

CALIBRACIÓN ESPECTRAL DE UN ESPECTROFOTÓMETRO

A. Pecka V.

Universidad Mayor de San Andrés
La Paz – Bolivia

RESUMEN

Se realizó la calibración espectral de un espectrofotómetro utilizando un haz láser de He-Ne y una lámpara de vapor de Hidrógeno, obteniéndose una recta de calibración de la longitud de onda en función del número de canal de los espectros de emisión de las fuentes. La recta de calibración corresponde a la ecuación $\lambda = 0,99 N + 200$ donde los coeficientes de la regresión presentan errores porcentuales menores al 5 %.

1. INTRODUCCIÓN

En cualquier investigación científica que implique procesos experimentales para la toma de datos por medio de un sistema de detección, se hace necesaria e imprescindible la calibración previa del sistema para que las medidas a tomar presenten confiabilidad y la mejor aproximación de la realidad que se pretende analizar.

La calibración del sistema de detección, en este caso de un espectrofotómetro, puede ser espectral y de intensidad, pero dada la falta de unidades patrón de calibración en intensidad, y tomando en cuenta que las medidas tomadas con dicho instrumento tuvieron por base porcentajes de flujo de energía (como la reflectancia), la calibración en intensidad no fue necesaria, por lo que el espectrofotómetro usado sólo fue calibrado espectralmente. La calibración realizada para este espectrofotómetro fue usada en la tesis “Análisis de la Reflectancia, Fluorescencia y Solarización de la Laca Carmín de Cochinilla” (A. Pecka V., UMSA, 2005).

2. MONTAJE EXPERIMENTAL

La calibración espectral del espectrofotómetro fue realizada empleando dos tipos de fuentes de emisiones espectrales: un haz de rayos láser de He-Ne y una lámpara de vapor de hidrógeno.

Primero se realizó la calibración espectral con el haz de rayos láser, con la ayuda del montaje experimental ilustrado en la figura 1, donde, a la derecha, se puede apreciar al espectrofotómetro, constituido por la fibra óptica, el monocromador, el fotomultiplicador y el computador con el sistema de adquisición de datos; a la

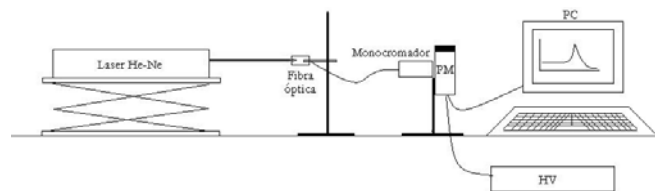


Figura 1. Esquema del montaje experimental realizado para calibrar el espectrofotómetro utilizando un haz láser de He-Ne.

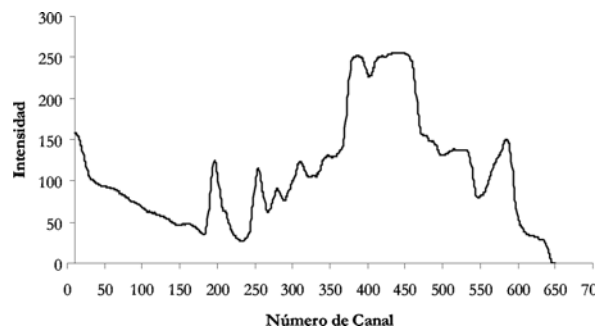


Figura 2. Espectro del haz láser de He-Ne determinado en una primera etapa de calibración del monocromador.

izquierda se aprecia la fuente de emisión espectral correspondiente a un láser de He-Ne ($\lambda=632.8 \text{ nm}$)¹. El espectro obtenido mediante el arreglo mostrado en el anterior montaje experimental se ilustra en la figura 2. Se debe aclarar que tanto el espectro de la figura 2 así como todos los espectros que se analizarán en el presente artículo, fueron suavizados usando una media móvil de 20 puntos.

En el gráfico de la anterior figura se puede observar que el espectro presenta una serie de picos que no concuerdan con el espectro del haz láser, los cuales son atribuidos al ruido de fondo recibido en el fotomultiplicador. Analizando estos picos, se puede apreciar que el pico presente en el canal 250 correspondería a la longitud de onda de 450 nm aproximadamente (tomando en cuenta que el espectrofotómetro recorre el espectro desde los 200 nm hasta los 800 nm), longitud de onda que corresponde al color azul; este color es detectado por el espectrofotómetro ya que la fibra óptica se encuentra frontalmente dirigida al haz láser y por lo tanto puede detectar la luz de coloración azulada emitida por el tubo de descarga del láser. En el pico que correspondería a la longitud de onda del haz del rayo láser, en la banda formada desde el canal 400 hasta el canal 450, la intensidad no presenta un valor definido puesto que llega a su nivel máximo, lo que indica que la fibra óptica y el

¹Láser He-Ne Leybold-Heraeus, 220 V/50-60 Hz, DIN 58126KL2.

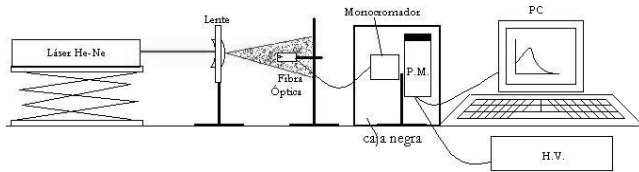


Figura 3. Montaje experimental mejorado de calibración del monocromador utilizando una lente cóncavo-convexa de 5 mm de distancia focal.

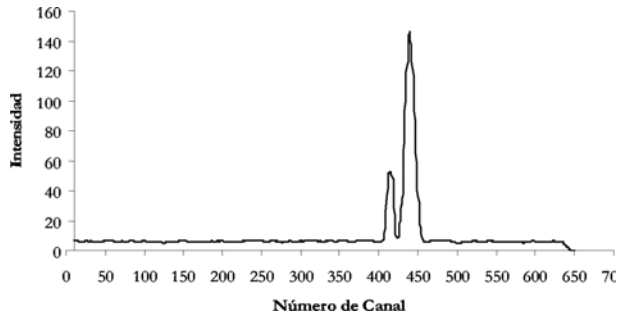


Figura 4. Espectro del haz de rayos láser de He-Ne determinado mediante la disminución del ruido de fondo y la intensidad del haz con una lente cóncavo-convexa de 5 mm de distancia focal. Se observan dos picos: el primero corresponde a la difracción causada por la incidencia del haz en el aparato espectral y el segundo corresponde a la longitud de onda del láser.

fotomultiplicador fueron sobreexposados a la intensidad del haz haciendo que el pico se sature.

Para corregir el espectro del haz láser fue necesario atenuar primero el espectro creado por el ruido de fondo, lo que se logró mediante la construcción y el uso de una pequeña caja fabricada con cartulina negra que bloquea la entrada de luz al fotomultiplicador evitando que éste se sature. Además, para corregir la saturación del pico del haz láser, fue necesario mejorar el montaje experimental mostrado en la figura 1, añadiendo una lente cóncavo-convexa de 5 mm de distancia focal, que tiene como objeto principal dispersar el haz del rayo láser, tal como se indica en el esquema de la figura 3. Mediante el montaje del anterior esquema se pudo disminuir la intensidad de los picos provenientes del láser y del ruido de fondo², pero el espectro obtenido presenta dos picos, uno de los cuales corresponde a la longitud de onda del láser de He-Ne (632.8 nm) y un segundo pico, situado aproximadamente en el canal 420, que se debe a un fenómeno de difracción del aparato espectral, en este caso del monocromador³, tal como se ilustra en la figura 4.

Para atenuar la intensidad del primer pico ilustrado en la figura 4 se añadió al montaje experimental un par de polarizadores, de manera que colocándolos en ángulos diferentes se pueda tener una reducción de intensidad considerable para el primer pico sin reducir más el

²Aunque el ruido de fondo fue disminuido, es evidente la presencia del mismo, por lo que en las posteriores gráficas se encuentra restado de las medidas realizadas.

³Véase Záidel, Ostróvskaya, Ostrovski, *Técnica y práctica de espectroscopía*, Ed. MIR, Moscú, 1976.

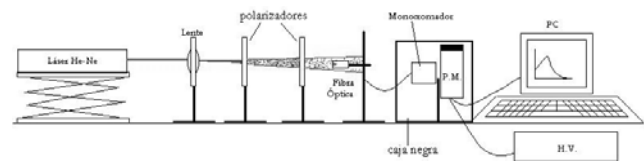


Figura 5. Esquema del montaje experimental realizado añadiendo un juego de polarizadores para reducir la intensidad del espectro producido por un haz de rayo láser de He-Ne.

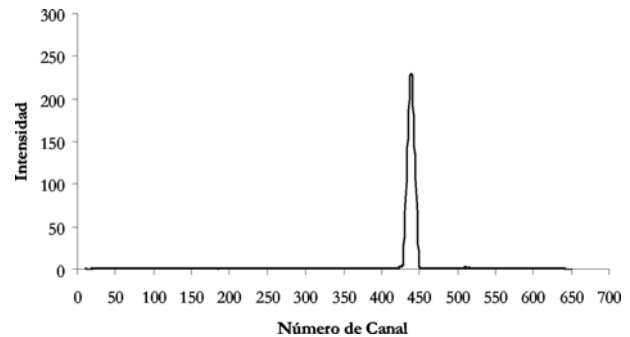


Figura 6. Espectro del haz de rayo láser obtenido para calibrar el monocromador utilizado como espectrofotómetro.

segundo. El esquema mejorado se encuentra ilustrado en la figura 5. Al añadir el juego de polarizadores creando un ángulo de 65° entre ellos se redujo la intensidad del primer pico y, disminuyendo el error de paralaje existente entre la fibra óptica y el haz de rayos láser, se pudo intensificar más el pico correspondiente al haz, tal como se ilustra en la gráfica de la figura 6. Para determinar el número de canal correspondiente a la longitud de onda del haz láser de He-Ne se debe tomar en cuenta el promedio del ancho de banda del espectro obtenido. De acuerdo a los datos tratados, el número de canal se encuentra en la posición 441.

A fin de completar la calibración espectral del monocromador se empleó la segunda fuente patrón de emisión espectral, correspondiente a una lámpara de vapor de hidrógeno, mediante el montaje experimental que se ilustra en la figura 7. En este caso, el uso de una lente plano-convexa fue necesario para poder enfocar la luz de la lámpara de hidrógeno sobre la fibra óptica, contando con la ayuda de los polarizadores para que el espectro del hidrógeno presente las mismas condiciones que las utilizadas con el haz láser. El espectro obtenido se encuentra graficado en la figura 8. En dicho espectro se observa la presencia de las líneas H_α , H_β y H_γ correspondientes a la serie de Balmer del hidrógeno. Se debe tomar en cuenta que en el caso del espectro del hidrógeno, los picos se encuentran bien definidos y no fue necesario determinar el promedio del ancho de banda de cada uno de ellos. Además, es necesario señalar que el espectro graficado en la figura 8 se presenta con corrección de ruido de fondo.

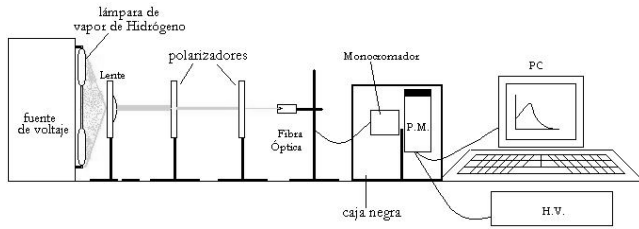


Figura 7. Esquema del montaje experimental realizado para calibrar espectralmente un monocromador mediante el uso de una lámpara de vapor de hidrógeno.

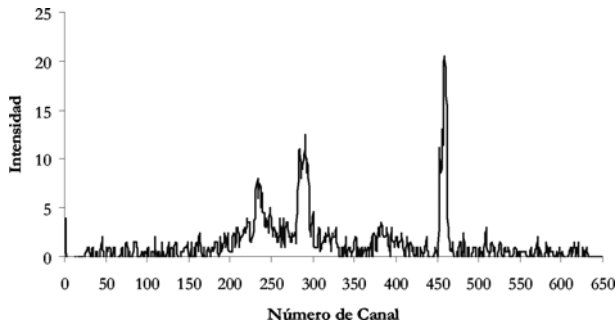


Figura 8. Espectro de luz de una lámpara de vapor de hidrógeno, en ella se observa la presencia de tres picos que corresponderían a las líneas H_{α} , H_{β} y H_{γ} de la serie de Balmer del hidrógeno.

3. RESULTADOS

En la tabla 1 se muestran los valores de las longitudes de onda del espectro del hidrógeno y del láser de He-Ne; asimismo se muestran los canales correspondientes a dichas longitudes de onda.

Mediante los datos de los números de canal y las longitudes de onda de los espectros del láser de He-Ne y de la lámpara de vapor de hidrógeno se realizó una regresión lineal donde se determinó la recta de calibración graficada en la figura 9.

La regresión lineal efectuada nos conduce a la ecuación $\lambda = aN + b$, donde los coeficientes de la regresión son:

$$a = (0,99 \pm 0,02) \text{ nm/canal,}$$

$$b = (200 \pm 6) \text{ nm.}$$

TABLA 1

Longitudes de onda correspondientes a los picos de la serie de Balmer del espectro de hidrógeno y canales correspondientes al espectro de la lámpara de vapor de hidrógeno utilizada para la calibración del monocromador.

	Longitud de onda (nm)	Nº de Canal
H_{α}	434,05	236
H_{β}	486,13	291
H_{γ}	656,28	459
Láser He-Ne	632,8	441

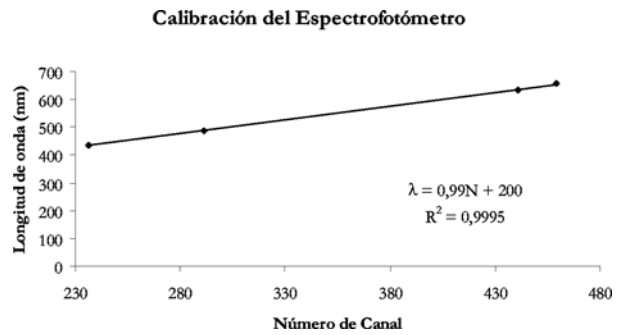


Figura 9. Regresión lineal efectuada con los pares de datos de las longitudes de onda y los números de canal de los espectros de un láser de He-Ne y una lámpara de vapor de hidrógeno para calibrar el monocromador.

4. CONCLUSIONES

Se realizó la calibración espectral de un espectrofotómetro mediante el empleo de dos tipos de fuentes de emisiones espectrales: un haz de rayos láser de He-Ne y una lámpara de vapor de hidrógeno, obteniéndose una recta de calibración de la longitud de onda en función del número de canal de los espectros de emisión de las fuentes. La recta de calibración corresponde a la ecuación $\lambda = 0.99N + 200$ donde los coeficientes de la regresión presentan errores porcentuales menores al 5%, además de un coeficiente de correlación cuadrático $R^2 = 0.9995$, lo que indica una buena correlación entre los pares de datos. Debe tomarse en cuenta que el primer canal del espectrofotómetro corresponde a una longitud de onda de 200 nm, lo que significa $N = 0$ en la ecuación $\lambda = aN + b$.