



UNIVERSIDAD NACIONAL
AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE CIENCIAS

ESPECTROSCOPIO PARA
TERMOLUMINISCENCIA

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

F Í S I C O

P R E S E N T A:

FRANCISCO ATILIO SARMIENTO MENDOZA



DIRECTOR DE TESIS:
DR. RAÚL ESPEJEL PAZ

México D.F.

2015



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



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.

Índice general

1. Introducción	1
1.1. Conceptos Preliminarres.	1
1.1.1. Espectroscopios	1
1.1.2. Luminiscencia	3
1.1.3. Fluorescencia	4
1.1.4. Fosforescencia	4
1.1.5. Luminiscencia en sólidos	5
1.1.6. Centros de color	5
1.1.7. Fenómeno de termoluminiscencia	7
1.1.8. Centros luminiscentes	12
1.1.9. Trampas	14
1.1.10. Espectro de emisión	14
1.1.11. Curva termoluminiscente	16
2. Metodología	19
2.1. Método e implementación	19

2.1.1. Fuente + 5 V y +/-12 V	22
2.1.2. Generador de rampa	24
2.1.3. Base de tiempo variable	24
2.1.4. Termómetro	33
2.1.5. Comparador	34
3. Resultados y conclusiones	39
3.1. Resultados	39
3.2. Conclusiones	42

Dedicatoria

Dedicada a Elsa Hilda Torres Quezada
Esta tesis existe porque, a pesar del tiempo,
hasta la tenue sombra de un anhelo, cristaliza, gracias.

Agradecimientos

Agradezco a mi madre por el gran apoyo para concluir con éxito esta etapa de mi vida.

Agradezco al Dr. Raúl Espejel Paz por el valioso apoyo, asesoría y amistad brindados para finalizar este trabajo de manera satisfactoria y exitosa.

Agradezco a la M en C. Cristina Flores, al Dr. Héctor Murrieta, al Dr. Enrique Cabrera por sus constantes y cordiales consejos, así como sus recomendaciones para la elaboración y el término de este escrito.

Agradezco al Instituto de Física, UNAM, por el aporte de sus instalaciones y servicios.

Agradezco al Dr. Adolfo Ernesto Cordero Borboa por todas las facilidades y comentarios para mejorar y enfocar el trabajo realizado.

Agradezco de forma personal al Fís. Federico Gabino por su tiempo, sus palabras de aliento y conminarme a llegar al final.

Para terminar, a las personas que aunque no sean de mi presente, estuvieron ahí, despojándose de algo para compartirlo conmigo cuando lo necesité, gracias.

Resumen

En el presente trabajo se muestra el diseño, detalles de la construcción y de la evaluación, de un espectroscopio dedicado al estudio del fenómeno de termoluminiscencia en materiales cristalinos, a diferencia del método tradicional que considera la intensidad total de emisión, este sistema capta la intensidad de la luz a diferentes longitudes de onda (la curva espectral de emisión). Mediante el incremento lineal de temperatura en un intervalo de tiempo, se registra el cambio en el espectro de emisión de la muestra.

Introducción

1.1. Conceptos Preliminarres.

1.1.1. Espectroscopios

Nos referiremos a los espectroscopios destinados al análisis de la radiación electromagnética; trasformando una señal entrante en el dominio temporal en un espectro de frecuencia. Con este análisis se obtiene información sobre un gran número de fenómenos físicos y propiedades de los cuerpos, por lo que, en la actualidad se emplean en una gran diversidad de áreas, que incluyen física, química, medicina, entre otras.

Existe una gran diversidad de métodos y técnicas relacionadas con la espectroscopia y, como consecuencia de eso, un gran número de diseños de espectroscopios con características muy diferentes entre sí, dependiendo de las variables a estudiar se determinan sus características.

Los primeros espectroscopios fueron ópticos, se basaban en un proceso que “separaba” la luz blanca visible en sus diferentes colores.

Un proceso natural en el cual se da este fenómeno, es el arco iris, que aparece en momentos de lluvia con presencia de luz solar suficiente, de modo que las gotas de agua actúan como refractores de luz que separan las componentes de la luz del

sol. Los primeros espectroscopios contenían prismas de vidrio para realizar esta dispersión de las radiaciones luminosas, gracias a los diversos ángulos de refracción que presentan los diferentes colores (o longitudes de onda) de la luz blanca.

También se emplearon para este mismo objetivo rejillas de difracción, otro fenómeno que permite la separación de las radiaciones que forman la luz blanca.

El próximo Telescopio Espacial de James Webb contendrá un espectrógrafo de infrarrojo cercano (NIRSpec) de 950 a 5900nm.y un espectrómetro en mitad del infrarrojo (MIRI) de 5000 a 28000nm.

Hay varias clases de máquinas a las que se llama espectrógrafos, según la naturaleza precisa de las ondas por ejemplo, los primeros espectrofotómetros usaban papel fotográfico como detector.

En astronomía la clasificación espectral de estrellas, la ley de Hubble y la secuencia de Hubble, se hicieron con espectrógrafos que usaban dicho papel fotográfico. Los espectrógrafos más recientes usan detectores electrónicos, tales como tubos fotomultiplicadores, o bien, CCDs (por sus siglas en ingles Charge – Coupled Device), es un dispositivo semiconductor formado por un arreglo matricial de pequeños condensadores cuya carga individual depende de la luz incidente, esto es, una imagen óptica en formato eléctrico.

La resolución de este dispositivo está en función del número de condensadores presentes en dicha superficie.

Estos dispositivos se emplean en equipos que registran imágenes tales como cámaras fotográficas, cámaras de video, espectrofotómetros, telescopios, microscopios, debido a su naturaleza pueden construirse con diferentes sensibilidades tanto en intensidad, como en longitud de onda, que pueden usarse desde la región infrarroja, luz visible hasta luz ultravioleta. La elección exacta del detector depende de las longitudes de onda de la luz que va a registrarse y la intensidad de la luz recibida.

Con este pequeño chip se consigue una imagen precisa de una región del espectro electromagnético.

La otra gran ventaja que poseen, es que la adquisición de datos, debido a su carácter digital facilita su análisis mediante una computadora

Estas dos características son de sumo interés en la construcción del espectrómetro de este trabajo.

1.1.2. Luminiscencia

La luminiscencia es el fenómeno que experimentan algunos materiales capaces de absorber energía y volver a emitirla.

La existencia de defectos en la red cristalina de un sólido es importante para que se produzca el fenómeno de luminiscencia; en particular cuando el cristal esta expuesto a la radiación ionizante, se producen electrones libres y agujeros. Estos portadores de carga migran por el cristal hasta quedar atrapados en determinadas configuraciones electrónicas y cuando estas configuraciones se desexcitan se emite un fotón.

La luminiscencia se presenta en una gran variedad de materiales tales como: cristales inorgánicos, vidrios, cerámicas, compuestos orgánicos (polietileno y teflón), así como en ciertos materiales bioquímicos y biológicos. Los materiales que presentan este fenómeno pueden dividirse en dos grandes grupos: materiales inorgánicos y materiales orgánicos.

El fenómeno de termoluminiscencia (TL) consiste en la emisión de luz al calentar, por debajo de su temperatura de incandescencia, una sustancia sólida previamente expuesta a un agente excitante tal como los rayos-X, partículas alfa, beta, luz ultravioleta, etc.

La luminiscencia se debe principalmente a la producción de electrones libres y agujeros, mientras que en los orgánicos a la formación de radicales libres.

En algunos casos se emite luz mientras se mantiene la excitación, fenómeno que se conoce como fluorescencia y en otros la luz persiste cuando se elimina la excitación, fenómeno al que se le da el nombre de fosforescencia.

1.1.3. Fluorescencia

Una molécula electrónicamente puede permanecer un promedio de 10^{-8} s en su estado excitado; de no presentar colisiones con otras moléculas vuelve a su estado base con la emisión de un fotón de longitud de onda más grande que la de la radiación incidente. Cuando la radiación que se absorbe y la que se emite, tienen la misma longitud de onda se dice que se presenta fluorescencia resonante.

1.1.4. Fosforescencia

En este proceso se presenta excitación electrónica de la misma forma que en la fluorescencia, solamente que el regreso al estado base no es tan rápido como en esta. El regreso de la molécula a su estado base puede llevarse a cabo en el tiempo comprendido entre 10^{-2} y 10^2 s.

La explicación de este retraso es debida a la existencia de estados excitados metaestables, cuyo regreso al estado base se ve impedido por algunas causas como: la temperatura a la cual se examina el material, la naturaleza del agente excitante y la facilidad de saturación del material. Para que se lleve a cabo la transición del estado metaestable al estado base se requiere una estimulación como puede ser, la aplicación de una excitación complementaria, por ejemplo térmica.

1.1.5. Luminiscencia en sólidos

En un sólido cristalino perfecto los átomos ocupan posiciones ordenadas en una estructura reticular periódica, por lo que la existencia de cualquier alteración constituye un defecto.

Entre los diversos tipos de imperfecciones que se pueden presentar en un cristal están los defectos puntuales, que son anomalías localizadas en ciertas regiones del mismo y con un tamaño comparable al de los iones de la red.

La vacancia es un defecto puntual producido por la ausencia de un ión en una posición normalmente ocupada en la red cristalina. Los iones o átomos intersticiales, son átomos que ocupan las posiciones de la red que normalmente corresponden a átomos desplazados de su posición normal en la estructura o bien átomos de impurezas.

Cuando un sólido cristalino se expone a la acción de un agente excitante, como las radiaciones ionizantes o no ionizantes de baja energía (UV), se producen electrones libres y consecuentemente agujeros. Estos portadores de carga migran por la red hasta quedar atrapados en las imperfecciones antes mencionadas dando lugar a la formación de centros de color.

1.1.6. Centros de color

Se le da el nombre de centros de color a determinadas configuraciones electrónicas originadas por defectos de la red cristalina, cuyos niveles de energía producen bandas de absorción óptica en longitudes de onda a las que el cristal es normalmente transparente. La posibilidad de absorber luz hace que el cristal se colorea por lo que a estas configuraciones se les llama centros de color. La figura 1.1, muestra algunos de los centros de color más comunes.

La desexcitación de un centro de color puede recibir nombres particulares de acuerdo al tipo de energía que se proporciona a los centros luminiscentes para desexcitarlos.

citarlos. Si la energía suministrada es por medio de radiación de frecuencia óptica, el fenómeno se llama radiofotoluminiscencia (RFL) y si la desexcitación se logra con energía térmica, se le conoce como termoluminiscencia (TL).

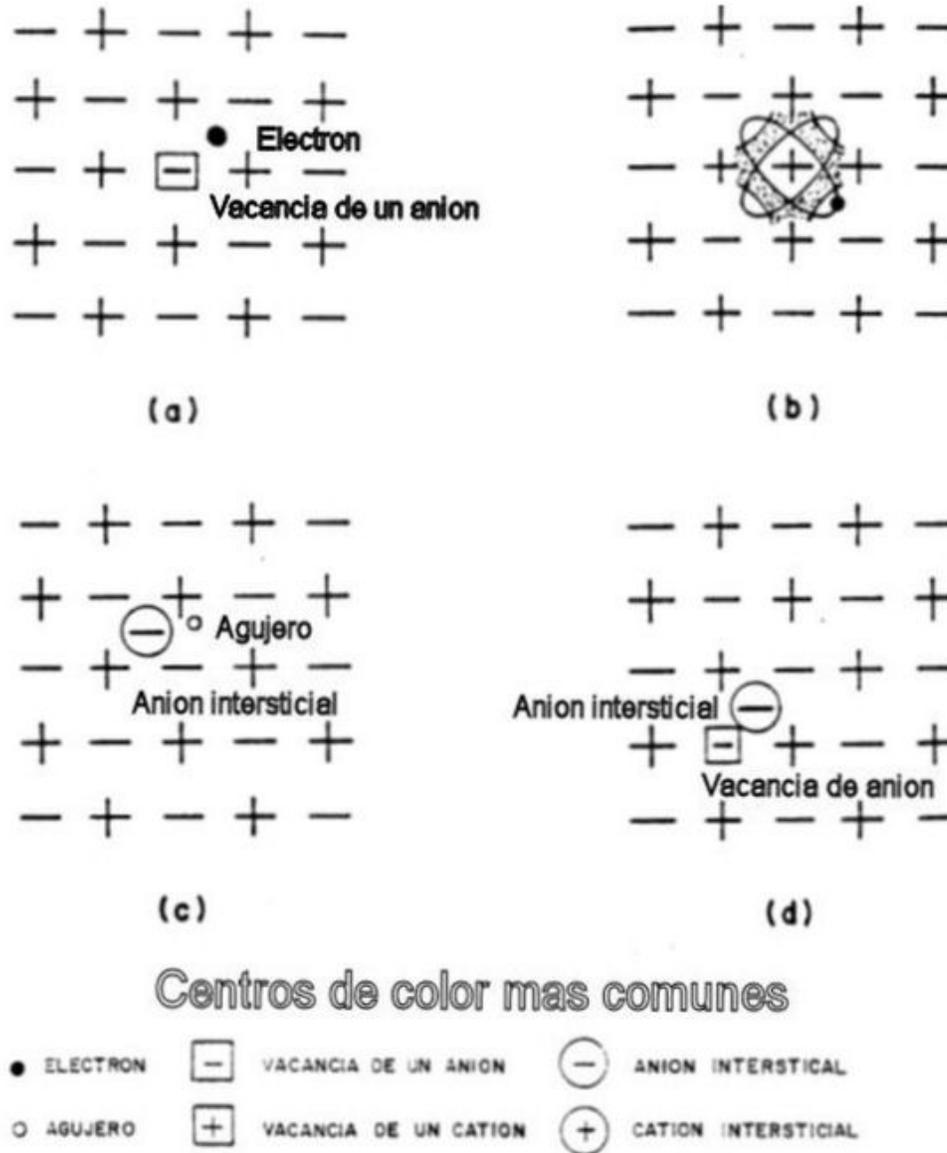


Figura 1.1: Proceso de conversión $F \rightarrow Fz$ en KCl:Eu^{++} . (a) Absorción de luz por el centro F liberando un electrón y surgiendo una vacancia; (b) el electrón liberado es atrapado por otro centro F formando un centro F inestable y la migración de la vacancia es hacia una impureza Eu^{++} ; (c) el electrón en el centro F se libera dejando un centro F y a la vez atrapado en una vacancia ligada a una impureza Eu^{++} para formar el centro Fz.

1.1.7. Fenómeno de termoluminiscencia

El fenómeno de termoluminiscencia consiste en que al calentar una sustancia que ha sido expuesta previamente a la radiación ionizante, ésta tiene la propiedad de emitir luz visible, o sea una emisión de fotones en la región visible, si se eleva su temperatura a un valor suficiente por debajo de su temperatura de incandescencia. El nombre correcto de este fenómeno es el de radioluminiscencia térmicamente estimulada, pero por razones históricas se le llama radiotermoluminiscencia o simplemente termoluminiscencia (TL).

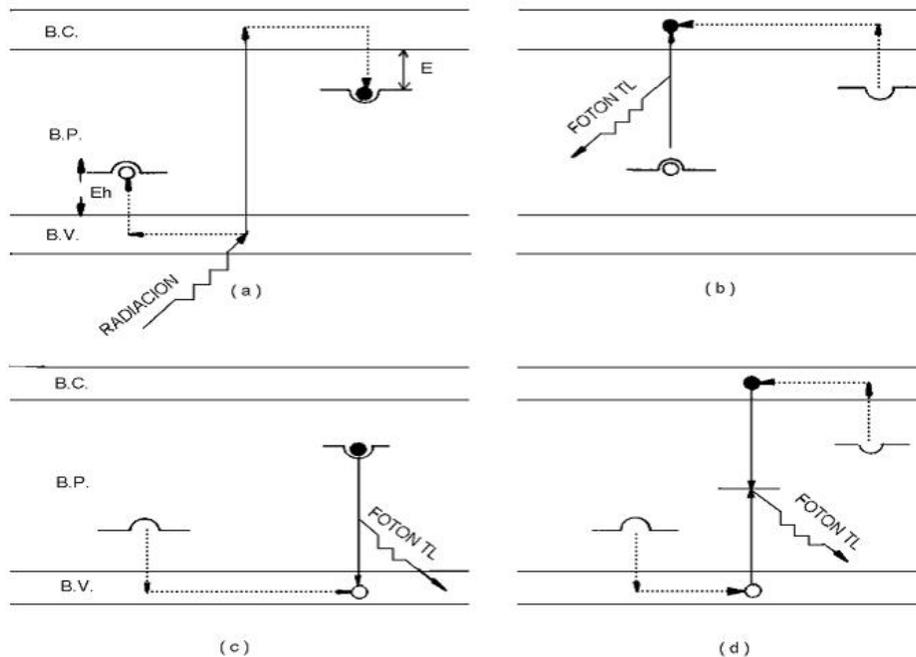


Figura 1.2: Diagramas de bandas de energía del fenómeno de termoluminiscencia; en el inciso a) un electrón se excita por efecto de la radiación ionizante, dejando la banda de valencia (B.V.) y pasando a la banda de conducción (B.C.) hasta que finalmente queda atrapado en la banda prohibida (estado metaestable) (B.P.), los incisos b), c), y d) representan la emisión de fotones al regreso de los electrones a su estado base a causa de una desexcitación provocada por un agente como la temperatura o luz.

Cuando la radiación incidente posee la energía suficiente para interactuar con los electrones de la red cristalina del material, de tal forma que la energía impartida a aquellos es la necesaria para que sean transferidos de su estado electrónico base a otro más energético, puede suceder que los electrones regresen inmediatamente a su estado base o permanezcan en las trampas del cristal hasta que térmicamente se les proporcione la energía necesaria para liberarlos, con la consiguiente emisión de luz.

Aunque el fenómeno TL aún no se ha explicado a la perfección (se conoce desde 1963), el fundamento básico es cualitativamente bien entendido debido a la gran cantidad de modelos y estudios experimentales por medio de los cuales se ha comprobado que existe una gran variedad de defectos estructurales los cuales influyen de manera notoria en las propiedades TL.

Entre los defectos puntuales principales, los del tipo Shottky y Frenkel (figura 1.3) tienen gran importancia para las consideraciones cualitativas en la luminiscencia así como también es importante considerar impurezas, es decir átomos extraños a la red cristalina que pudieran provocar alteraciones estructurales en ellas; la importancia de considerar las impurezas radica en el hecho de afectar de modo local el lugar que éstas ocupan en la red cristalina y así contribuir en gran parte al comportamiento del material durante y después de la irradiación.

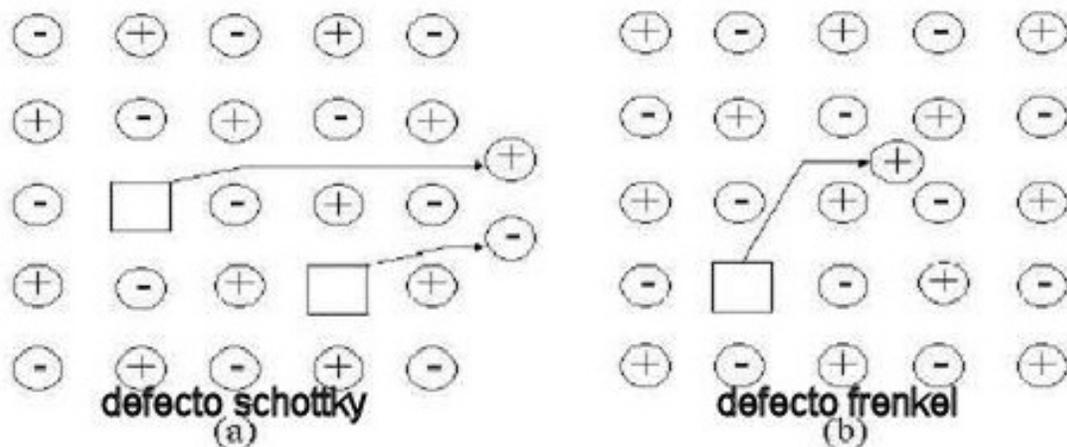


Figura 1.3: Defectos Schottky y Frenkel.

Todos los sólidos cristalinos contienen imperfecciones estructurales de diverso tipo, las cuales constituyen las trampas donde se atrapan los electrones y los huecos que se liberaron por el paso de la radiación. Algunas clases de posibles trampas son las siguientes:

- a) Imperfecciones y vacancias en la estructura cristalina producidas al tiempo que el cristal se formó o creadas luego por presión mecánica o tratamiento térmico.

- b) Distorsiones producidas por iones de impurezas de pequeño o gran tamaño que modifican la estructura del cristal (impurezas intersticiales).

Todos los centros de color son defectos localizados, de carga positiva o negativa, capaces de atraer carga de signo contrario, constituyéndose cada uno como centro de recombinación potencial para los electrones y los huecos que pueden liberarse al momento de la excitación.

Una manera de explicar el fenómeno TL es utilizando un modelo de bandas de un sólido con respecto a sus niveles de energía como el que se describe en la figura 1.4. Este modelo supone una banda de Valencia (BV) donde se encuentran los electrones antes de ser excitados; una banda de conducción (BC) a donde pasan los electrones al ser excitados y permanecen en movimiento hasta recombinarse o ser capturados en un nivel energético metaestable en la banda prohibida (BP) generados por ejemplo mediante una impureza (estados metaestables).

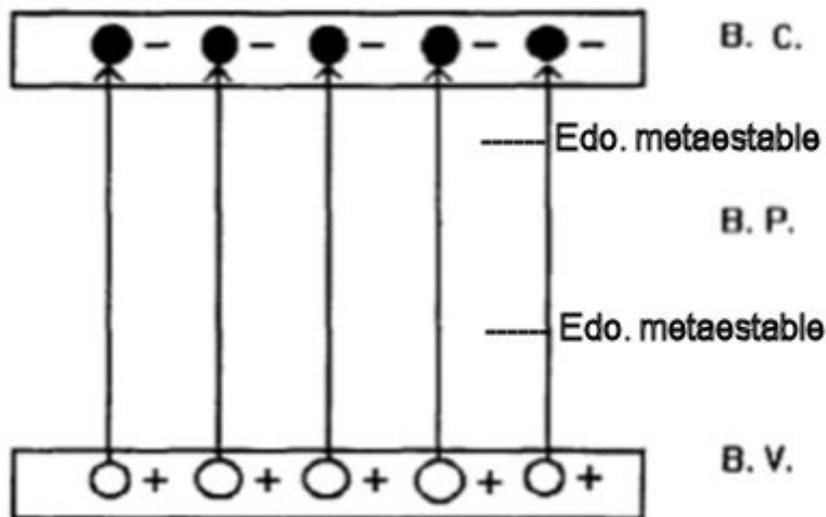


Figura 1.4: Producción de entes móviles o portadores de carga en la irradiación de un cristal.

Se conoce que después de la irradiación del cristal, y cuando cualquier emisión de luz ha cesado, la probabilidad de que un electrón abandone el estado metaestable aumenta considerablemente con el incremento de temperatura

Como puede verse en la figura 1.4, los electrones localizados en la BV reciben de la radiación la energía necesaria para pasar a la BC.

Globalmente hablando un gran número de electrones liberados regresan a su estado base con la emisión o no de luz; así como otra parte se captura en el nivel de donador D con el correspondiente hueco al nivel aceptor A. Los niveles D y A son simplemente estados metaestables asociados con defectos del cristal (incluyendo impurezas); ahora bien, cuando el cristal se calenta, ya sea el electrón, o el hueco; se liberan térmicamente y la temperatura es una medida de la energía de desactivación térmica necesaria para que el electrón se libere. El portador de carga liberado puede recombinarse con su parte opuesta todavía atrapada emitiendo TL como se muestra en b y c de la figura 1.4; además puede suceder que también los electrones y los

huecos se liberen simultáneamente y se recombinen en un sitio completamente nuevo, llamado centro de luminiscencia o de recombinación, en la banda prohibida.

En todos los modelos que tratan de explicar el fenómeno TL se acepta la existencia de dos entes operativos para describirlos, estos son:

- Ente móvil o portador de carga (agujero o electrón)
- Trampas, que constituyen los centros luminiscentes o centros de recombinación

El proceso de formación del ente móvil (electrón o agujero) puede describirse de la siguiente forma: La interacción de la radiación ionizante con el sólido, proporciona la energía suficiente a los electrones para elevarlos de la BV a la BC dejando a los correspondientes agujeros en la BV.

El ente móvil así producido, viaja por el cristal hasta que se combina o es atrapado en niveles metaestables que existen en la banda prohibida.

1.1.8. Centros luminiscentes

Un centro constituido por un electrón atrapado en una vacancia de un ion negativo se llama centro F (farbe, color en alemán) o centro de color, porque absorbe la luz y hace que el cristal tome una coloración característica. Se puede evidenciar la presencia de este tipo de centros, estudiando el espectro de absorción óptica (mediante la presencia de la banda de absorción F).

Por medio de resonancia paramagnética electrónica (RPE) se aprecian diferentes espectros. Por analogía con el centro F, se le llama centro VF, a aquel constituido por un agujero situado en lugar de una vacancia de un ion positivo. Estos centros de color se pueden agrupar para formar agregados de dos, tres o cuatro centros dando origen a un centro M, R o N respectivamente. La figura 1.5 muestra algunos centros derivados del centro F.

El fenómeno de creación de centros de color se puede provocar también induciendo estados metaestables, mediante la incorporación de impurezas a la estructura de la red cristalina. Con lo que se crean estados de energía suplementarios en la BP, los cuales son susceptibles de jugar el papel de trampas.

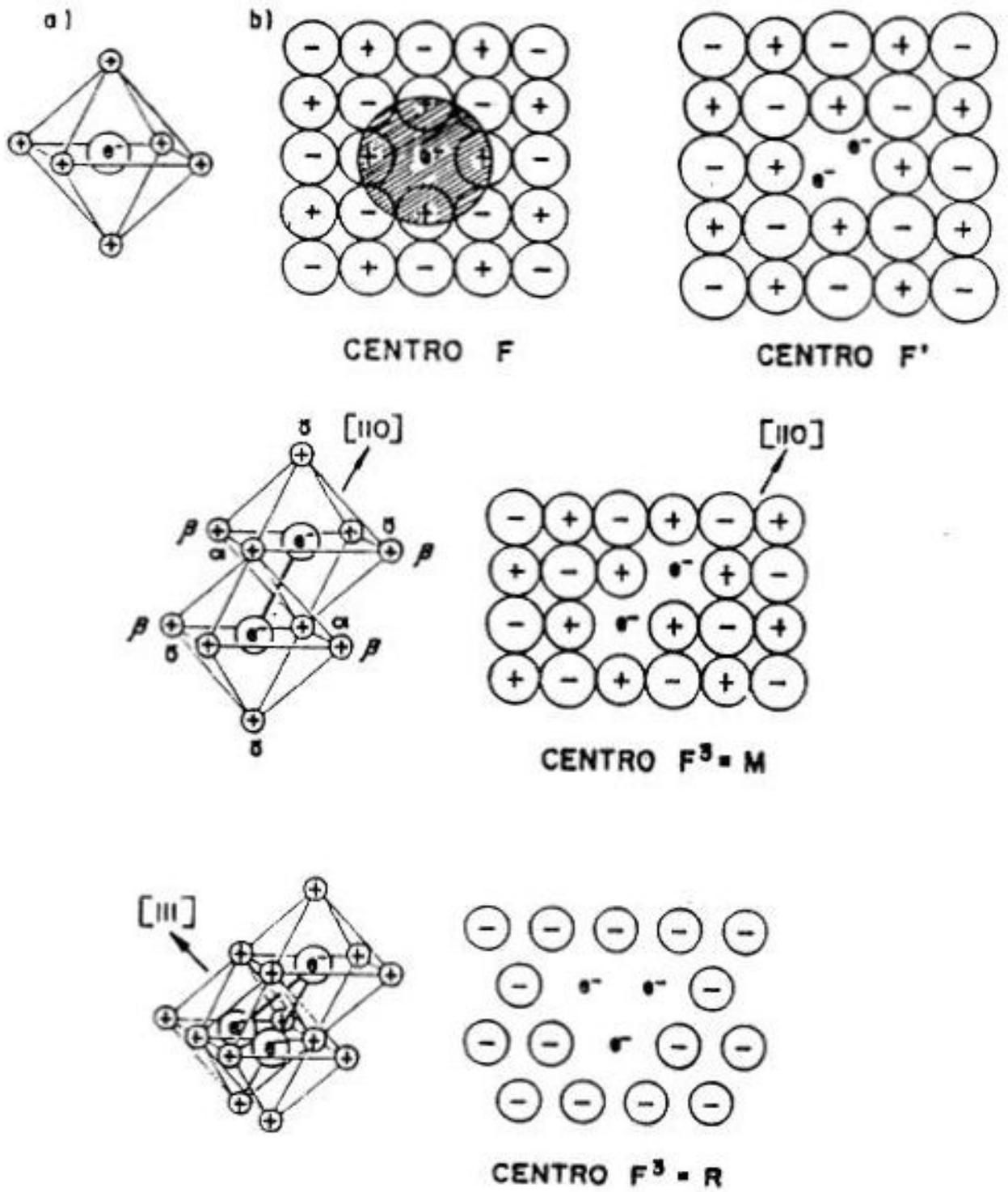


Figura 1.5: Estructura atómica de algunos centros derivados del centro F.

1.1.9. Trampas

Estas imperfecciones pueden crearse durante el crecimiento del cristal o por medio de una irradiación con algún tipo de radiación ionizante. Estos defectos están constituidos por la ausencia de iones positivos o negativos llamada vacancia o por iones intersticiales; es decir, iones de uno o de otro signo que, por razones diversas, se han desplazado de su posición normal en la red cristalina, dejando la correspondiente vacancia y quedando inmovilizados.

El hecho de que los defectos perturben el diagrama de energía del cristal permite que se creen niveles de energía metaestables permitidos en la BP. Si un ente móvil positivo o negativo pasa por la proximidad de tal centro; éste puede ser capturado y, de acuerdo a la profundidad de la trampa, puede ser retenido dentro de ésta.

1.1.10. Espectro de emisión

El hecho de que la luz emitida corresponda a fotones de diferentes energías da lugar a un registro de su intensidad en función de la longitud de onda de la misma, que se conoce como espectro de emisión, éste también puede presentar varios puntos de intensidad máxima, a los cuales se les llama picos de emisión.

La obtención del espectro de excitación tiene como propósito determinar las bandas de emisión fluorescente en un determinado material, para lo cual se hace incidir luz de longitud de onda fija que se sabe excita al sistema; posteriormente, mediante un sistema de detección se determina la intensidad de la emisión en función de la longitud de onda.

Una vez conocidas las bandas de emisión del material se puede determinar que longitud de onda las excitan, para lo cual se fija el monocromador del sistema de detección en el valor de la longitud de onda de uno de los picos de emisión y se efectúa la excitación de la muestra, variando la longitud de onda de la luz de excitación.

La obtención de los espectros de absorción óptica se fundamenta en la ley de Beer la cual establece que el debilitamiento de un haz luminoso de intensidad I , al atravesar un espesor x obedece la siguiente relación:

$$I = I_0 e^{-ax} \quad (1.1)$$

Dónde a es el coeficiente de absorción óptica (cm^{-1}), e I_0 es la intensidad inicial del haz antes de atravesar la muestra (u.a.). Si se define la densidad óptica como:

$$D.O. = \ln \left(\frac{I_0}{I} \right); \quad (1.2)$$

entonces $D.O. = ax$

1.1.11. Curva termoluminiscente

El proceso de emisión de luz durante el calentamiento del cristal implica la desocupación de varias trampas de diferentes profundidades en el mismo material. En consecuencia, la luz emitida en forma de grupos de fotones da lugar a una curva de luminiscencia en función de la temperatura, denominada curva TL.

Los diversos fenómenos relativos a la excitación TL se describen con referencia a las transiciones de electrones y agujeros entre la banda de valencia y la de conducción del material TL y los estados localizados de los centros de generación y recombinación.

La descripción de estos procesos se lleva a cabo mediante los parámetros relacionados con las imperfecciones, tales como la energía de activación o profundidad de la trampa (E), probabilidades de recombinación (p), factor de frecuencia (S) o factor pre exponencial (S'). Dichos parámetros determinan el tipo de cinética que se puede esperar. Para explicar el proceso, la mayoría de los autores considera trampas para electrones y centros de recombinación para agujeros, sin embargo, se debe tener en cuenta que existe la misma probabilidad de que ocurra el proceso simétrico, es decir, que los agujeros se liberen de sus trampas y se recombinen con los electrones en centros de recombinación.

Asumiendo trampas para electrones y centros de recombinación para agujeros, y suponiendo una temperatura constante (T) se tienen electrones excitados, en este mecanismo, la recombinación es el proceso dominante sobre el reatrapamiento; por lo tanto, el número de electrones excitados tiene una probabilidad constante de disminuir; entonces si p denota la probabilidad de que un portador de carga escape de su trampa, y n la concentración de portadores de carga retenidos en las trampas, se tiene:

$$p = \frac{-\frac{dn}{dt}}{n}; \quad (1.3)$$

$$\frac{dn}{n} = -pdt, \quad (1.4)$$

tal que n decae exponencialmente.

La intensidad de la TL está relacionada con la razón de cambio de la concentración de electrones en sus estados excitados, porque es la recombinación de los electrones la que provoca la emisión de la luz.

Además la eficiencia en la emisión de luz, es menor que la unidad, de esta manera:

$$I = -c \frac{dn}{dt}, \quad \text{con } c < 1. \quad (1.5)$$

Donde se observa que I también decae exponencialmente, por lo que tomando $c = 1$, para simplificar:

$$I = n_0 p e^{-pt} \quad (1.6)$$

Con condiciones iniciales: $I = I_0$ para $t = 0$; implica que $I_0 = n_0 p$, entonces para una cinética de primer orden tenemos:

$$I = I_0 e^{-pt} \quad (1.7)$$

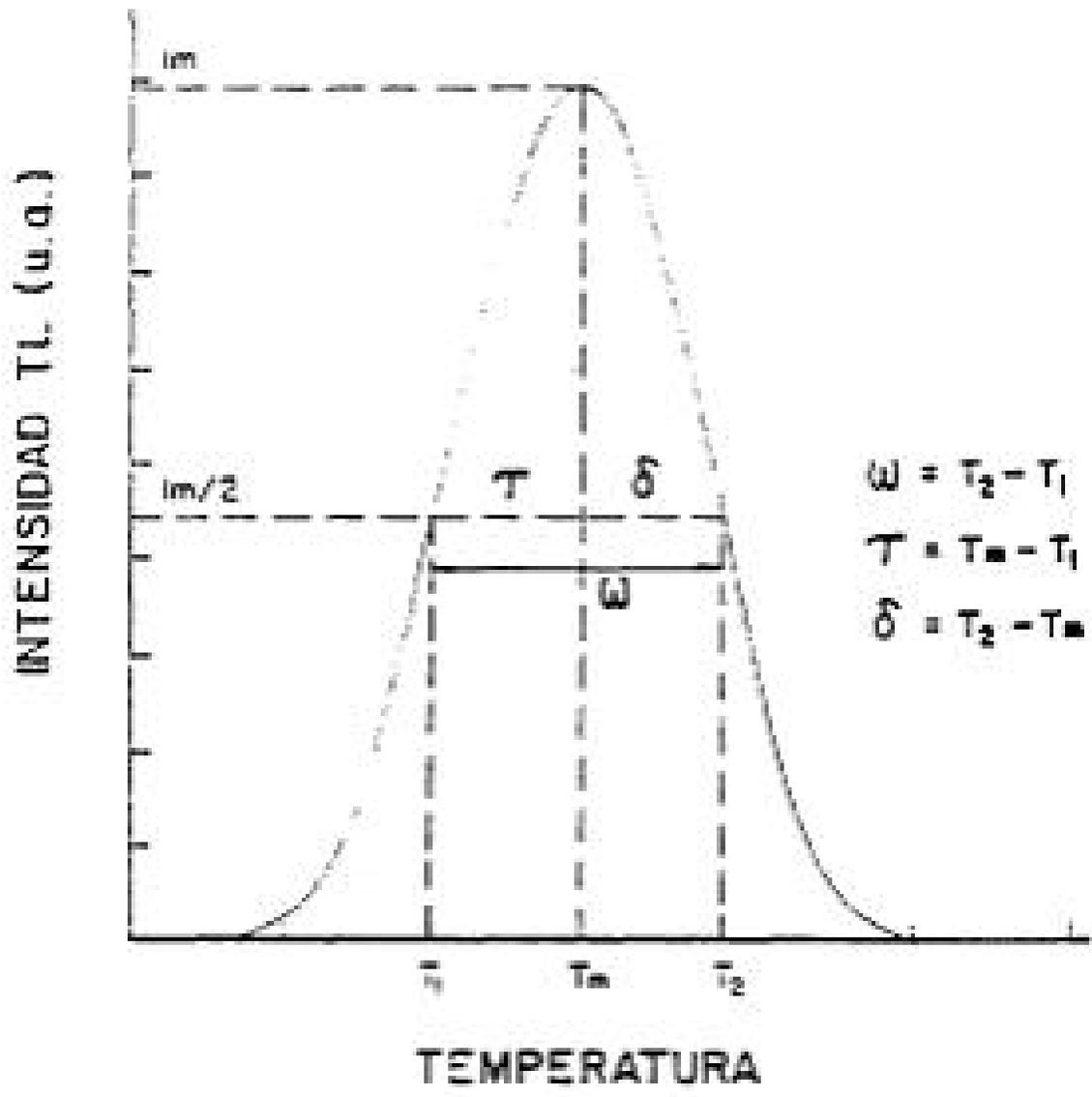
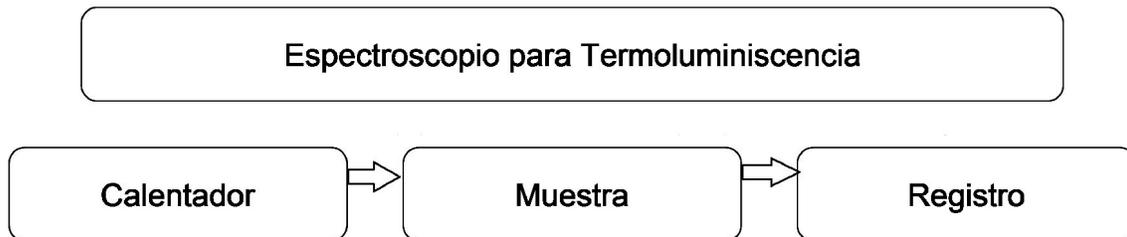


Figura 1.6: Parámetros de la forma de la curva.

2.1. Método e implementación



El estudio de termoluminiscencia consiste en calentar la muestra de manera controlada, en forma lineal, desde temperatura ambiente hasta una temperatura en la cual el cristal presente el efecto de termoluminiscencia, el intervalo quedará perfectamente acotado en temperatura y tiempo (si es lineal, basta una variable para determinar la otra).

Al alcanzar dicha temperatura termoluminiscente se registra la emisión de luz tanto en intensidad como en contenido espectral.

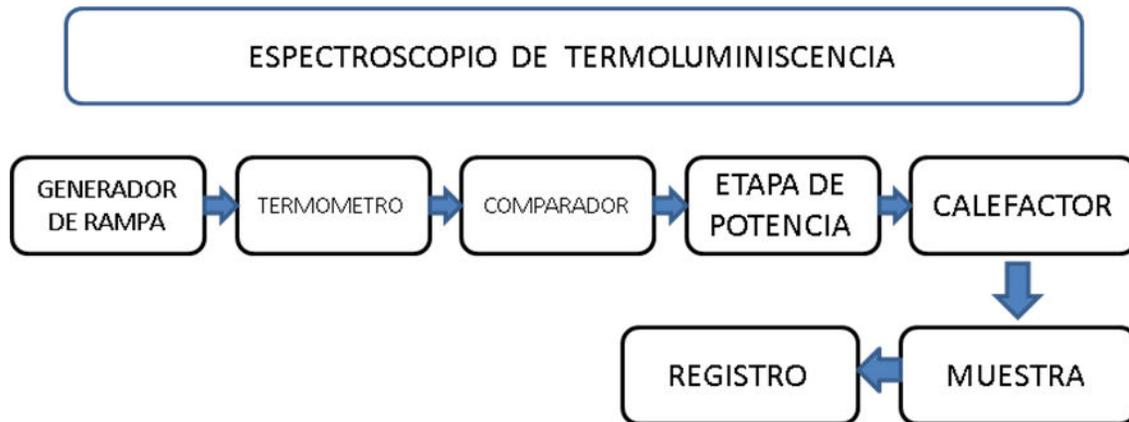
Esta información una vez almacenada en formato digital está en condiciones de ser interpretada

Refiriéndose al diagrama de bloques, el calefactor y sus circuitos asociados se encargan de elevar la temperatura de la muestra desde la temperatura ambiente hasta los 300 ° C. en un periodo de tiempo preestablecido. Dicho incremento de temperatura se realiza en forma lineal y con pendiente variable; esto es, incrementos de tiempo iguales corresponden a incrementos iguales de temperatura con una precisión de décimas de grado centígrado.

El cristal a estudiar se coloca en el porta muestras, que es un receptáculo metálico preferentemente de baja inercia térmica, acoplado térmicamente al calefactor.

Este compartimento debe estar protegido de la luz ambiental, debido a que todo vestigio de luz exterior interfiere con la detección de la tenue luz emitida por el cristal, además, este debe permitir un acceso rápido para minimizar su manipulación. El cristal debe permanecer protegido en la medida de lo posible de todo tipo de estímulos externos, tales como golpes, luz ambiental, contaminación, etc.; entre el proceso la excitación con radiación ionizante, y el estudio

Como registro nos referimos tanto a la óptica que acondiciona la señal lumínica, como al sensor de imagen que convierte el espectro emitido por el cristal en formato eléctrico.



La parte que llamamos calefactor, la constituyen un control de temperatura y un elemento calefactor propiamente dicho.

Este controlador de temperatura utiliza varios elementos como son, una referencia, un generador de rampa que es donde se genera la señal eléctrica, que rige el incremento de temperatura de la muestra.

2.1.1. Fuente + 5 V y +/-12 V

Para el control de temperatura se requirió diseñar y construir una fuente regulada de 5, de 12 y -12 volts DC con capacidad de hasta 1 ampere.

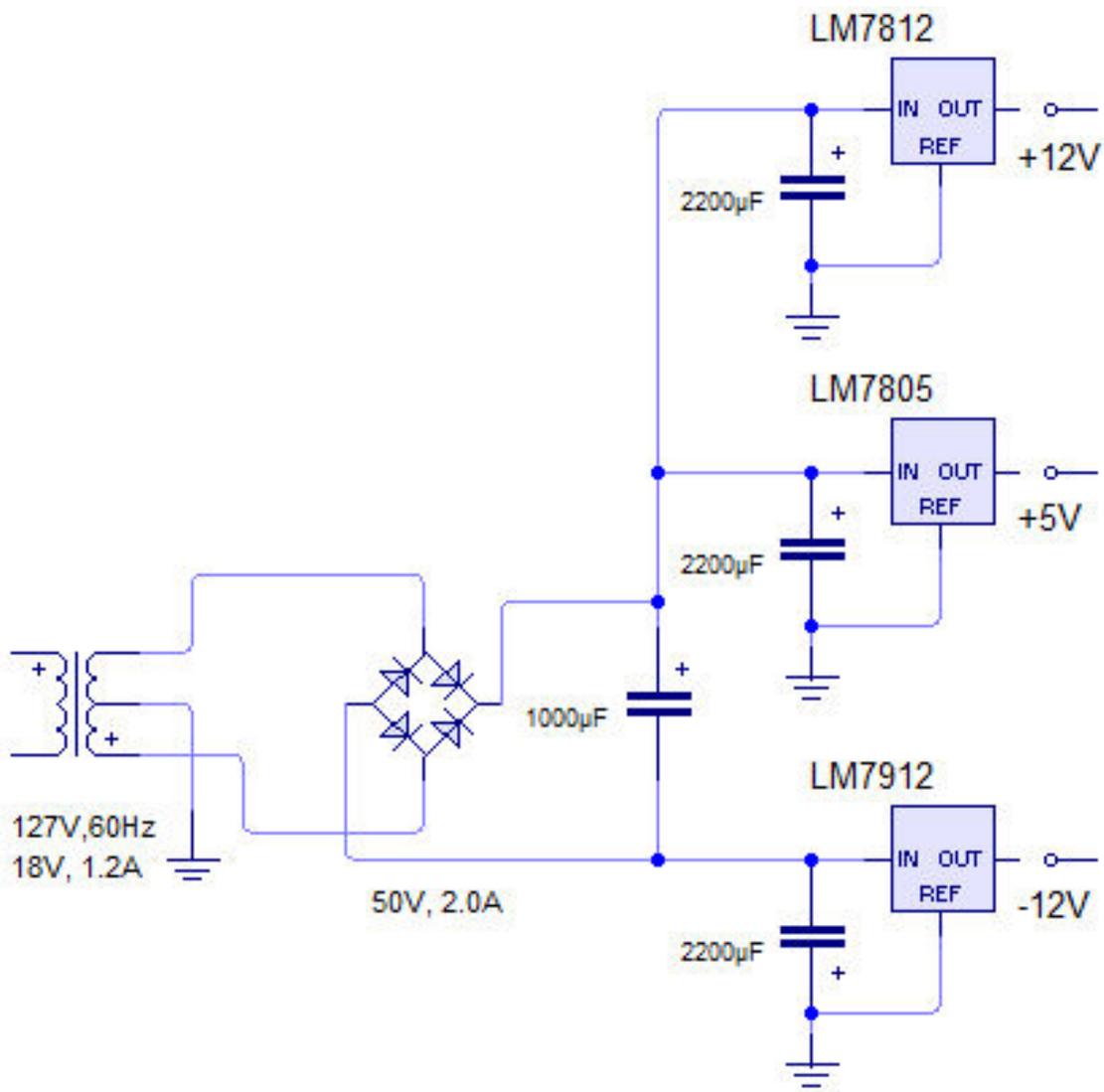


Figura 2.1: Diagrama de la fuente regulada.

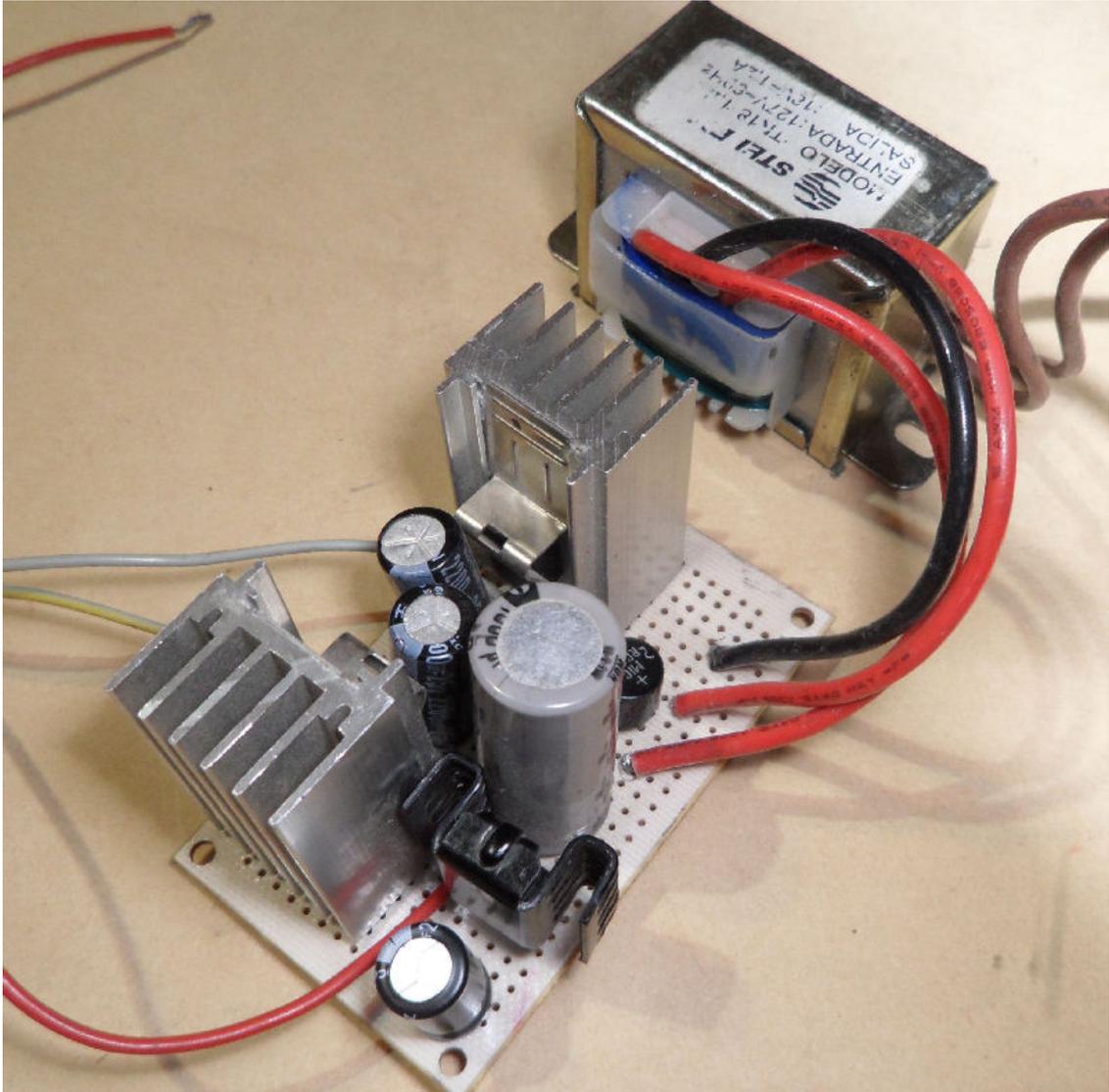


Figura 2.2: Construcción de la fuente regulada.

2.1.2. Generador de rampa

El generador de rampa, consta de las siguientes etapas:

- Base de tiempo
- Contador binario
- Convertidor digital analógico (DAC)
- Acondicionador de la señal de rampa

2.1.3. Base de tiempo variable

Esta base de tiempo es la responsable de determinar la pendiente de la rampa de calentamiento de la muestra.

Para esta etapa se consideraron dos alternativas, una fue oscilador a cristal y una cadena de divisores para lograr las frecuencias adecuadas para las rampas deseadas, la otra alternativa fue un oscilador “libre” (R.C.)

La primera tiene la ventaja de presentar mayor estabilidad en frecuencia a largo plazo, con menor flexibilidad para obtener diferentes frecuencias; mientras que la segunda es capaz, si el diseño es adecuado, de ofrecer la estabilidad necesaria, con una gran flexibilidad para obtener cualquier frecuencia en el intervalo requerido, por lo cual se optó por un oscilador C.I. (circuito integrado) NE555 el cual es un circuito temporizador (monolítico) en un encapsulado compacto altamente estable, entre otras características, en la configuración “astable”, puede ajustarse el ciclo de trabajo en forma independiente de la frecuencia; el ciclo de trabajo lo da la relación entre dos resistencias (R_a y R_b) y la frecuencia la determinan estas dos resistencias y un condensador. Con una estabilidad térmica de 0.005 % por grado centígrado.

$$f = \frac{1}{T} = \frac{1.44}{(R_a + 2R_b)C_1} \quad (2.1)$$

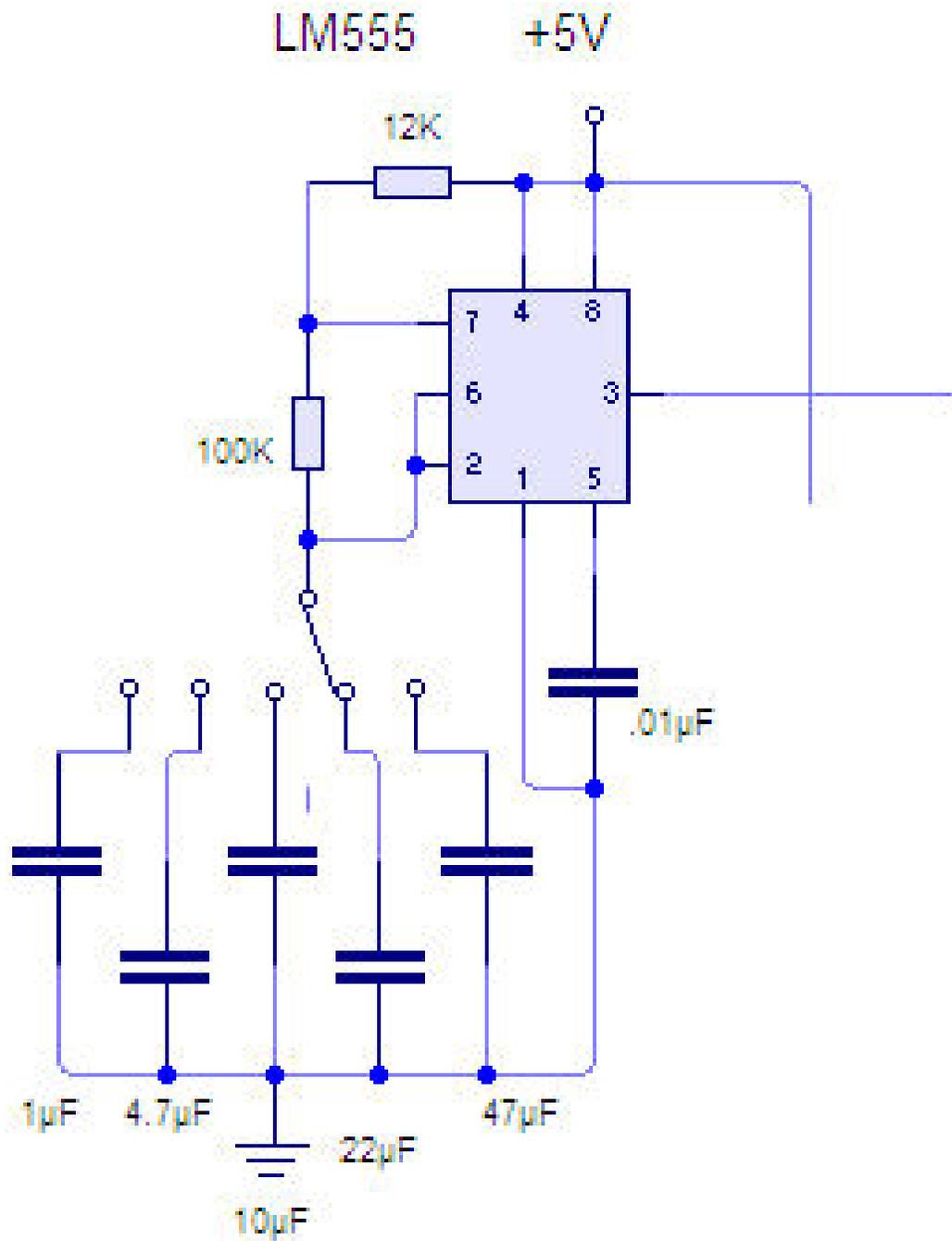


Figura 2.3: Diagrama de la base de tiempo.

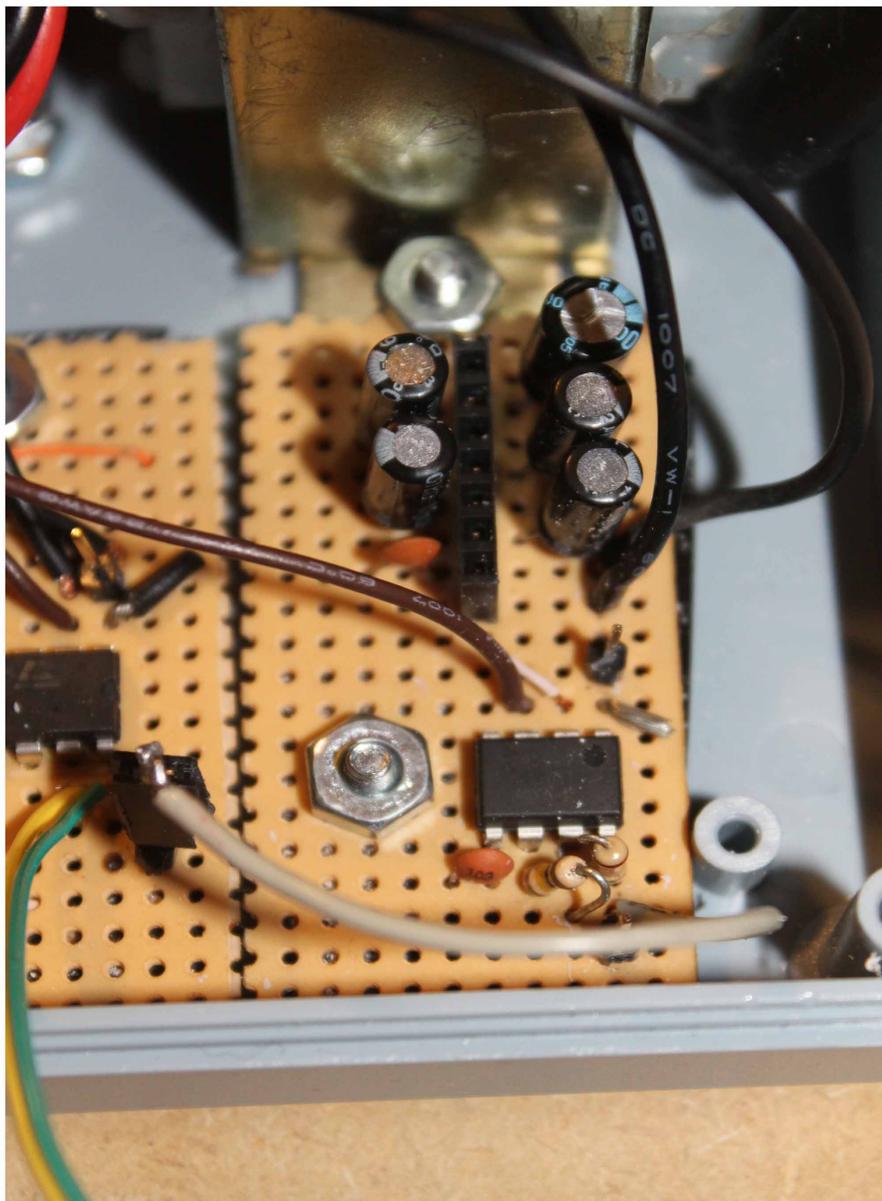


Figura 2.4: Construcción de la base de tiempo.

El ciclo de trabajo $D = \frac{t_{\text{on}}}{T}$ es aproximadamente 50 %; manteniendo Ra chica con respecto a Rb , entregándonos un tren de pulsos cuya frecuencia determinará la pendiente de la rampa.

$$f = \frac{256}{t_{\text{rampa}}(\text{s})} \quad (2.2)$$

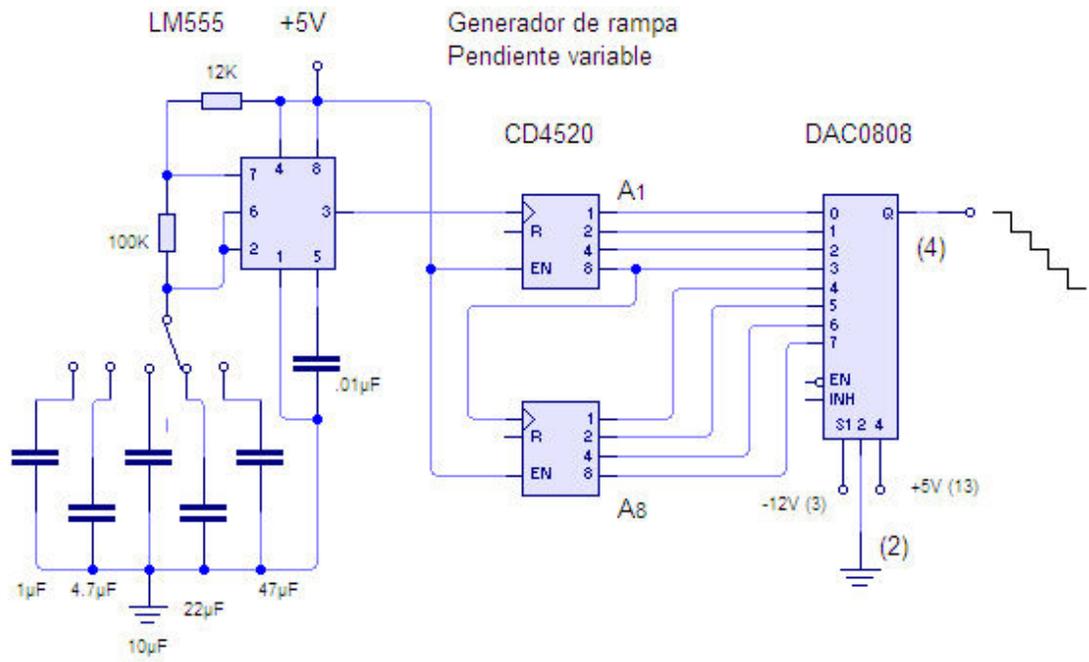


Figura 2.5: Diagrama del Generador de rampa de temperaturas.

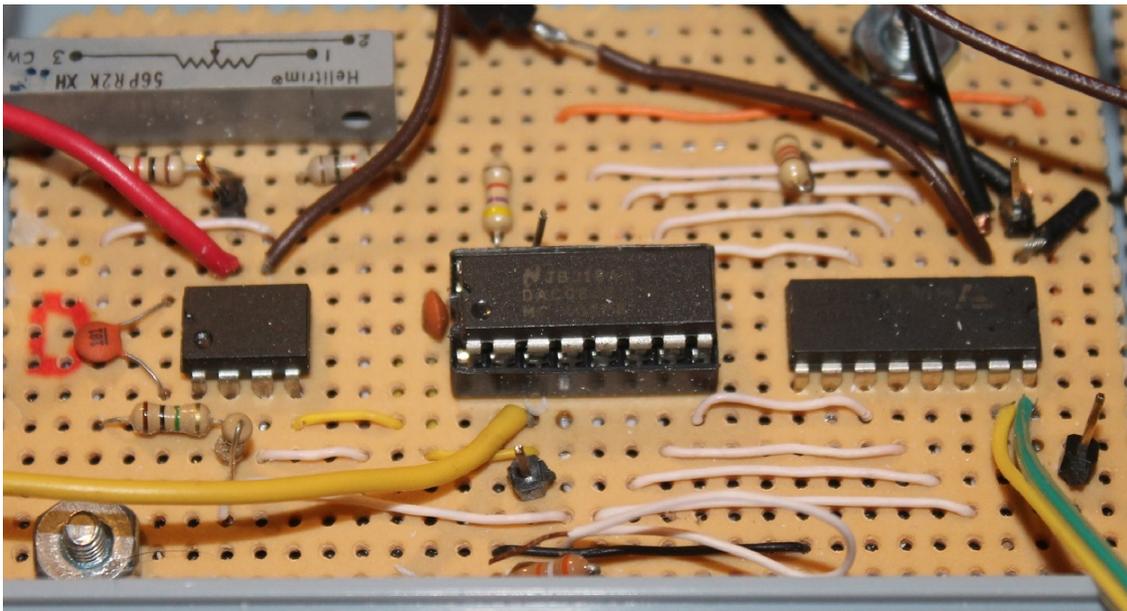


Figura 2.6: Construcción del generador de rampa de temperaturas.

Estos pulsos los aplicamos a un contador binario de ocho bits implementado mediante un circuito integrado CD4520 el cual consta de dos contadores de cuatro bits cada uno en lógica CMOS, los cuales conectamos en “cascada” para obtener el contador de ocho bits antes mencionado, con lo que tendremos “cuentas” consecutivas de cero a doscientos cincuenta y cinco, de uno en uno en formato binario.

Esta cuenta se convierte al formato analógico mediante el circuito integrado DAC0808 de National Semiconductors, obteniendo una “escalera” de doscientos cincuenta y seis escalones de igual huella e igual paso (lineal); esta señal de escalera, una vez integrada, forma la rampa lineal que controla la temperatura de la muestra.

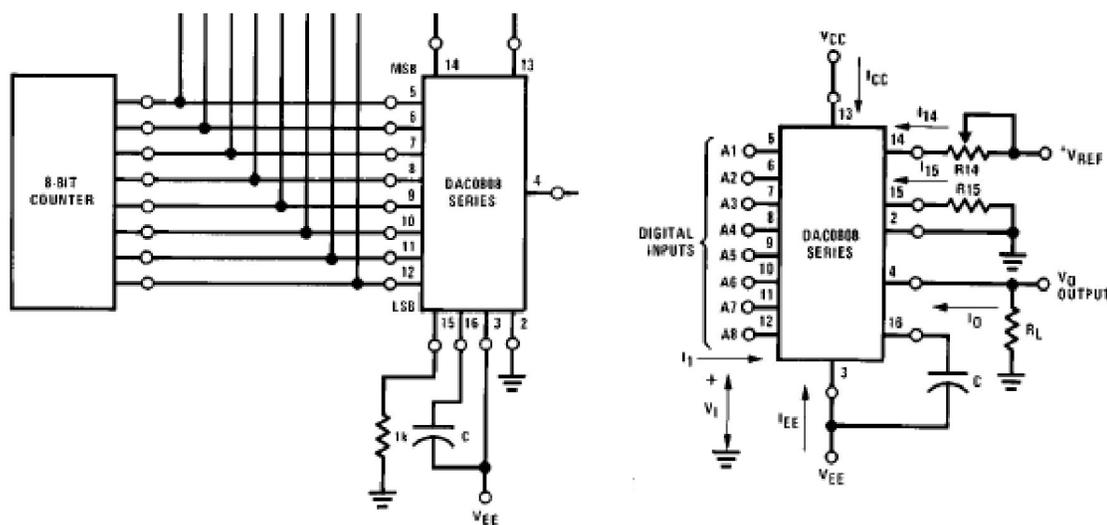


Figura 2.7: Circuito integrado CD4520 y DAC0808.

Este integrado es un convertidor digital analógico de ocho bits compatible con lógicas TTL y CMOS, con un tiempo de procesado mínimo de 150ns, esta velocidad de proceso es adecuada para nuestro propósito, que es mucho más lento, ya que puede generar veinte “escaleras” por segundo, siendo que la más rápida que usaremos, para efectos de calibración, es de 15 segundos y la más lenta podría ser de horas en caso necesario.

Esta señal se usa como referencia por el controlador de temperatura, para lo cual debemos de acondicionarla ajustando la amplitud, la fase y el nivel de “cero”, mediante el amplificador operacional TL081 (LM308 en la figura); con lo cual obtenemos una rampa de cero a cinco volts, con una resolución de 256 bits y pendiente ajustable, la cual depende exclusivamente de la frecuencia de la base de tiempo.

La señal de rampa se preamplifica, invertida y después comparada con la señal del termómetro, esta diferencia llamada señal de error, una vez integrada y amplificada va a controlar la etapa de potencia mediante el acoplador óptico.

El acoplamiento óptico protege a los componentes electrónicos de las etapas lógicas de bajo nivel, de cualquier posible sobrecarga en la línea de 127 volts, que es la fuente de energía con la que alimentamos al calefactor, el cual calienta el porta muestras de cobre, el cual recibe directamente al cristal a estudiar.

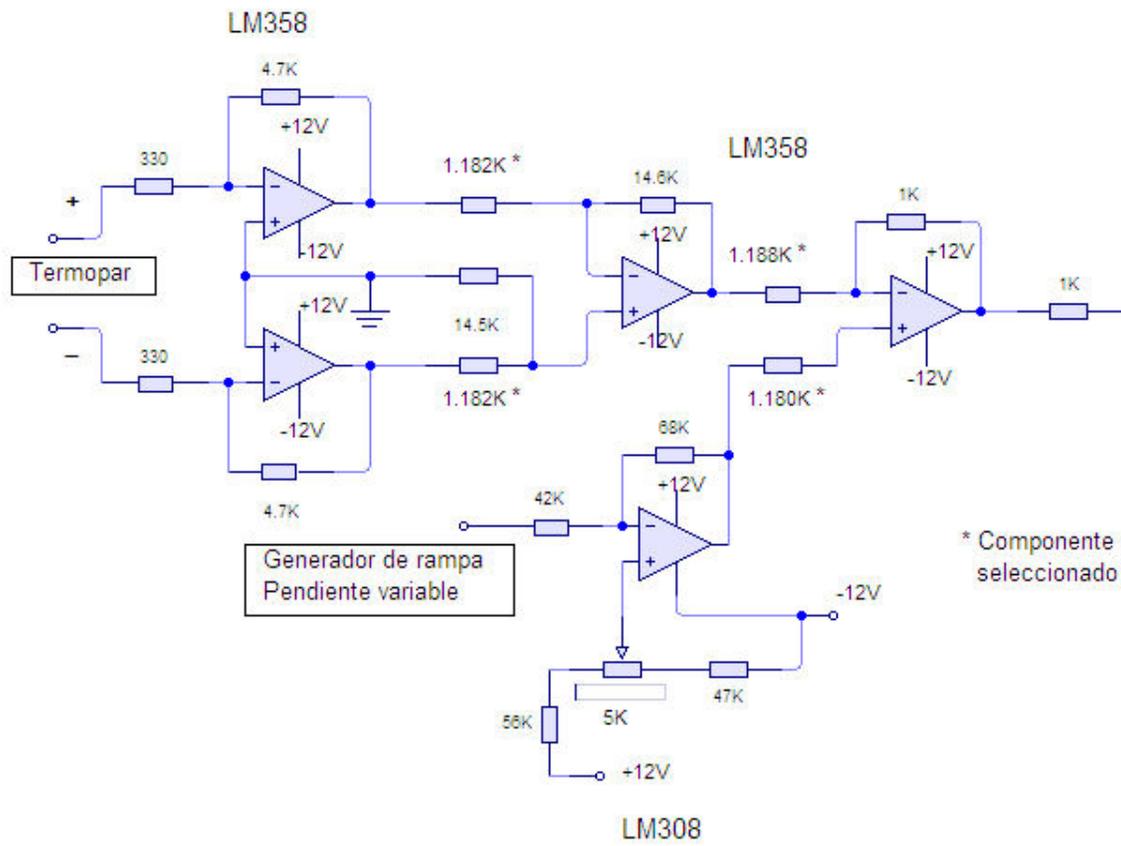


Figura 2.8: Circuito de medición y control.

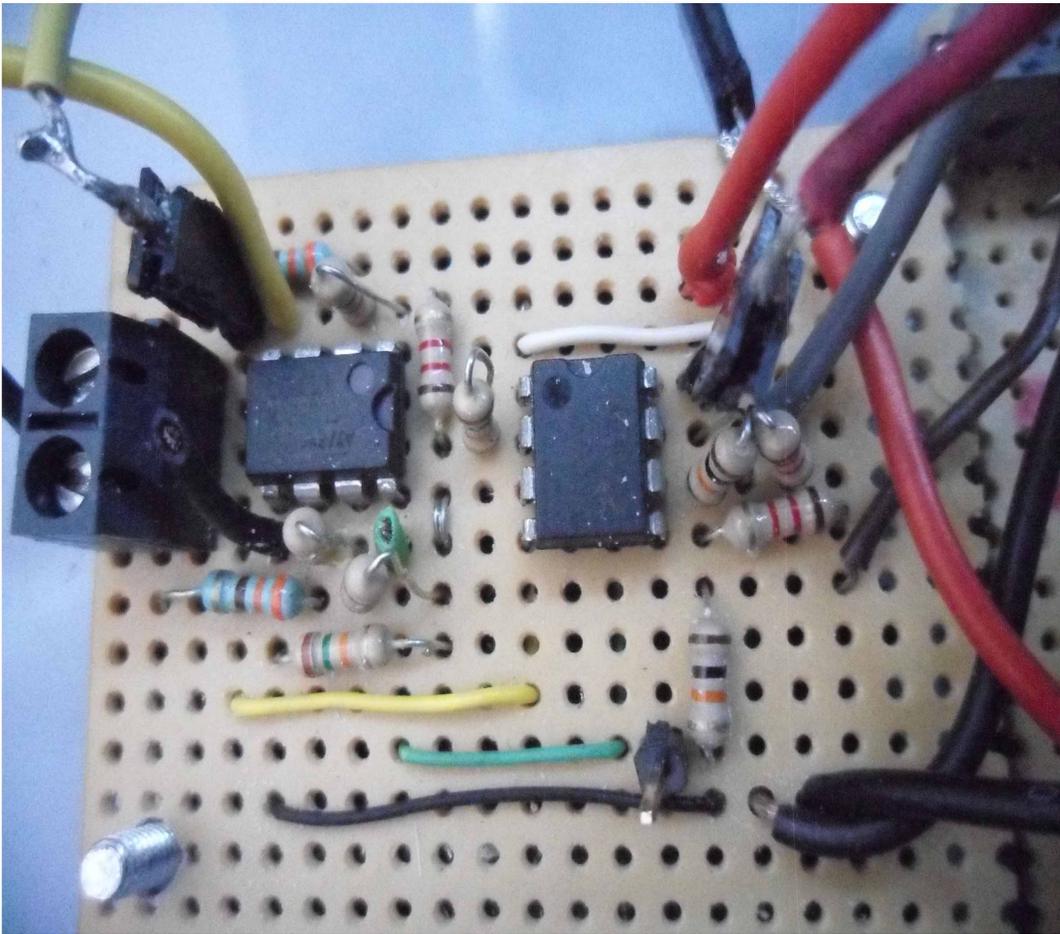


Figura 2.9: Construcción del circuito de medición y control.

2.1.4. Termómetro

Le llamamos termómetro al circuito que acondiciona la señal del termopar tipo k (cromel/alumel) de control, para poder compararla con la señal de referencia y está constituido por tres amplificadores operacionales (TL082).

Este circuito consta de dos etapas un amplificador diferencial con ganancia relativamente baja (1.2) optimizado para un “gran” rechazo a modo común y una etapa con amplificación suficiente para tener señal a comparar, referida a tierra.

En la primera etapa, la señal del termopar, que además de la temperatura en el calefactor capta el ruido eléctrico de la línea de sesenta hertz más las componentes de los transientes debidos a la conmutación del calefactor mediante el TRIAC; este ruido es común a los dos cables del termopar por lo que se cancela por la configuración diferencial dejando “limpia” la señal correspondiente a la temperatura y además pre amplificada

Como una ventaja adicional de esta configuración diferencial implementada por dos amplificadores diferenciales (OPAM's) construidos en un mismo “chip” (TL082), aseguramos una gran estabilidad térmica ya que ambos OPAM's estarán a la misma temperatura con lo que cualquier alteración de ésta, se verá cancelada a la salida y con la amplificación obtenida para la señal de temperatura ya será inmune al ruido que pueda captar en etapas posteriores (con salida diferencial).

La segunda etapa compuesta por un tercer OPAM permite obtener a la salida una señal referida a tierra y con una amplificación total de cien.

2.1.5. Comparador

Esta etapa compara las señales presentes en cada una de sus dos entradas y nos entrega a la salida una señal que es la diferencia entre ambas señales y con una ganancia que deberá ajustarse para una regulación óptima siendo esta inversamente proporcional a la inercia térmica del sistema.

En la entrada “-” aplicamos la señal del “termómetro” es decir la del termopar debidamente acondicionada, mientras que en la otra entrada “+” aplicamos la señal de referencia que determina la temperatura del calefactor y por tanto la de la muestra; que en este caso es la “rampa lineal”.

Esta señal de salida del comparador será positiva mientras la temperatura del calefactor este por debajo de la indicada por la referencia y negativa o cero si esta es mayor o igual a la indicada por esta.

Esta señal de salida “de voltaje” se convierte a modo de corriente mediante el transistor (BD139) y se aplica a dos “leds” conectados en serie uno de ellos emitiendo en el visible como “piloto” y el otro emitiendo en infrarrojo (IR), acoplado ópticamente pero aislado eléctricamente, a una foto resistencia , la cual constituye la “R” de un circuito “RC” de un control de corriente alterna (CA) por fase, para el control proporcional de potencia entregada al calefactor; cerrando así el “lazo” de control, del sistema.

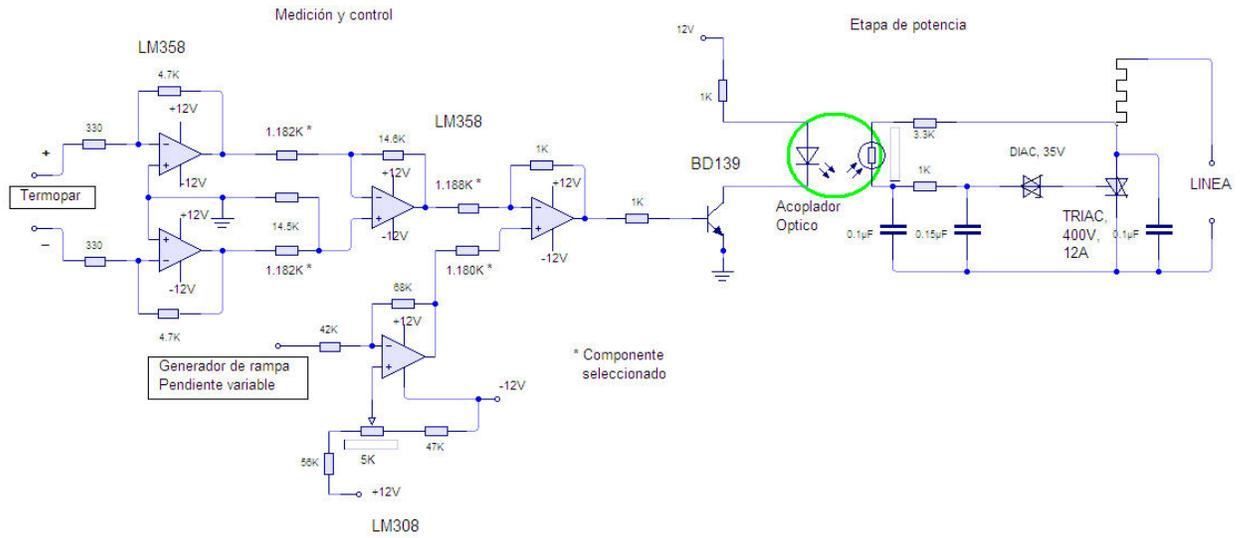


Figura 2.10: Diagrama del comparador.

El comparador a su vez lo conforma otro amplificador operacional que recibe las señales de temperatura y de referencia y entrega la “señal de error”, la cual se aplica a un amplificador de corriente (BD139) y de ahí al acoplador óptico

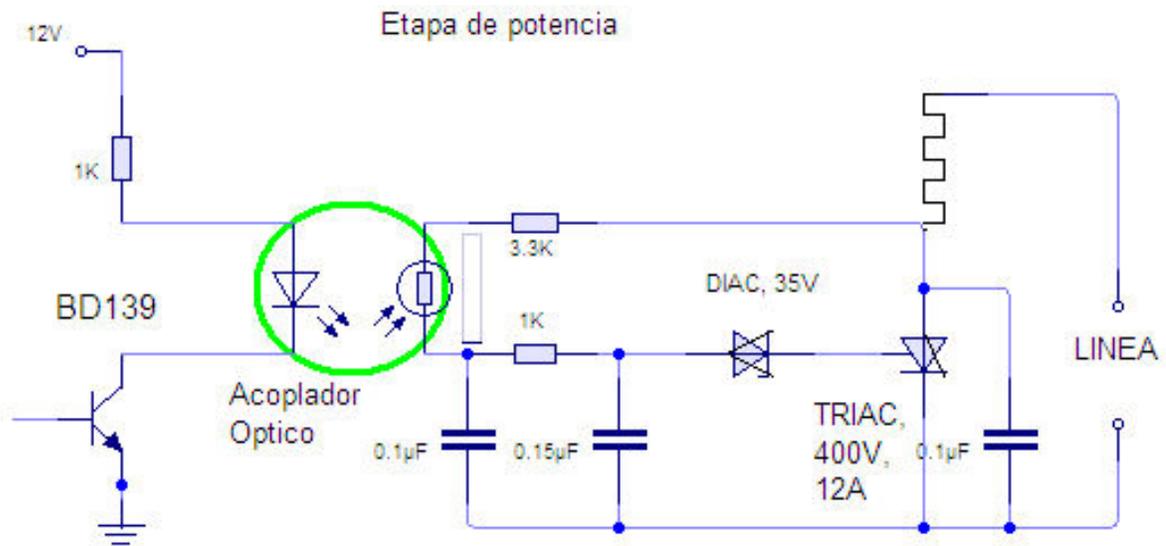


Figura 2.11: Etapa de potencia.

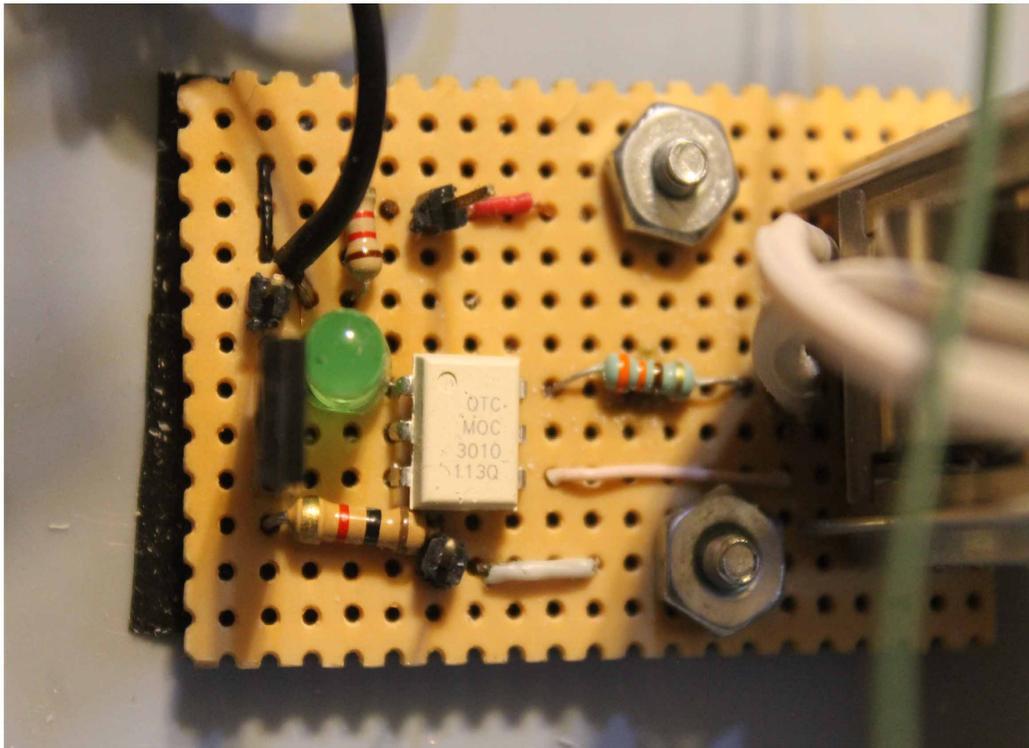


Figura 2.12: Construcción de la etapa de potencia.

Una rejilla de difracción holográfica lineal se encarga de romper la luz blanca en todos los colores del espectro. Es una buena elección para experimentos de espectroscopia debido a que las rejillas holográficas muestran órdenes de difracción más definidos que sus contrapartes al reducir la cantidad producida de luz dispersa.

Esto incrementa la capacidad de ver líneas de emisión y absorción con las rejillas de 1000 líneas/mm (25,400 líneas/pulgada).

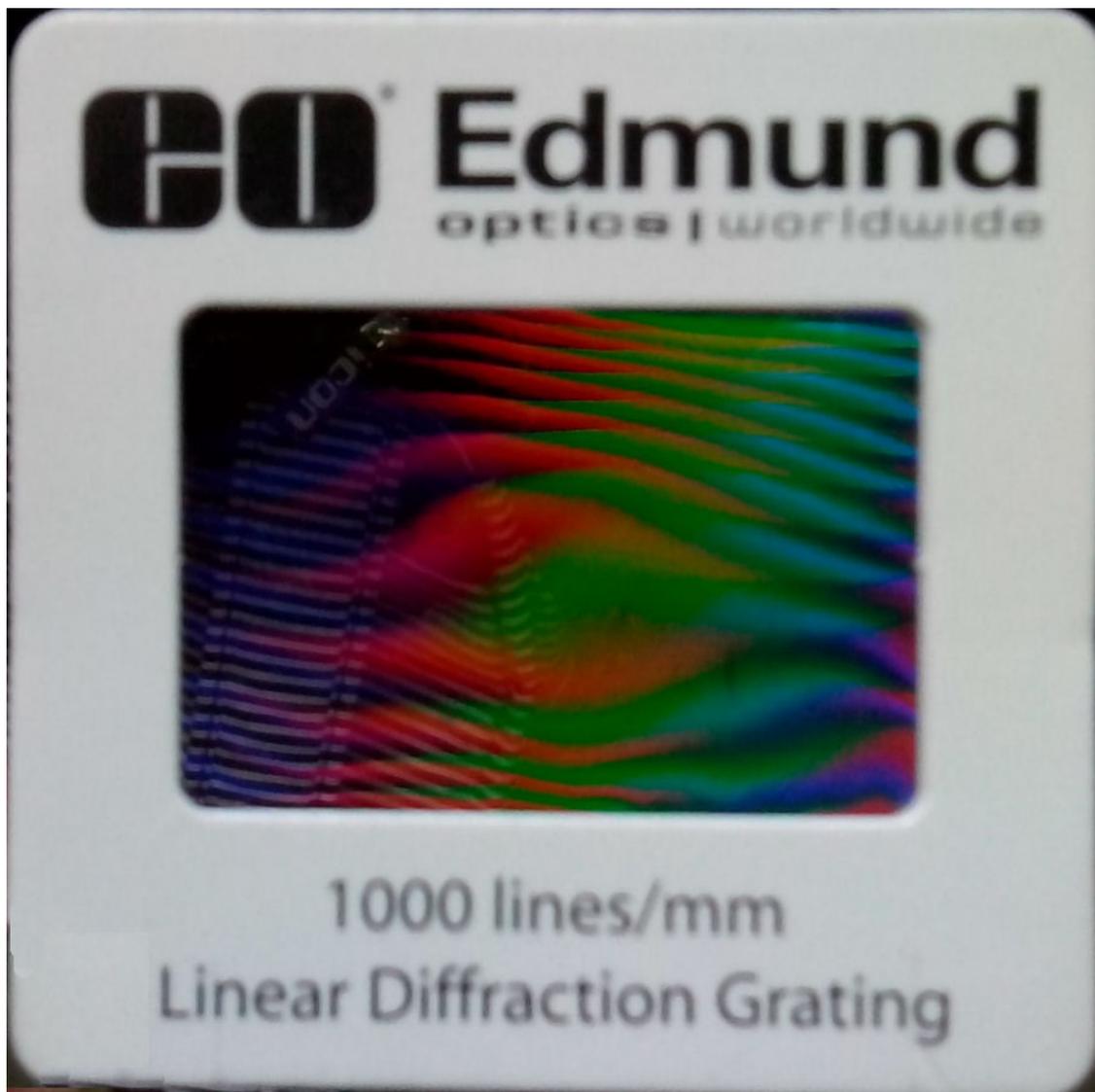


Figura 2.13: Rejilla de difracción lineal.

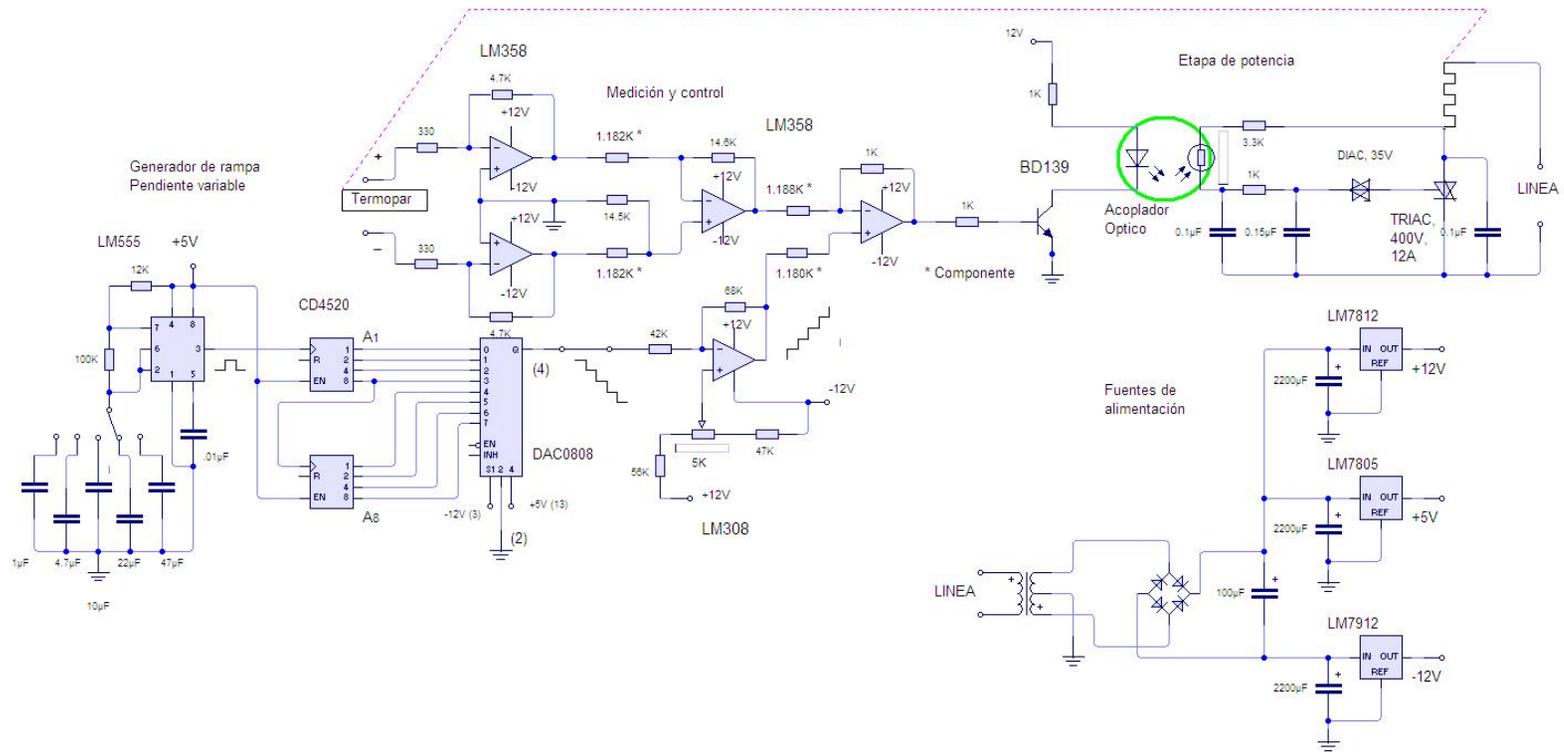


Figura 2.14: Control de temperatura final.

Resultados y conclusiones

3.1. Resultados

Los resultados obtenidos son las imágenes de los espectros, debido a que el objetivo fue diseñar y construir un espectrómetro para termoluminiscencia dejando el análisis de los espectros en segundo plano.

La teoría indica que a ciertas temperaturas se liberan fotones, los cuales nos dan la emisión termoluminiscente que será observada a través de la rejilla de difracción de 1000 líneas por milímetro, y su espectro fotografiado secuencialmente por una cámara digital de alta resolución y alta sensibilidad, por ejemplo “SONY” tipo Exmor, modelo DSC - WX50 o bien, la “CASIO” tipo Exilim modelo EX – FH100, debido a que la luminosidad del fenómeno es de baja intensidad. Esta información ya en el formato digital, propio de la cámara, esta lista para su posterior análisis e interpretación.

El control electrónico de temperatura consta de un selector 6 de rampas de 80°C/min. (3.75 min.), 40°C/min. (7.5 min.), 20°C/min. (15 min.), 10°C/min. (30 min.), 5°C/min. (60min.) y una de prueba de 15 s.

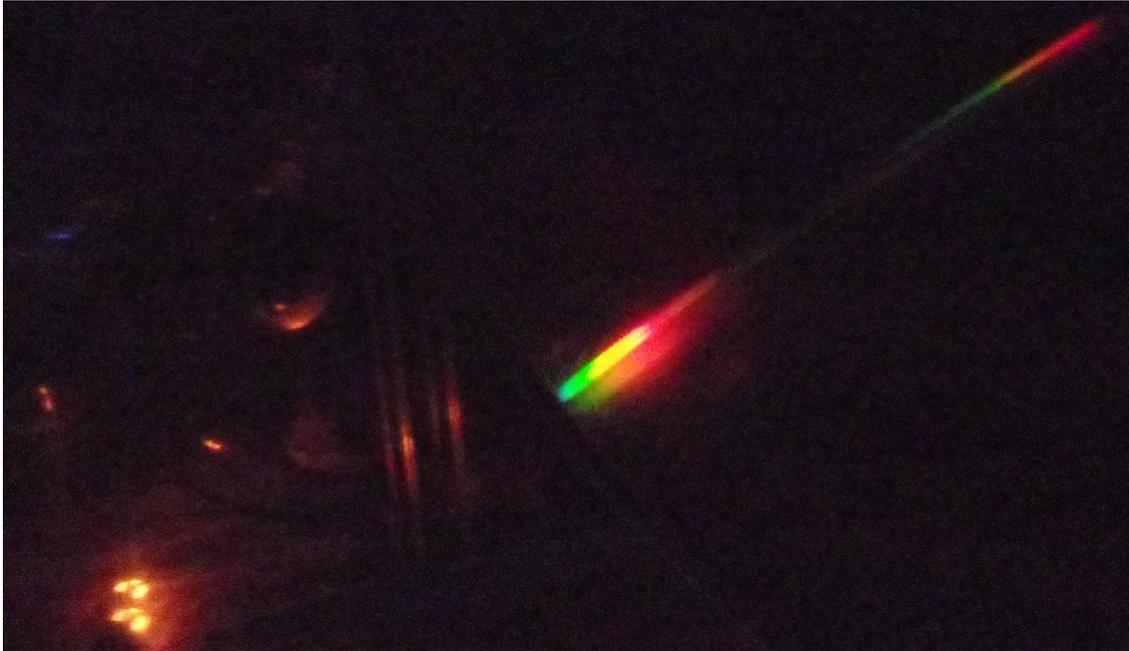


Figura 3.1: Primer espectro.

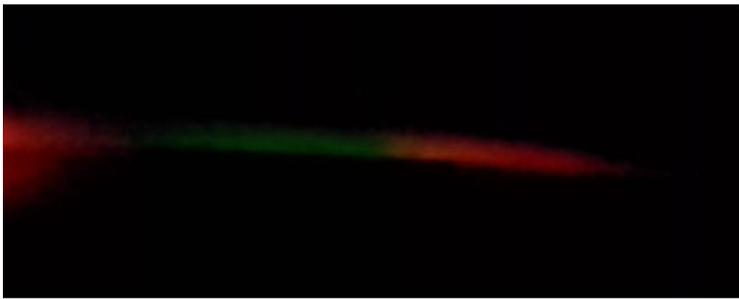


Figura 3.2: Espectros de prueba.



Figura 3.3: Fuente de luz y su espectro.

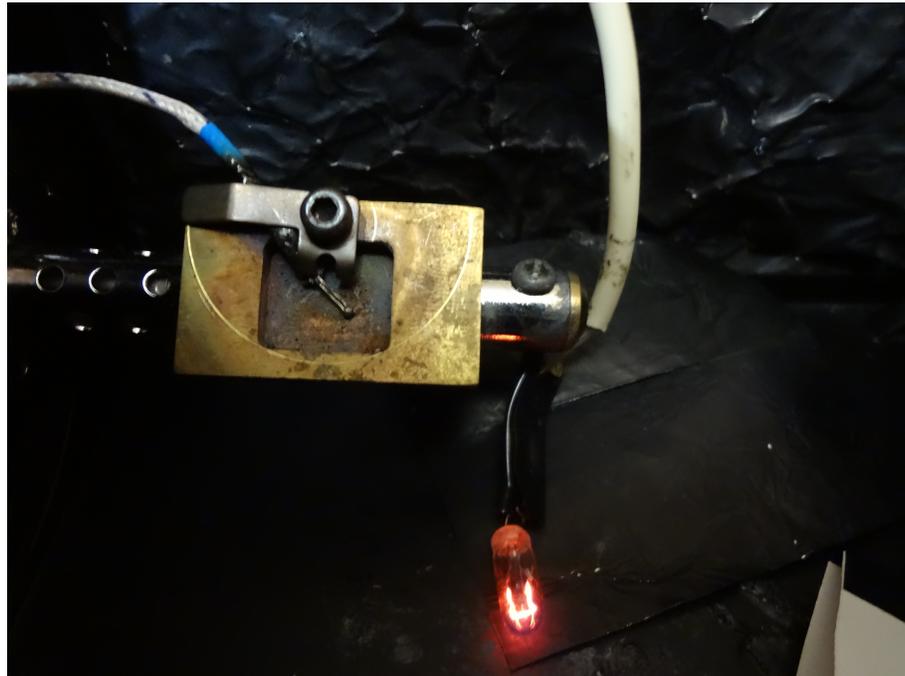


Figura 3.4: Calefactor.

3.2. Conclusiones

La viabilidad del proyecto queda fácilmente demostrada, pero la implementación correcta fue un largo y minucioso camino lleno de detalles a considerar; al ser un prototipo y a la vez un nuevo desarrollo (o mejor dicho el inicio de un nuevo desarrollo) la elección de materiales así como el correcto uso de componentes presento un desafío en conocimientos, nuevas habilidades, incluida la paciencia.

La creación de la rampa lineal para calentar muestras termoluminiscentes es exitosa y aplicable en la mayoría de los espectroscopios existentes.

Las perspectivas a futuro de este espectroscopio son correlacionar la información de los espectros obtenidos con la radiación ionizante atrapada por el cristal, así mismo poder correlacionar los espectros de emisión con la temperatura a la que son liberados y su composición espectral parcial a lo largo de la emisión termoluminiscente.

Se abre la puerta a otro tipo de estudio para el fenómeno de termoluminiscencia, al calibrar la intensidad y la composición espectral de emisión y estandarizar el tiempo y tipo de radiación ionizante; se vislumbra otro acercamiento a un fenómeno, por demás complejo e interesante.

Una parte crucial de esta tesis consistió en convertir un montón de cables, componentes electrónicos en una rampa lineal de temperatura y un registro visible de un espectro, últimas imágenes

Las siguientes mejoras serán detener la rampa en una temperatura dada, una cámara dedicada de alta sensibilidad y base de tiempo con cristal de cuarzo.

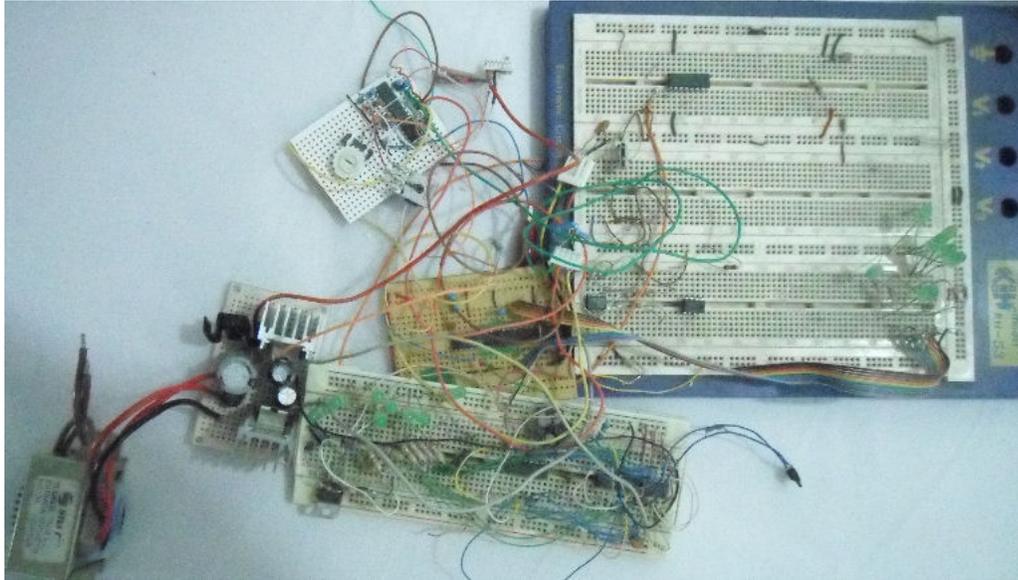


Figura 3.5: Inicio.

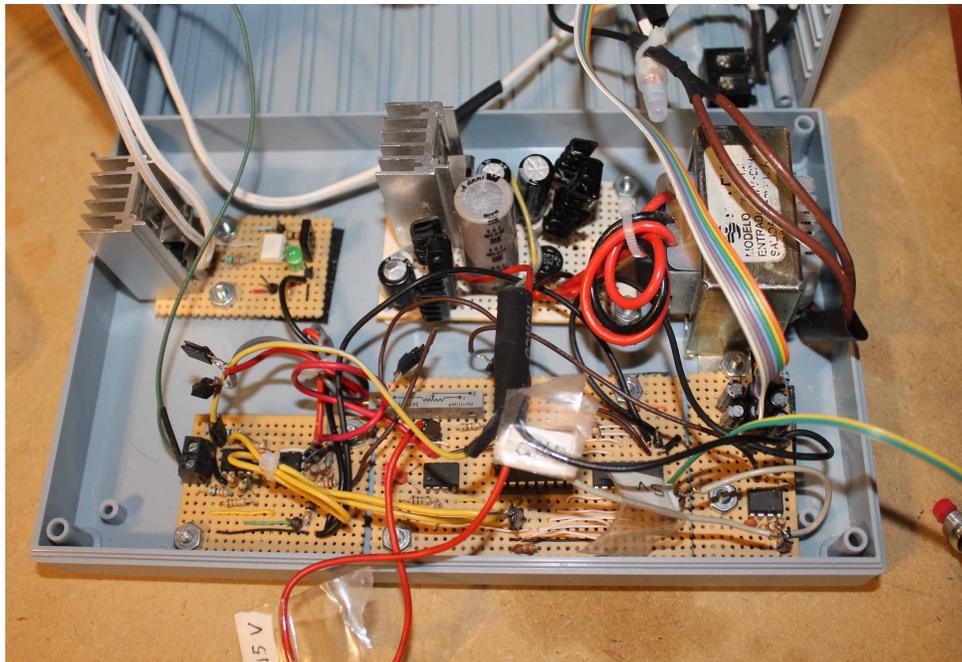


Figura 3.6: Proyecto terminado.

Bibliografía

1. Bohum A. Thermoemission and photoemission of NaCl (1954).
2. Cabrera E., Espejel R., Toca R Instituto de Física. UNAM. “Sistema Controlador de Temperatura” revista mexicana de física 26 no. 3 (1980), pp. 413 – 420.
3. Chen R. and Kirsh Y. Analysis of thermally stimulated processes (1981).
4. E. Hech, Optics Fouth Ehdition (2001).
5. G. Blasse, and B. C .Grabmaier. Luminiscent materials. Ed. Springer-Verlag. (1994).
6. Horowitz Y.S. Thermoluminescence and thermoluminescent dosimetry (1984).
7. National Semiconductor Linear Applications Handbook 1994 by National Semiconductor Corporation.
8. Randall J.T. and Wilkins N.F.H. Phosphorescence and Electron Traps. Proc. Roy. Soc. 184A 365 (1 945).
9. Scharmann A. History and theory of TL and TLD (1987).
10. <http://www.edmundoptics.com/optics/gratings/holographic-diffraction-grating-film/1490> (2015).