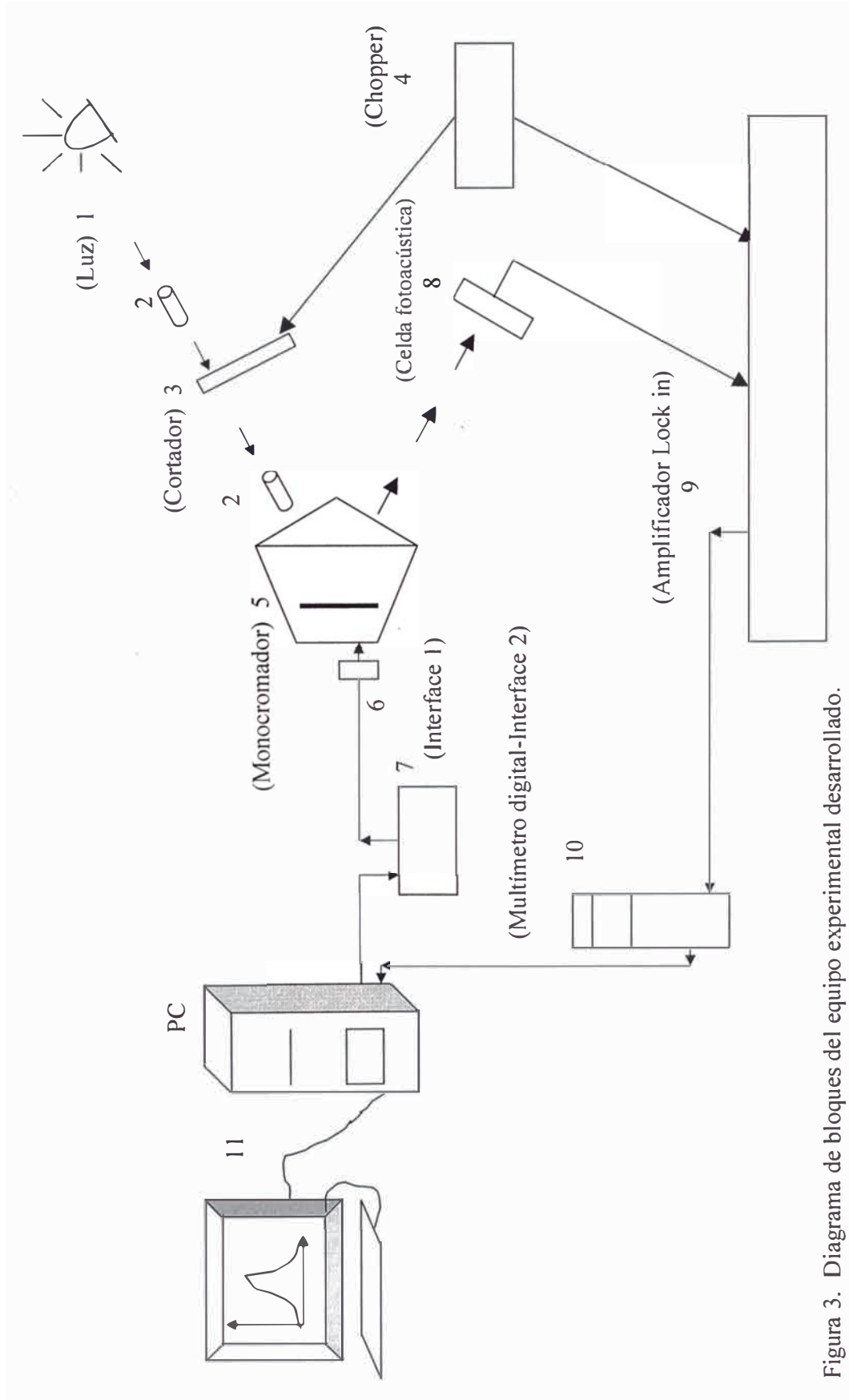


Figura 3. Diagrama de bloques del equipo experimental desarrollado.

4.2 Proceso y descripción del equipo experimental desarrollado

De acuerdo con la figura 3 observamos que el experimento empieza con la fuente de luz (1). Inicialmente utilizamos una lámpara halógena OSRAM 24V 150W de origen Alemán. Es el patrón de luz, que tiene su propio espectro fotoacústico, el cual debemos determinar; se le denomina fondo de luz.

Las lentes designadas con (2) permiten focalizar la luz hacia la ventana de entrada del monocromador (5); previamente la luz pasa por el cortador (3). El cortador de la luz es un disco ranurado para modular la luz con una frecuencia de 7 Hz controlado por el modulador electromecánico (4) (Chopper)

El monocromador (fotografía de la figura 4), tiene en su interior una rejilla de difracción por reflexión. Esta rejilla (fotografía de la figura 5) viene acoplada en la parte posterior del monocromador a un disco dentado grande, que a su vez engrana con otro disco dentado más pequeño, el cual es controlado por un motor a pasos (inciso 4.2.1).

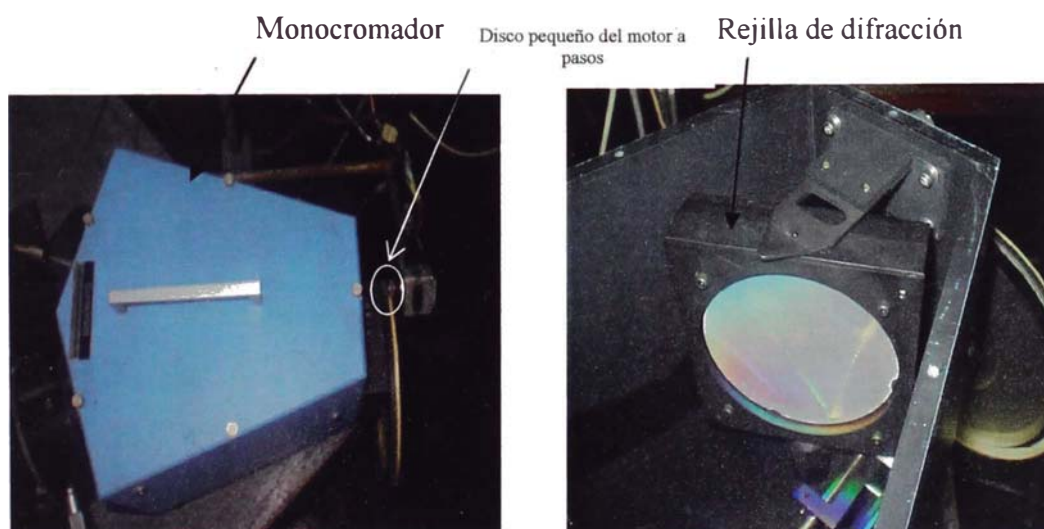


Figura 4. Vista superior del monocromador. A la derecha de la figura se aprecia el disco pequeño del motor a pasos.

Figura 5. Vista interior del monocromador. Se observa la rejilla de difracción acoplada en la parte posterior.

Desarrollo de un sistema espectroscópico fotoacústico

De tal manera que al ingresar la luz al monocromador, esta rejilla refleja el espectro de la luz correspondiente, y, de acuerdo con la orientación de ella, es seleccionado un haz componente de una longitud de onda determinada.

Este haz de luz es dirigida hacia la guía de onda (fibra óptica), que permite una incidencia perpendicular de la luz en la celda fotoacústica (inciso 4.2.3).

Siguiendo el diagrama de bloques de la figura 3, podemos afirmar que la celda fotoacústica funciona como un transductor, que mediante el efecto fotoacústico transforma la luz incidente en la celda, en una señal eléctrica que es enviada al amplificador Lock-in. Este, a su vez devuelve la señal amplificándola en aproximadamente 44 veces su valor original. *“Los amplificadores Lock-in son utilizados para detectar y medir señales muy pequeñas de CA, muchas veces en el rango de nanovolts. Con este amplificador se pueden lograr mediciones muy precisas aun cuando la señal se encuentre en presencia de fuentes de ruido externas de magnitudes aun mayores a la misma señal.*

Estos amplificadores usan una técnica conocida como detección sensible a la fase para separar la componente de la señal a una fase y frecuencia de referencia específicas. Las señales de ruido con frecuencias que difieren de la frecuencia de referencia son rechazadas.

Un amplificador Lock-in tiene la capacidad, además, de generar señales de voltaje por lo que en pocas palabras se le considera un convertidor Analógico-Digital-Analógico”.

La señal así devuelta ingresa a la interfase 2, que es un multímetro digital especial que envía la señal al computador en forma digitalizada para ser procesada y almacenada en el archivo previamente designado al inicio del experimento.

La toma de datos empieza haciendo girar el disco grande manualmente hasta seleccionar una longitud de onda de 400 nm (ver figura 6).

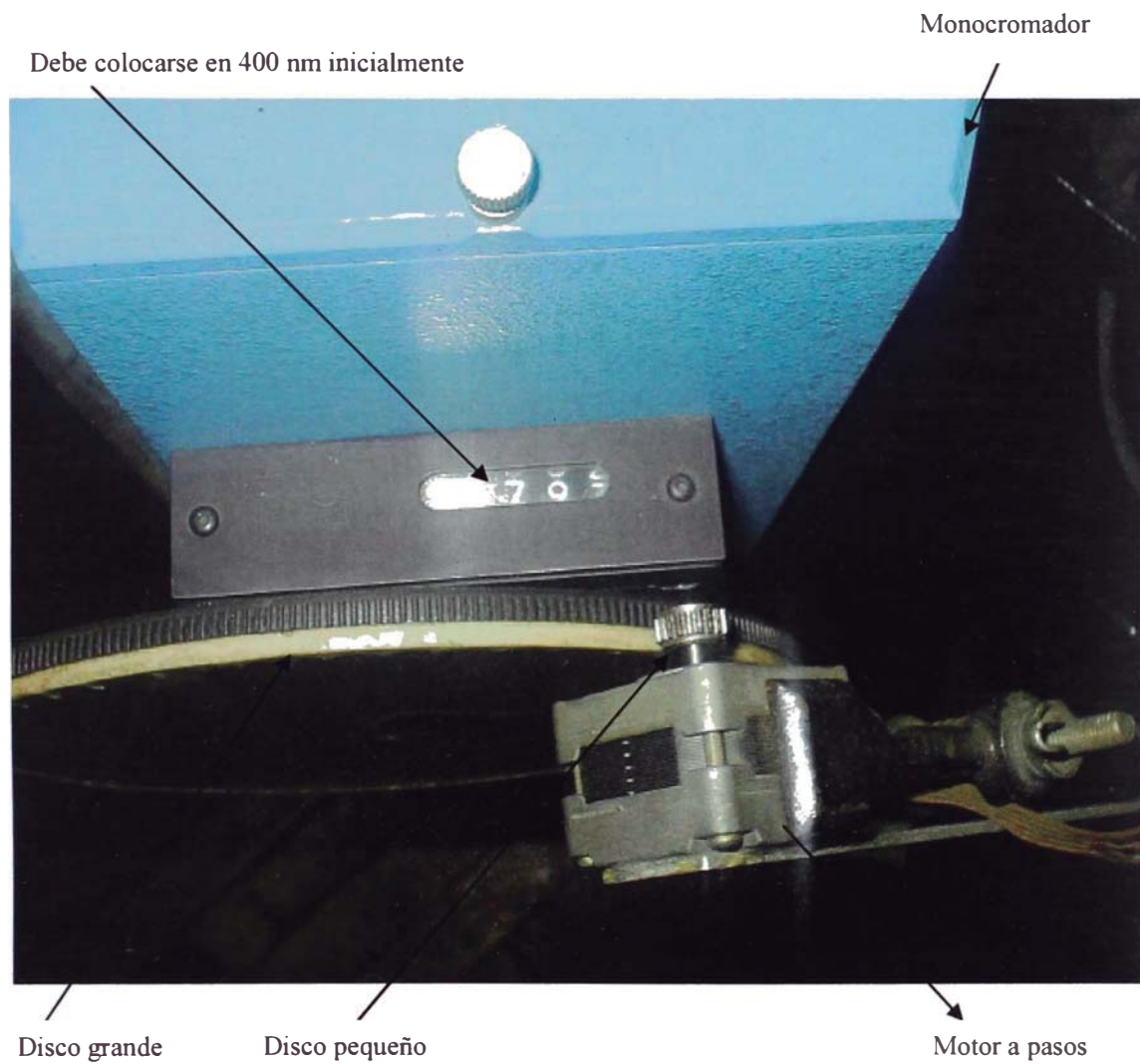
Desarrollo de un sistema espectroscópico fotoacústico

Figura 6. El experimento comienza ubicando la rejilla de difracción en posición de dirigir inicialmente una luz de longitud de onda de 400 nm hacia la guía de onda. Esta permite hacer incidir la luz en forma perpendicular a la celda (ver figura 3, diagrama de bloques).

Enseguida se carga el lenguaje de programación PASCAL.
Se abre el programa denominado FOTO_ACU.

Desarrollo de un sistema espectroscópico fotoacústico

Colocamos los valores apropiados (en el programa) de los cuatro parámetros necesarios para el control de la toma de datos, es decir:

Control_paso=28

Tiempo=30

Tiempo_espera=1000

Número valores=3200

Luego ejecutamos el programa (RUN).

Conforme va corriendo el programa se le indica el giro horario del motor a pasos.

Se indica la longitud de onda de inicio.

Se indica el nombre del archivo donde se guardarán los datos experimentales, y el directorio respectivo de ubicación, para su rescate posterior.

Y, se empieza el proceso.

A continuación describiremos detalles necesarios de algunos de los aparatos utilizados en el desarrollo del experimento.

4.2.1 Motor a pasos (componente 6 en la figura 3)

Una foto de este motor (que hace girar al disco dentado pequeño) la podemos visualizar con mayor detalle en la figura 7.

Conforme se aprecia en la figura 6, este disco dentado pequeño engrana con el disco dentado grande, el cual está acoplado a la rejilla de difracción de tal manera que al rotar esta, permite la selección gradual de longitudes de onda en forma automatizada.

Para lograr la adquisición y control automatizada de datos es radicalmente importante que en la pantalla del computador se visualice la gráfica del espectro ΔV vs. λ conforme éste va formándose.

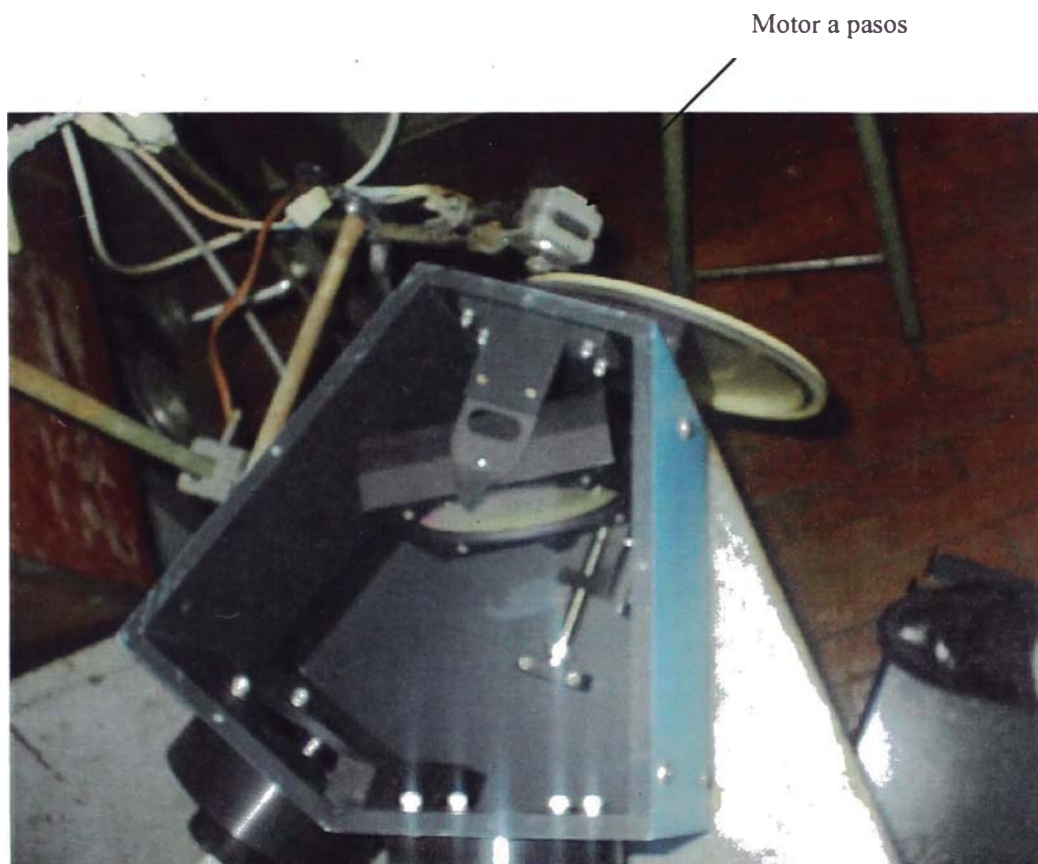


Figura 7. En la parte superior puede verse el motor a pasos (el cual hace girar al disco pequeño), que indirectamente hace girar al disco de mayor radio. También se aprecia la rejilla de difracción del monocromador.

4.2.2 Calibración del motor a pasos

Cuando la rueda pequeña da 200 pasos (ordenado por el programa) significa que rotó 360 grados sexagesimales.

Tenemos que hallar la relación entre el número de pasos dictado por la computadora y la longitud de onda seleccionada por la rejilla en rotación. En el ANEXO II se detalla el programa para el control del motor a pasos y

Desarrollo de un sistema espectroscópico fotoacústico

también la tabla de datos utilizada para la gráfica longitud de onda vs. Número de pasos.

La figura 8 da cuenta de ésta gráfica; que es la curva de calibración del motor a pasos.

La pendiente resulta 0.0085 nm/paso.

Con este dato en el programa obtenemos en la pantalla del computador directamente gráficas: voltaje vs. Longitud de onda.

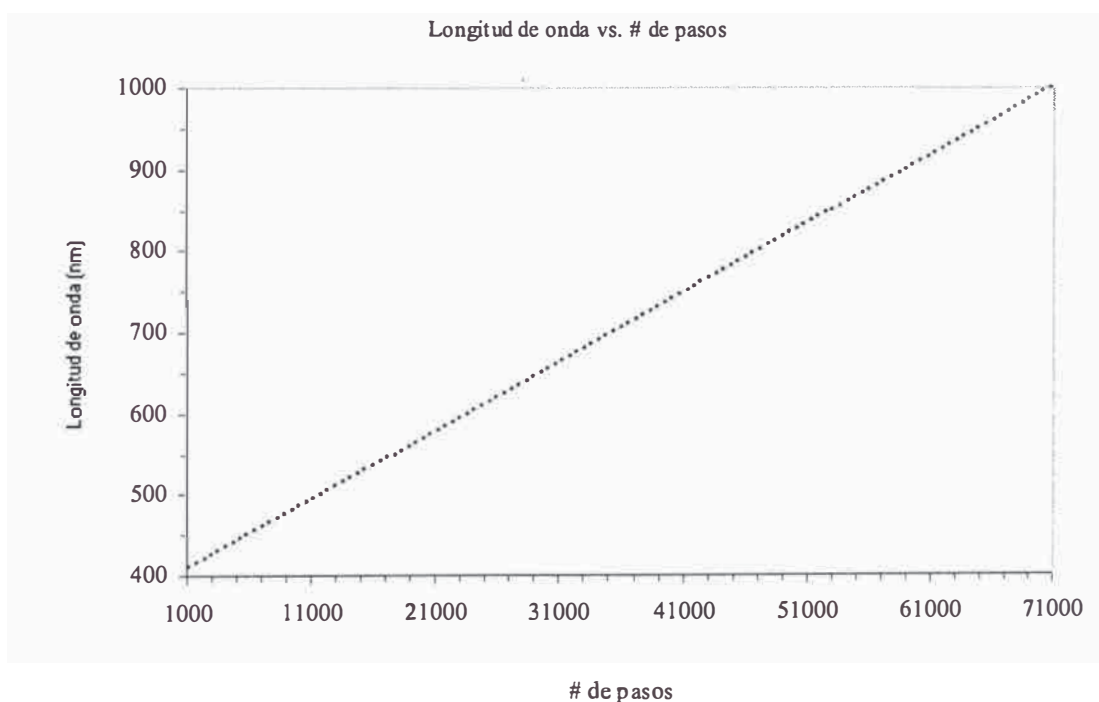


Figura 8. Curva de calibración del motor a pasos. La pendiente es de 0.0085 nm/paso.

4.2.3 Preparación de la celda foto acústica

Este paso es crucial para el éxito del evento; a tal extremo que si ignoramos ó no le tomamos la debida importancia, será en vano intentar la obtención de algún espectro foto acústico posterior. Obsérvese las figuras 9, 10 y 11.

Desarrollo de un sistema espectroscópico fotoacústico



Figura 9.- La fotografía de la celda fotoacústica (derecha) indica en forma relativa las dimensiones y características empleadas en su fabricación. Al lado izquierdo se aprecian los detectores (micrófonos) utilizados.

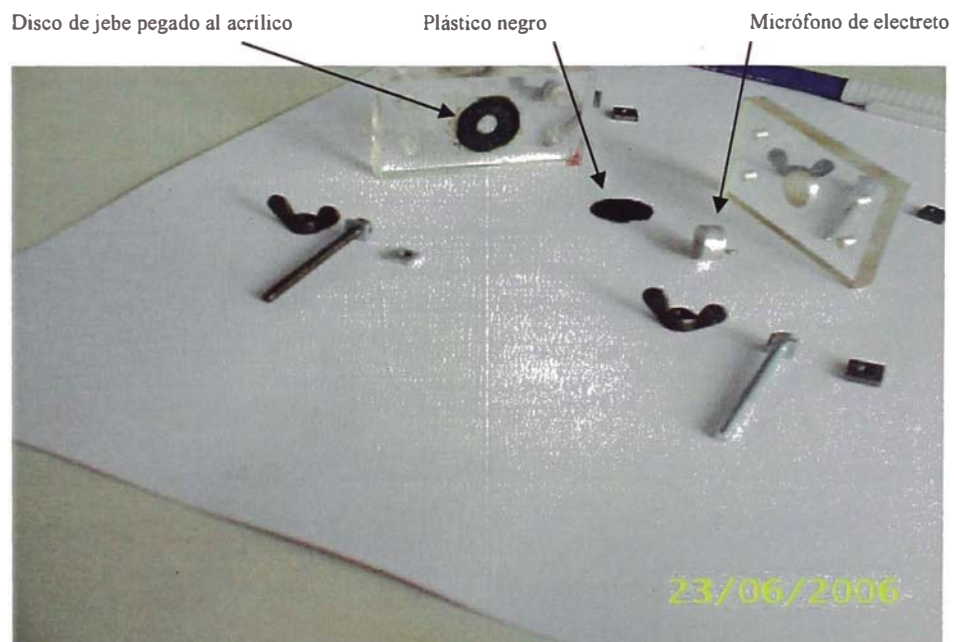


Figura 10.- Fotografía de la celda fotoacústica desarmada. Se observa el plástico negro y el detector utilizado (micrófono de electreto).

Desarrollo de un sistema espectroscópico fotoacústico

Figura 11.- Fotografía de la celda fotoacústica mostrando la colocación del plástico negro encima del disco de jebe. También se aprecian los 4 tornillos necesarios para el buen sellado de la cámara de gas.

Los 4 tornillos mostrados en la figura 11, permiten el sellado de la cámara de aire. Este sellado no debe permitir fugaz, porque aquí es donde se propagarán las ondas térmicas provocadas por el efecto fotoacústico en el plástico negro.

Este sistema conforma nuestra referencia para la medición de espectros fotoacústicos de transmisión de la luz por películas semiconductoras.

El componente más importante es el micrófono (figura 10), porque es quien detectará las ondas de presión que se generan en la cámara de gas.

Este micrófono es “de electreto”. El electreto es una sustancia plástica que tiene la propiedad de conservar una carga eléctrica más o menos indefinidamente.

Al igual que un imán permanente produce un campo magnético permanente en el espacio, un electreto genera un campo eléctrico permanente en el espacio.

Son micrófonos “de condensador” porque las vibraciones mecánicas producidas por la variación de presión que originan las ondas sonoras se convierten en variaciones

Desarrollo de un sistema espectroscópico fotoacústico

de la capacidad del dispositivo y esta variación de capacidad a su vez origina una variación de la tensión eléctrica en forma proporcional.

4.2.4 Diagrama de bloques que muestran las dimensiones de los componentes de la celda fotoacústica

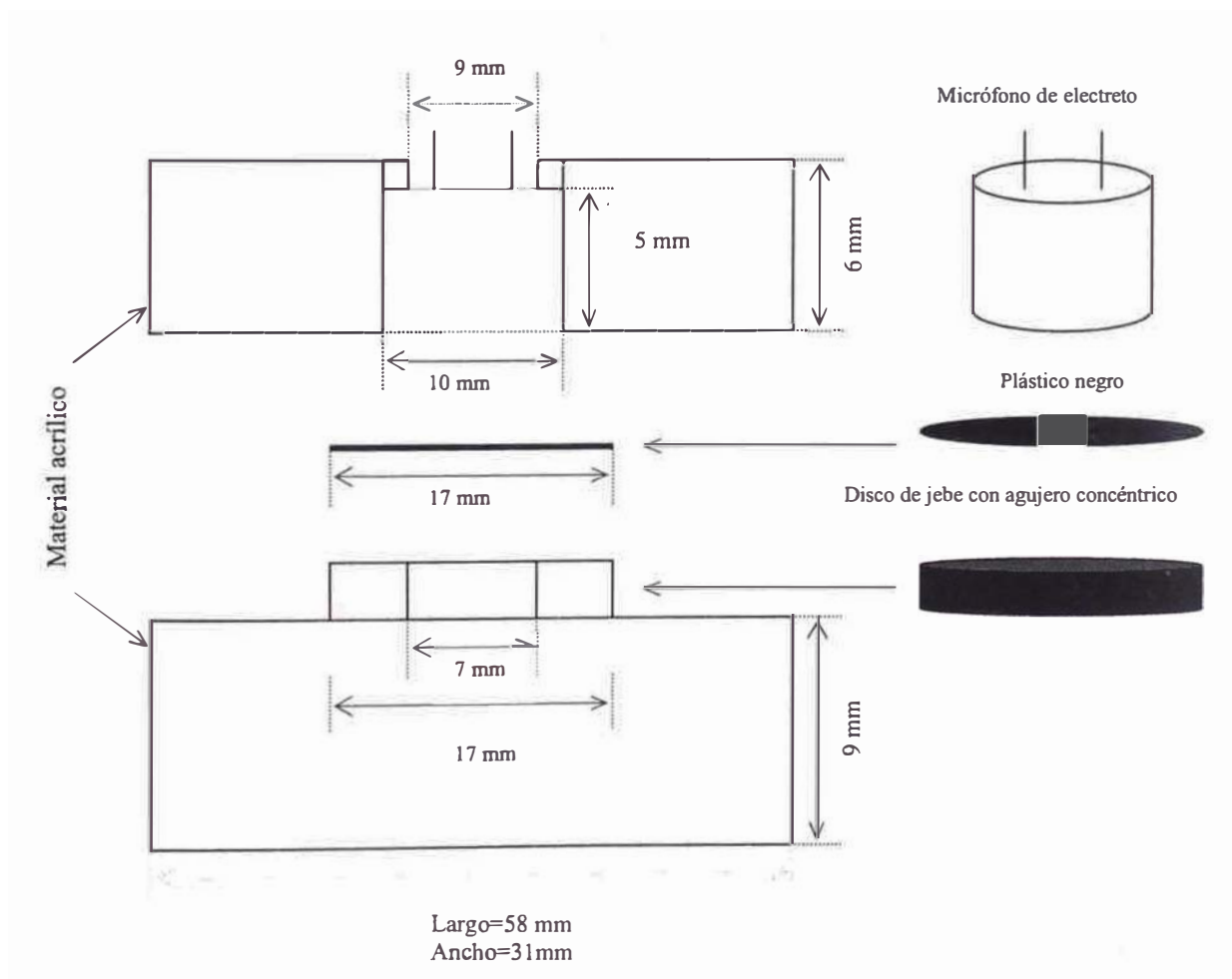


Figura 12. Diagrama de bloques de los componentes centrales de una celda fotoacústica.

El disco de jebe tiene un diámetro igual a 17 mm y un espesor de 1 mm; el agujero concéntrico posee un diámetro de 7 mm. El espesor del plástico negro es de 0.1 mm, y su diámetro es de 17 mm.

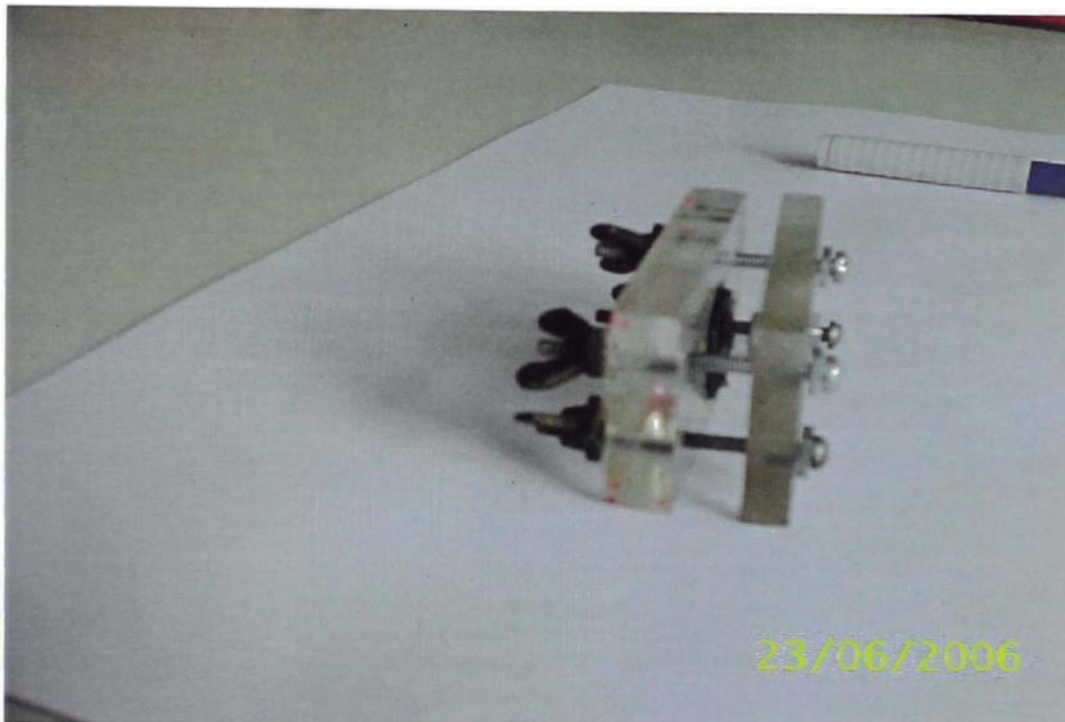
Desarrollo de un sistema espectroscópico fotoacústico

Figura 13. Al colocar el plástico negro sobre el disco de jebe y sellar la celda se forma una cámara de gas en forma cilíndrica de 7 mm de diámetro y 1 mm de altura, según puede observarse en las figuras 10 y 11.

4.2.5 Caracterización de los micrófonos (electretos)

Inicialmente contamos con micrófonos de muy bajo costo.

Para la obtención de una señal de referencia, se usó un láser de luz roja que era modulada con una frecuencia de 7 Hz; al iluminar la celda con esta luz, se obtenía un valor del voltaje del orden de las décimas de voltios medidas por el amplificador Lock-in, utilizando la escala de 20 mV.

En la Tabla 1 se dan los valores analógicos y digitales del voltaje obtenido en cada caso.

Desarrollo de un sistema espectroscópico fotoacústico

Tabla 1. Valores que se obtuvieron usando un láser de luz roja modulado con una frecuencia de 7 Hz, para iluminar la celda fotoacústica.

Micrófono de electreto	Amplificador Lock-in (Sensibilidad: 20 mV)	
	Respuesta analógica (divisiones) Total escala: 20 divisiones	Multímetro digital (V)
Z1	5.50	0.24
Z2	16.0	0.70
Z3	12.0	0.52
Z4	13.5	0.59
Z5	12.0	0.52
Z6	1.00	0.04
Z7	11.0	0.48
Z8	16.0	0.70
Z9	2.00	0.08
Z10	11.0	0.48
Z11	11.0	0.48
Z12	11.5	0.50
Z13	5.00	0.20
Z14	5.50	0.24
Z15	12.0	0.52
Z16	9.00	0.39
Z17	4.50	0.19

El programa diseñado en lenguaje Pascal, da la opción al usuario de poder controlar el giro de la rejilla de difracción a través de 4 parámetros:

- Control_paso ⇨ controla el giro del disco pequeño del motor a pasos.
- Tiempo ⇨ indica la rapidez con que debe girar el disco pequeño.
- Tiempo_espera ⇨ indica el tiempo de espera para una medición.
- Número_valores ⇨ ordena el número de valores a promediar en cada medición.

5. Obtención de espectros ópticos con el equipo desarrollado

El primer paso consistió en buscar los valores óptimos de los 4 parámetros indicados en el inciso 4.2.5 para la obtención de espectros fotoacústicos

5.1 Resultados

Al cabo de dos semanas de experimentación, concluimos que era necesario mantener fijos los siguientes valores:

Control_paso=28

Tiempo=30

Tiempo_espera=1000

Variando el parámetro Número_valores, en forma sucesiva 10, 25, 50 y 100 se obtuvieron los espectros mostrados en las figuras del 14 al 17.

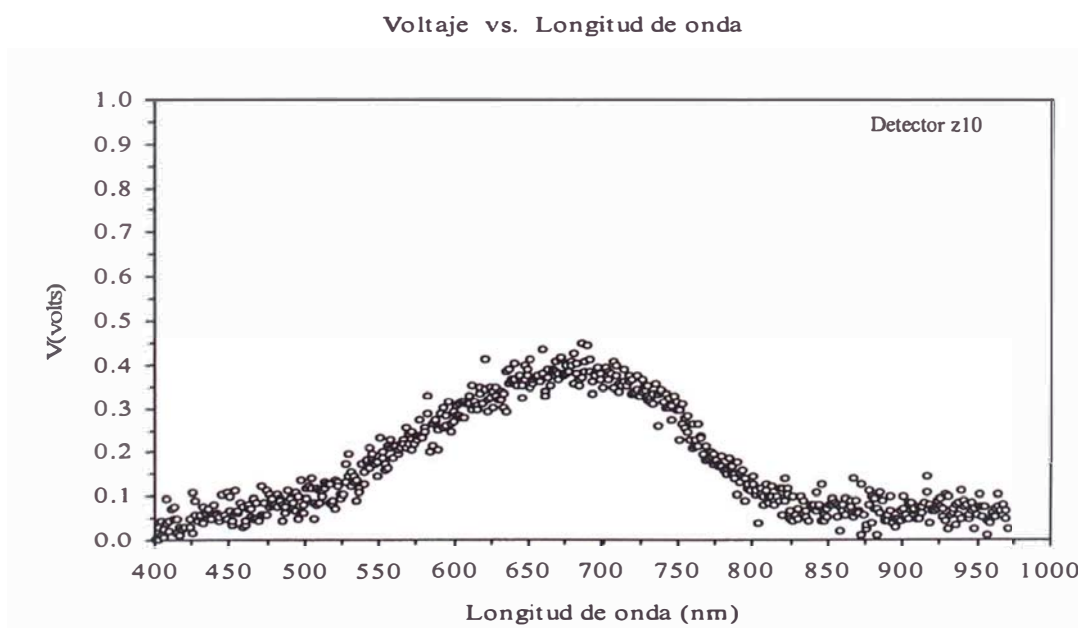


Figura 14. Espectro z10. Número valores=10 Tiempo=30
Tiempo_espera=1000 Control_paso=28,

Desarrollo de un sistema espectroscópico fotoacústico

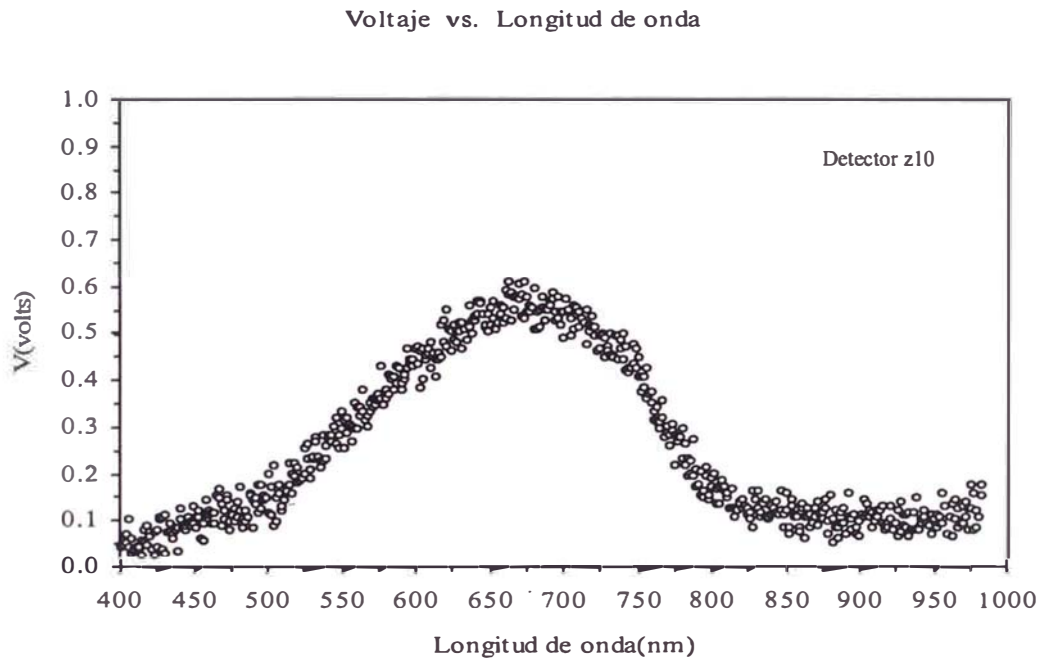


Figura 15. Espectro z10. Número_valores=25 Tiempo=30
 Tiempo_espera=1000 Control_paso=28,

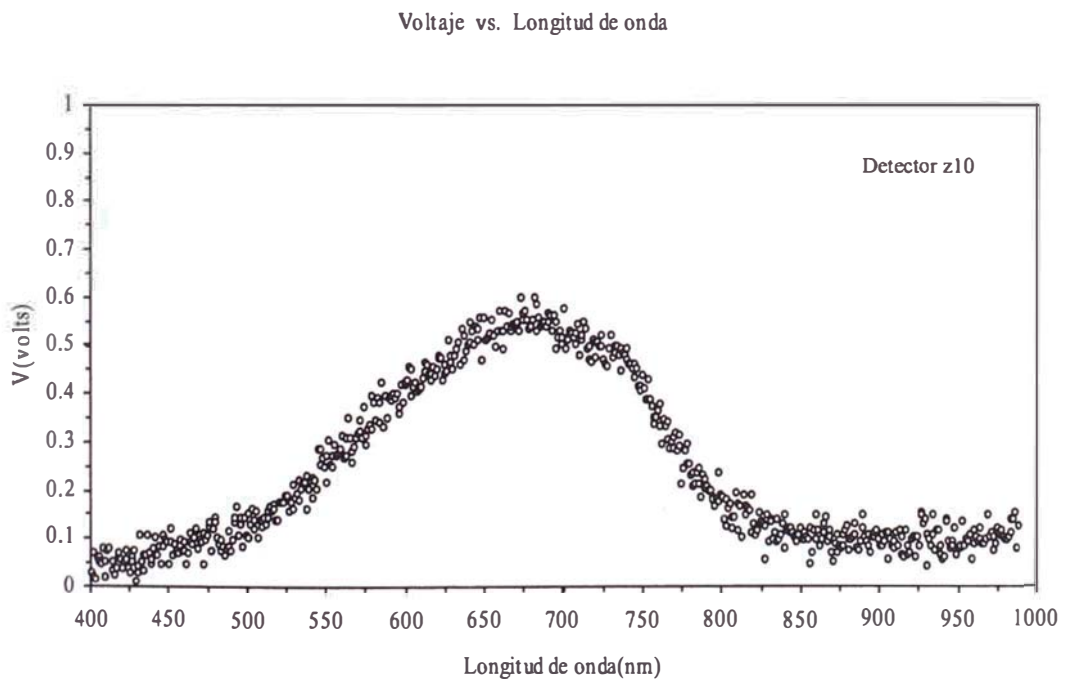
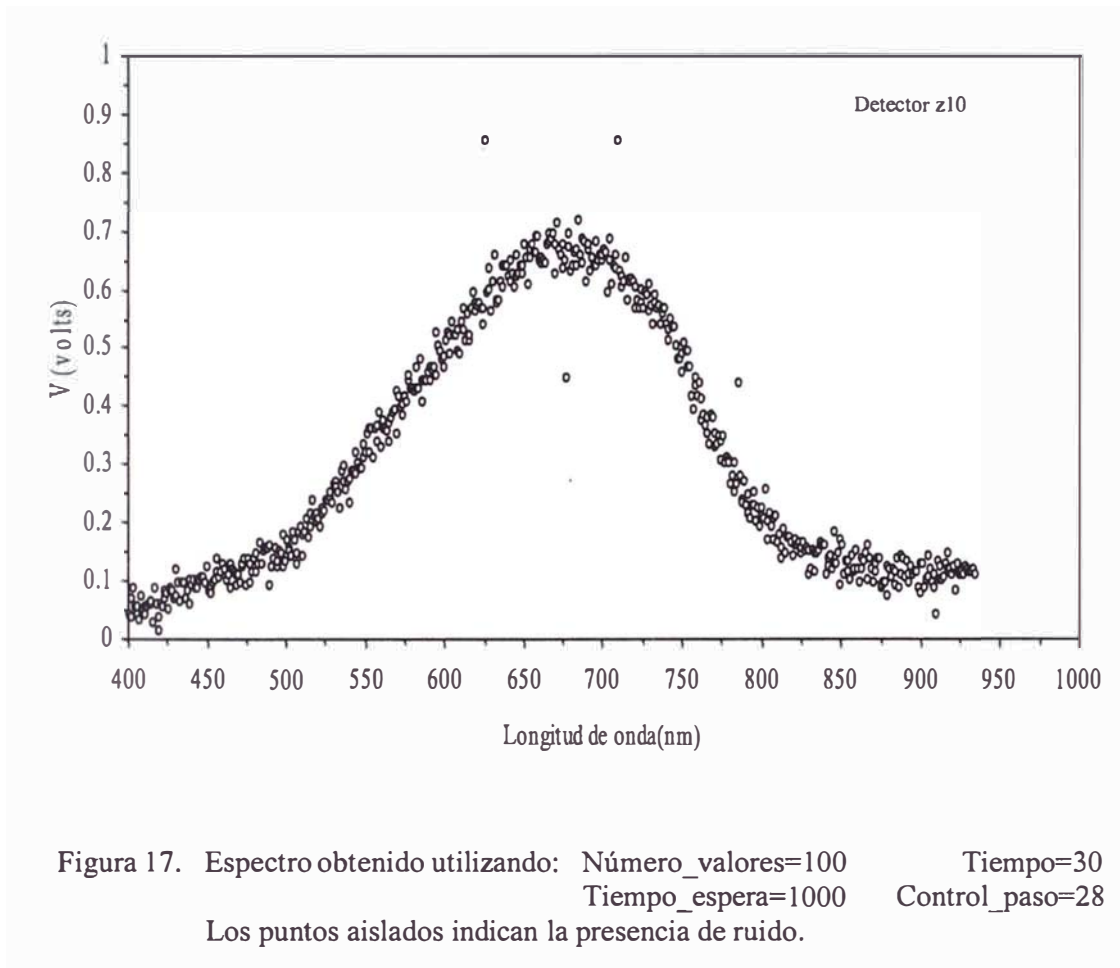


Figura 16. Espectro obtenido utilizando: Número_valores=50 Tiempo=30
 Tiempo_espera=1000 Control_paso=28

Desarrollo de un sistema espectroscópico fotoacústico

Voltaje vs. Longitud de onda



Otras posibles combinaciones de los valores de estos parámetros, también fueron ensayadas. Los espectros respectivos se detallan en el Anexo III.

En un principio, se pensó que promediando 100 valores en cada medición era más que suficiente. Pero, la figuras 18 y 19, ya indicaban que, incrementando el número de valores a promediar mejoraba la gráfica del espectro.

Desarrollo de un sistema espectroscópico fotoacústico

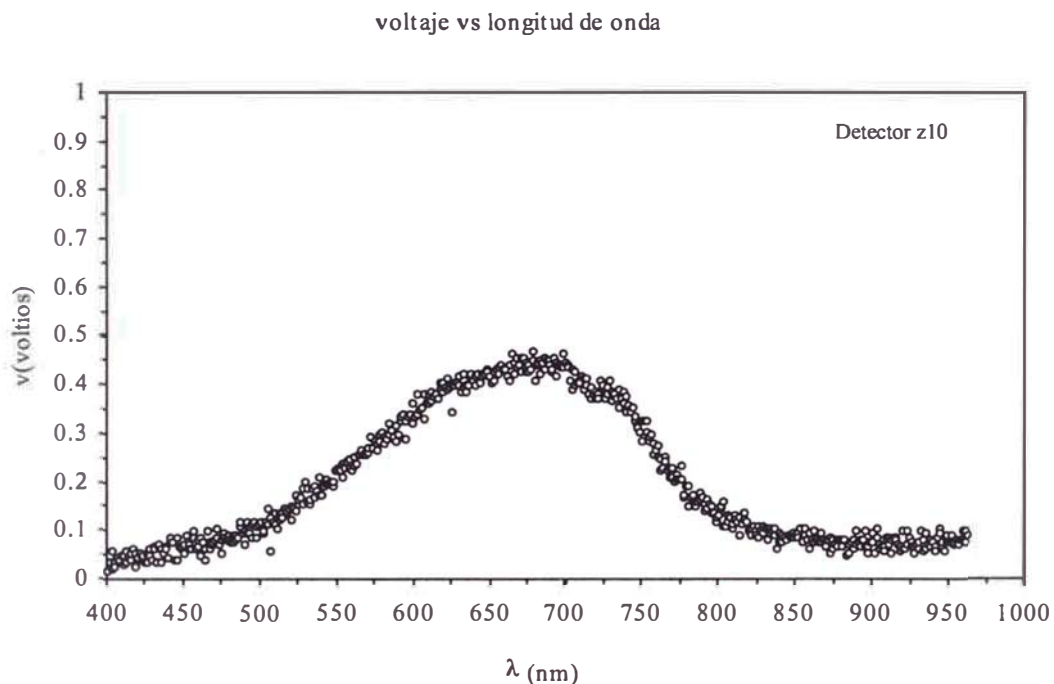


Figura 18. Espectro z10S400. Número_valores=400 Tiempo=30
Se obtuvo después de 2h:50'. Tiempo_espera=1000 Control_paso=28

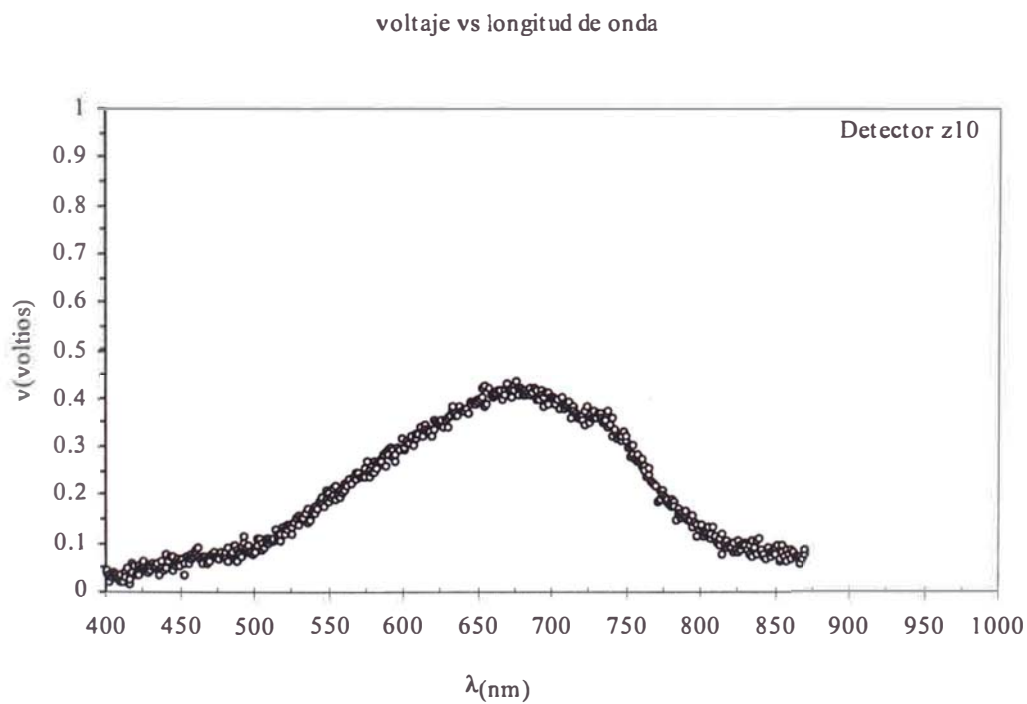


Figura 19. Espectro z10S800. Número_valores=800 Tiempo=30
Tiempo_espera=1000 Control_paso=28
Se obtuvo después de 4h.

Desarrollo de un sistema espectroscópico fotoacústico

Las figuras 20 y 21, sin embargo, establecen que debe colocarse un plástico negro entre el micrófono y el disco de jebe.

Debido a que pese a promediar sólo 10 valores en cada medición, resultan mejoras notables sobre todo si se aplica un pequeño agujero con un alfiler en el centro del disco de plástico.

Voltaje vs. Longitud de onda

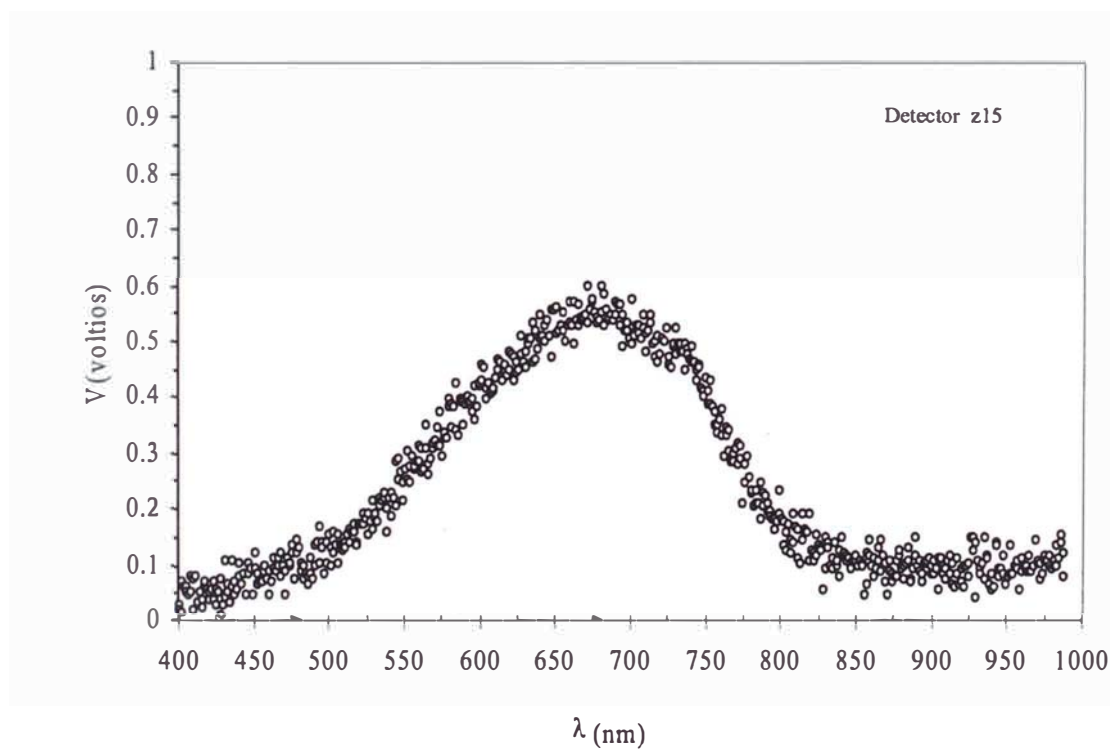


Figura 20. Espectro obtenido utilizando: **Número valores=10** **Tiempo=30**
Tiempo_espera=1000 **Control_paso=28**
 Se utilizó un plástico negro delante del detector. Tiempo de obtención del espectro (TOE) = 1h:15'

Desarrollo de un sistema espectroscópico fotoacústico

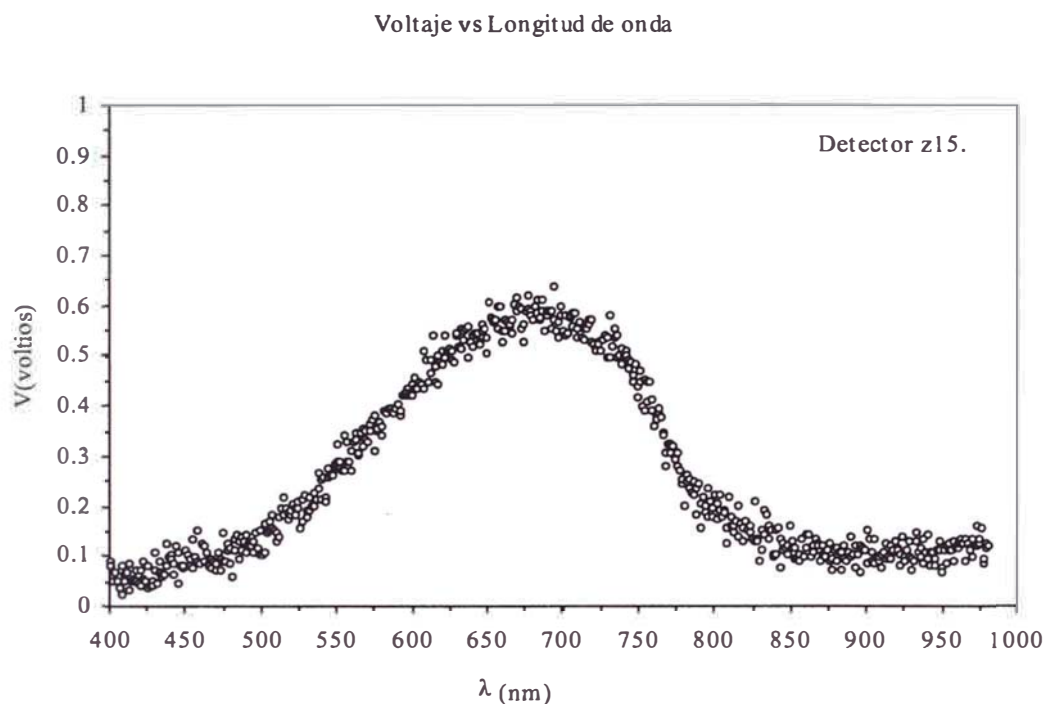


Figura 21. Espectro obtenido utilizando: **Número_valores=10** **Tiempo=30**
Tiempo_espera=1000 **Control_paso=28**
 Se colocó un plástico negro (al cual se le hizo un pequeño agujero en el centro con un alfiler) delante del micrófono. Existe mejor respuesta en comparación con la figura 20. Tiempo de obtención del espectro (TOE)=1h:15'

Si no se conoce el verdadero valor de una medición, lo único que podemos hacer es tomar el mayor número de valores y obtener el promedio.

Acudiendo al concepto físico de lo que significa una medición; es decir, cuánto más valores se tengan de una magnitud física, entonces el promedio de todos estos valores estará cada vez más cerca de su verdadero valor; es que se procedió a incrementar cada vez más el número de valores que debería promediar la computadora; manteniendo siempre constante los siguientes parámetros:

Control_paso = 28 **Tiempo = 30**
Tiempo_espera = 1000

De esta manera podemos establecer la Tabla 2.

Desarrollo de un sistema espectroscópico fotoacústico

Tabla 2. La gráfica 22 está almacenada en el archivo denominado z10C1000; y, corresponde al detector z10 habiéndose promediado 1000 valores en cada medición.

Gráfica	File	Número valores
22	z10C1000	1000
23	z10C1600	1600

voltaje vs longitud de onda

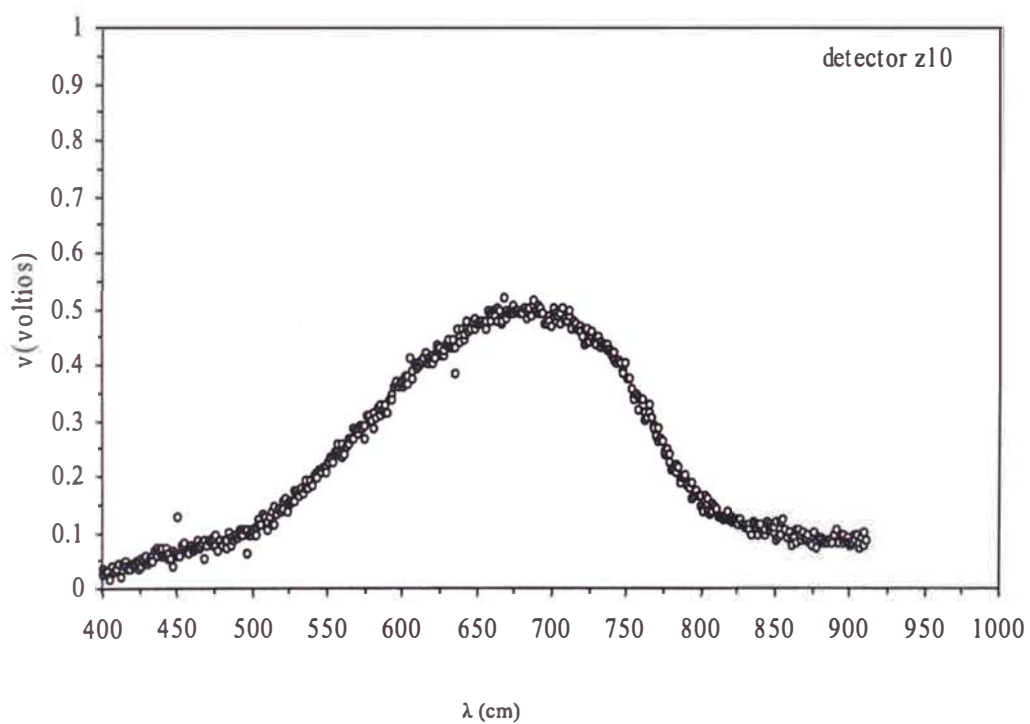


Figura 22. Espectro z10C1000. Se promediaron 1000 valores en cada medición. Tiempo de obtención del espectro (TOE)=5h:30'.

Desarrollo de un sistema espectroscópico fotoacústico

voltaje vs longitud de onda

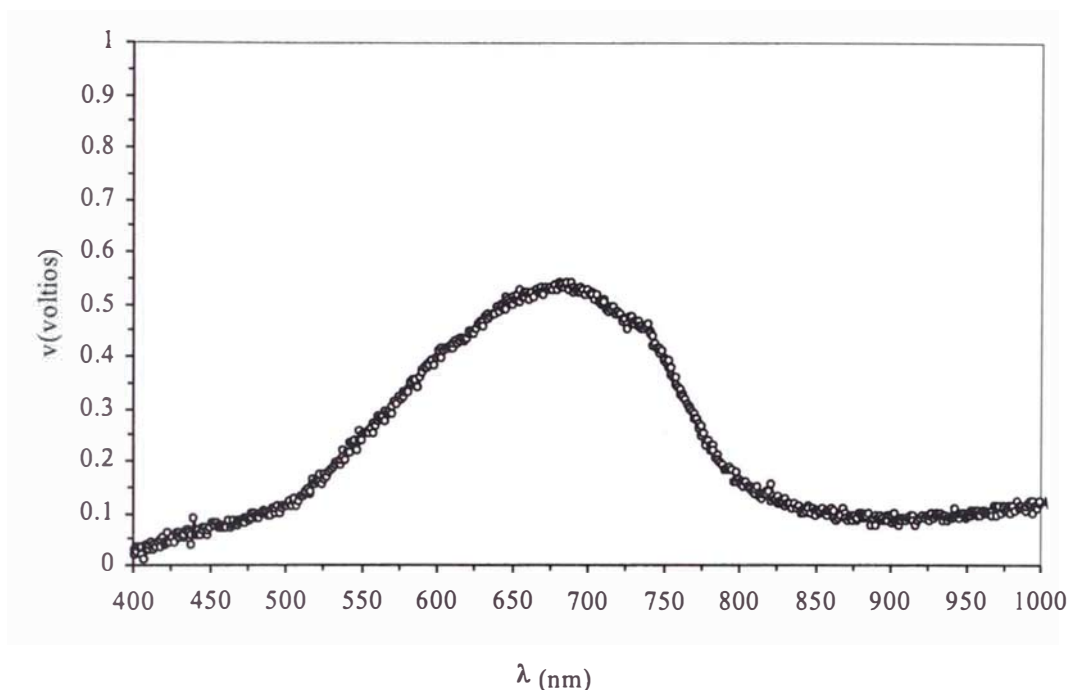


Figura 23. Espectro z10C1600. Se promediaron 1600 valores en cada medición. Tiempo de obtención del espectro (TOE)=10h.

Hasta aquí se puede establecer las siguientes consideraciones para obtener espectros fotoacústicos con este equipo experimental:

1. Los detectores responden sin mostrar resultados contradictorios pese al largo tiempo de exposición a la luz (no se degradan).
2. La guía de onda (fibra óptica) debe colocarse pegado al acrílico que tiene el disco de jebe, porque de esta forma la celda fotoacústica produce una mejor respuesta.
3. Debe tenerse mucho cuidado al soldar las patitas del detector; el micrófono se malogra rápidamente con el calor de la soldadura.
4. Cuando se incrementa el número de valores a promediar, el tiempo en la obtención del espectro fotoacústico es cada vez mayor.
5. Deben mantenerse fijos los parámetros: **Control_paso=28** **Tiempo=30**
Tiempo_espera=1000
6. Incrementando el valor del parámetro: **Número_valores**, la gráfica del espectro mejora cada vez más.

Desarrollo de un sistema espectroscópico fotoacústico

Con estas consideraciones planteamos una nueva forma de tabular los datos; esto se presenta en la tabla 3.

Tabla 3. En esta nueva tabulación se considera el tiempo necesario para la obtención de un espectro (detector z10).

Gráfica	File	Tiempo para la adquisición de datos
22	z10C1000	5 h: 45'
23	z10C1600	10 h

Por ejemplo, la gráfica 22 esta almacenada en el archivo denominado z10C1000. Este nombre indica al detector z10, la “C” significa con plástico negro entre el disco de jebe y el detector, y promediando 1000 valores en cada dato experimental se requiere de cinco horas con cuarenta y cinco minutos para obtener el espectro.

5.2 Consideraciones de experimentación

Teniendo en cuenta los nuevos cuidados en la confección de una celda fotoacústica y observando los espectros fotoacústicos obtenidos hasta este momento podemos afirmar lo siguiente:

1. Colocando un plástico negro (agujereado en el centro con un alfiler) entre el disco de jebe y el detector (micrófono “de electreto”) mejora la señal detectada. Esto se explica porque el color negro implica que la luz no se refleja sino que es absorbida por el plástico, y, el agujero permite mayor masa de aire dentro de la cámara de gas, reforzando la presión ejercida sobre la membrana de electreto.
2. Es de carácter decisivo el sellado de la cámara de gas. Cualquier fuga, por más pequeña que ésta sea, malogra el experimento.

Desarrollo de un sistema espectroscópico fotoacústico

3. La fuente de luz tiene un tiempo de vida definido. Por lo tanto, debe tenerse en cuenta el tiempo de funcionamiento de ella, dado que es la referencia de fondo para los espectros fotoacústicos de transmisión a medirse.

5.3 Mejoramiento en la sensibilidad de la celda fotoacústica

La tabla 4 muestra la caracterización de los nuevos micrófonos adquiridos.

Esto fue necesario en vista de que las patitas de los detectores se quiebran con suma facilidad.

Tabla 4. La celda n1S indica al detector nuevo n1 sin membrana de plástico negro, mientras que n1C indica al detector nuevo n1 con membrana de plástico negro. En todos los casos se ilumina la celda con un láser de 630 nm de longitud de onda (color rojo). Esta luz láser tenía una frecuencia de modulación de 7 Hz.

	Micrófono de electreto	Multímetro (V)	Amplificador LOCK - IN	
			Sensibilidad (mV)	Respuesta analógica(divisiones) Total escala: 20 divisiones
1.	n1S	0.14	10	7.0
2.	n1C	0.57	20	13.0
3.	n2C	0.39	20	9.0
4.	n3C	0.57	20	13.0
5.	n4C	0.43	20	9.0
5.	n5C	0.42	20	9.0
6.	n6C	0.41	20	9.0
7.	n7C	0.40	20	9.0

En la tabla 4 se observa claramente la diferencia entre el valor de la señal de la celda sin plástico y con plástico. La celda n1S da 0.14 V de respuesta al ser

Desarrollo de un sistema espectroscópico fotoacústico

iluminada con una luz láser de 630 nm mientras que la celda n1C da 0.57 V, en similares circunstancias de experimentación.

También dejamos establecida la codificación a usar en el experimento central.

Codificación establecida para denominar a los micrófonos de electretos:

1. z10S: micrófono de electreto z10 sin membrana de plástico negro.
2. n1S: micrófono de electreto n1 sin membrana de plástico negro.
3. n1C: micrófono de electreto n1 con membrana de plástico negro.

Codificación establecida para denominar a los archivos donde se almacenan los datos experimentales:

1. Archivo: n1C10
 n1: micrófono (detector) de electreto n1.
 C: con membrana de plástico negro delante del detector.
 10: se promedian 10 valores cada vez.
2. Queda sobreentendido que los valores Control_paso=28, Tiempo=30, Tiempo_espera=1000, se mantienen inalterables; modificando sólo el valor del parámetro Número_valores, hasta alcanzar su valor óptimo.

Utilizando el primer detector n1, diseñamos una nueva celda fotoacústica, y, teniendo en cuenta todas las observaciones hechas en el inciso 5.2, obtuvimos la siguiente tabla 5.

Tabla 5. Se indica, por ejemplo, que la gráfica 24 se encuentra en el archivo n1C100, y para tener el espectro en la pantalla debemos esperar 1h: 15'. Así sucesivamente.

Gráfica	File	Tiempo para la adquisición de datos
24	n1C100	1 h: 15'
25	n1C200 (Control_paso=128)	45'
26	n1C400	2 h: 30'
27	n1C3200	15 h: 45'

A continuación mostramos las correspondientes gráficas 24, 25, 26, 27.

Desarrollo de un sistema espectroscópico fotoacústico

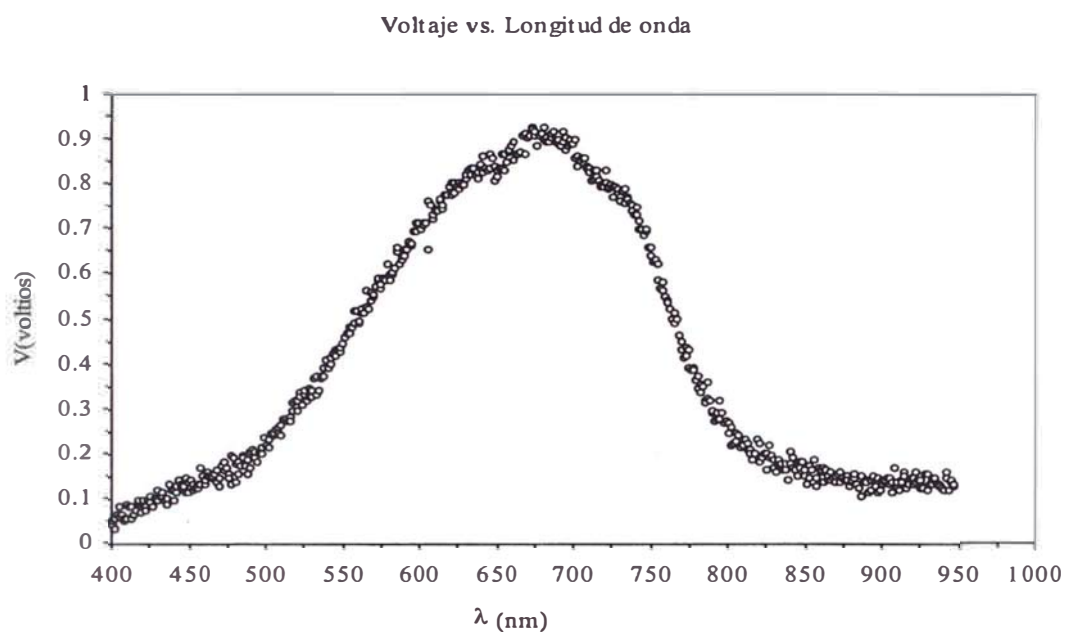


Figura 24. Espectro n1C100. Se promedian 100 valores en cada medición. TOE=1h:15'

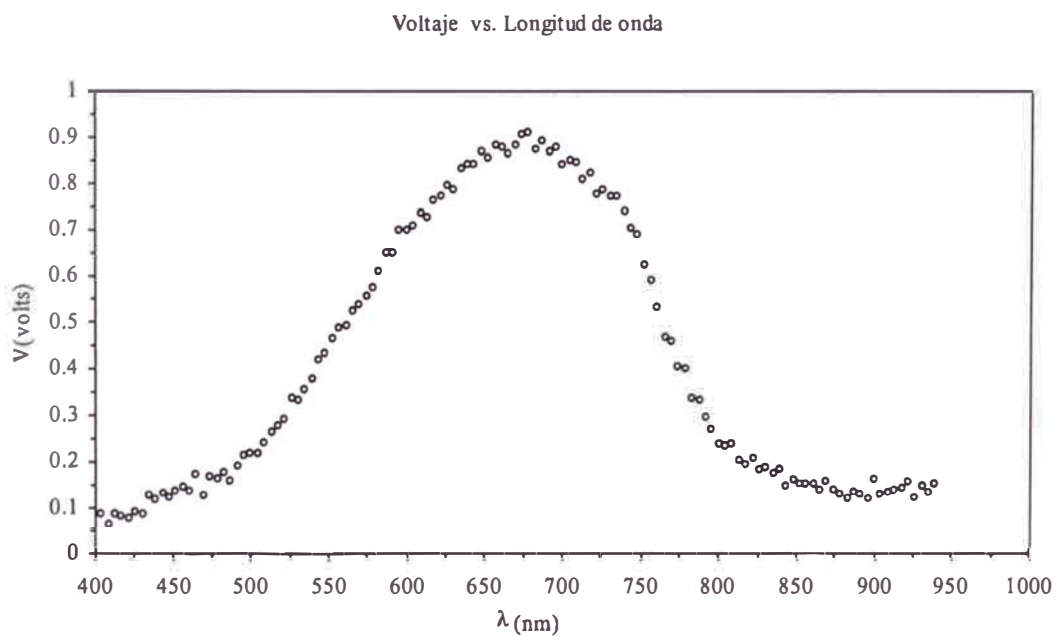


Figura 25. Espectro n1C200. Se promedian 200 valores en cada medición. TOE=45'. En esta ocasión se colocó Control_paso=128, lo cual indica que la longitud de onda cambia en aproximadamente 4.2 nm cada vez.

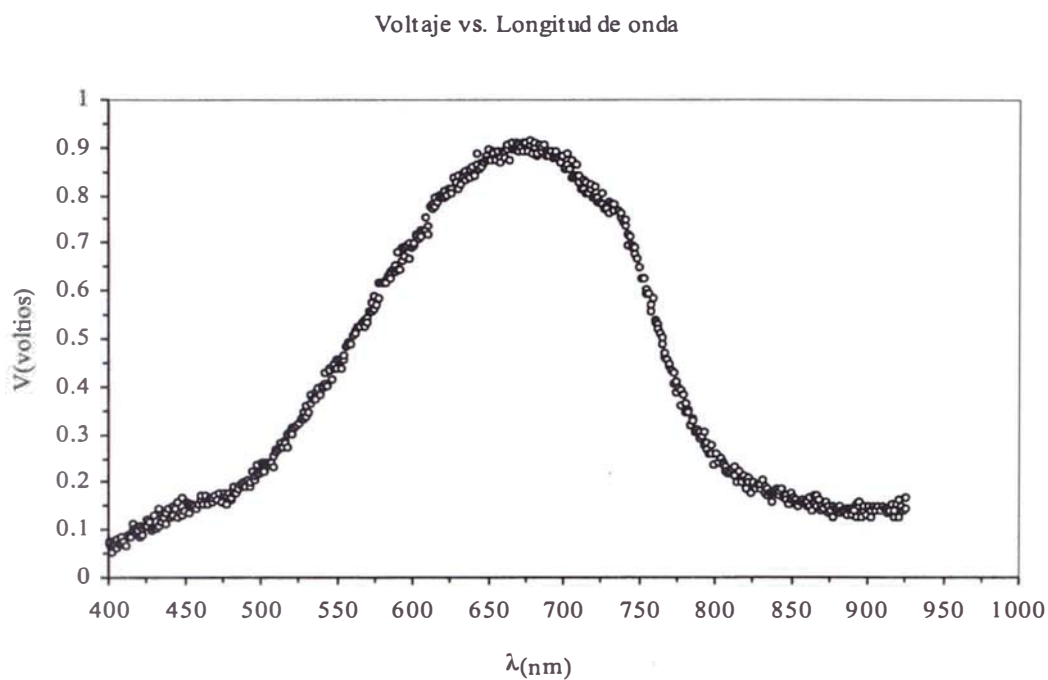
Desarrollo de un sistema espectroscópico fotoacústico

Figura 26. Espectro n1C400. Se promedian 400 valores en cada medición. TOE=2h:30'

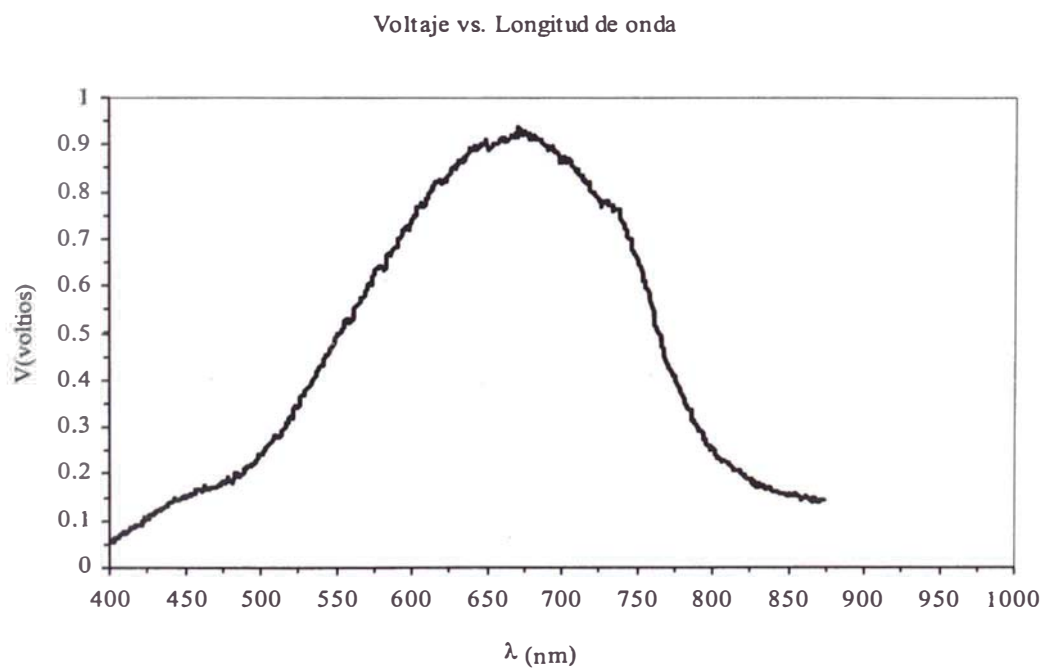


Figura 27. Espectro n1C3200. Fondo mostrado por la lámpara halógena OSRAM 24V 150W. Se promedian 3200 valores en cada medición. TOE=15h:45'.

Desarrollo de un sistema espectroscópico fotoacústico

Es absolutamente notorio como incrementando el número de valores promediados en cada medición la gráfica del espectro va adquiriendo menor dispersión, obteniéndose cada vez mejor definición del espectro.

Logramos promediar hasta 3200 valores en cada medición. Según la figura 27 en 15h:45' la longitud de onda cambió desde 400 hasta 875 nanómetros.

Esto significa que la rejilla de difracción giró con una velocidad de:

$$\frac{\Delta\lambda}{\Delta t} = \frac{475 \text{ nm}}{15.75 \text{ h}} = 30.15 \frac{\text{nm}}{\text{h}}$$

Es decir, 0.00838 nm/s. Prácticamente es imperceptible el movimiento de la rejilla de difracción.

Obtuvimos los valores apropiados de los parámetros del programa que permiten la formación de espectros fotoacústicos, con este equipo experimental.

Estos valores son:

Control_paso: 28	(este valor debe cambiarse a 128 al inicio)
Tiempo: 30	(debe mantenerse constante)
Tiempo_espera: 1000	(debe mantenerse constante)
Número_valores: 3200	(este valor debe cambiarse a 25 al inicio)

Los espectros de las figuras 14 hasta la 27 se obtuvieron utilizando como fuente de luz a una lámpara halógena OSRAM 24V 150W. Esta lámpara funcionó hasta el día sábado 11 de Marzo del 2006.

El día martes 14 de Marzo del 2006 se colocó una nueva lámpara halógena LITECH 24V 150W. Necesitamos el espectro (FONDO) de esta nueva fuente de luz, porque esta es, ahora, la nueva referencia para la transmisión de luz por las muestras semiconductoras a caracterizar.

6. Sugerencias

Para asegurar la obtención de espectros fotoacústicos se sugiere no perder de vista las siguientes recomendaciones.

1. Alistar una celda fotoacústica, con sumo cuidado, aislándola del ruido y de la luz de su entorno. Revise los componentes del equipo de tal manera de verificar la operatividad de cada uno de ellos.
2. Alinear las lentes con la fuente de luz, el disco cortador, y, la entrada de luz al monocromador (el ancho de la ventana es de 0.5 mm).
3. Seleccionar manualmente (parte posterior del monocromador) una longitud de onda de alrededor de 675 nm, y asegúrese que esta luz ingrese perpendicularmente a la celda fotoacústica; para ello se requiere verificar que la señal otorgada por la celda fotoacústica, corresponde a un valor máximo.
4. Fijar manualmente la longitud de onda inicial en 400 nm.
5. Ingresar en el programa, los siguientes valores (para un reconocimiento rápido de la tendencia del espectro):

Control_paso: 128	Tiempo: 30
Tiempo_espera: 1000	Número valores: 25

 Correr el programa e indicar el sentido de rotación del motor a pasos, el valor inicial de la longitud de onda y el nombre del archivo donde se almacenarán los datos experimentales.
 Este paso es importante, porque permite abortar el proceso en el caso de observar en la pantalla una gráfica no esperada.
6. Teniendo la seguridad de que el sistema se encuentra en condiciones óptimas para empezar la medición; introducir en el programa los siguientes valores:

Control_paso: 28	Tiempo: 30
Tiempo_espera: 1000	Número valores: 3200

Desarrollo de un sistema espectroscópico fotoacústico

Correr el programa e indicar el sentido de rotación del motor a pasos, el valor inicial de la longitud de la onda y el nombre del archivo donde se almacenarán los datos experimentales.

7. Obtención de espectros de transmisión

7.1 Procedimiento

En esta parte experimental se utilizó la Lámpara Halógena LITECH 24V 150W. Se colocó la película semiconductora delante de la ventana de entrada de luz al monocromador. Ver figura 29.

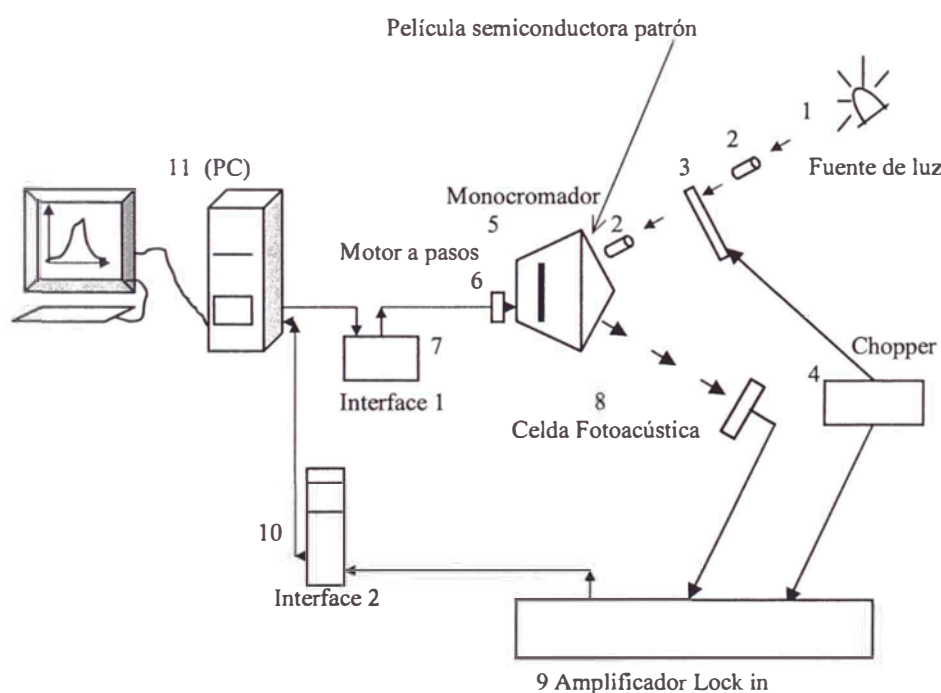


Figura 29. Esquema experimental que permite visualizar el proceso seguido para medir la fracción de transmisión de luz por una película semiconductor.

Primero grabamos el archivo Tn1100inicial; después de 1h:16' se formó el espectro. Sin embargo, la figura 30 respectiva demuestra presencia de ruido.

Desarrollo de un sistema espectroscópico fotoacústico

Voltaje vs. Longitud de onda

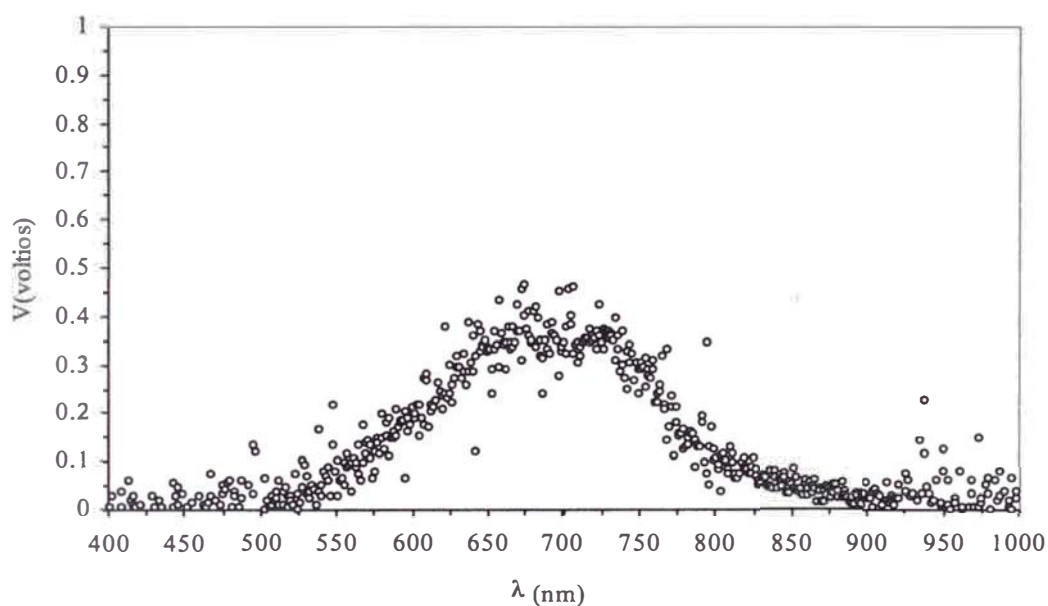


Figura 30. Espectro Tn1100inicial. Prueba rápida para examinar la tendencia de la gráfica. TOE=1h:15'. Se utilizó una lámpara halógena LITECH 24V 150W China. Los puntos separados indican presencia de ruido.

Voltaje vs. Longitud de onda

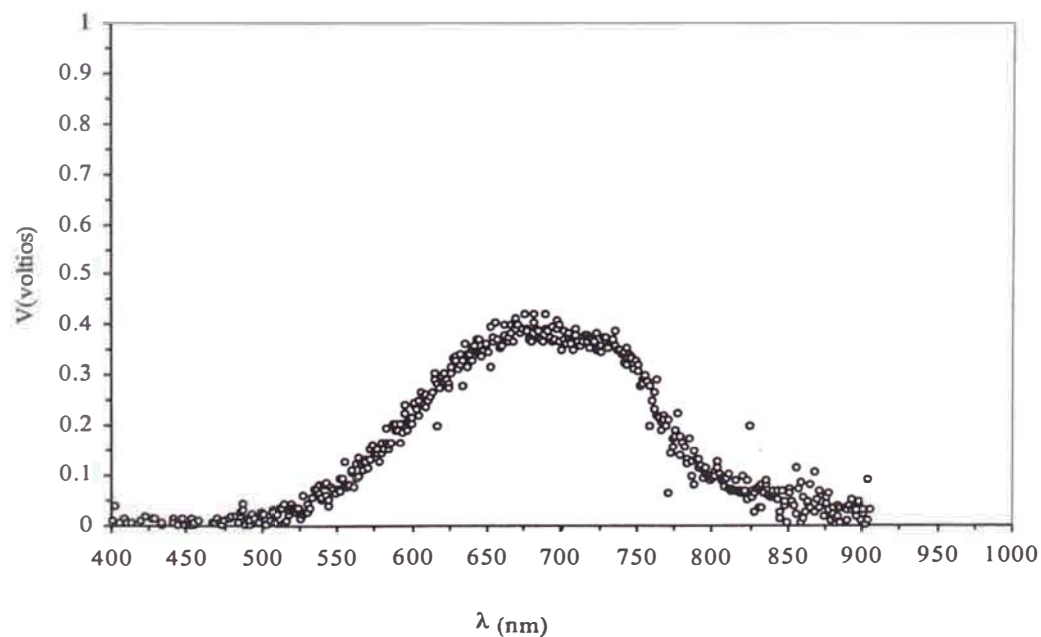


Figura 31. Espectro Tn1100final. Prueba rápida para examinar la tendencia de la gráfica. TOE=1h:15'. Se utilizó una lámpara halógena LITECH 24V 150W China. Los puntos aislados indican que aún existe presencia de ruido. Este se corrige mejorando el aislamiento de la celda fotoacústica.

Desarrollo de un sistema espectroscópico fotoacústico

Teniendo cuidado en el enfoque de la fuente de luz hacia el monocromador y también el enfoque hacia la celda; con una segunda prueba se grabó en el archivo Tn1100final (figura 31).

La comparación entre las gráficas 30 y 31 indican que debe tenerse cuidado en el aislamiento del ruido y de la luz de su entorno; y asegurar el enfoque de luz al monocromador y a la celda. En la siguiente prueba; se grabó en el archivo Tn1400.

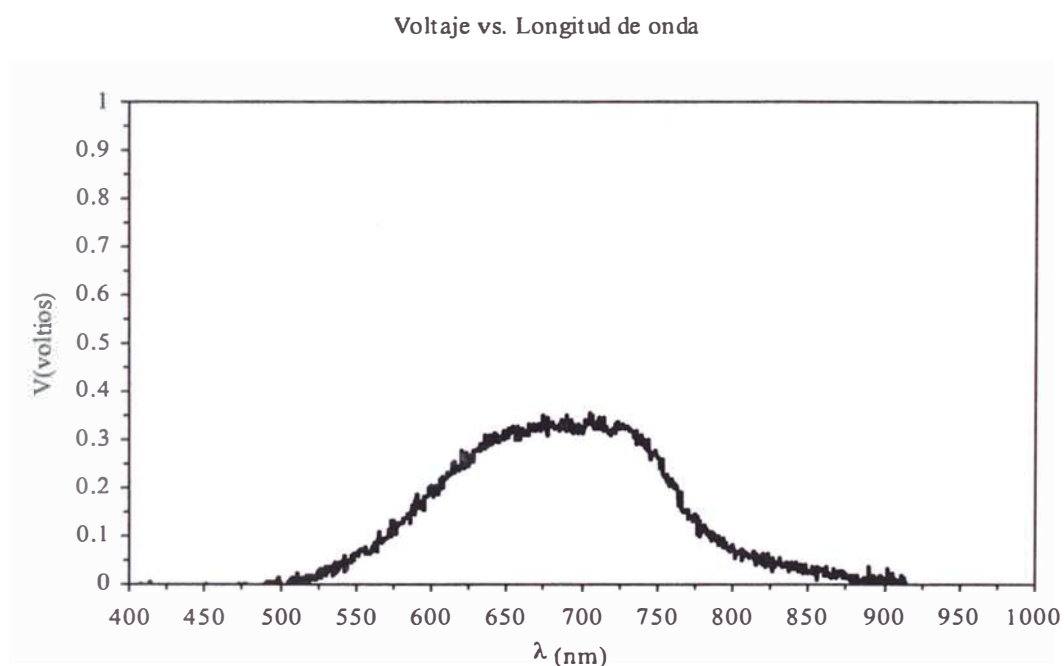


Figura 32. Espectro Tn1400 de transmisión de la luz por una película semiconductor patrón. TOE=2h:45'. Fuente de luz: lámpara halógena LITECH 24V 150W.

La figura 32 indica que vamos en buen camino, según lo previsto.

Finalmente, de acuerdo con las condiciones establecidas, grabamos el archivo Tn13200.

Inicio: 5h:20' pm Fin: 09h:20' am del siguiente día. Ver figura 33.

Para determinar la fracción de transmisión de la luz por la película semiconductor, es necesario el espectro fotoacústico del fondo de la nueva fuente de luz. Aquí, se generó el archivo Fn13200 (TOE = 15h : 57').

El resultado puede observarse en la figura 34.

Desarrollo de un sistema espectroscópico fotoacústico

Voltaje vs. Longitud de onda

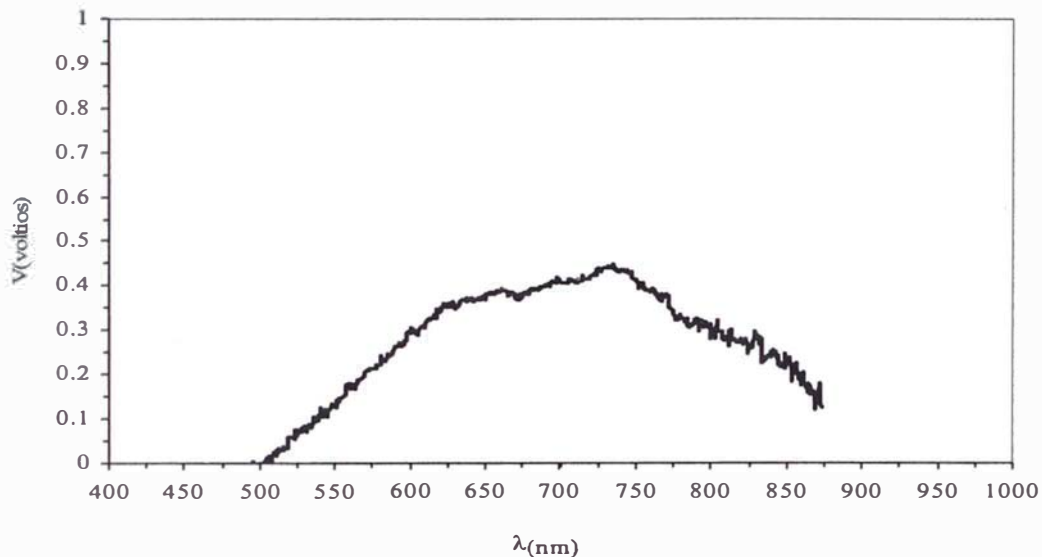


Figura 33. Espectro Tn13200 de transmisión de la luz por una película semiconductor patrón. TOE=6h. Fuente de luz: lámpara halógena LITECH 24V 150W .

Voltaje vs. Longitud de onda

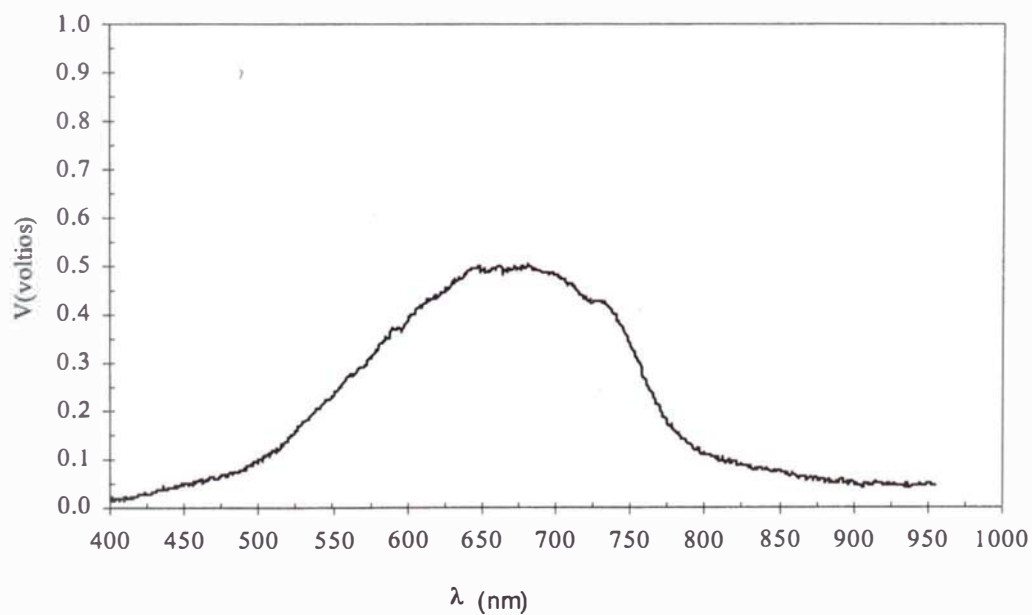


Figura 34. Espectro Fn13200. Fondo mostrado por la lámpara halógena LITECH 24V 150W China (TOE=16h)

Desarrollo de un sistema espectroscópico fotoacústico

La figura 35 permite apreciar la diferencia entre los fondos de ambas fuentes de luz. Así como cada persona posee una huella digital propia, así también cada fuente de luz posee un espectro característico propio.

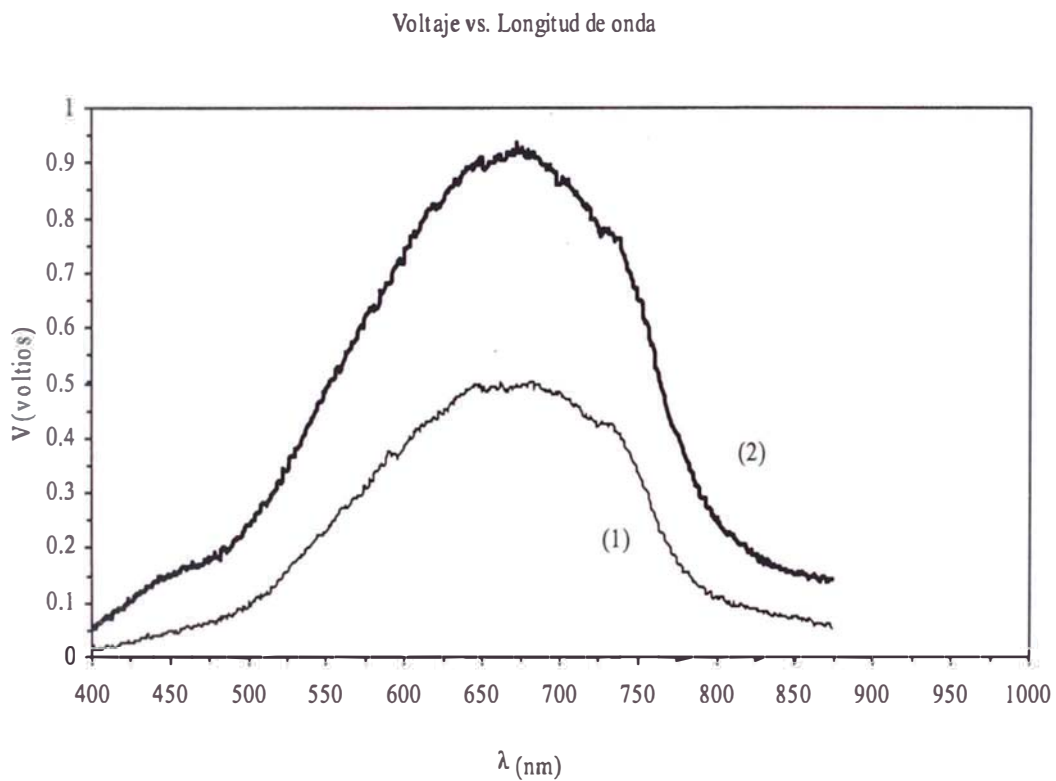


Figura 35. Se aprecia la diferencia entre ambos espectros fotoacústicos.
 (1) Fondo mostrado por la lámpara halógena LITECH 24V 150W.
 (2) Fondo mostrado por la lámpara halógena OSRAM 24V 150W.
 Cada fuente de luz tiene su propio espectro que lo caracteriza.

La figura 36 muestra los espectros fotoacústicos de transmisión de la película semiconductor patrón (1), el espectro fotoacústico del Fondo de la fuente de luz patrón LITECH 24V 150W (2), y, la fracción de luz transmitida por la película (3).

Desarrollo de un sistema espectroscópico fotoacústico

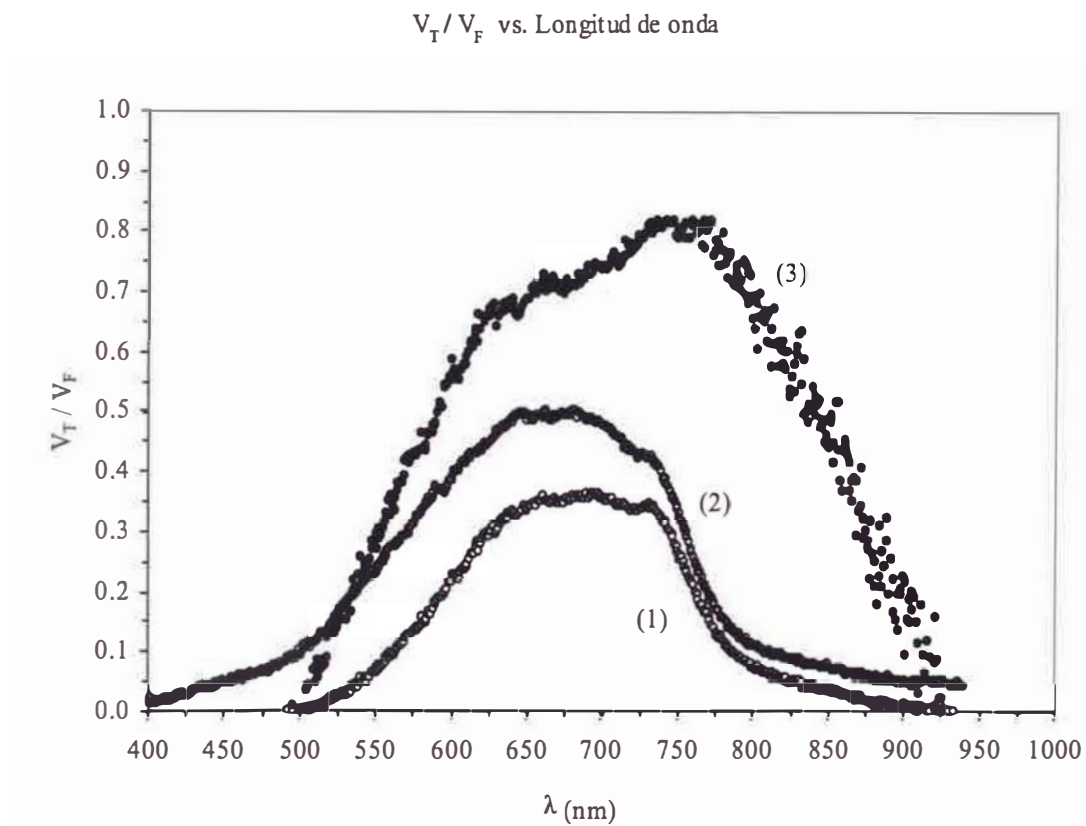


Figura 36. Se observan los tres espectros fotoacústicos medidos:
 (1) Tn13200, transmisión de la luz por la película (V_T).
 (2) Fn13200, fondo de la fuente de luz LITECH (V_F).
 (3) Fracción de la luz transmitida por la película (V_T / V_F)

La figura 37, en cambio, visualiza la fracción de luz transmitida por esta misma película vista por el Analizador Óptico Multicanal (espectrómetro de mayor sensibilidad).

Desarrollo de un sistema espectroscópico fotoacústico

I_T / I_F vs. Longitud de onda

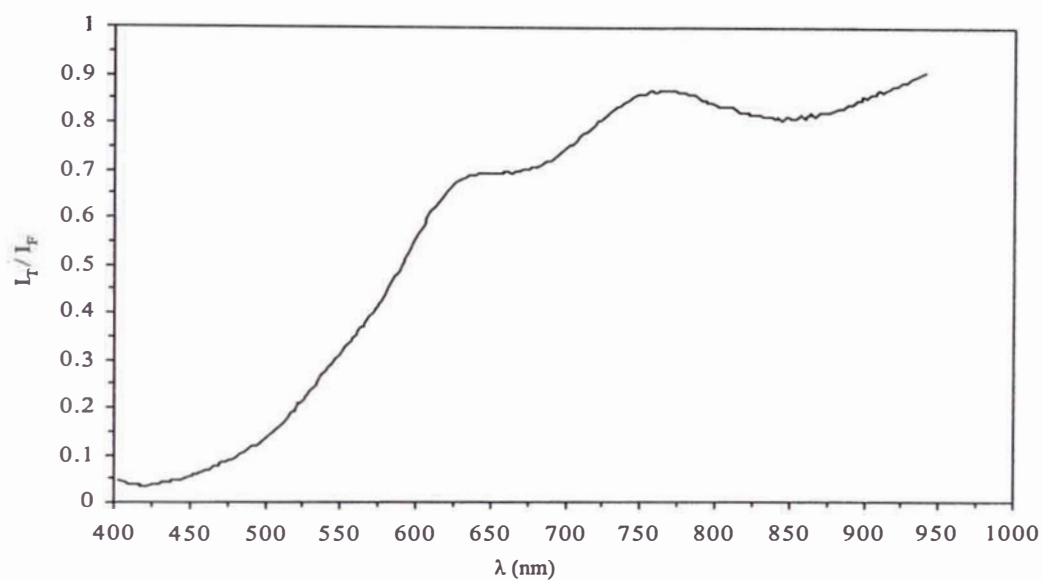


Figura 37. Fracción de transmisión de la luz por la película semiconductor medida por el espectrómetro de mayor sensibilidad (OMA)

V_T / V_F vs. Longitud de onda

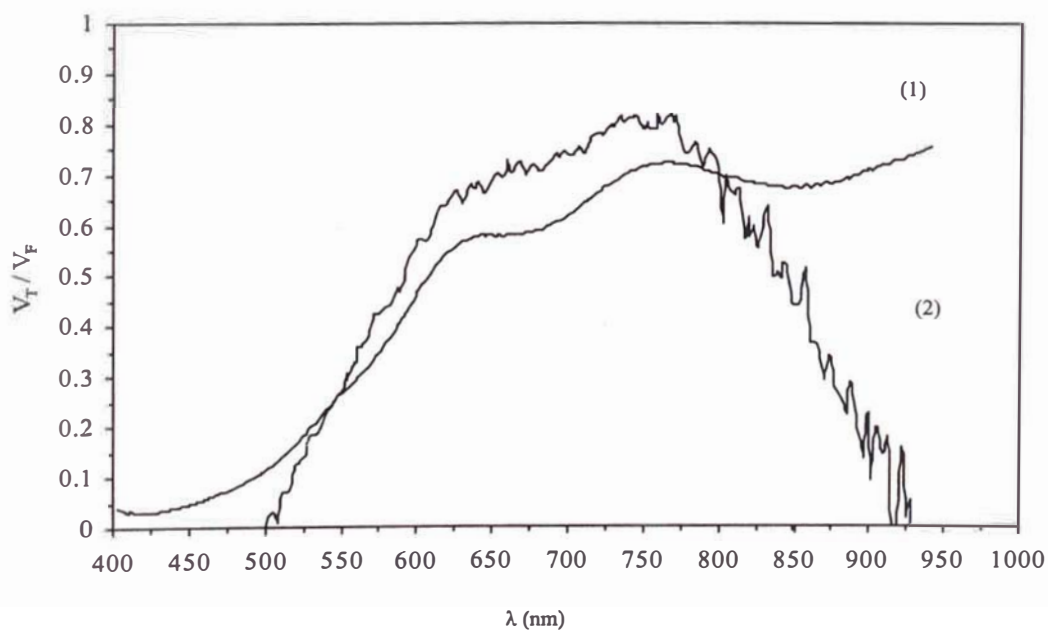


Figura 38. (1) Fracción de transmisión de la luz medida por el espectrómetro de mayor sensibilidad (OMA).
(2) Fracción de transmisión de la luz medida por el espectrómetro local.

Desarrollo de un sistema espectroscópico fotoacústico

Al superponer ambas gráficas, conservando la misma escala para ambas, fácilmente puede verse la coincidencia (figura 38) de ambas en el rango de [575 , 700] nm . Existe un factor de 1.2 entre lo visto (figura 38) por el espectrómetro local desarrollado (2) respecto del más sensible (1).

Aplicando este factor obtenemos el resultado final, al cual queríamos llegar. Esto lo detalla la figura 39.

V_T / V_F vs. Longitud de onda

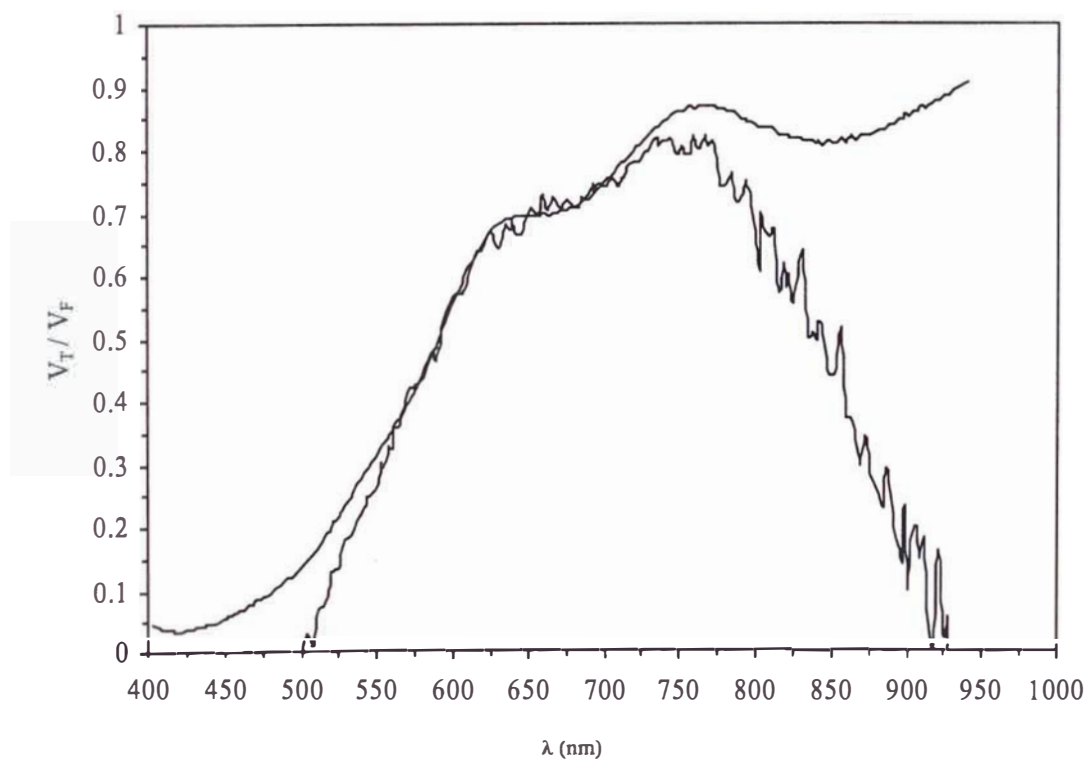
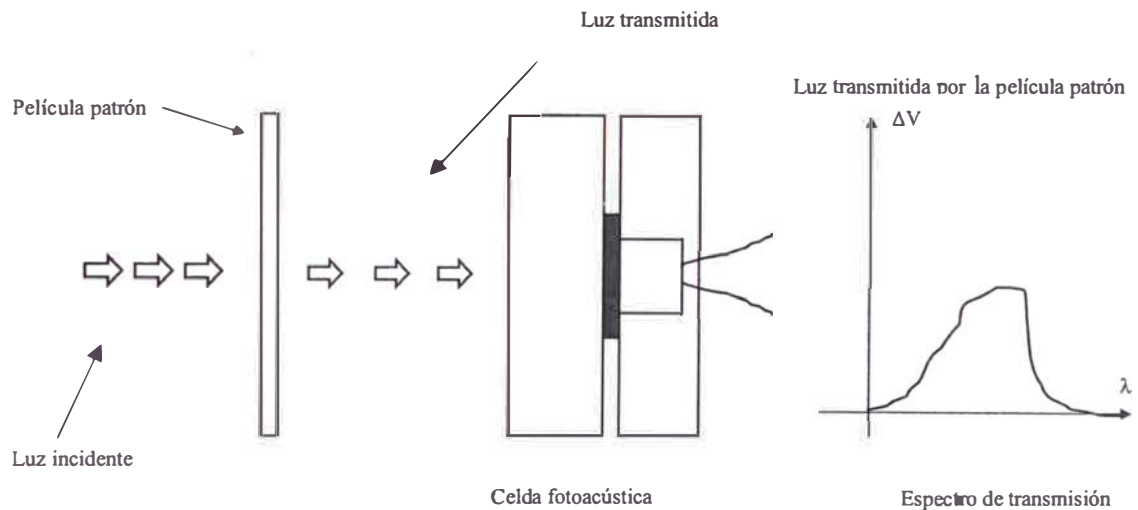


Figura 39. Gráfica que indica el resultado final de medición de un espectro fotoacústico de transmisión de la luz por una película semiconductor patrón. El sistema espectroscópico desarrollado da mediciones confiables en el intervalo de longitudes de onda [575,700] nm aproximadamente.

8. Discusiones

1. Si bien el experimento se llevó a cabo con micrófonos “de electreto” relativamente baratos, existen otros de mayor calidad y precio. Por ejemplo, el denominado micrófono dinámico o de electreto (micrófono electrostático de electreto unidireccional) ECM-66B Sony; el cual cuenta con las siguientes características:
 - Cabeza del micrófono 7g y 10.6x24.3 mm
 - Terminaciones en negro
 - Sistema de doble fuente de energía que permite elegir batería AA ó fuente de energía externa
 - Nivel de presión de entrada máxima de sonido de 130 dB SPL
2. Es de suma importancia visualizar en pantalla la gráfica ΔV vs. λ , porque puede verse directamente en el monitor si la medición del espectro es el apropiado. Lo que se hacía anteriormente era esperar hasta el final del proceso de toma de datos por el computador; grabar el archivo en un diskett y luego realizar la gráfica utilizando algún software de gráficos. Es decir, sólo al final de todo el proceso sabríamos si el resultado es válido o no.
3. Para la culminación de este experimento fue necesario apelar al procesamiento electrónico de datos; es decir, la intervención humana no es requerida en cada etapa.
4. En el caso del espectro de transmisión, la luz transmitida por la película semiconductor se convierte en una señal eléctrica; ésta es amplificada (por el amplificador Lock-in) y enviada a la computadora a través de un multímetro digital (interfase 2).

Desarrollo de un sistema espectroscópico fotoacústico



Esta luz transmitida debe compararse con la luz total que emite la fuente para obtener la fracción de transmisión de luz.

5. Por más automatizado que parezca el sistema de toma de datos, siempre se requiere la presencia de un especialista, que con los conocimientos suficientes, pueda discernir, en caso de surgir algún imprevisto, porque no podemos asegurar la infalibilidad de los aparatos.
6. Es necesario conformar una buena tabla de datos donde se registre las horas de funcionamiento de la lámpara halógena. De esta manera tendremos el tiempo de vida real de la fuente de luz.

Las que usamos en el laboratorio según los datos técnicos era de un estimado de 50 horas.

9. Conclusiones

1. Una vez ingresados los datos, el computador efectúa los procesos requeridos automáticamente, y, emite el resultado deseado. Los procesos son realizados a velocidades increíblemente altas, obteniendo información confiable.

En este caso, logramos promediar hasta 3,200 valores en cada medición. Lo que implicó que la computadora en cada segundo promediaba 32 valores. Para que la rejilla de difracción rote 0.84 nm necesitaba 100 segundos. En este lapso de tiempo el computador colectaba 3200 valores para una medición.

2. Basta acoplar los aparatos mencionados en la página 6, para medir con éxito espectros fotoacústicos de absorción y transmisión de la luz.
3. La gráfica mostrada en la figura 39, exhibe claramente la coincidencia de los espectros de transmisión, siguiendo dos caminos completamente diferentes.
4. El espectro dado por la figura 33, es más confiable (en cuanto a magnitud) que el dado por el OMA; porque, nuestro espectro, es obtenido directamente. Es decir, estamos detectando directamente la luz transmitida por la película patrón, según se observa en el diagrama de bloques de la figura 29.
5. Pero, el defecto reside en que el rango de coincidencia no es del todo bienvenido.

Como puede verse en la figura 39, el rango en que nuestro espectrómetro está midiendo bien pertenece al intervalo: $\lambda \in [575, 700]$ nm.

Necesitamos implementar mejores detectores, y, bajo la misma secuencia explicadas en la página 8, se logrará medir espectros fotoacústicos en rangos de longitudes de onda mayor que el obtenido en el presente trabajo de laboratorio.

10. Referencias

- /1/ Eyzaguirre C. y Valera A. “Desarrollo de un espectrómetro fotoacústico y su aplicación a materiales fotovoltaicos y biológicos”. *Revcuni*, Vol. 3, N° 1, Pág. 34-47. Set. 98/Lima-Perú.
- /2/ Skoog D., Holler F. y Nieman T. “Principios de Análisis Instrumental”. Quinta Edición, McGraw-Hill/Interamericana de España, Madrid 2001.
- /3/ Willard H., Merritt L., Dean J. y Settle F. “Métodos Instrumentales de Análisis”. Grupo Editorial Iberoamérica, México, 1991.
- /4/ abanderas@acei.upibi.ipn.mx y abrahambalderas@hotmail.com
- /5/ Rosencwaig A. y Gersho A., *J. Appl. Phy.*, 47(1)(1976)p.p.64-69.