



UNIVERSIDAD NACIONAL
AUTÓNOMA DE
MÉXICO

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MEXICO

**PROGRAMA DE MAESTRÍA Y DOCTORADO
EN INGENIERÍA**

FACULTAD DE INGENIERIA

**REFRACTÓMETRO ESPECTROSCÓPICO
POR REFLEXIÓN INTERNA**

T E S I S

QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE

MAESTRO EN INGENIERÍA

INGENIERÍA ELÉCTRICA – INSTRUMENTACIÓN

P R E S E N T A:

ELIZARETH HERNÁNDEZ SÁNCHEZ



TUTORES:

DR. AUGUSTO GARCÍA VALENZUELA

DRA. CELIA SÁNCHEZ PÉREZ

2010

Jurado:

Presidente: Dr. Gutiérrez Castrejón Ramón

Secretario: Dr. Khotiaintsev Serguei

Vocal: Dr. García Valenzuela Augusto

1er Suplente: Dr. Sandoval Romero Gabriel Eduardo

2º Suplente: Dra. Sánchez Pérez Celia Angelina

Lugar donde se desarrollo la tesis:

Centro de ciencias Aplicadas y Desarrollo Tecnológico (CCADET)

Grupo de Sensores Ópticos y Eléctricos (SOE)

Tutor de tesis:

Dr. Augusto García Valenzuela.

Co-Tutor de tesis:

Dra. Celia Angelina Sánchez Pérez.

Dedicatoria

A Dios por darme todas las oportunidades que me ha brindado y por permitirme estar aquí y ahora.

A mi esposo Juan Francisco por su apoyo, su amor y su confianza y a mi hija Abril Sahara por ser el motor de mi vida.

A mi papá Javier por su cariño y apoyo, a mi mamá Rosa que me anima y me ayuda con el cuidado de Abril, nunca podré pagarles todo lo que hacen por nosotros.

A mis hermanos Javier y Linda, a mis amigos y todas aquellas personas que no mencione, pero que están presentes en mi pensamiento.

Agradecimientos

Agradezco a la UNAM por que una vez más me dió la oportunidad de ampliar mi conocimiento y me permitió seguir siendo parte su grandeza.

Agradezco a la maestría en instrumentación por haberme aceptado, al Centro de Ciencias Aplicadas y Desarrollo Tecnológico (CCADET) por permitirme desarrollar mi tesis en sus instalaciones y al grupo de Sensores Ópticos y Eléctricos (SOE) por dejarme se parte de su grupo de trabajo.

Agradezco muy en especial a mis asesores el Dr. Augusto García Valenzuela y la Dra. Celia Sánchez Pérez, por todos sus consejos, su tiempo y su infinita paciencia, sin ellos este trabajo no hubiera sido posible.

Agradezco al Dr. Khotiaintsev Serguei, al Dr. Sandoval Romero Gabriel Eduardo y al Dr. Gutiérrez Castrejón Ramón por el tiempo que dedicaron a la revisión de tesis y por sus aportaciones a esta.

Agradezco a CONACYT su apoyo económico durante la realización de mi maestría.

Agradezco al proyecto PAPIITIN120309-3 de la Dirección General de Asuntos del Personal Académico de la Universidad Nacional Autónoma de México por el apoyo económico brindado en la realización de este trabajo.

Agradezco a la compañía Fresenius-Kabi GMBH y al Dr. Gabriel Ascanio Gasca por la beca brindada para la realización de este trabajo.

Le agradezco a Humberto Contreras Tello por su colaboración y por su compañía en el laboratorio. A mis compañeros de generación Arturo, Hugo, Bart, Alfredo, Miguel y Gaudencio doy gracias por todos los momentos agradables, por sus charlas amenas y por ser mis amigos.

Y a todas las personas que conocí en el desarrollo de este trabajo, GRACIAS.

Índice.

Motivación.....1

Objetivos.....3

1. Estado del arte

1.1. Refractómetros.....4

1.1.1. Refractómetros interferométricos.....5

1.1.2. Refractómetro por reflexión interna.....5

1.1.2.1.1. Refractómetro de Pulfrich.....6

1.1.2.1.2. Refractómetro de Abbe.....7

1.1.2.1.3. Refractómetro de Hilger-Change.....8

1.2. Refractómetros de Proceso.....9

1.3. Prototipos experimentales espectroscópicos.....11

1.3.1. Refractómetro multi-longitud de onda por detección de reflexión.....11

1.3.2. Refractómetro por reflexión interna multi-longitud de onda.....13

1.4. Refractómetro espectroscópico propuesto.....15

2. Desarrollo Teórico

2.1. Antecedentes.....17

2.1.1. Índice de refracción.....17

2.1.2. Ángulo crítico.....18

2.1.3. Curvas de reflectancia19

2.2. Medición rápida del índice de refracción por reflexión interna.....20

2.2.1.	Haz reflejado en configuración de reflexión interna.....	20
2.2.2.	Medición del cambio de índice de refracción.....	21
2.3.	Método espectroscópico desarrollado.....	30
3.	Desarrollo experimental	
3.1.	Montaje del sistema.....	32
3.1.1.	Subsistemas ópticos.....	33
3.1.2.	Subsistemas mecánicos.....	38
3.2.	Montaje del sistema desarrollado.....	39
4.	Resultados	
4.1.	Preparación de las muestras.....	45
4.1.1.	Medición experimental de la concentración de las soluciones.....	46
4.2.	Caracterización de Rodamina 6G en agua tridestilada.....	48
4.2.1.	Curvas de reflectancia.....	48
4.2.2.	Dispersión del índice de refracción.....	50
4.3.	Medición de Rodamina 6G en metanol.....	53
4.3.1.	Curvas de reflectancia.....	53
4.3.2.	Dispersión del índice de refracción.....	55
4.4.	Resolución del dispositivo implementado.....	57
4.5.	Resumen del capítulo.....	59
5.	Automatización	
5.1.	Diseño de la interfaz mecánica.....	61
5.2.	Diseño de la interfaz electrónica.....	61
5.3.	Interfaz de control en LabVIEW.....	64
5.4.	Interfaz de Procesamiento.....	66

5.5. Curvas de reflectancia obtenidas al automatizar la toma de mediciones del sistema implementado.....	66
Conclusiones.....	70
Perspectivas.....	73
Bibliografía.....	74
Apéndice A.....	77
Apéndice B.....	80
Apéndice C.....	83
Apéndice D.....	85

Motivación

El índice de refracción [1] es una propiedad física de los materiales (sólidos, líquidos y gaseosos), que puede determinarse mediante la Ley de Snell [2] o con las relaciones de Fresnel [2, 3]. Para poder medir esta característica se han diseñado diferentes arreglos ópticos, llamados refractómetros; los cuales cuentan regularmente con una fuente de luz, un sistema prismático con un contenedor y un colector de luz.

Algunos de los arreglos ópticos desarrollados, se han comercializado como aparatos automáticos y pequeños. Estos son utilizados con mucha frecuencia en industrias como farmacéuticas, vinícolas, químicas, etc. ya que el índice de refracción es una propiedad óptica que se puede relacionar con la concentración de sustancias disueltas. Sin embargo, los instrumentos comerciales operan a solo una o algunas longitudes de onda. Si se quisiera determinar la curva de dispersión en longitud de onda del índice de refracción se necesitaría contar con láseres a distintas longitudes de onda, lo cual convierte al arreglo en un instrumento mucho más costoso.

En este trabajo de tesis se analiza y estudia un método rápido para la obtención de curvas de dispersión en longitud de onda del incremento del índice de refracción de soluciones absorbentes o transparentes.

El método se basa en mediciones relativas de reflectancia en una configuración de reflexión interna cercana al ángulo crítico. Se implementó un prototipo de refractómetro en el laboratorio, utilizando una fuente de luz blanca y un espectrofotómetro con el cual se realizan mediciones simultáneas en un rango espectral del VIS al NIR.

El diseño del refractómetro espectroscópico es derivado de trabajos anteriores dirigidos por el Dr. Augusto García Valenzuela y la Dra. Celia Sánchez Pérez directores de la presente tesis. De [4] se extrae la parte de configuración por reflexión interna y [5] la aportación de espectroscopia.

Objetivos:

El objetivo principal de este trabajo de tesis es validar experimentalmente la posibilidad de caracterizar el índice de refracción y su dispersión con respecto a la longitud de onda de manera rápida. Esto permitiría contar con un sistema que puede ser utilizado tanto en el laboratorio de investigación como de manera comercial.

Como objetivos particulares podemos enumerar los siguientes:

- 1.- Proponer un método rápido para obtener el incremento en índice de refracción de una sustancia a caracterizar a partir mediciones en reflectancia en configuración de reflexión interna.
- 2.- Diseñar e implementar un refractómetro espectroscópico, con el cual se mida el incremento en índice de refracción de sustancias transparentes y poco absorbentes, en un rango amplio de longitud de onda de manera simultánea.
- 3.- Estudiar la viabilidad del método propuesto y del refractómetro diseñado utilizando como muestra el colorante Rodamina 6G disuelta en agua tridestilada y en metanol, obteniendo su incremento en índice de refracción a diferentes concentraciones de las soluciones formadas.
- 4.- Automatizar la toma de datos y su procesamiento.

Capítulo 1

Estado del Arte

En este capítulo se dará una breve descripción de los refractómetros más usados en el laboratorio y en la industria. Se mencionará su principio de operación, sus principales aplicaciones y su implementación.

1.1. Refractómetros

Un refractómetro es un aparato diseñado para medir el índice de refracción de un medio líquido o sólido a una determinada longitud de onda, permitiendo identificar una sustancia, verificar la pureza de la muestra y analizar el porcentaje de soluto en una solución.

Existen refractómetros basados en diferentes principios de operación. En esta tesis se describe de forma breve los basados en interferometría y en reflexión interna cercana al ángulo crítico.

1.1.1. Refractómetros interferométricos.

La interferometría [1] es una técnica recurrente para medir el índice de refracción. Dicha técnica consiste en dividir un haz de luz en dos partes. Un haz sigue una trayectoria a través de un medio de índice de refracción conocido y el otro pasa a través de la sustancia a caracterizar. Los dos haces se recombinan de tal forma que se forman franjas de interferencia. La posición de estas franjas indica una variación entre el índice a obtener y el índice conocido. Este tipo de dispositivos determinan mediciones relativas, ya que el índice de uno de los materiales debe ser conocido y es utilizado como referencia. Una ventaja de estos arreglos es su sensibilidad a pequeñas variaciones entre índices de refracción, pudiéndose determinar Δn de aproximadamente 10^{-8} [2, 6].

1.1.2. Refractómetros por reflexión interna.

Mediante el principio de reflexión interna, se puede trabajar alrededor del ángulo crítico entre dos medios, uno de índice de refracción conocido y otro de índice de refracción desconocido, el cual se desea medir. Se tiene reflexión interna [3] entre dos medios cuando el índice de refracción n_2 del segundo medio es menor que el índice de refracción n_1 del primer medio.

El ángulo crítico se define como el ángulo de incidencia mínimo al cual la reflexión interna es total y se define con la siguiente expresión:

$$\theta_c = \sin^{-1}\left(\frac{n_2}{n_1}\right)$$

A ángulos incidentes menores al crítico se presenta una reflexión parcial, ya que hay una parte de luz que se transmite o se absorbe.

Se tienen distintos sistemas que operan bajo este principio, entre los mas conocidos están el refractómetro de Pulfrich [1,7], el de Abbe [1,8] y el de Hilger-Chance [1,9]. Tanto el de Pultrich como el de Abbe pueden medir los índices de refracción de líquidos o de sólidos, pero el primero es más usado para medios líquidos y el segundo para medios sólidos.

El refractómetro de Hilger-Chance se usa de manera exclusiva para sólidos y es muy preciso.

1.1.2.1 Refractómetro de Pulfrich.

El refractómetro de Pulfrich, consta de una fuente de luz monocromática convergente que ilumina la zona de contacto en el prisma del índice conocido n_0 y la pieza de índice de refracción n . No es necesario que la cara plana de la muestra sea perfectamente plana, ni siquiera que esté bien pulida. Se necesita solamente que la muestra se una al prisma por medio de un aceite con índice de refracción n_i intermedio con el de la muestra y el prisma ($n < n_i < n_0$).

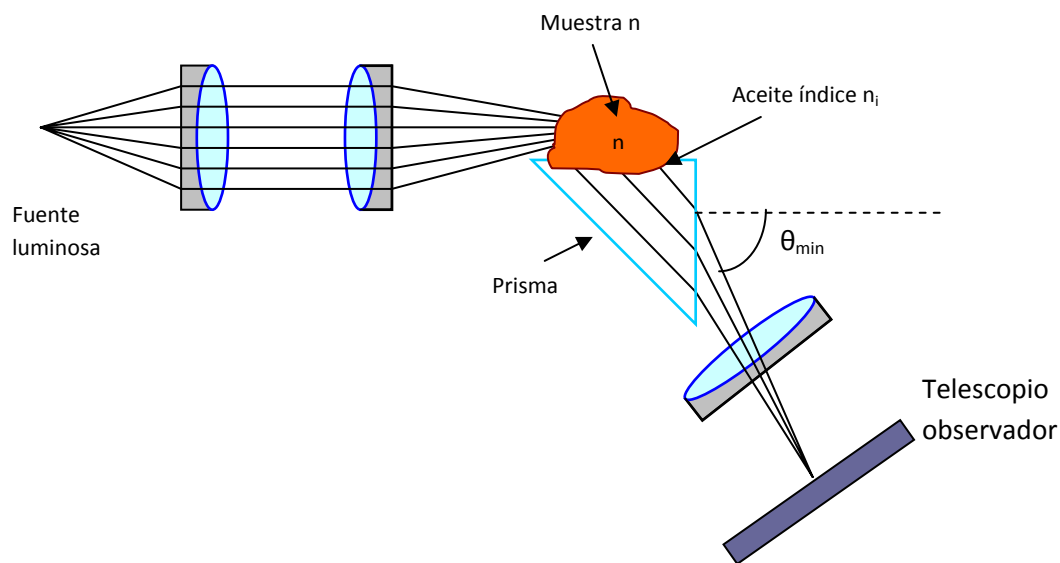


Figura 1.1. Esquema de un refractómetro de Pulfrich. Proceso que se realiza para obtener el índice de refracción de una sustancia por medio de reflexión interna.

El índice n_0 debe ser mayor que el índice n , así que la luz se refracta hacia abajo, dirigiéndose a un telescopio observador [figura 1.1] correspondiente al ángulo crítico. La luz tendrá un ángulo de salida mínimo θ_{\min} , medido con respecto a la normal, a partir del cual se distinguen claramente dos regiones, una iluminada y otra oscura. Mediante el telescopio de observación se determina el ángulo de salida θ , definido por la frontera entre ambas regiones. A partir de aquí se puede calcular fácilmente el índice de refracción n usando la fórmula siguiente [1]:

$$n = \left(n_0^2 - \sin^2 \theta \right)^{1/2}$$

La mayor precisión alcanzada con este refractómetro es del orden de 1×10^{-4} en el índice de refracción. La diferencia del índice entre dos muestras cuyos índices difieren muy poco, se puede determinar con un error de $\pm 2 \times 10^{-5}$.

1.1.2.2 Refractómetro de Abbe.

El funcionamiento del refractómetro de Abbe está basado en el estudio del ángulo crítico en el que se produce la reflexión total del haz de luz que atraviesa los prismas y la muestra entre ellos. Como este valor depende de los índices de refracción de las sustancias atravesadas y, dado que el valor correspondiente a los prismas es conocido, resulta posible conocer el índice de refracción de la muestra. Fue diseñado por E. Abbe en 1906 con el fin de medir el índice de refracción de líquidos aunque también es usado para sólidos con resultados aceptables. Este instrumento consta de dos prismas 30° - 90° - 60° llamados prismas compensadores, como se muestra en la figura 1.2

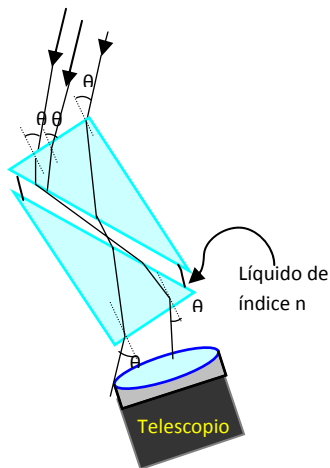


Figura 1.2. Esquema de un refractómetro de Abbe

El prisma que se encuentra del lado de la fuente tiene como único propósito iluminar la muestra mientras le proporciona soporte mecánico. El otro prisma es la referencia con respecto a la cual se mide el ángulo crítico.

El líquido a caracterizar se coloca en la hendidura entre los dos prismas. Para medir un sólido se remueve el prisma iluminador y en su lugar se coloca la muestra a medir. Los prismas compensadores [8] son unos prismas dispersores variables sin desviación que se usan para compensar la dispersión monocromática del elemento cuyo índice se mide, con lo que se puede usar luz blanca para iluminar el instrumento. El líquido cuyo índice se desea medir debe tener un índice de refracción inferior al de los prismas entre los que se encuentra.

1.1.2.3 Refractómetro de Hilger-Change.

Este refractómetro fue diseñado para determinar el índice de refracción de vidrios ópticos resultando sumamente preciso. La muestra sólida tiene que tallarse a dos caras planas y semipulidas. La adherencia a los prismas del refractómetro se hace con un aceite de índice de refracción cercano al de la muestra.

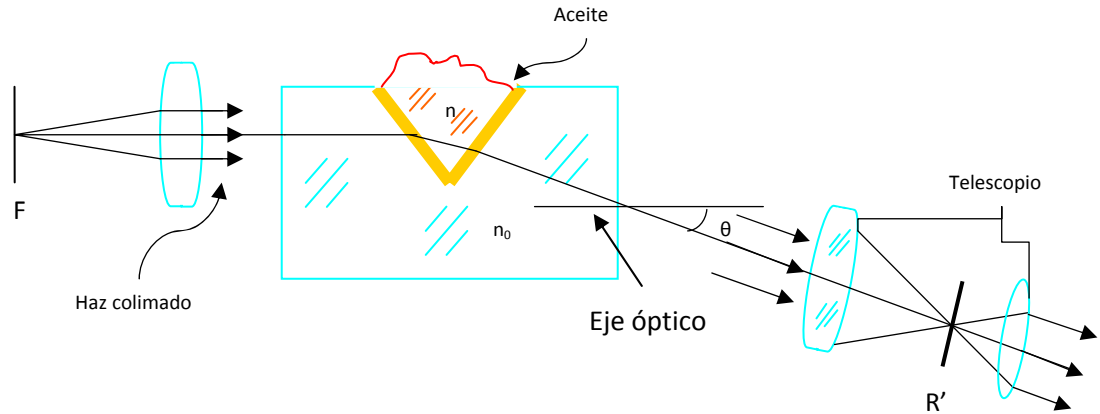


Figura 1.3. Refractómetro de Hilger-Change.

Su funcionamiento [9] consiste en un haz de luz proveniente de una fuente F (figura 1.3), dicho haz atraviesa una lente biconvexa colimadora e incide en un prisma en “V”. El prisma contiene a la muestra a caracterizar, como se mencionó está en contacto con un aceite, procedimiento necesario cuando la muestra es sólida. El haz que atraviesa el prisma tiene una desviación θ con respecto al eje óptico. Para calcular el índice de refracción de la muestra se utiliza la ecuación siguiente [1]:

$$n = \left[n_0^2 - \sin^2 \theta (n_0^2 - \sin^2 \theta)^{1/2} \right]^{1/2},$$

donde n_0 es el índice de refracción del prisma que constituye el refractómetro.

Los refractómetros mencionados han servido como base para el desarrollo de sistemas más completos, que permitan un mejor manejo y caracterización de los medios. Tanto en la industria como en los laboratorios de investigación se desarrollan estos sistemas. A continuación se mencionan los más destacados:

1.2. Refractómetros de proceso.

Dado que el índice de refracción es importante dentro del sector industrial. Por ello se han desarrollado sistemas que permiten obtener esta característica

tomando en cuenta factores externos que modifican esta propiedad, como son la temperatura, la concentración de solvente, etc. Dichos sistemas reciben el nombre de refractómetros de proceso [10]. Estos basan su principio de operación en la reflexión interna cercana al ángulo crítico como se ve en la figura 1.4.

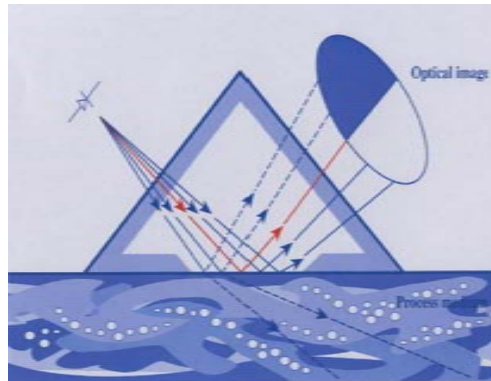


Figura 1.4. Principio de operación de la reflexión cercana al ángulo crítico de la muestra.

Las mediciones tomadas por este tipo de sistemas no se ven afectadas por factores externos debido al núcleo óptico que tiene integrado (figura 1.5). El cual está conformado por los siguientes elementos:

- Una cámara CCD con la cual se captura una imagen óptica, que posteriormente es convertida una curva de reflectancia en función del ángulo de incidencia.
- Una fuente de luz que se utiliza para iluminar la muestra.
- Un prisma trapezoidal, el cual es el elemento central de los sistemas que funcionan bajo este principio. La cara inferior del prisma está en contacto con la muestra, mientras que por la cara lateral entra un haz de luz que incide en la cara en contacto con la muestra.
- Un sensor de temperatura, el cual se usa para determinar las variaciones que pueden existir en la temperatura del medio de proceso y de esta forma el sistema puede compensarlas para la obtención de mediciones más consistentes que no se vean afectadas por dichas variaciones.

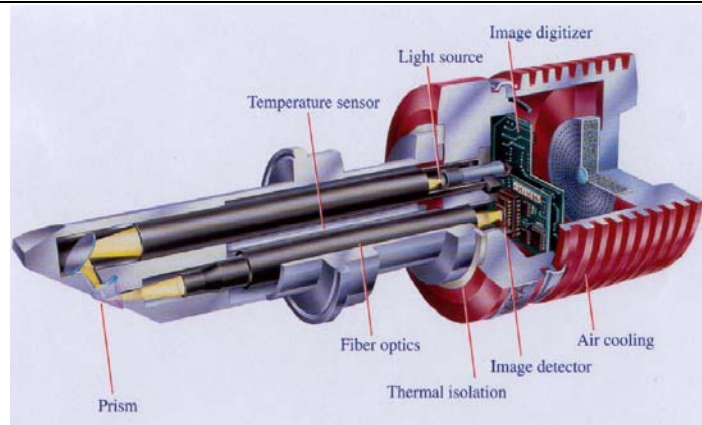


Figura 1.5. Estructura interna del sensor que integra el refractómetro de procesos

1.3. Prototipos experimentales.

En diversos centros de investigación se ha implementado refractómetros, basados en reflexión interna. Estos presentan ciertas ventajas, como son mediciones a unas cuantas longitudes de onda ó una muy alta sensibilidad, a continuación de describen dos sistemas refractometricos que presentan las características mencionadas.

1.3.1. Refractómetro multi-longitud de onda por detección de reflexión.

En 1984 dos investigadores alemanes, Leupacher y Penzkofer, publicaron un artículo [11], donde se reporta la implementación de un sistema experimental con el cual se mide el índice de refracción de medios líquidos y sólidos, en una amplia gama de frecuencias (UV cercano al IR cercano). Su método consiste en medir la reflectancia de una muestra a pequeños ángulos de incidencia como función de la longitud de onda.

El montaje experimental se conforma por una fuente de halógeno-tungsteno, espejos ópticos, 4 prismas, un espectrómetro de rejilla de 30 cm. (1200 líneas/mm) y un arreglo de diodos (figura 1.6).

Para poder determinar el índice de refracción se utilizó un haz de luz blanca dividido en dos partes. Una parte fue directamente medida por el arreglo de diodos utilizado en este montaje y la otra parte del haz incidió en la muestra, la porción de haz reflejado pasa hacia un espectrómetro el cual tiene un monocromador, con el cual se descompone al haz de luz blanca quedándose con una sola componente y con el arreglo de diodos se midió la Intensidad del haz reflejado. La intensidad del haz de luz medida directamente sirve para normalizar las intensidades del haz incidente en la muestra, para así obtener la reflectancia en función de la longitud de onda.

Con el espectrómetro de rejilla se puede medir espectros de reflexión de la sustancia a caracterizar a un número limitado de longitudes de onda, debido al número de tomas que debían hacer para cada longitud de onda. Lo cual para la época en el que fue desarrollado resultaba un gran avance.

Con el arreglo de diodos se midió la transmitancia en función de la longitud de onda. Su resolución en la toma de mediciones resultó buena ya que reportan una variación de índice de refracción $\Delta n \approx \pm 10^{-3}$ sin verse afectado por la absorción del medio.

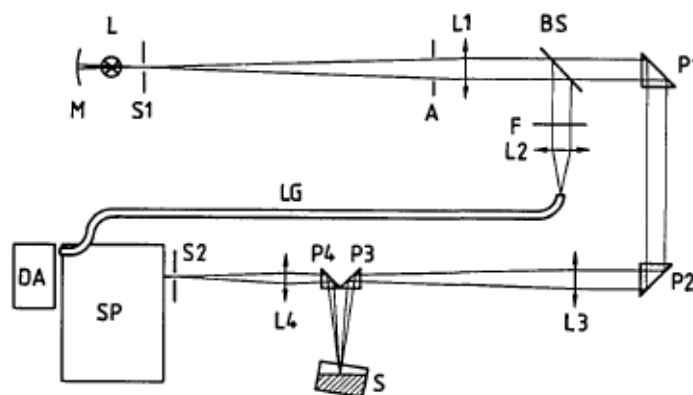


Figura 1.6. Montaje experimental de [1], compuesto por una fuente luminosa L, por un espejo de recolección de luz M, dos aberturas S1 y S2, por una divergencia angular A, cuatro lentes de diferente distancia focal L1- L4, un divisor de haz BS, un filtro F, una fibra óptica LG, cuatro prismas deflectores a 90° P1-P4, la muestra S, espectrómetro de 30 cm. SP (rejilla con 1200lineas /mm.) y un arreglo de diodos de silicón DA.

Su principal aportación, consistió en determinar para un cierto rango espectral (400-600nm) el índice de refracción de medios líquidos o sólidos. Para ilustrar el funcionamiento del sistema utilizaron una solución compuesta por metanol como solvente y Rodamina 6G como soluto. Reportando las curvas mostradas en la figura 1.7.

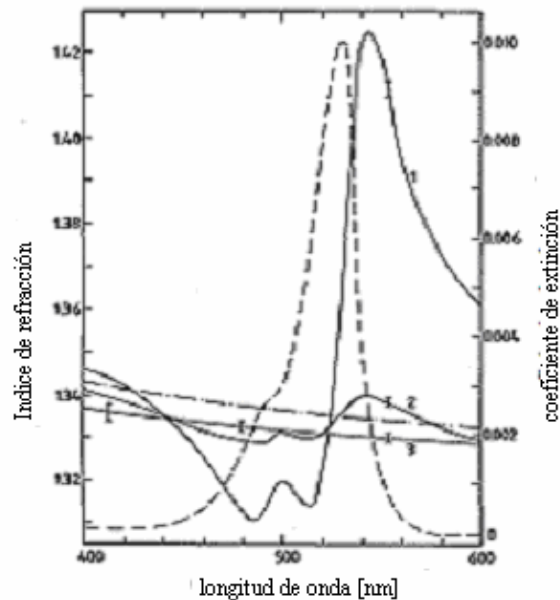


Figura 1.7. Curvas de dispersión del índice de refracción complejo de Rodamina 6G disuelta en metanol a distintas concentraciones, correspondientes a las curvas sólidas y donde la línea punteada es curva de absorción.

1.3.2.Refractómetro por reflexión interna multi-longitud de onda.

Otro sistema experimental desarrollado fue el reportado por M. McClimans de la Universidad de Miami en [12], en donde se presenta un refractómetro basado en el principio de reflexión interna (figura 1.8). Su principal característica es la determinación de índice de refracción con alta sensibilidad y en tiempo real. Esto con el objetivo de determinar en un rango amplio los índices de refracción de fluidos.

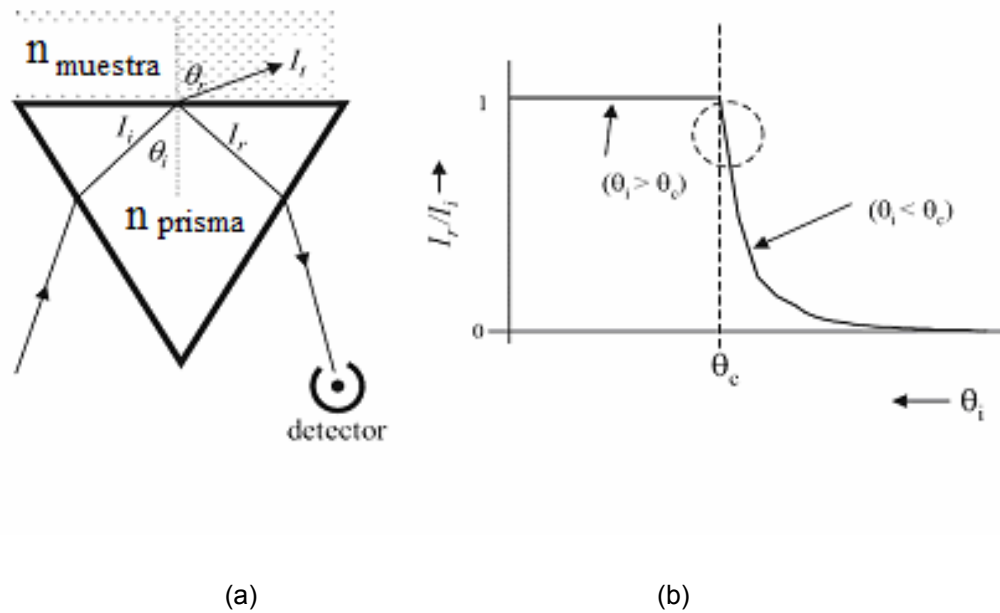


Figura 1.8. Principio de refractometría reflexión total interna, (a) geometría empleada para determinar el índice de refracción de una muestra, (b) gráfica I_r/I_i en función del ángulo crítico θ_c basado en la teoría de Fresnel, cuando el ángulo crítico es menor al incidente se tiene reflexión total interna y cuando es mayor se tiene reflexión parcial.

El sistema desarrollado está compuesto por un prisma, un láser divergente, un arreglo lineal de diodos y sistemas mecánicos y ópticos móviles, que permiten conseguir mediciones de índice de refracción con alta sensibilidad (figura 1.9). Este dispositivo experimental logra una precisión de 10^{-6} en la medición de incrementos del índice de refracción sin recurrir a técnicas interferométricas, consiguiendo ser compacto, portátil y de bajo costo. Además utilizan el software de instrumentación LabVIEW, con el cual logran monitorear en tiempo real los incrementos en índice de refracción de la muestra analizada, que pueden ser debidos a algún factor externo o al cambio en concentración de ésta.

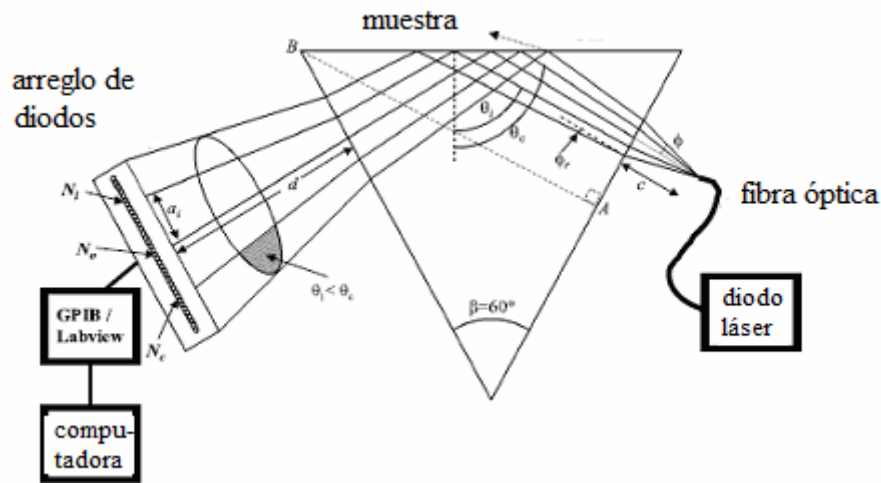


Figura 1.9. Arreglo experimental implementado por [2] para la obtención del índice de refracción con alta sensibilidad.

A pesar de las aportaciones de estos sistemas refractométricos resultan lentos debido a que únicamente pueden medir en un rango limitado de longitudes de onda. Además utilizan métodos de procesamiento que requieren de una cantidad mayor de información.

Por lo anterior se planea desarrollar un refractómetro espectroscópico por reflexión interna, el cual sea sensible y rápido. A continuación se describe más detalladamente el sistema desarrollado.

1.4. Refractómetro espectroscópico propuesto.

En esta tesis se estudia una metodología para obtener la curva de dispersión del índice de refracción a partir de un sistema refractométrico espectroscópico alrededor del ángulo crítico. En esta propuesta se utiliza la refracción de un haz de luz blanca que es analizado con un espectrofotómetro, lo que permite reducir el número de mediciones hechas.

El índice de refracción es determinado a partir de las curvas de reflectancia como función del ángulo de incidencia. Se puede demostrar que a partir de la toma de

algunos datos en la zona de inflexión de las curvas de reflectancia; es práctico determinar el incremento del índice de refracción del medio a caracterizar con respecto al valor del índice de refracción del solvente en una solución dada (ver capítulo 2). A ésta metodología la llamaremos en adelante “El método de las β 's”.

El método de las β 's, permite determinar de manera indirecta la derivada de la reflectancia con respecto a la parte real del índice de refracción ($\partial R / \partial n'_2$); lo cual experimentalmente no es posible. Con el valor de esta derivada y un factor de proporcionalidad β , que puede ser obtenido teóricamente o calibrado de manera experimental, es posible determinar el cambio en índice de refracción del soluto con respecto al solvente en una solución.

Así en el método estudiado solo es necesario generar una parte de la curva de reflectancia cercana al ángulo crítico, por lo cual resulta ser un rápido y sencillo, ya que solo requiere de pocas tomas experimentales.

Capítulo 2

Desarrollo Teórico

En este capítulo se presentan los antecedentes necesarios y el análisis teórico del método desarrollado. Se describe un método analítico para la obtención rápida del índice de refracción mediante un factor de conversión que relaciona la derivada con respecto a la parte real del índice de refracción del medio externo con la derivada de la reflectancia con respecto al ángulo de incidencia. Nos referimos a este método como el método de las β 's.

2.1. Antecedentes

2.1.1. Índice de refracción.

Cuando un haz de luz que se propaga por un medio e ingresa a otro distinto, una parte del haz se refleja mientras que la otra sufre una refracción, que consiste en el cambio de dirección del haz. Para esto se utiliza el llamado índice de refracción

del material, que sirve para calcular la diferencia entre el ángulo de incidencia y el de refracción del haz.

Se utiliza la letra n para representar el índice de refracción del material, y se calcula por la siguiente fórmula [1] :

$$n = \frac{c_0}{v} \quad (2.1)$$

donde n es índice de refracción del medio en cuestión,

c_0 es velocidad de la luz en el vacío (3×10^8 m/s),

v es velocidad de la luz en el medio en cuestión.

Es decir es la relación entre la velocidad de la luz en el vacío y en el medio. Dado que la velocidad de la luz en cualquier medio transparente o traslucido es siempre menor que en el vacío y por lo tanto el índice de refracción será un número siempre mayor que 1.

El índice de refracción se compone de dos partes, la parte real y la parte imaginaria. Esta última también es llamada coeficiente de extinción.

2.1.2. Ángulo Crítico.

El ángulo crítico (figura 2.1) es el ángulo mínimo de incidencia en el cual se produce la reflexión interna total. El ángulo de incidencia θ_i se mide respecto a la normal de la separación de los medios. El ángulo crítico está viene dado por [1,2]:

$$\theta_c = \arcsin\left(\frac{n_2}{n_1}\right)$$

Donde n_1 y n_2 son los índices de refracción del medio de incidencia y el medio de salida respectivamente con $n_2 < n_1$. Esta ecuación es una simple aplicación de la ley de Snell donde el ángulo de refracción es $\theta_r=90^\circ$. La reflexión total interna solo

se produce para ángulos de incidencia superiores a un cierto ángulo crítico, θ_c . Para ángulos mayores la luz deja de atravesar la superficie y es reflejada internamente de manera total. Existe un ángulo crítico solo cuando los rayos viajan en un medio de un índice de refracción mayor hacia medios de menor índice de refracción, es decir, en una reflexión interna.

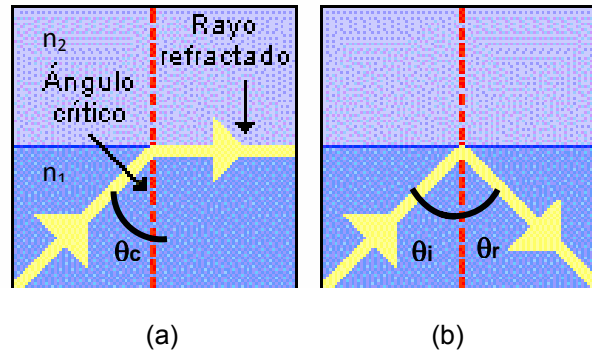


Figura 2.1. Esquema de un haz de luz para el caso de (a) refracción en el ángulo crítico y (b) reflexión total interna.

2.1.3. Curvas de reflectancia

La reflectancia es la relación que existe entre las intensidades de los rayos reflejado e incidente. Se calcula como I_r / I_i . La gráfica de esta razón en función del ángulo de incidencia se conoce como curva de reflectancia angular [13] (figura 2.2).

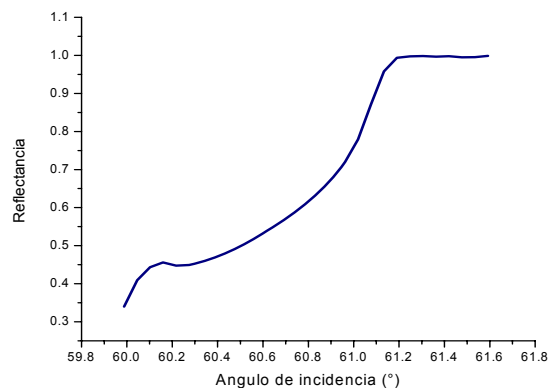


Figura 2.2. Curva de reflectancia del agua tridestilada en función del ángulo de incidencia.

2.2. Medición rápida del índice de refracción por reflexión interna

2.2.1 Haz reflejado en configuración de reflexión interna

El método propuesto asume un haz de luz óptico incidente en una interfaz plana entre dos medios lineales, isotrópicos, no magnéticos y homogéneos. El medio de incidencia se asume con un índice de refracción más alto que el del medio externo, teniendo así una reflexión interna. En este caso la reflexión de una onda plana de polarización TE o TM en la interfaz está dada por las ecuaciones (2.1) y (2.2) respectivamente.

$$R^{TE} = \left| \frac{n_1 \cos \theta_i - n_2 \sqrt{1 - (n_1/n_2)^2 \sin^2 \theta_i}}{n_1 \cos \theta_i + n_2 \sqrt{1 - (n_1/n_2)^2 \sin^2 \theta_i}} \right|^2 \quad (2.1)$$

$$R^{TM} = \left| \frac{n_1 \cos \theta_i - n_2 \sqrt{1 - (n_1/n_2)^2 \sin^2 \theta_i}}{n_1 \cos \theta_i + n_2 \sqrt{1 - (n_1/n_2)^2 \sin^2 \theta_i}} \right|^2 \quad (2.2)$$

Para la luz no polarizada la reflectancia está dada por el promedio de las ecuaciones mostradas anteriormente. En la práctica, sin embargo se mide la reflectancia de un haz de luz considerando un ancho finito y una divergencia angular

2.2.2 Medición del cambio de índice de refracción

Las curvas de reflectancia a obtener son en función del ángulo de incidencia para una interfaz formada por dos medios transparentes en configuración de reflexión interna en un intervalo angular que contenga el ángulo crítico. Después del ángulo crítico la reflectancia alcanzará el valor de uno, manteniéndose constante en ese valor. De hecho, para una onda plana la derivada angular de la reflectancia tiende a infinito a medida que el ángulo de incidencia se aproxima al ángulo crítico y es idénticamente cero para ángulos de incidencia mayores al ángulo crítico. En la práctica se tiene un haz de anchura y difracción angular finita y no una onda plana ideal.

Para un haz de luz, la discontinuidad desaparece y se encuentra un máximo en la derivada angular de la reflectancia en un ángulo cercano al ángulo crítico. Sin embargo, la reflexión cerca del ángulo crítico es altamente sensible a los cambios en el ángulo de incidencia y también a los cambios en el índice de refracción del medio externo (transmisión) o del medio interno (incidencia). Se debe considerar que el índice de refracción del medio externo es el índice de refracción del solvente n_s , sumándole una pequeña contribución del soluto que generalmente resulta ser compleja $\delta n = \delta n' + i\delta n''$. Teniendo:

$$n_2 = n_s + \delta n' + i\delta n'' \quad (2.3)$$

La reflectancia a cualquier ángulo de incidencia dado menor a θ_c cambiará cuando se agregue soluto en el solvente, dado por ΔR . Si el cambio en el índice de refracción es pequeño entonces se tiene que:

$$\Delta R \approx D_R \delta n' + D_I \delta n'', \quad (2.4)$$

Donde $D_R = \left[\frac{\partial R}{\partial n_2} \right]_{n_2=n_s}$ es la derivada parcial de la reflectancia con respecto a la parte real del índice de refracción del medio externo evaluado en $n_2 = n_s$ y $D_I = \left[\frac{\partial R}{\partial n_2} \right]_{n_2=n_s}$ es la derivada parcial con respecto a la parte imaginaria también

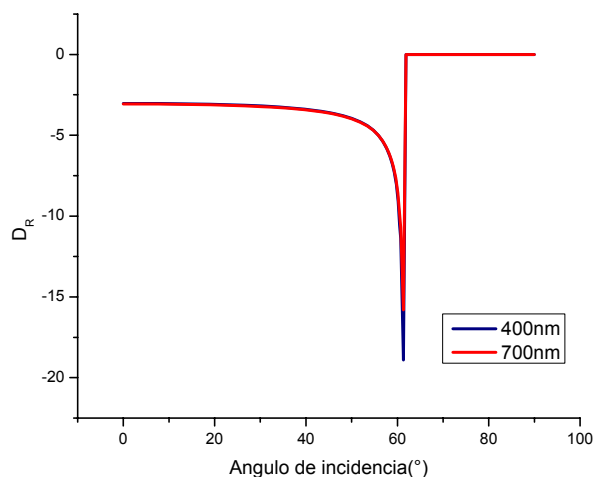
evaluada en $n_2 = n_s$. Ahora, para ángulos de incidencia cercanos al ángulo crítico $\partial R/\partial n'_2$ y $\partial R/\partial n''_2$, son funciones que dependen de los índices de refracción n_1 y n_2 , y de los ángulos de incidencia.

En las figuras 2.3 y 2.4, se evalúan la funciones D_R y D_I en $n_2 = n_s$. Asumiendo a n_1 como el índice de refracción del vidrio BK7 y n_2 como el índice de refracción del solvente empleado, en este caso agua tridestilada o metanol a una longitud de onda de 400 nm y 700 nm. Donde los valores de los índices a estas longitudes de onda para el agua son $n=1.343$, $n=1.330$ respectivamente y para el metanol $n=1.374$ y $n= 1.320$ respectivamente.

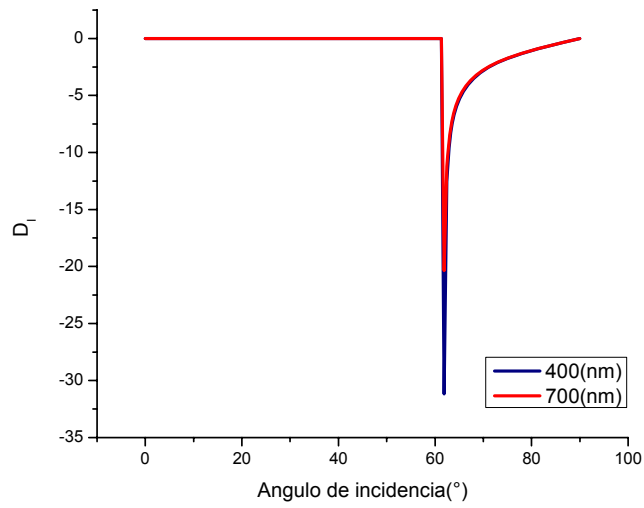
Se puede observar en la figura 2.3(a) que D_I es prácticamente cero para ángulos de incidencia menores al ángulo crítico y diferente de cero para ángulos de incidencia mayores al ángulo crítico. Para D_R se tiene lo opuesto, los ángulos de incidencia menores al crítico se calculan con la ecuación 2.5:

$$\Delta R(\theta_i < \theta_c) \approx D_R \delta n', \quad (2.5)$$

Ahora, los índices de refracción n_1 , n_2 y δn son función de la longitud de onda. Así, R y D_R están en función de la longitud de onda y del ángulo de incidencia: $R = R(\lambda, \theta_i)$ y $D_R = D_R(\lambda, \theta_i)$.

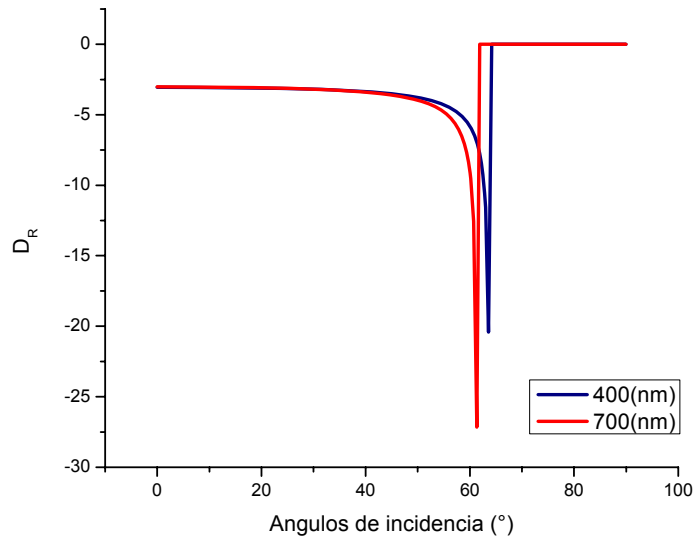


(a)

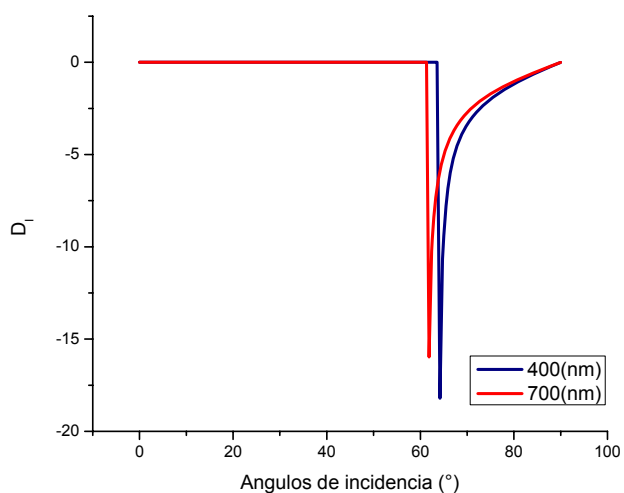


(b)

Figura 2.3. Gráfica de la derivada de la reflectancia con respecto a a) $\delta n'$ y b) $\delta n''$ en función del ángulo de incidencia para una polarización TE. El medio incidente es vidrio BK7 y el medio de transmisión es agua, para dos longitudes de onda $\lambda=400\text{nm}$ y $\lambda=700\text{nm}$.



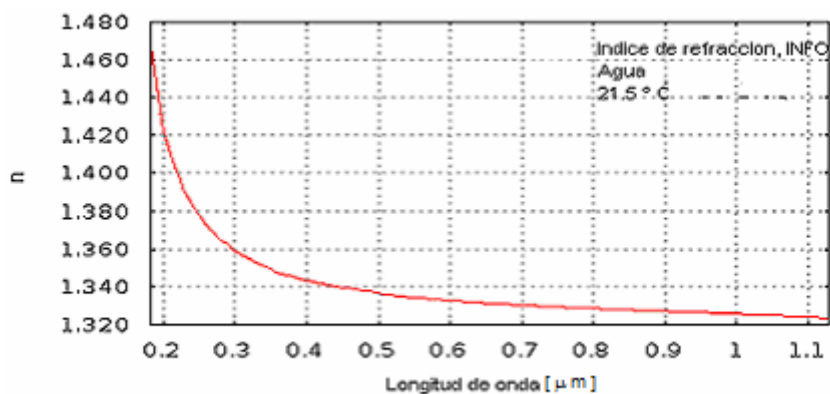
(a)



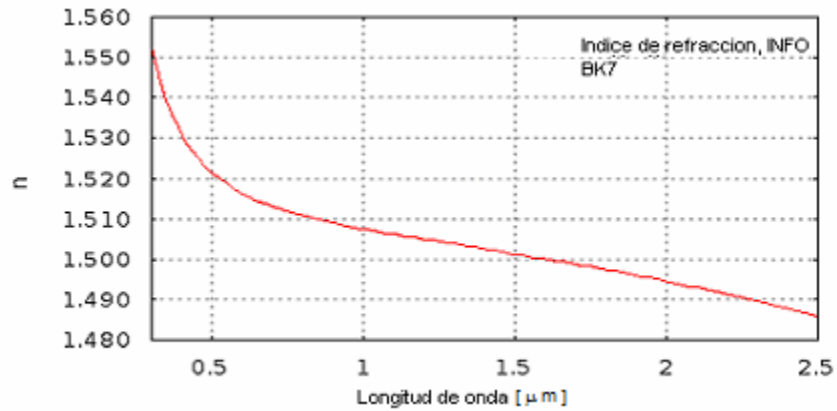
(b)

Figura 2.4. Gráfica de la derivada de la reflectancia con respecto a a) $\delta n'$ y b) $\delta n''$ en función del ángulo de incidencia para una polarización TE. El medio incidente es vidrio BK7 y el medio de transmisión es metanol, para dos longitudes de onda $\lambda=400\text{nm}$ y $\lambda=700\text{nm}$.

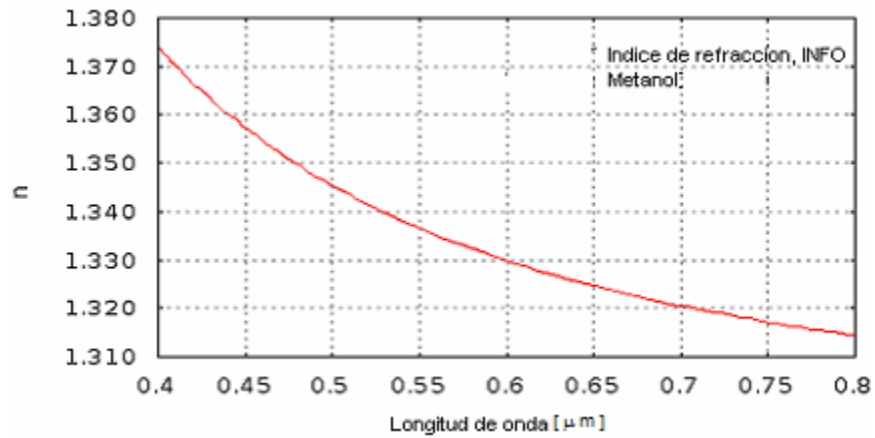
Para futura referencia, en las siguientes figuras graficamos los índices de refracción del agua, del vidrio BK7 y del metanol como función de la longitud de onda en el intervalo de 200nm a 1100 nm [14]:



(a)



(b)



(c)

Figura 2.5. Curvas de dispersión de índice de refracción (a) agua tridestilada, (b) vidrio BK7 y (c) metanol.

En las gráficas de la figura 2.4 (a) se observa que a valores de la longitud de onda en el espectro visible no repercute en gran medida en los valores de D_R y D_I , cuando el medio de transmisión es agua. En el caso del metanol figura 2.4 (b), los valores de D_R y D_I , presentan una diferencia mayor a diferentes longitudes de onda. Debiéndose esto a la diferencia de la dispersión de este medio con respecto a la del vidrio BK7.

Si se conoce D_R a un ángulo de incidencia dado se puede medir $\Delta R(\lambda)$ y obtener Δn_2 de la ecuación (2.5). Sin embargo, cerca del ángulo crítico D_R es una función

dependiente de n_1 , n_2 y θ_i , y las pequeñas variaciones en el índice de refracción del solvente pueden no ser buenas para obtener una buena aproximación *a priori*.

Por otro lado medir D_R a un ángulo de incidencia dado puede no ser práctico. Afortunadamente sabemos que cerca del ángulo crítico la derivada con respecto a la parte real del índice de refracción del medio externo es proporcional a la derivada de la reflectancia con respecto al ángulo de incidencia: $\partial R/\partial \theta_i$. El factor que relaciona a ambas derivadas prácticamente no depende de los índices de refracción y así la medición de $\partial R/\partial \theta_i$ puede darnos una buena estimación de D_R . En general podemos escribir (ver apéndice A):

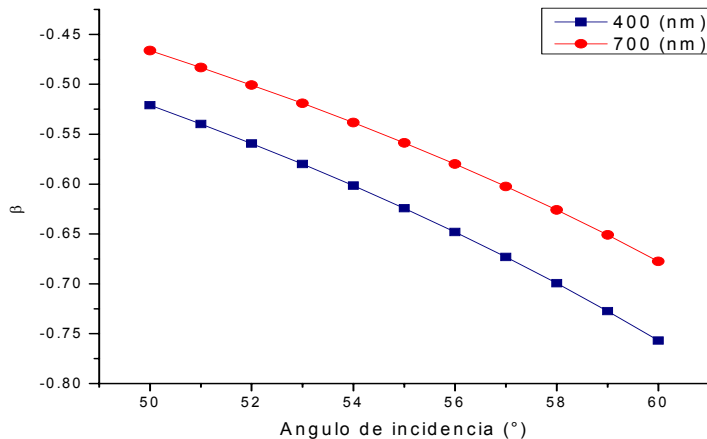
$$\frac{\partial R}{\partial \theta_i} \approx \beta(\lambda, \theta_i) \frac{\partial R}{\partial n'} \quad (2.6)$$

Donde el factor de proporción β tiene valores distintos para la polarización TM y para la polarización TE, en las ecuaciones (2.8) y (2.9) se muestran las expresiones para cada polarización derivadas de las relaciones de Fresnel ecuación (2.1) y (2.2):

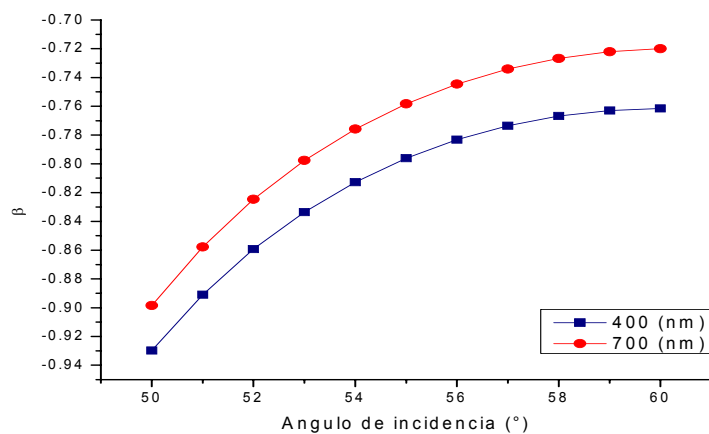
$$\beta^{\text{TE}} = -\frac{\sin \theta_i (n_1^2 \cos^2 \theta_i + n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i)}{n_2 \cos \theta_i}, \quad (2.7)$$

$$\beta^{\text{TM}} = -\frac{n_1^2 n_2^2 \sin \theta_i (n_1^2 - n_2^2)}{n_1 n_2 \cos \theta_i (n_2^2 - 2n_1^2 \sin^2 \theta_i)}, \quad (2.8)$$

A continuación se muestran las gráficas del factor de proporcionalidad β en función del ángulo de incidencia para ambas polarizaciones (TM y TE) a dos diferentes longitudes de onda 400 y 700nm, que se utilizan en este método, para soluciones, donde el solvente es agua, figura (2.6).



(a)



(b)

Figura 2.6. Valores del factor de corrección β para la polarización (a) TE y (b) TM a las longitudes de onda de 400 y 700 nm, para el solvente agua.

Como la luz utilizada en nuestro arreglo experimental (que se describe en el siguiente capítulo) es no polarizada, se usa una β promedio de las dos polarizaciones obteniéndose los siguientes valores (figura 2.7).

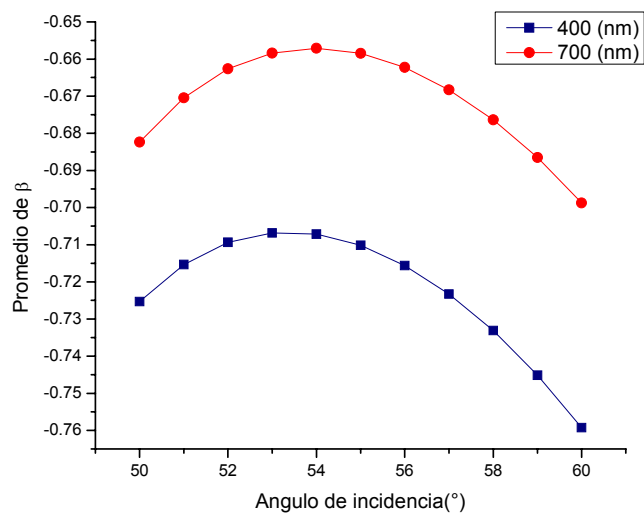
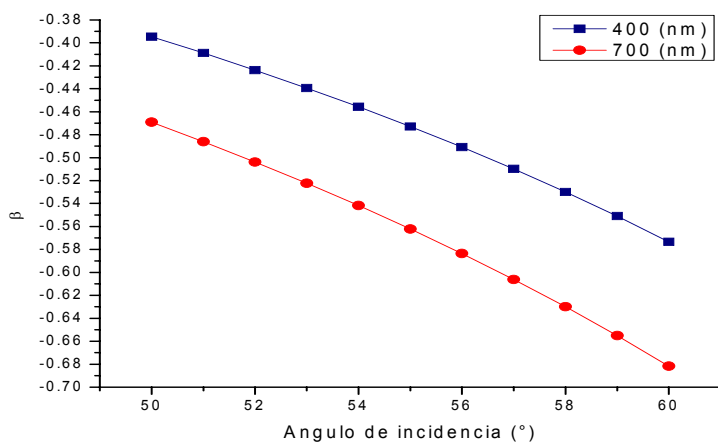
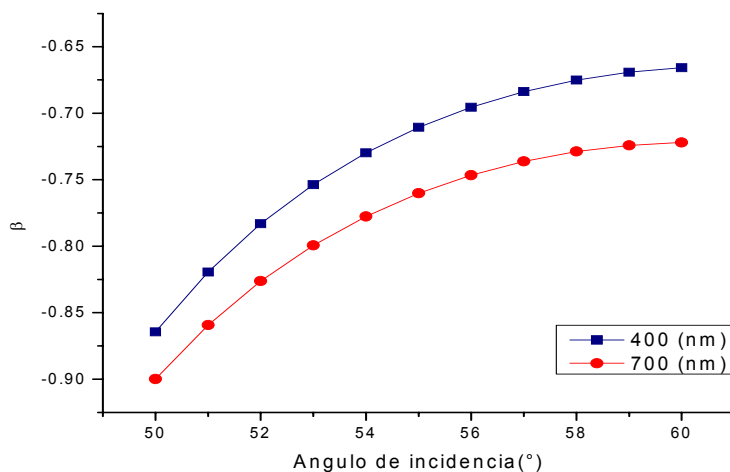


Figura 2.7. Promedio de β para las polarizaciones TE y TM, a las longitudes de onda de 400 y 700 nm, el solvente usado es agua tridestilada.

Las gráficas del factor β para soluciones donde el solvente es metanol se muestran a continuación (a 400 y 700 nm) figura 2.8:



(a)



(b)

Figura 2.8. Valores del factor de corrección β para la polarización (a) TM y (b) TE del solvente metanol.

El valor de la β promedio de las polarizaciones TM y TE se muestra a continuación (figura 2.9):

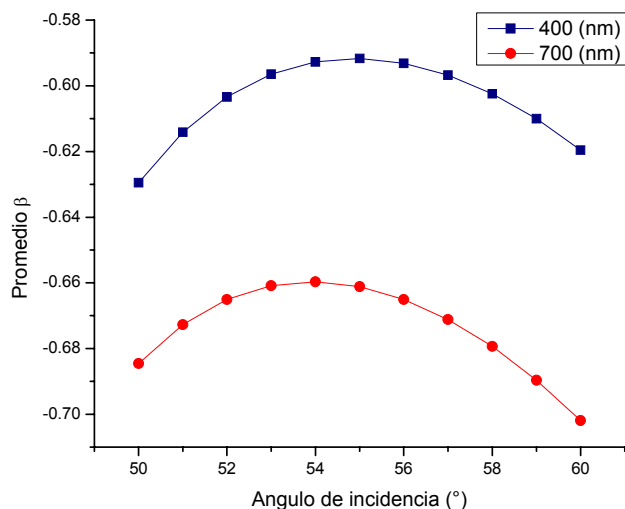


Figura 2.9. Promedio de polarización TE y TM del factor de corrección β para el solvente metanol.

Se puede observar (figura 2.9) que el valor del factor β aumenta su valor si el solvente presenta un cambio en índice de refracción significativo a dos longitudes de onda aparentemente cercanas como lo son 400 y 700 nm.

Para el caso de soluciones transparentes, se puede relacionar la diferencia en reflectancia con una diferencia en el índice de refracción. Dicha relación proviene de las ecuaciones (2.5) y (2.6).

$$\Delta n' = \beta \frac{\Delta R}{\partial R / \partial \theta_i}, \quad (2.9)$$

Sin embargo, la variación del valor del factor β para cada polarización para dos longitudes de onda de 400 y 700nm es relativamente poca y se puede aproximar como una constante. Esta aproximación resulta en un pequeño error en la estimación de Δn , un ejemplo es β para el agua tridestilada (figura 2.8) que presenta una $\Delta\beta \pm 0.10$ entre 400 nm y 700 nm, el error será menos evidente cuando el solvente sea agua tridestilada que cuando sea metanol (solventes utilizados en este trabajo).

2.3. Método espectroscópico desarrollado.

El método propuesto en el presente trabajo, para medir la diferencia del índice de refracción entre un solvente puro y dicho solvente con una molécula diluida, consiste en determinar experimentalmente la diferencial y la derivada de reflectancia ΔR y $\partial R / \partial \theta_i$ en la configuración de reflexión interna cercana al ángulo crítico θ_c . Se asume que se conoce el índice de refracción del medio incidente (prisma BK7) y del solvente puro. Con esta información y utilizando la ecuación (2.9) se obtiene la diferencia en el índice de refracción entre la solución de interés y el solvente. Para medir $\partial R / \partial \theta_i$ se requiere medir la reflectancia a distintos ángulos de incidencia alrededor del ángulo crítico θ_c . ΔR es obtenida de la resta de la reflectancia del solvente puro menos la reflectancia medida en la solución. Ambas mediciones son tomadas a los mismos ángulos de incidencia. Este procesamiento es realizado a varias longitudes de onda, midiendo algunos

puntos de la curva de reflectancia de los solventes y de las mezclas cercanos al ángulo crítico de cada solvente. A cada longitud de onda se calcula el factor de proporción β .

Gracias al uso de un espectrofotómetro dentro del arreglo y de una fuente de luz blanca, es posible obtener en un sólo conjunto de mediciones información correspondiente a un amplio rango de longitudes de onda de manera simultánea.

En resumen en esta tesis se propone un método espectroscópico que resulta novedoso por su rapidez y sensibilidad. La factibilidad del método se prueba en los siguientes capítulos. En el capítulo 3° se abordan el montaje experimental y en el 4° los resultados medidos.

Capítulo 3

Desarrollo experimental

En el método de las β 's analizado en el capítulo anterior se mostró a partir de las curvas de reflectancia como función del ángulo de incidencia es posible determinar el índice de refracción de un medio a partir de la ecuación 2.9.

En este capítulo se presenta una descripción de los elementos que conforman el sistema desarrollado así como su principio de operación. El objetivo es ilustrar sus características y sus funciones.

3.1. Montaje del sistema

El sistema experimental desarrollado para la presente tesis está conformado por subsistemas ópticos y mecánicos [15, 16]. La parte óptica corresponde a la implementación del refractómetro y la parte mecánica a los elementos de posicionamiento necesarios para la alineación. A continuación se enlista cada uno de ellos:

3.1.1. Subsistema óptico

- **Espectrofotómetro HR2000 de Ocean Optics** (figura 3.1). Es un instrumento que sirve para medir la intensidad de la luz en función de la longitud de onda en una determinada porción del espectro electromagnético. El espectrofotómetro se encarga de descomponer la luz blanca proveniente de la fuente en sus diferentes longitudes de onda y toma a cada una de ellas la intensidad de luz.

Cuenta con el software OOIbase32 proporcionado por el fabricante [14] mediante el cual se pueden adquirir datos y procesarlos, así como visualizarlos.



Figura 3.1. Espectrómetro HR200 de Ocean Optics.

- **Fuente de luz blanca de deuterio y halógeno-tungsteno** (figura 3.2), modelo DH-2000 de Mikropakc [15], combina continuamente dos lámparas, para obtener una emisión en un rango espectral UV-VIS-IR (215-1700 nm). Posee la opción de trabajar con ambas fuentes o con solo una de ellas. La salida de la fuente está diseñada para una fibra óptica con conector SMA.



Figura 3.2. Fuente de luz blanca DH-2000 de De y Ha-W.

El espectro de salida de la fuente se puede observar en la siguiente figura 3.2.

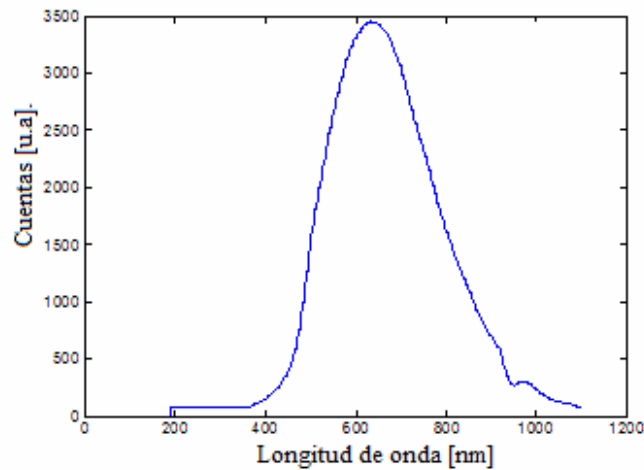


Figura 3.3. Espectro de salida de la Fuente DH-200. Cuentas (unidad arbitraria) vs. longitud de onda medida con el espectrofotómetro Ocean Optics.

- **Fibra óptica Ocean Optics multimodal de 100 y 600 micras de diámetro** (figura 3.4). Opera en la longitud de onda de UV-VIS (300-1100nm) e IR (400-2100nm). Formada por un núcleo de sílice y por una cubierta plástica. Tiene un conector SMA estándar en ambos extremos.



Figura 3.4. Fibra óptica Ocean Optics.

- **Colimador 74-VIS de Ocean Optics** (figura 3.5). Tiene como accesorio básico una lente hecha de BK7 conveniente para el rango espectral VIS-NIR. Estos sistemas de una sola lente presentan la desventaja de aberración cromática, que se debe a la dispersión o al valor o valores de la longitud de onda de la fuente utilizada.



Figura 3.5. Colimador

Este dispositivo tiene una distancia focal de 10 mm [15]. Su conector SMA es ajustable a fibras ópticas multimodales. Además posee una divergencia angular de 2.5° medida experimentalmente.

- **Prisma triangular de vidrio BK7** (figura 3.6), que presenta una alta calidad óptica, por lo cual el índice de refracción se considera uniforme con respecto a un haz de luz que incide en él. Es un material relativamente duro que proporciona una transmitancia excelente (gráfica mostrada en la figura 3.7) en el espectro visible y

en el infrarrojo cercano. Las dimensiones del prisma [16] utilizado se muestran en la figura 3.8.



Figura 3.6. Prisma triangular de vidrio BK7

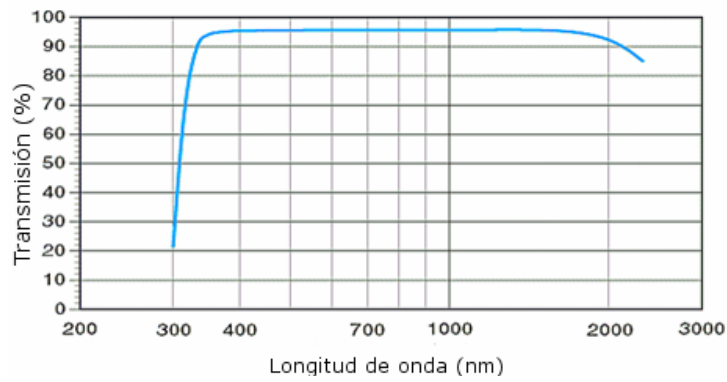


Figura 3.7. Transmitancia del vidrio BK7 de 350nm - 2.0 μm de longitud de onda [16].

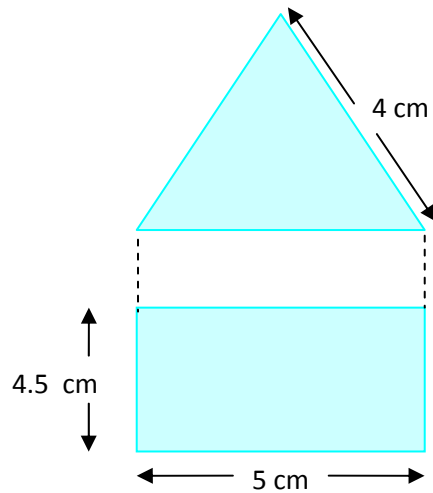


Figura 3.8. Dimensiones del prisma utilizado

-
- **Espejo de precisión** (figura 3.9). Con una altura 35mm, ancho 25 mm y grosor de 3 mm [15], este tipo de espejos tienen aluminio en la superficie más cercana al haz incidente, las pérdidas se minimizan debido a que la luz no atraviesa el sustrato de vidrio. Los espejos de forma rectangular son los más usados en aplicaciones donde se necesita poner el espejo a 45° para que el haz incidente salga a 90° .



Figura 3.9. Espejo óptico.

- **Lente Acromática Plano-convexa** (figura 3.10). Esta lente es fabricada por Edmund Optics de 25 mm $+0/-0.1$ mm de diámetro [15]. Tiene una distancia focal de 5 cm $\pm 1\%$, con un cono angular de 0.25 mm x 45° . Es una lente en la que se ha corregido el fenómeno de la aberración cromática.



Figura 3.10. Lente plano-convexa.

3.1.2. Subsistema mecánico.

- **Iris Diafragma** (figura 3.11). Es un dispositivo que regula el ancho del haz que pasa a través de él mediante un mecanismo de apertura y cierre en un rango de 1-30 mm de diámetro [16].



Figura 3.11. Diafragma

- **Goniómetro circular y platina de desplazamiento.** Sistemas mecánicos de desplazamiento, angular y lineal respectivamente (figura 3.12). El primero de ellos tiene una resolución de 1° y el segundo tiene una resolución de $10\ \mu\text{m}$ de desplazamiento horizontal [16].



(a)



(b)

Figura 3.12. (a) Goniómetro circular y (b) platina de desplazamiento.

3.2. Montaje del sistema desarrollado

El arreglo propuesto tiene como función obtener la curva de reflectancia como función del ángulo de incidencia de un haz de luz blanca al reflejarse en una interfaz vidrio-muestra. Esto a través de la medición de los espectros de reflectancia de los medios a analizar.

El esquema del montaje experimental se ilustra en la figura 3.13. Éste consiste de una fuente de luz blanca que tiene acoplado a su salida una fibra óptica multimodal de 600 micras de diámetro. Se utiliza un colimador en el extremo de la fibra óptica para limitar la divergencia angular en máximo 2.2° . Esta divergencia que nos permite establecer un rango angular de incidencia en el prisma suficiente alrededor del ángulo crítico. La muestra a caracterizar se encuentra en un contenedor colocado en un costado del prisma de BK7. El contenedor está constituido por un anillo de silicón y un porta objetos como se muestra en la figura 3.14 (a) y (b). El haz colimado atraviesa el prisma, que se encuentra montado sobre un goniómetro, incidiendo en la interfaz BK7-muestra ó BK7-aire.

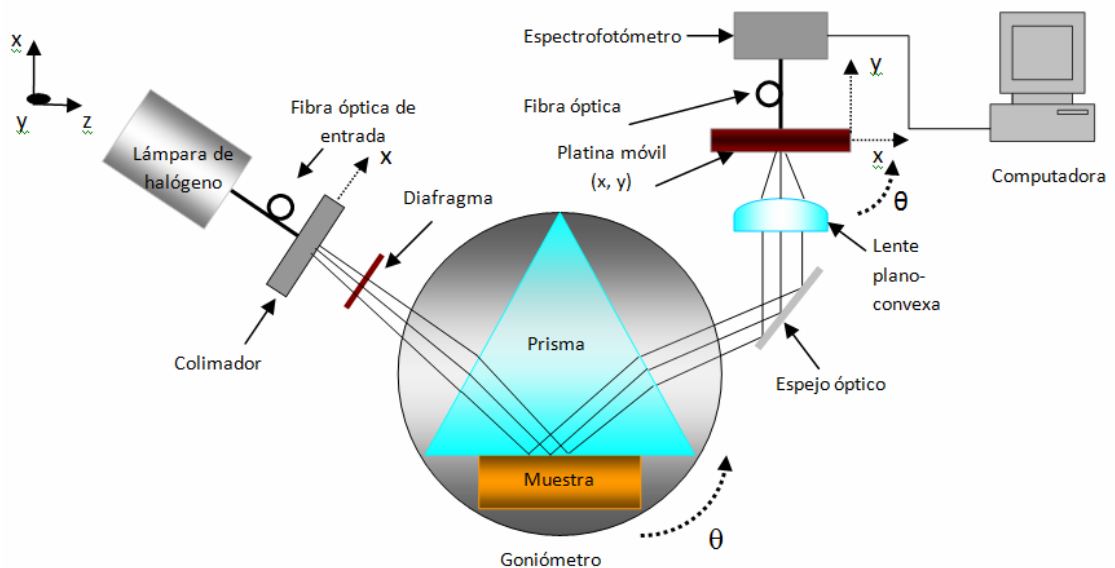
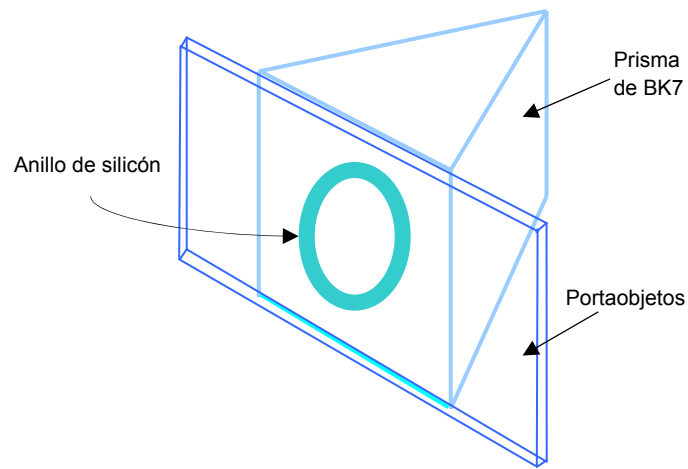
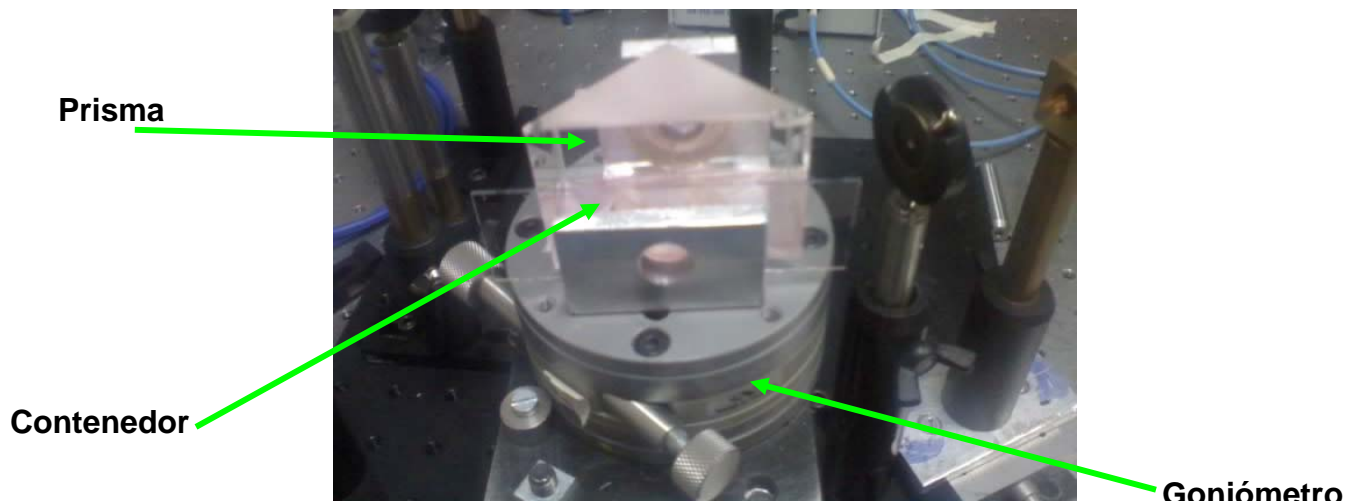


Figura 3.13. Esquema del Montaje experimental



(a)



(b)

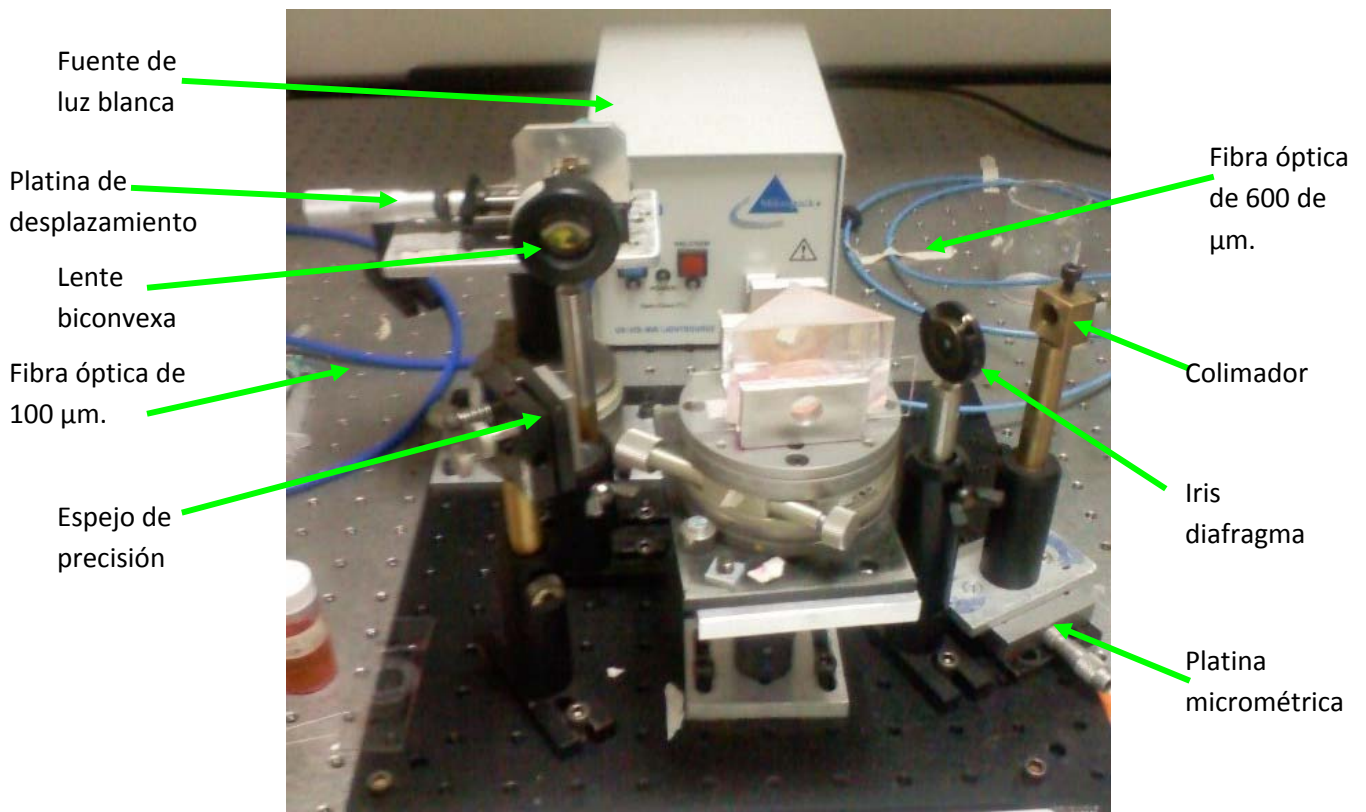
Figura 3.14. (a) Diagrama del contenedor de la muestra y (b) Montaje experimental del refractómetro.

El haz, posterior a la reflexión, atraviesa una lente plano-convexa de distancia focal 5 cm. Esta lente tiene como función realizar el cambio de ángulo a posición en el plano focal y al mismo tiempo concentra la luz en un área menor. Este cambio nos permite hacer un barrido horizontal en posición colectando la luz en cada posición mediante una fibra óptica multimodal de 100 micras de diámetro cuyo extremo se encuentra sujeto a una platina móvil. La salida de la fibra se

conectó a un espectrofotómetro, para tomar, procesar y analizar los datos medidos mediante su software OOIbase32 del mismo fabricante.

Al montaje se le añadió un espejo óptico a la salida del prisma con la finalidad de reducir el área que ocupa el montaje. Para una mejor alineación del sistema, el colimador a la entrada tiene una platina de posicionamiento micrométrico (x). Así mismo la fibra óptica a la salida tiene una platina de desplazamiento micrométrico en el eje óptico (z) y una platina de desplazamiento angular (θ) que permite asegurar el paralelismo entre el plano de entrada a la fibra y la lente.

El montaje experimental implementado se muestra en la figura 3.15, donde se puede ver el área física que ocupa este montaje y los componentes, ya mencionados, que utiliza para su funcionamiento.



3.15. Montaje experimental completo

Las mediciones se realizan de la siguiente forma: primero se miden los espectros de reflectancia de la interfaz BK7-aire, para esto se gira el goniómetro para que la luz incida en el refractómetro a un ángulo dentro de la región de transmisión. La fibra óptica colocada a la salida del prisma se posiciona en un extremo del haz de luz para tomar los espectros haciendo un barrido en posición del haz de luz, para lo cual la fibra se desplaza en pasos de $50 \mu\text{m}$ dentro del ancho del haz.

Posteriormente se añade la sustancia en el contenedor y se reajusta el ángulo de incidencia rotando el prisma mediante el goniómetro, de manera que en el haz de luz reflejada se distinga claramente el ángulo crítico. Debido a la divergencia del haz, se pueden distinguir dos regiones para la luz que sale del prisma, una de ella correspondiente a reflexión parcial y la otra a reflexión total (figura 3.16) donde θ_i es el ángulo de incidencia y θ_c el ángulo crítico. Se toman nuevamente los espectros haciendo el barrido longitudinal (x) del haz con la fibra de salida utilizando el mismo paso de desplazamiento que en la medición anterior $\Delta x = 50 \mu\text{m}$.

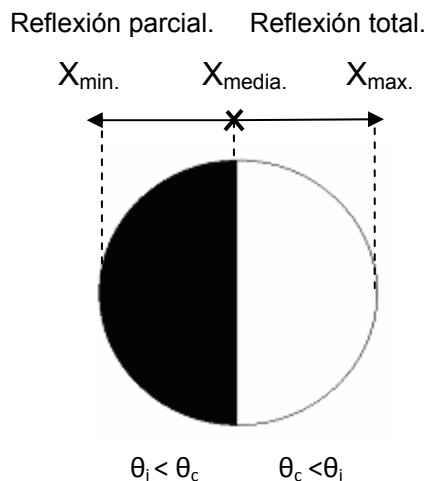


Figura 3.16. Imagen del haz reflejado a la salida del prisma. Se distinguen dos zonas, una corresponde a reflexión total interna y la otra a reflexión parcial interna.

La normalización se realiza con respecto a los datos tomados para la interfaz vidrio-aire, en donde toda la luz se encuentra en reflexión total interna. Además esto nos permite corregir los efectos por refracción de la luz al pasar por el prisma y por la definición de reflectancia, se normalizan las curvas de la muestra.

De esta manera se generaron las curvas de reflectancia y posteriormente se calculó $\Delta n'$ mediante un programa realizado en el software de procesamiento numérico MATLAB.

Para verificar la funcionalidad del sistema propuesto y de la teoría desarrollada en el capítulo dos, se prepararon soluciones de Rodamina 6G como soluto y como solvente se uso agua tridestilada y metanol. Dichas soluciones se realizaron a concentraciones diferentes, con lo cual también se verificaría si el instrumento es sensible a pequeñas variaciones en la concentración en las soluciones. Todos los aspectos mencionados se muestran en el capítulo siguiente.

Capítulo 4

Resultados experimentales.

Para la caracterización experimental del sistema se eligió trabajar con el compuesto Rodamina 6G [16, 17]. Esta sustancia es usada con frecuencia en radiología médica, así como en la fabricación de láseres entre otras aplicaciones. El índice de refracción de este colorante tiene una fuerte dependencia con la longitud de onda en el espectro visible. En trabajos reportados sobre su caracterización [10, 17, 18] se aprecia un incremento del índice de refracción alrededor de la longitud de onda $\lambda=540$ nm dentro de la curva de dispersión. Sin embargo, a pesar de que hay un gran número de trabajos sobre la caracterización de la absorción de este compuesto existen pocos trabajos que reporten datos sobre la caracterización del índice de refracción.

Además tiene una banda de absorción dentro del intervalo visible del espectro. Por lo anterior se tienen elementos para comparar los resultados obtenidos con una molécula de interés tecnológico y además la cual tiene un espectro de absorción dado por una función no trivial de λ .

Se prepararon muestras de Rodamina 6G disuelta en metanol y en agua tridestilada a diferentes concentraciones. El uso de diferentes concentraciones

nos da una indicación de la sensibilidad del dispositivo ante variaciones pequeñas del índice de refracción de la solución muestra.

En este capítulo se presentan los resultados experimentales obtenidos al medir los espectros de reflexión. A partir de estas mediciones se generan las curvas de reflectancia que se analizan por el método de las β 's para obtener los incrementos en índice de refracción debidos a las diferentes concentraciones de las soluciones caracterizadas.

4.1. Preparación de las concentraciones

Para determinar las diferentes concentraciones de las soluciones (Rodamina 6G- metanol y Rodamina 6G- agua tridestilada) se utilizó la siguiente fórmula:

$$M = \frac{\text{moles de soluto}}{\text{litros de disolución}} \quad (4.1)$$

considerando el peso específico de la Rodamina 6G ($C_{28}H_{31}N_2O_3Cl$) de 479.02 g/m.

Para obtener una concentración molar de 0.1 M con 10ml de metanol se necesitaron 0.001 moles de Rodamina 6G, que equivalen a 0.4793 g, los cuales fueron pesados con una balanza analítica de resolución 0.0001 g. A partir de esta concentración se obtuvieron otras mas diluidas. Por ejemplo, se tomó 1 ml de la solución concentrada a 0.1 M y se diluyó en 9 ml de metanol obteniéndose una concentración menor de 0.001 M. y se procedió de la misma manera para obtener diluciones de hasta 0.00001 M.

4.1.1. Medición experimental de la concentración de las soluciones.

Para corroborar la concentración de las soluciones preparadas (Rodamina 6G disuelta en agua ó metanol) se midió el espectro de transmitancia de las muestras con el montaje mostrado en la figura 4.1 y en base a la absorción medida se determinó la concentración experimental de la Rodamina 6G disuelta en metanol con una concentración nominal 0.0001 M, con la ley de Lambert-Beer [19], utilizándose la siguiente relación:

$$T(\lambda) = \frac{I(\lambda)}{I_0(\lambda)}, \quad (4.2)$$

donde $T(\lambda)$ es la transmitancia, $I(\lambda)$ es la intensidad del haz de luz al atravesar la celda con aire y $I_0(\lambda)$ es la intensidad del haz de luz al atravesar la celda con la muestra.

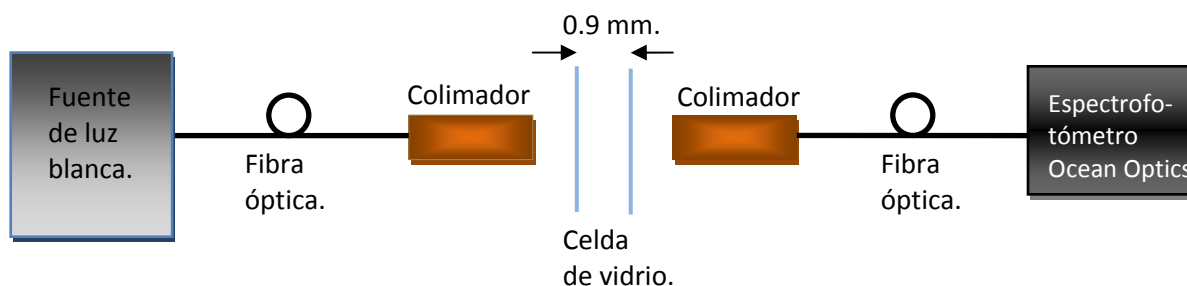


Figura 4.1. Diagrama del sistema que se uso para medir la Transmitancia de las muestras.

El coeficiente de absorción $\alpha(\lambda)$ se calcula con la formula (4.3) donde $A(\lambda)$ es la absorbancia de la muestra y l es el ancho del contenedor de la muestra.

$$\alpha(\lambda) \cdot l = A(\lambda) = -Ln(T(\lambda)) . \quad (4.3)$$

De esta expresión se obtiene que:

$$\alpha(\lambda) = \frac{A(\lambda)}{l} \quad (4.4)$$

El coeficiente de extinción $k(\lambda)$ es la parte imaginaria del índice de refracción y está dado por:

$$k(\lambda) = \frac{\alpha(\lambda)}{4\pi} \cdot \lambda \quad (4.5)$$

Se sustituyó la ecuación 4.4 en la ecuación 4.5, obteniéndose:

$$k(\lambda) = \frac{A(\lambda)}{4\pi \cdot l} \cdot \lambda \quad (4.6)$$

Con los parámetros involucrados en la ecuación 4.6 se graficó el coeficiente de extinción en función de la longitud de onda, con el fin de determinar la concentración experimental de cada solución preparada. De esta gráfica (figura 4.2) se calculó el coeficiente de extinción a 500 nm, este valor se compara con el reportado en [8], y mediante una proporción directa se determinó la concentración de cada solución (tabla 4.1).

Solución.	Concentración deseada.	Concentración medida.
Rodamina 6G/ agua tridestilada.	0.0001 M	0.000106 M
Rodamina 6G/ metanol	0.0001 M	0.000091 M

Tabla 4.1. Concentraciones deseadas y experimentales.

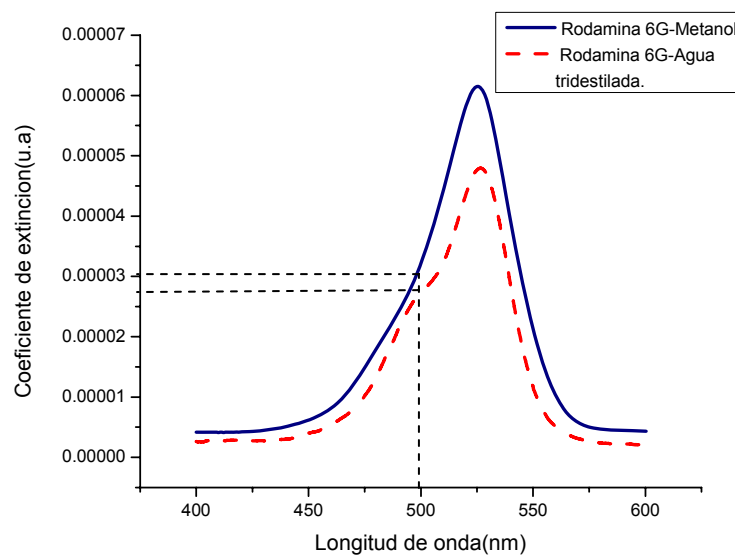


Figura 4.2. Coeficiente de extinción de metanol (línea sólida) y de agua tridestilada (línea punteada).

Los valores de concentración mostrados en la tabla 4.1 nos permiten asegurar que se está trabajando con la concentración deseada, para así poder comparar los resultados obtenidos con alguna referencia.

4.2. Caracterización de Rodamina 6G en agua tridestilada.

4.2.1. Curvas de reflectancia.

Para calcular el índice de refracción por el método de las β 's descrito en el capítulo 2, se obtuvieron los espectros de reflexión del agua tridestilada (figura 4.3.), del aire y de una solución de Rodamina 6G en agua tridestilada. Esta medición es posible al hacer un barrido en posición del haz de luz reflejado en la muestra.

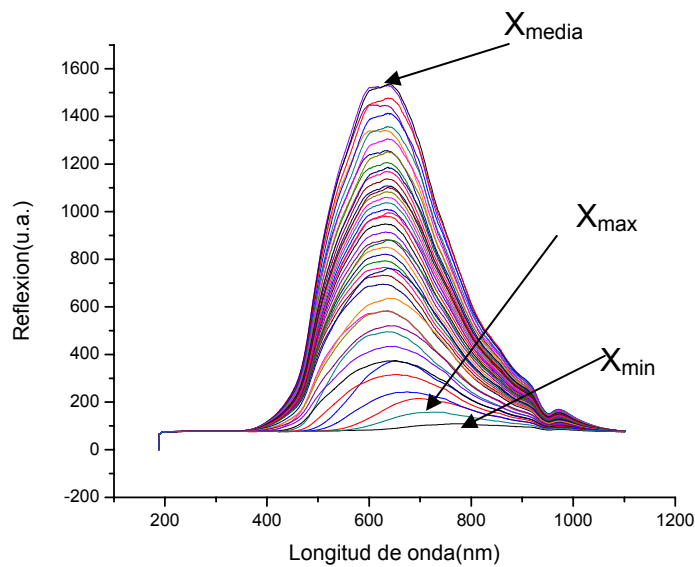


Figura 4.3. Espectro de reflexión del agua tridestilada en función de la longitud de onda para diferentes ángulos de incidencia.

Para obtener las curvas de reflectancia del agua tridestilada (figura 4.4) y de Rodamina 6G en agua tridestilada a 0.01M, se normalizan los espectros de reflexión medidos de cada una entre los obtenidos cuando el contenedor tiene aire. La expresión de normalización está dada por: $I_{H_2O,\lambda} / I_{BK7,\lambda}$ vs. θ_i .

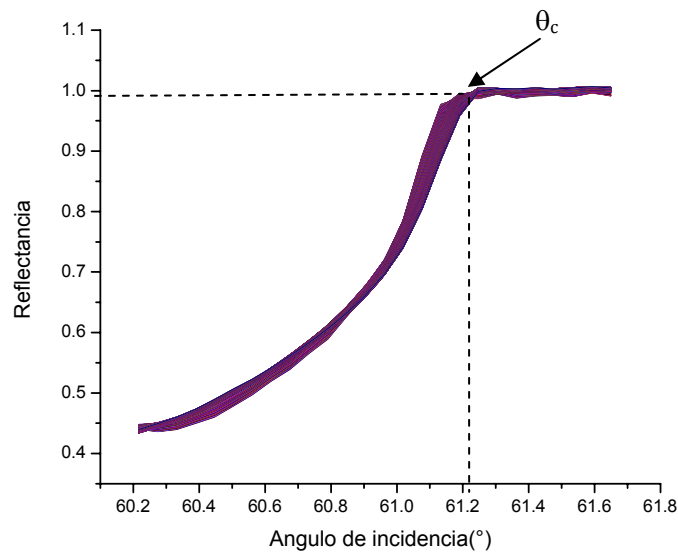


Figura 4.4 Curva de reflectancia de agua tridestilada en función del ángulo de incidencia para distintas longitudes de onda.

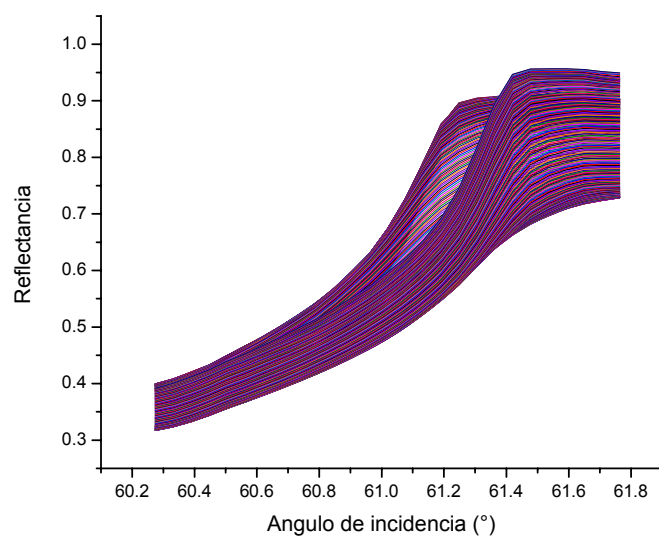


Figura 4.5 Curva de reflectancia en polarización TE y TM de Rodamina 6G en agua tridestilada a una concentración de 0.01 M en función del ángulo de incidencia a distintas longitudes de onda.

En la figura 4.4 se observa una zona de la curva de reflectancia cuyo valor es uno, esta se encuentra en reflexión total interna y la parte restante con valores menores a 1 se encuentra en reflexión parcial. El ángulo crítico para el agua tridestilada corresponde al punto de inflexión mostrado en la gráfica. En esta gráfica, el punto de inflexión se determina de manera clara, a diferencia de las curvas mostradas en la figura 4.5, donde no es posible determinar un punto de inflexión común para todas las curvas.

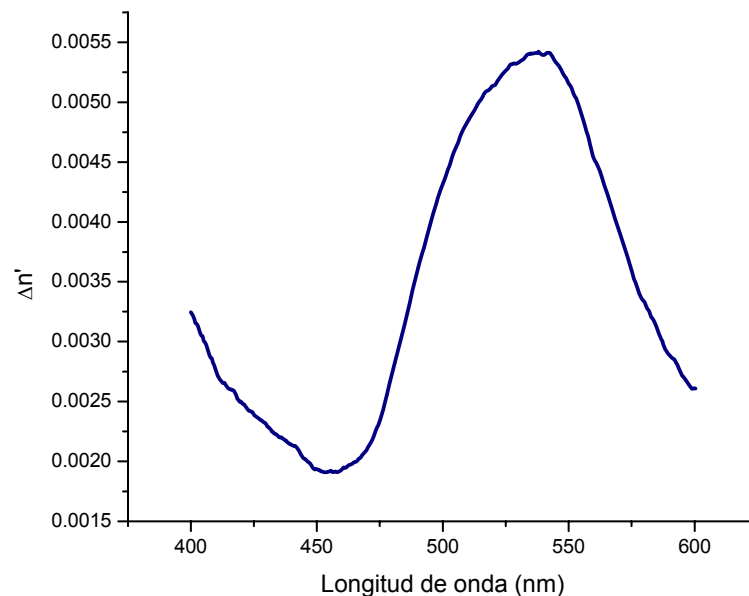
4.2.2. Dispersión del índice de refracción.

Con las curvas de reflectancia medidas, se pueden determinar valores de ΔR (ver ecuación 2.5) los cuales son necesarios en el método de las β 's. Dichos incrementos se obtienen al realizar la diferencia entre las curvas de reflectancia de las soluciones y las del solvente utilizado.

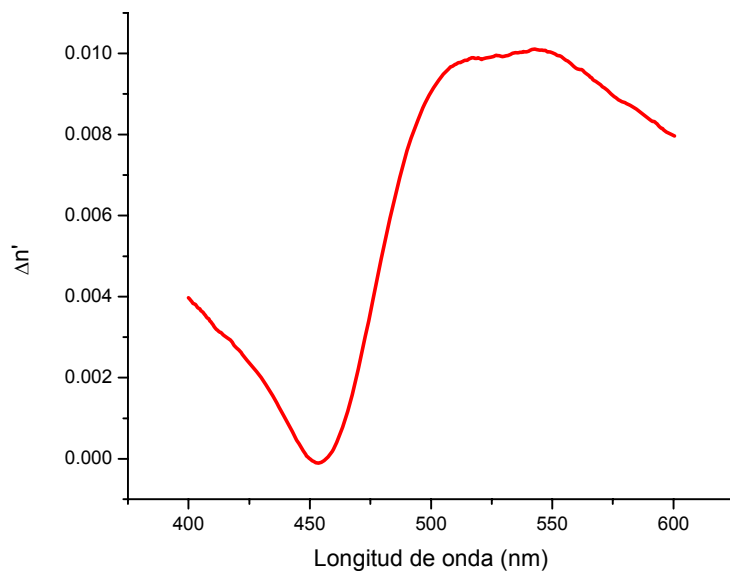
Además, a partir de las curvas de reflectancia, se obtuvo una pendiente ($\partial R/\partial \theta_i$) tomando 3 posiciones angulares. Estas posiciones fueron seleccionadas para ángulos menores al ángulo crítico, de acuerdo a la concentración de la solución. De tal manera que para altas concentraciones se requiere alejar un poco del ángulo crítico para que la parte imaginaria del índice de refracción (absorción) no modifique la curva de reflectancia de forma apreciable.

Con los valores experimentales obtenidos se utiliza el método de las β 's (ecuación 2.6) para así calcular la curva de dispersión de los incrementos en índice de refracción para soluciones hechas a distintas concentraciones.

La ventaja que proporcionan las soluciones más concentradas por sobre las menos concentradas, se ve reflejada en las gráficas $\Delta n'$ vs. longitud de onda. Las cuales muestran mayor incremento en índice de refracción por lo cual resultan más legibles y cuantificables. Mientras que las curvas obtenidas para las soluciones menos concentradas, muestran un cambio muy suave en índice de refracción, ver figura 4.6.



(a)



(b)

Figura 4.6. Curvas de dispersión de los incrementos en índice de refracción $\Delta n'$ para la solución de rodamina 6G en agua tridestilada a concentraciones (a) 0.01 M y (b) 0.1 M.

A las curvas mostradas en la figura 4.6 se les multiplicó por el factor de proporción β mencionado en el capítulo dos. El cual para el caso de la gráfica 4.7 (a) tuvo un valor de $\beta = -0.7112$ y para el caso (b) $\beta = -0.7137$.

En la tabla 4.2 se muestran valores de $\Delta n'$ para dos longitudes de onda y dos concentraciones de la solución Rodamina 6G en agua tridestilada.

Concentraciones de la solución Agua tridestilada-Rodamina 6G.	$\lambda=500\text{nm}$	$\lambda=550\text{nm}$
	$\Delta n'$	$\Delta n'$
0.01	0.0042	0.0051
0.1	0.0090	0.010

Tabla 4.2. Incrementos en índice de refracción de la solución agua-Rodamina 6G a dos concentraciones diferentes.

Las curvas de la figura 4.6 corresponden a la dispersión del incremento en índice de refracción como función de la longitud de onda. En ellas se aprecia el comportamiento no trivial de esta propiedad en soluciones de Rodamina 6G. Es importante mencionar que para bajas concentraciones el incremento en índice de refracción es muy pequeño lo cual dificulta su obtención ya que el sistema puede ser afectado fácilmente por factores externos (ruido eléctrico del espectrofotómetro, luz externa, etc.).

4.3. Medición de Rodamina 6G en metanol.

4.3.1. Curvas de reflectancia.

Las curvas de reflectancia resultantes de las soluciones compuestas por Rodamina 6G y metanol a distintas concentraciones, se calcularon de la misma forma explicada en la sección 4.2.1 del presente capítulo, a través de la medición de los espectros de reflexión. Las curvas de reflectancia obtenida para el metanol se muestran en la figura 4.7, dichas curvas se obtuvieron en un rango de longitud de onda de 450-650 nm, zona de interés debido a que la Rodamina 6G en este intervalo presenta una fuerte variación de n con respecto a λ . Los valores del ángulo crítico para el metanol se encuentran en el punto de inflexión mostrado en la figura 4.7.

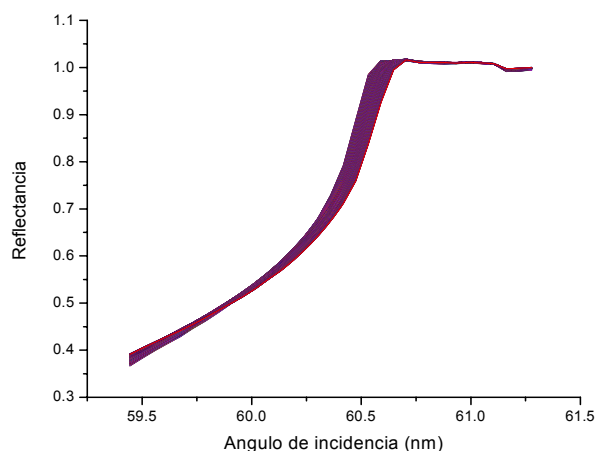
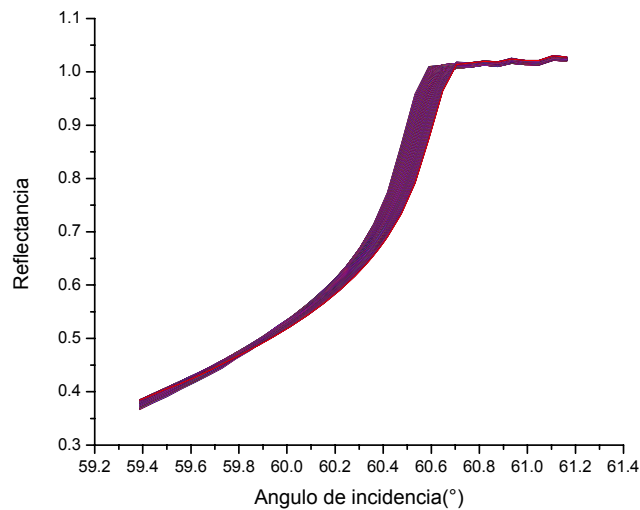
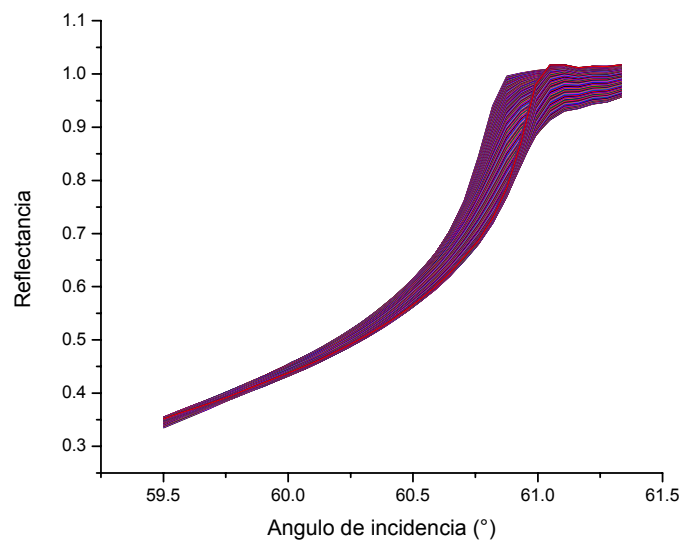


Figura 4.7. Curva de reflectancia del metanol en función del ángulo de incidencia para las distintas longitudes de onda.

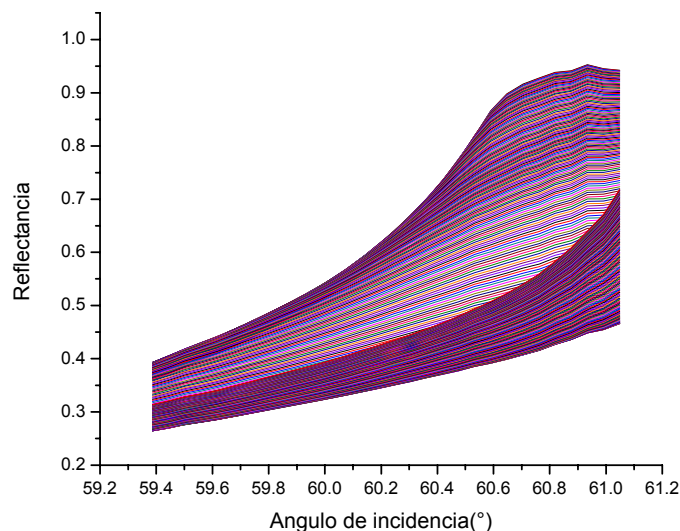
En las figuras 4.8 (a), (b) y (c) se presentan las curvas de reflectancia de soluciones a distintas concentraciones. En estas gráficas, se observa que a mayores concentraciones no es posible determinar un punto de inflexión para todas las longitudes de onda, debido a que algunas curvas de reflectancia no alcanzan el valor de 1 en reflexión total interna, pues presentan mayor absorción que las soluciones menos concentradas.



(a)



(b)



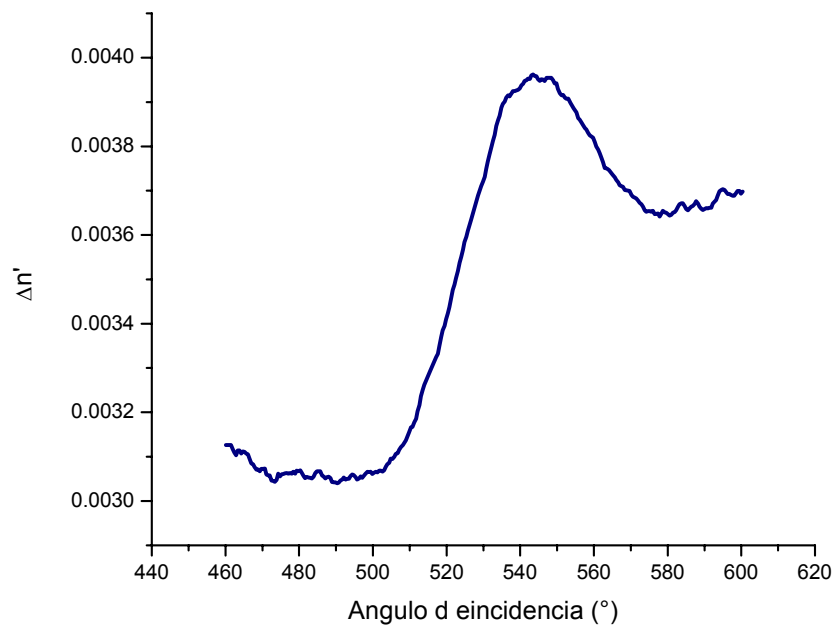
(c)

Figura 4.8. Curvas de reflectancia para soluciones de rodamina 6G en metanol a diferentes concentraciones (a) 0.0001 M, (b) 0.001 y (c) 0.01 M en función del ángulo de incidencia a las distintas longitudes de onda.

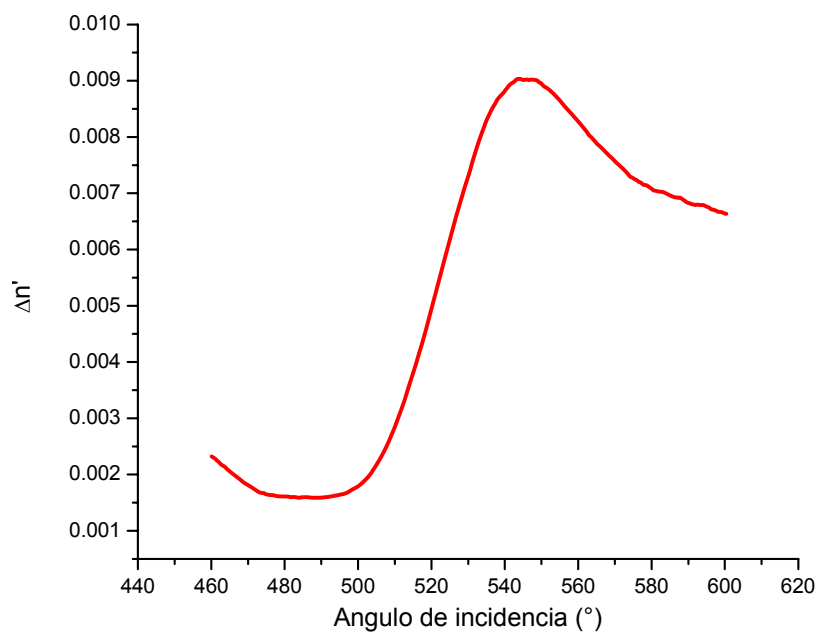
En estas gráficas también se aprecia como a medida de que la concentración aumenta, las curvas de reflectancia para diferentes longitudes de onda no llegan a tener una reflectancia de valor 1, ni se logra distinguir un punto de inflexión. Por lo cual al generar la curva de dispersión de índice de refracción en función de la longitud de onda es más fácil observar los incrementos en índice de refracción a distintas longitudes de onda ya que estos resultan mayores a los obtenidos para concentraciones menores.

4.3.2. Dispersión del índice de refracción.

Para la obtención de los incrementos en índice de refracción para las soluciones Rodamina 6G en metanol a las concentraciones ya mencionadas, se utilizó el mismo procedimiento descrito en la sección 4.2.2 de este capítulo. Obteniéndose los incrementos en índice de refracción mostrados en la figura 4.9.



(a)



(b)

Figura 4.9. Curvas de dispersión del índice de refracción de la solución Rodamina 6G en metanol a dos concentraciones (a) 0.001 M y (b) 0.01 M.

Concentración de la solución Metanol-Rodamina 6G.	$\lambda=500\text{nm}$	$\lambda=550\text{nm}$
	$\Delta n'$	$\Delta n'$
0.001	0.0030	0.0039
0.01	0.0017	0.0087

Tabla 4.3. Incrementos en Δn de la solución Rodamina 6G en metanol. Considerando dos longitudes de onda y a dos concentraciones distintas.

A las soluciones preparadas con metanol, se les puede calcular un incremento mayor en índice de refracción entre mayor sea la concentración de éstas. Los valores de β para las soluciones de Rodamina 6G son -0.7511 para una concentración de 0.001 M y de -0.7812 para 0.0001 M.

La sensibilidad que muestran los incrementos en índice de refracción es alta y al compararse éstos con los obtenidos en [11], encontramos que el incremento reportado entre 500 nm y 550 nm en este artículo es de $\Delta n'=9 \times 10^{-3}$ y en nuestro caso para el mismo rango espectral obtuvimos un $\Delta n'=7 \times 10^{-3}$ lo cual presenta una pequeña variación lo que nos permite verificar el funcionamiento del método de las β 's y el del refractómetro espectroscópico propuesto.

4.4. Resolución del dispositivo implementado

Para determinar la resolución de los incrementos del índice de refracción para sustancias transparentes y poco absorbentes partiendo de la expresión para el ángulo crítico.

$$\sin \theta_c = \frac{n}{n_p} \quad (4.8)$$

Se deriva la ecuación 4.8 con respecto al índice de refracción n , obteniendo como resultado la ecuación 4.9.

$$\cos\theta_c \cdot \frac{\partial\theta_c}{\partial n} = \frac{1}{n_p} \quad (4.9)$$

Posteriormente se despeja la parcial de θ_c con respecto al índice de refracción n , y se despeja. Se despeja el incremento mínimo de índice de refracción como se muestra en la ecuación 4.12

$$\frac{\partial\theta_c}{\partial n} = \frac{1}{n_p \cos\theta_c} \quad (4.10)$$

Se despeja el diferencial de índice de refracción Δn , obteniendo la expresión 4.11.

$$\Delta\theta_c = \frac{1}{n_p \cos\theta_c} \Delta n \quad (4.11)$$

De la expresión anterior se despeja el incremento en índice de refracción mínimo:

$$(\Delta n')_{\min} = n_p \cos\theta_c (\Delta\theta_c)_{\min} \quad (4.12)$$

donde n_p = índice de refracción del vidrio BK7

θ_c = ángulo crítico, vidrio BK7 –Solvente

$(\Delta\theta_c)_{\min}$ = diferencia de ángulo crítico entre el solvente y la solución.

Para ello se determinaron estos parámetros a la misma longitud de onda y a la misma concentración.

Para obtener esta cifra se utilizó la longitud de onda de 550nm y solución agua-Rodamina 6G a 0.01M de concentración.

Obteniéndose:

$$(\Delta n')_{\min} = 3.30 \times 10^{-4}$$

Esta resolución puede considerarse buena para el tipo de dispositivo propuesto, ya que por una parte maneja diversas longitudes de onda de manera cuasi-simultánea y por otro lado es lo suficientemente rápido en toma de datos, lo cual lo convierte en un refractómetro atractivo ya sea en la industria o en el sector de investigación.

4.5. Comentarios del capítulo.

El montaje experimental realizado funcionó de manera satisfactoria ya que fuimos capaces de obtener una curva de dispersión del índice de refracción de soluciones transparentes.

El tiempo de medición se redujo considerablemente utilizando el barrido en posición propuesto y al usar el método de las β 's que proporciona una buena estimación del índice de refracción.

Se obtuvieron las curvas de reflectancia de soluciones a distintas concentraciones, donde se puede distinguir la zona del ángulo crítico al ubicar la zona de inflexión de la curva.

Los datos obtenidos y la resolución nos permiten asumir que se tiene alta sensibilidad en el cálculo del índice de refracción de sustancias transparentes y poco absorbentes.

Capítulo 5

Automatización

La demanda de tiempo en la toma de datos experimentales, junto con la incapacidad de identificar errores humanos hasta la finalización del procesamiento de los mismos fue el problema principal del sistema propuesto en capítulos anteriores. Para tratar de darle solución a lo anterior, se propuso un sistema automatizado de toma de mediciones, lo cual reduciría el tiempo de procesamiento. Por una parte, se podrían hacer más mediciones en menos tiempo y además, los errores derivados del ajuste del sistema podrían ser evaluados y corregidos con facilidad y rapidez. Esta automatización consta de tres etapas: platina móvil, interfaz electrónica e interfaz de usuario.

La principal aportación de este sistema automatizado consiste en una platina móvil para realizar el barrido en posición. Este elemento mecánico es controlado mediante un circuito electrónico, desde una interfaz de usuario programada en LABView.

Como resultado, el usuario obtiene los datos correspondientes a las mediciones en un formato (*.txt) fácil de importar a cualquier otra plataforma de

procesamiento. Sin embargo, con el objetivo de facilitar la obtención de resultados, los programas desarrollados para su ejecución en MATLAB se integraron dentro de una interfaz gráfica. En este programa gráfico, el usuario puede especificar, entre otras cosas, el número de tomas a procesar y el intervalo para las longitudes de onda.

A continuación se describe la función y el diseño de cada una de las etapas:

5.1. Diseño de la interfaz mecánica

Para el diseño de la platina, se utilizó una base plástica con dos rieles. Uno de dichos rieles se encuentra acoplado a un motor a pasos mediante su eje. Esta base fue tomada de un lector de discos compactos, aprovechando su estructura, ya que con dicho arreglo y dimensiones se tiene una resolución lineal de 80 micras (figura 5.1)

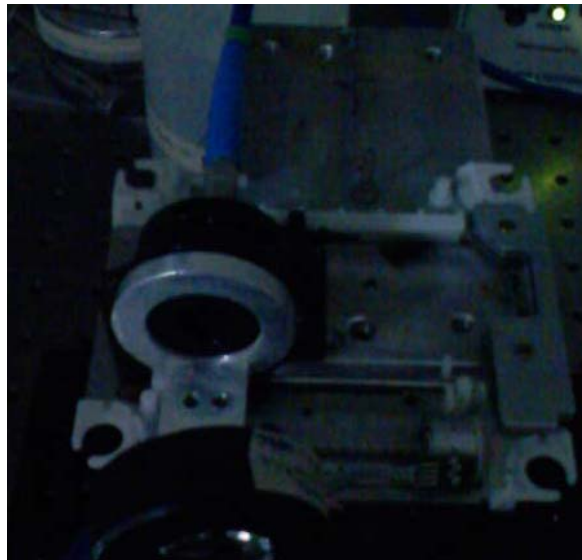


Figura 5.1. Estructura utilizada como platina, con dos rieles, uno con estructura de tornillo sinfín, unido al eje del motor a pasos.

5.2. Diseño de la interfaz electrónica

La interfaz electrónica es la vía de comunicación entre el programa en LABView y la platina móvil. Consta de diversas etapas: acoplamiento con la computadora, módulo de programación (Microcontrolador PIC), etapa de potencia y finalmente, de una etapa de regulación de voltaje

La etapa de regulación de voltaje, consta de un sistema de regulación a 5 V, debido a que todos los componentes de la interfaz electrónica se alimentan con este voltaje. Para ello se ocupó el regulador L7805C [20].

La etapa de programación (figura 5.2) es la encargada de la interpretación de las instrucciones provenientes del software. Además, envía al motor las señales necesarias para asegurar que éste se mueva de manera conveniente. Este módulo corre a cargo de un microprocesador PIC 18F452 [21, 22], programado en lenguaje C. El programa (apéndice B) está basado en parámetros provenientes de la interfaz de usuario en LabView, de manera que la operación del dispositivo sea totalmente automática.

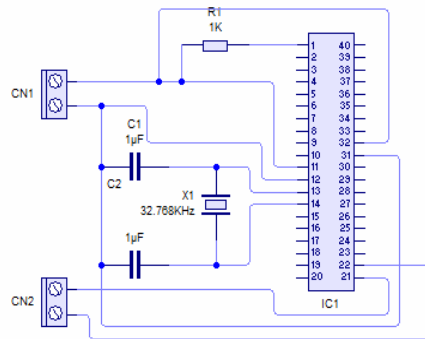


Figura 5.2. Diagrama del circuito electrónico implementado para la etapa de comunicación

En la etapa de potencia (figura 5.3) se utilizó el circuito L293D [23]. El cual incluye cuatro circuitos para manejar potencia media, con la capacidad de controlar

corriente hasta de 600 mA en cada circuito y una tensión entre 4.5 y 36 V. Permitiendo formar, entonces, dos puentes H completos, con los que se puede realizar el manejo de motores a paso bipolares. Incorpora además diodos de protección de contracorriente para cargas inductivas. Este circuito se acopla al PIC para que las señales enviadas al motor cuenten con la capacidad demandada en corriente.

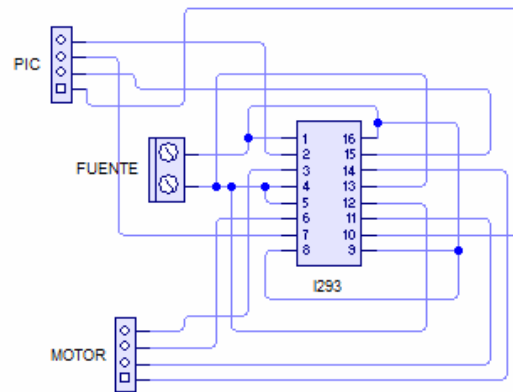


Figura 5.3. Diagrama de la etapa de potencia.

La etapa de acoplamiento se basa en un circuito integrado Max232 [24], que enlaza los datos provenientes del puerto serial de la computadora (dicho puerto será controlado mediante el software LabView) y la etapa de programación con el microcontrolador PIC, el circuito Max232 convierte los voltajes del puerto serial a voltajes TTL necesarios para la operación del microprocesador (figura 5.4).

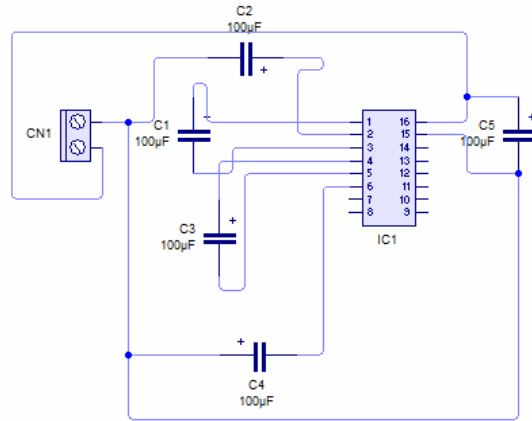


Figura 5.4. Configuración electrónica para el circuito MAX232

5.3. Interfaz de control (Labview)

Se diseñó una interfaz de control en Labview (Apéndice C). Donde se conjunta el software correspondiente al funcionamiento del espectrofotómetro y el del control de la platina. El primero se muestra en la figura 5.5. Una parte de él, es proporcionada por su proveedor (Ocean Optics), como un demo, ya que solo podemos ver gráficas, pero no guardar datos de estas. Por ello, se rediseñó el programa, añadiéndole dicha característica para guardar archivos. Y además permitiendo especificar el número de archivos a guardar, si se hiciera un conjunto de tomas.

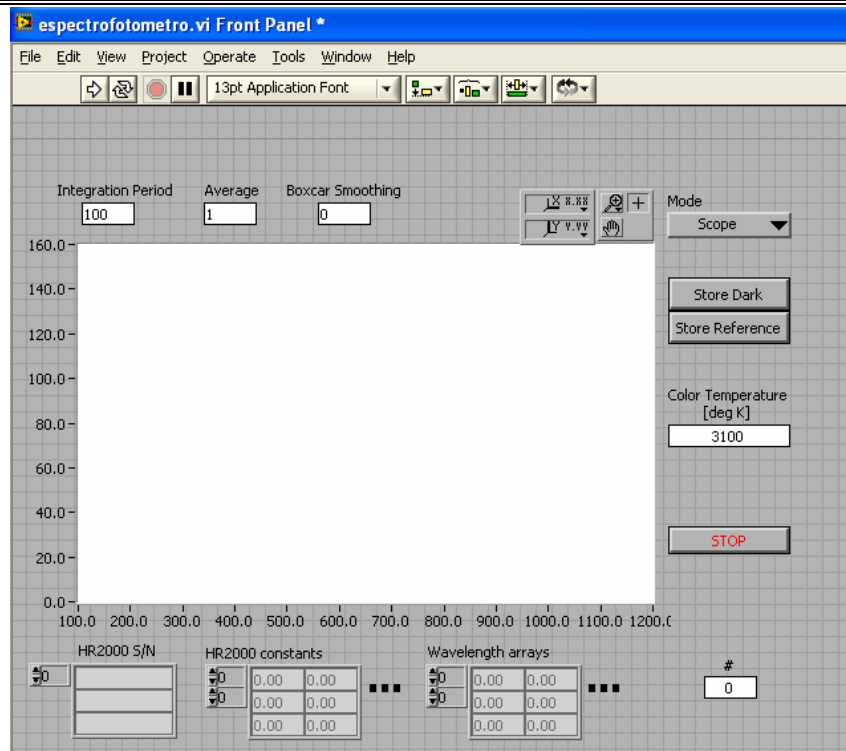


Figura 5.5. Pantalla principal del programa demo OOIbase32 que proporciona Ocean OPtics en Labview.

Para que la platina pudiera moverse, se diseñó un software, también en Labview, con el cual se puede especificar el número de mediciones que se desean adquirir y con qué resolución (figura 5.6) Dicho software manda la información al PIC, para que éste traduzca las señales y las envíe al motor.

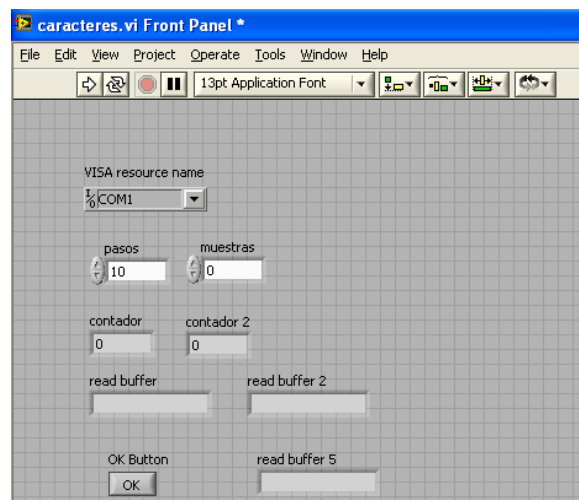


Figura 5.6. Programa diseñado para mover el motor a pasos colocado en la platina utilizada.

Al unir los programas, se sincronizaron los tiempos, tanto del movimiento de la platina, como de la toma de datos. La pantalla principal del programa completo se muestra en la figura 5.7.

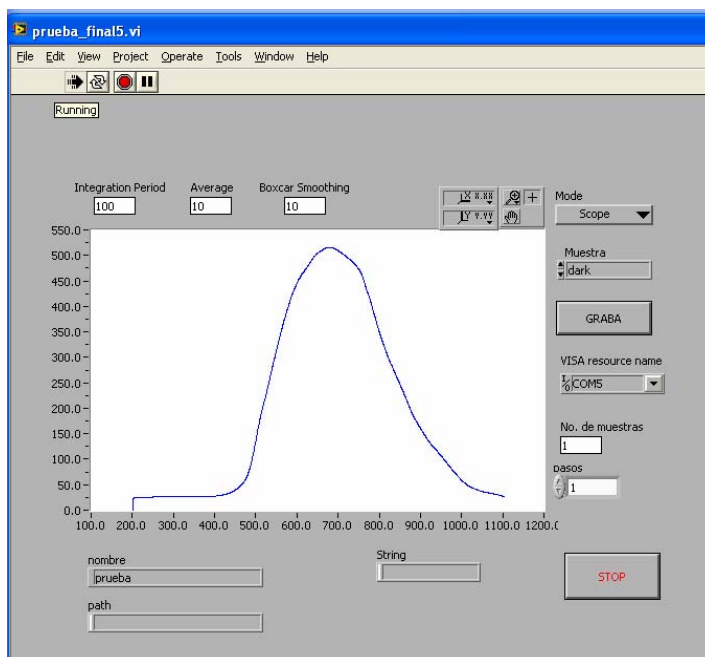


Figura 5.7. Programa para grabar los archivos tomados, a distintas posiciones de la platina.

Al contar con este software conectado al espectrofotómetro y a la platina (con su interfaz electrónica, mencionada al principio del capítulo) es posible automatizar la toma de una serie de datos, gracias a que el software graba las mediciones, con un nombre indicado y agregando el número de la posición a la que fueron tomadas. Los archivos cuentan con la ventaja de tener extensión .txt, lo cual permite que sean manejados con mayor facilidad en cualquier software de graficación.

5.4. Interfaz de procesamiento (Matlab)

Para procesar los datos de una manera sencilla, se creó un programa (Ver figura 5.8) en MATLAB. Dicho programa, realizado inicialmente en un M-File (apéndice

D), permite observar las curvas de reflectancia correspondientes y obtener la curva de incrementos de índice de refracción Δn de la muestra a analizar. Una vez verificado el correcto funcionamiento del procesamiento realizado dentro de este programa se procedió al diseño de una interfaz gráfica, fácil de utilizar, dentro de un archivo ejecutable.

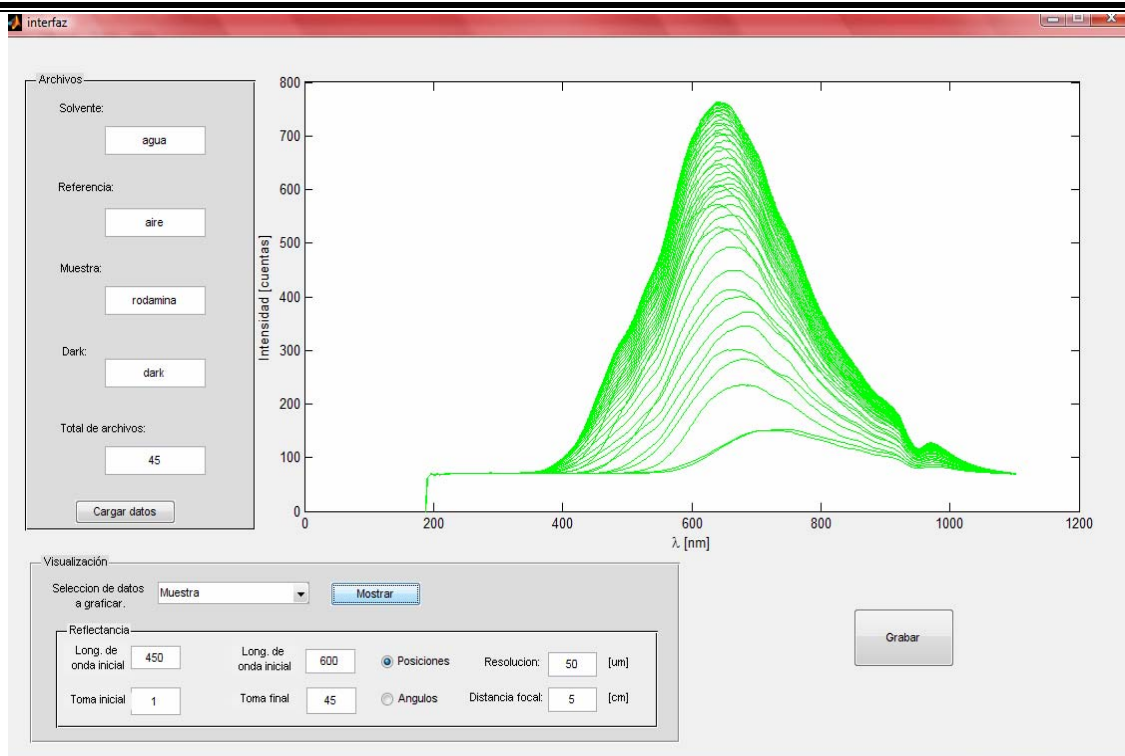
Dentro de esta interfaz, diseñada mediante el toolbox GUI de MATLAB, es posible especificar aspectos como el rango de longitud de onda, número de mediciones, así como el nombre de los archivos a analizar. Para que a estas se les aplique ya sea el método de las betas que se utilizó en el presente trabajo o algún otro, que permita obtener los incrementos de Δn de una solución.

5.4. Curvas de reflectancia obtenidas al automatizar el sistema implementado.

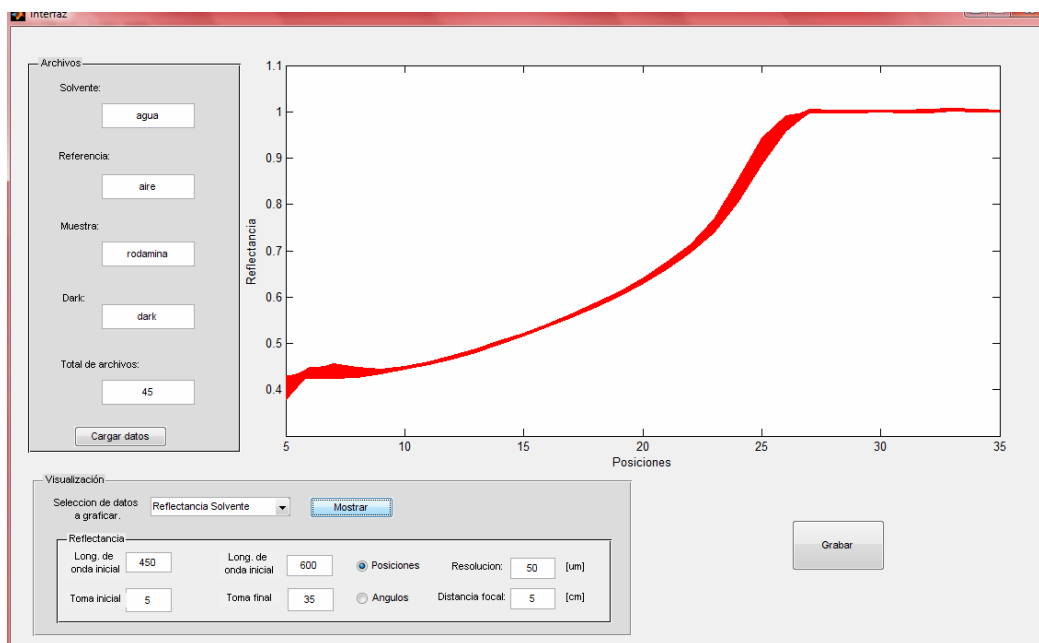
Se automatizó el sistema de manera que al realizar alguna medición solo es necesario colocar la sustancia muestra en el contenedor, ajustar el ángulo crítico del solvente y utilizar la interfaz de usuario. Lo cual convierte a este dispositivo, ya rápido en comparación con otros, en un sistema funcional y de fácil operación.

La gráfica mostrada en la figura 5.9. Es una curva de reflectancia obtenida a partir de las mediciones hechas con el sistema experimental automatizado. Sin embargo, resulta menos clara que las obtenidas a través de las mediciones hechas con una platina móvil milimétrica. Esto debido a que el tornillo sin fin por el cual se desplaza platina del sistema automatizado tiene una resolución menor que la de la platina móvil utilizada en las tomas hechas manualmente.

Cuenta con una interfaz de usuario (LABView) que proporciona los datos tomados y procesados en formato de texto (.txt), lo cual facilita el manejo de los datos. Adicionalmente con el programa de procesamiento realizado en Matlab, se facilita el manejo de las curvas de reflectancia, ya que además de poder visualizarlas pueden guardarse para ser analizadas por algún otro método o ser objeto de otro estudio.



(a)



(b)

Figura 5.8. (a) Gráfica de los datos tomados (cuentas vs. longitud de onda), (b) gráfica de los datos procesados (curvas de reflectancia). La curva aquí mostrada corresponde a una de las mediciones realizadas manualmente.

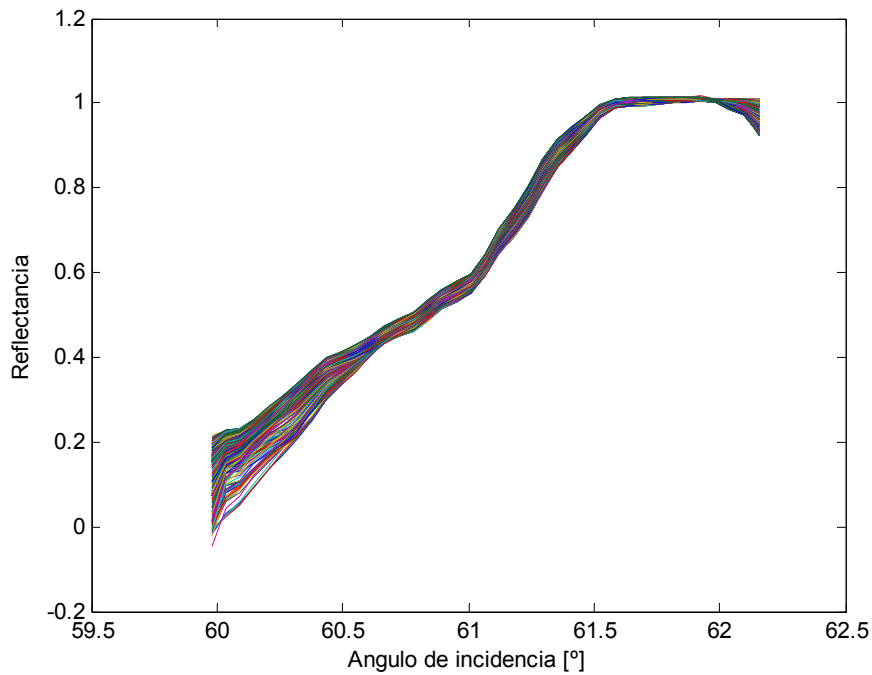


Figura 5.9. Curva de reflectancia de agua tridestilada, obtenida con el sistema automatizado, con una resolución de desplazamiento de 80 μ m.

Los resultados obtenidos en este capítulo y los obtenidos del capítulo 4 no pueden compararse de manera directa, debido a que la resolución de la platina automatizada es menor con respecto a la resolución de la platina micrométrica utilizada de forma manual. Lo cual deriva en gráficas menos suaves y con una resolución menor. Sin embargo, estas gráficas obtenidas de forma automatizada presentan el comportamiento de las gráficas obtenidas de manera manual por lo que se pueden evaluar de la misma manera, considerando dicho factor.

Conclusiones

Al finalizar este trabajo de tesis se concluye que se logró desarrollar el prototipo de un refractómetro espectroscópico, con el cual se puede medir incrementos del índice de refracción debidos a los cambios en concentración de una molécula de interés en solución en un solvente conocido. Nos referimos al dispositivo como espectroscópico debido a que realiza mediciones de forma cuasi-continúa en un rango amplio de longitud de onda. El espectrofotómetro utiliza la reflexión interna de luz blanca cercana al ángulo crítico.

El prototipo desarrollado consta principalmente de cuatro instrumentos fundamentales: una fuente de luz blanca, un sistema prismático, un espectrofotómetro HR2000 y un sistema de barrido en posición. Con lo cual se forma un dispositivo capaz de realizar mediciones rápidas y con buena precisión.

En éste trabajo se estudiaron soluciones diluidas y poco absorbentes de Rodamina 6G disuelta en metanol y en agua tridestilada. Se determinó una resolución del dispositivo en la medición del incremento del índice de refracción de $\Delta n' = 3.30 \times 10^{-4}$, valor suficientemente bueno para diversas aplicaciones.

El incremento del índice de refracción en medios transparentes puede ser determinado a partir del incremento de la reflectancia con respecto a la concentración del medio, mediante la relación: $\Delta n' = \frac{\Delta R}{\partial R / \partial n'}$. Medir la derivada de reflectancia con respecto al índice de refracción $\partial R / \partial n'$ no resulta práctico, pero afortunadamente sabemos que la derivada de la reflectancia con respecto al ángulo de incidencia $\partial R / \partial \theta_i$, es proporcional a ésta cerca del ángulo crítico. El

factor de proporción que relaciona estas dos derivadas, en este trabajo de tesis, es llamado β . Sustituyendo esta proporción en la relación antes mencionada se tiene: $\Delta n' = \beta \frac{\Delta R}{\partial R / \partial \theta_i}$. A este método propuesto se le llamó el método de las β 's.

El método de las β 's no necesita de una curva de reflectancia angular completa para poder aplicarse, solo necesita de unos cuantos datos tomados a algunas posiciones angulares para un líquido de referencia (el solvente puro) y la solución muestra, con los cuales se calcula $\partial R / \partial \theta_i$ y ΔR y con la ecuación mostrada al final del párrafo anterior (ecuación 2.9 en el texto) se obtiene $\Delta n'$. Dado que nuestro dispositivo mide la reflectancia a cada posición angular a todas las longitudes de onda del espectro visible simultáneamente, obtenemos un $\Delta n'$ a todas las longitudes de onda con unas cuantas mediciones, por ello el procesamiento de datos para la obtención del índice de refracción resulta sencillo y rápido.

El factor β calculado para distintas longitudes de onda en el espectro visible puede considerarse constante en algunos casos, como es el caso del agua como solvente y el prisma de vidrio BK7. En este caso el valor de β para ambas polarizaciones varía en $\pm 3\%$. De igual forma para la interfaz de metanol y el prisma BK7, β cambia su valor en un $\pm 6.5\%$ con respecto a la longitud de onda, sin embargo por simplicidad también se le considera constante.

Para la parte de automatización del prototipo se desarrolló un programa gráfico en el software Matlab, con el cual se procesan los datos provenientes de las mediciones, obteniéndose arreglos matriciales que contienen la información de interés. Este programa permite obtener las curvas de reflectancia, para que sean analizadas por cualquier método ideado para encontrar cambios en el índice de refracción de algún medio o alguna otra característica. En nuestro caso utilizamos solo el método de las β 's. Se automatizó la toma de datos, lo cual redujo a casi tres minutos la toma de mediciones, sin embargo se tuvo problemas con la resolución de la platina automatizada, lo cual no nos permitió hacer

desplazamientos en posición de 50 μm como en las tomas hechas manualmente, sino mayores de 150 μm .

El refractómetro espectroscópico propuesto resulta potencialmente de bajo costo, comparado con sistemas comerciales que ofrecen menor versatilidad. En particular los sistemas comerciales miden a una sola o unas cuantas longitudes de onda, para lo cual utilizan varias fuentes láser. En nuestro caso la medición espectroscópica se realiza con un espectrofotómetro de bajo costo. Así en el presente trabajo de tesis se demostró el principio de operación de un refractómetro espectroscópico para la caracterización de líquidos. El sistema desarrollado tiene una buena resolución y la toma de datos es rápida.

Una de las mayores dificultades en el desarrollo de este trabajo fue la alineación de los componentes que integran el refractómetro propuesto. Dicha alineación resulta complicada y tardada pues se necesita alta precisión en el acomodo de cada componente, para ello, se recurrió a platinas de desplazamiento horizontal micrométricas, con las cuales se puede asegurar que las distancias o alturas medidas eran las correctas.

Un ejemplo de esto es la colocación de la fibra óptica de recolección, ya que si no es puesta exactamente a la distancia focal de la lente usada para realizar el cambio de posición a ángulo se generan curvas de reflectancia erróneas, además de que se debe asegurar paralelismo entre el eje óptico de la lente y la fibra antes mencionada.

Una dificultad del método de las β 's, estudiado en esta tesis, es determinar los puntos donde se calcularía la pendiente $\partial R/\partial\theta_i$, ya que se observó que a mayor concentración de la solución a caracterizar, está pendiente se debe tomar alejada del ángulo crítico, porque si se tomara cerca de este, la parte imaginaria del índice de refracción afecta el incremento en índice de refracción medido.

Perspectivas.

Como trabajo a futuro, la presente tesis puede ser extendida en diferentes direcciones. Como se mencionó, el método de las β 's es un método de análisis, basado en la información contenida en la derivada de las curvas de reflectancia con respecto al ángulo de incidencia. Pero teniendo las curvas de reflectancia se puede aplicar algún otro método alternativo al método de las β 's. Como podría ser determinar la derivada angular máxima de las curvas de reflectancia y localizando el punto de inflexión y a partir de este calcular la parte real del índice de refracción del medio externo.

Como etapa siguiente en el desarrollo experimental del refractómetro propuesto se pretende mejorar el prototipo actual para garantizar exactitud en su calibración, además de que sea robusto y de fácil manejo. Para lo anterior será necesario conjuntar todo el procesamiento y toma de datos dentro de un sistema automatizado, amigable y eficiente.

Otro aspecto a incorporar será la implementación de un contenedor para la solución a caracterizar que permita una manipulación de la muestra durante las mediciones. Así como un mecanismo de agitación. Con lo cual se podría emplear el sistema para monitoreo "in situ" de procesos en tiempo real.

Así mismo es necesario añadir una platina de desplazamiento con mayor resolución para el sistema de barrido en posición y que permita tener desplazamientos del orden de micras y así poder incrementar la precisión del sistema.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] D. Malacara Hernández. “Óptica Básica,” Fondo de Cultura Económica, México, pp. 142-145, (2004).
- [2] Hecht Eugene, Zajac Alfred. “Óptica”. Addison-Wesley Iberoamericana España, S.A. pp. 36-50, (2002).
- [3] K. A. Selanger, J. Falnes, T. Sikkeland. “Fluorescence lifetime studies of Rhodamine 6G in methanol”, J. Phys. Chem., Vol. 81 (20), pp. 1960–1963, (1977).
- [4] M. Peña Gomar; C. Fajardo Lira; M. Rosete Aguilar; A. García Valenzuela. “Optical device for sensing the index of refraction of liquids with high turbidity”, Proceedings of SPIE Vol. 4203, pp. 131-142, (2000).
- [5] C. Sánchez Pérez, V. Leyva García, A. García Valenzuela, R. Astorga. “Spectroscopic refractometer using a double prism scheme for optical characterization of liquid mixtures”, Ibero-American Conference on Optics; 9th Latin-American Meeting on Optics, Lasers and Applications, Vol. 992, pp. 665-670, (2008).
- [6] M. L. Eickhoff, J. L. Hall, “Real-time precision refractometry: new approaches”, Appl. Opt. 36 (6), pp. 1223-1234 (1997)
- [7] M. Cervantes and R. Rodríguez. “Pulfrich refractometer 1-D gradients”, Appl. Opt. Vol. 27, No. 6, pp. 4494-4496 (1989).
- [8] W. Boyes. “Instrumentation reference book”, British library cataloging in publications data (electronic book), pp. 510-512, (2003)

-
-
- [9] P. R. Cooper. "Refractive index measurements of liquids used in conjunction with optical fiber", Appl. Opt. Vol.22, No. 19, pp. 3070-3072, (1983).
- [10] K-Patents. "Refractómetro de Proceso," Controles y Válvulas S.A. de C.V. Modelo PR-01-S y Pr-03-A, (2007).
- [11] W. Leupacher and A. Penzkofer, "Refractive-index measurement of absorbing condensed media," Appl. Opt. 23, pp.1554-1558, (1984).
- [12] M. McClimans, C. LaPlante, D. Bonner, and S. Bali, "Real-time differential refractometry without interferometry at a sensitivity level of 10^{-6} ," Appl. Opt. 45, pp. 6477-6486, (2006).
- [13] A. García Valenzuela, M. C. Peña Gomar, J. Villatoro, "Sensitivity analysis of angle-sensitive-detectors based on a film resonator", Opt. Eng. 42 (4), pp. 1084-1092, (2003).
- [14] www.refractiveindex.info/dispersion.php
- [15] <http://www.oceanoptics.com/Products/metrology.asp>
- [16] <http://www.edmundoptics.com/onlinecatalog/browse.cfm?categoryid=30>
- [17] M. L. Pandya, M.K. Machwe. "Study of association of molecules of rhodamine6G by Fluorescence polarizations". Proc. Indian natn. Sci. Acad., 46, A, No. 2, pp. 158-166, (1980).
- [18] D. Topygin, B. Z. Packard and L. Brand, "Resolution of absorption spectra of rhodamine 6G aggregates in aqueous solution using the law of mass action", Chemical Physics Letters, 277, pp. 430-435, (1997).
- [19] Penzkofer, Alfons and Leupacher, W. "Fluorescence Behaviour of Highly Concentrated Rhodamine 6G Solutions". Journal of Luminescence Vol. 37(2), pp. 61-72, (2007).
- [20] A. Requena Rodríguez y J. Zúñiga Román. "Espectroscopía", Pearson Educations, Madrid, pp.73-35, (2004).
-
-

-
-
- [21] Data sheet L7800 series, positive voltage regulators. STMicroelectronics (2004).

 - [22] Data sheet PIC18FXX2. High-performance, enhanced flash. Microcontrolles with 10-Bit A/D. Microchip technology Inc. DS39564C, (2006).

 - [23] C compiler reference Manual. Custom computer Service, (2009).

 - [24] Push pull four channel driver with diodes, "LS93D," ST Sgs-Thomson Microelectronics, (2000).

 - [25] Dual EIA-232 drivers/receivers, MAX232. Texas instruments incorporation. Dallas Texas (2004).

Publicación generada:

Elizareth Hernández, Humberto Contreras, Celia Sánchez y Augusto García, "Fast measurement of the index-refractive dispersion of the dilute liquid solution of the absorbing molecules". Proceedings of SPIE Vol.7499, 74990E-2, (2009).

APÉNDICE A

Desarrollo para la obtención de β en polarización TE.

Cálculo de β para polarización TE

$$r^{TE} = \frac{n_1 \cos \theta_i - \sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i}}{n_1 \cos \theta_i + \sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i}}$$

Se descompone a r^{TE} en dos términos.

$$r^{TE} = \frac{n_1 \cos \theta_i}{n_1 \cos \theta_i + \sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i}} - \frac{\sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i}}{n_1 \cos \theta_i + \sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i}}$$

Se deriva r^{TE} con respecto a n_2

$$\frac{\partial r^{TE}}{\partial n_2} = \frac{-n_1 \cos \theta_i \left(\frac{2n_2}{2\sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i}} \right)}{\left(n_1 \cos \theta_i + \sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i} \right)^2} - \frac{\left(\left(n_1 \cos \theta_i + \sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i} \right) \left(\frac{2n_2}{2\sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i}} \right) \right) - \left(\sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i} \left(\frac{2n_2}{2\sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i}} \right) \right)}{\left(n_1 \cos \theta_i + \sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i} \right)^2}$$

$$\frac{\partial r^{TE}}{\partial n_2} = \frac{-n_1 \cos \theta_i \left(\frac{n_2}{\sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i}} \right) - \left(n_1 \cos \theta_i + \sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i} \right) \left(\frac{n_2}{\sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i}} \right) + n_2}{\left(n_1 \cos \theta_i + \sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i} \right)^2}$$

$$\frac{\partial r^{TE}}{\partial n_2} = \frac{\left(-n_1 \cos \theta_i \frac{n_2}{\sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i}} \right) - \left(n_1 \cos \theta_i \frac{n_2}{\sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i}} \right) + n_2 - n_2}{\left(n_1 \cos \theta_i + \sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i} \right)^2}$$

$$\frac{\partial r^{TE}}{\partial n_2} = \frac{-2n_1 \cos \theta_i \left(\frac{n_2}{\sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i}} \right)}{\left(n_1 \cos \theta_i + \sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i} \right)^2}$$

Se deriva a r^{TE} con respecto a θ_i

$$\frac{\partial r^{TE}}{\partial \theta_i} = \frac{\left(\left(n_1 \cos \theta_i + \sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i} \right) (-n_1 \sin \theta_i) \right) - \left(n_1 \cos \theta_i \right) \left(-n_1 \sin \theta_i + \left(\frac{-2n_1^2 \sin \theta_i \cos \theta_i}{2\sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i}} \right) \right)}{\left(n_1 \cos \theta_i + \sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i} \right)^2}$$

$$\frac{\left(\left(\left(n_1 \cos \theta_i + \sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i} \right) \left(-\frac{2n_1^2 \sin \theta_i \cos \theta_i}{2\sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i}} \right) \right) - \sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i} \left(-n_1 \sin \theta_i + \left(\frac{-2n_1^2 \sin \theta_i \cos \theta_i}{2\sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i}} \right) \right) \right)}{\left(n_1 \cos \theta_i + \sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i} \right)^2}$$

$$\frac{\partial r^{TE}}{\partial \theta_i} = \frac{-n_1^2 \cos \theta_i \sin \theta_i - \sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i} \cdot n_1 \sin \theta_i + n_1^2 \cos \theta_i \sin \theta_i + \frac{n_1^3 \cos^2 \theta_i \sin \theta_i}{\sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i}}}{\left(n_1 \cos \theta_i + \sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i} \right)^2}$$

$$+ \frac{\frac{n_1^3 \cos^2 \theta_i \sin \theta_i}{\sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i}} + n_1^2 \cos \theta_i \sin \theta_i - \sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i} \cdot n_1 \sin \theta_i - n_1^2 \cos \theta_i \sin \theta_i}{\left(n_1 \cos \theta_i + \sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i} \right)^2}$$

$$\frac{\partial r^{TE}}{\partial \theta_i} = \frac{-2\sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i} \cdot n_1 \sin \theta_i + \frac{2n_1^3 \cos^2 \theta_i \sin \theta_i}{\sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i}}}{\left(n_1 \cos \theta_i + \sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i} \right)^2}$$

$$\frac{\partial r^{TE}}{\partial \theta_i} = \frac{\frac{2n_1^3 \cos^2 \theta_i \sin \theta_i}{\sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i}} - 2\sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i} \cdot n_1 \sin \theta_i}{\left(n_1 \cos \theta_i + \sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i} \right)^2}$$

Con las derivadas parciales obtenidas se forma β_{TE}

$$\beta^{TE} = \frac{\left(\frac{\partial r^{TE}}{\partial \theta_i} \right)}{\left(\frac{\partial r^{TE}}{\partial n_2} \right)} = \frac{\frac{2n_1^3 \cos^2 \theta_i \sin \theta_i}{\sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i}} - 2\sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i} \cdot n_1 \sin \theta_i}{\frac{(n_1 \cos \theta_i + \sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i})^2}{-2n_1 n_2 \sin \theta_i}}$$

$$\beta^{TE} = \frac{2n_1^3 \cos^2 \theta_i \sin \theta_i - 2(\sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i})^2 \cdot n_1 \sin \theta_i}{-2n_1 n_2 \cos \theta_i}$$

$$\beta^{TE} = \frac{-n_1^3 \cos^2 \theta_i \sin \theta_i + (\sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i})^2 \cdot n_1 \sin \theta_i}{n_1 n_2 \cos \theta_i}$$

$$\beta^{TE} = -\frac{\sin \theta_i (n_1^2 \cos^2 \theta_i + n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \theta_i)}{n_2 \cos \theta_i}$$

Se sigue el mismo procedimiento para la obtener β con polarización TM.

APÉNDICE B

Código de programación del Microcontrolador PIC18F452.

```
#include <18F452.h>
#fuses XT,NOWDT,NOPROTECT,NOLVP
#use delay(clock=4000000)
#use rs232(baud=9600, xmit=PIN_C4,rcv=PIN_C5)
int estado;
int dato;
int pasos;
int muestras;
/////////////////////////////////////////////////////////////////
void paso(void){ //las subrutinas se colocan antes de void main
if(estado==10){
    estado=8;
    output_d(estado);
}
else if(estado==8){
    estado=9;
    output_d(estado);
}
else if(estado==9){
    estado=1;
    output_d(estado);
}
else if(estado==1){
    estado=5;
    output_d(estado);
}
else if(estado==5){
    estado=4;
    output_d(estado);
}
else if(estado==4){
    estado=6;
    output_d(estado);
}
else if(estado==6){
    estado=2;
    output_d(estado);
}
else{
    estado=10;
    output_d(estado);
}
}
/////////////////////////////////////////////////////////////////
```

```

void pasoatras(void){ //las subrutinas se colocan antes de void main, rutina que define los paso
hacia atras
if(estado==10){
    estado=2;
    output_d(estado);
}
else if(estado==2){
    estado=6;
    output_d(estado);
}
else if(estado==6){
    estado=4;
    output_d(estado);
}
else if(estado==4){
    estado=5;
    output_d(estado);
}
else if(estado==5){
    estado=1;
    output_d(estado);
}
else if(estado==1){
    estado=9;
    output_d(estado);
}
else if(estado==9){
    estado=8;
    output_d(estado);
}
else{
    estado=10;
    output_d(estado);
}
}

////////////////////////////////////
void desplazamiento(int Pasos){ //subrutina que recibe como argumento un entero (Pasos)
int i; // se declara un entero que se usa como indice en el ciclo for
for(i=1;i<=Pasos;i++){ //se manda a llamar la rutina pasos
    paso(); //se llama a la subrutina paso
    delay_ms(10);
}
}

void regresa(int Pasos,int Muestras){ //subrutina que recibe como argumento un entero (Pasos), de
regreso
int i; // se declara un entero que se usa como indice en el ciclo for
for(i=1;i<=(Pasos*(Muestras-1));i++){ //se manda a llamar la rutina pasos
    pasoatras(); //se llama a la subrutina paso
    delay_ms(10);
}
}

////////////////////////////////////

```

```

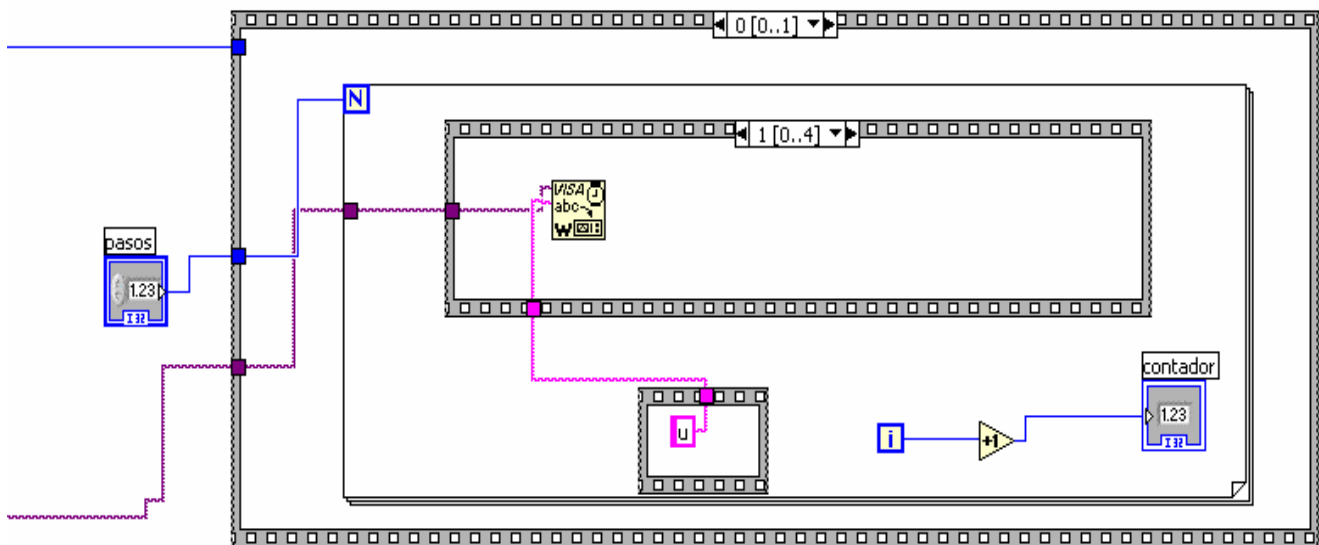
void main() {
int p;
int m;
int i; // se define una variable auxiliar entera
while(true){
output_high(PIN_A0);//////////////////////////////////// Se inicia el programa correctamente
pasos=0;
dato=getch();
while(dato==117){
pasos++;
dato=getch();
}
muestras=0;
while(dato==118){
muestras++;
dato=getch();
}
output_high(PIN_A1);//////////////////////////////////// Se cargaron los valores
correctamente
p=pasos;
m=muestras;

estado=10;
for(i=1;i<=m-1;i++){ // ciclo para ejecutar m-1 numero de grupos de pasos,
desplazamiento(p); //subrutina para mover el motor hacia adelante
getch();
}
output_high(PIN_A3);
regresa(p,m); // subrutina para retornar al punto inicial
output_high(PIN_A4);
}
}
////////////////////////////////////

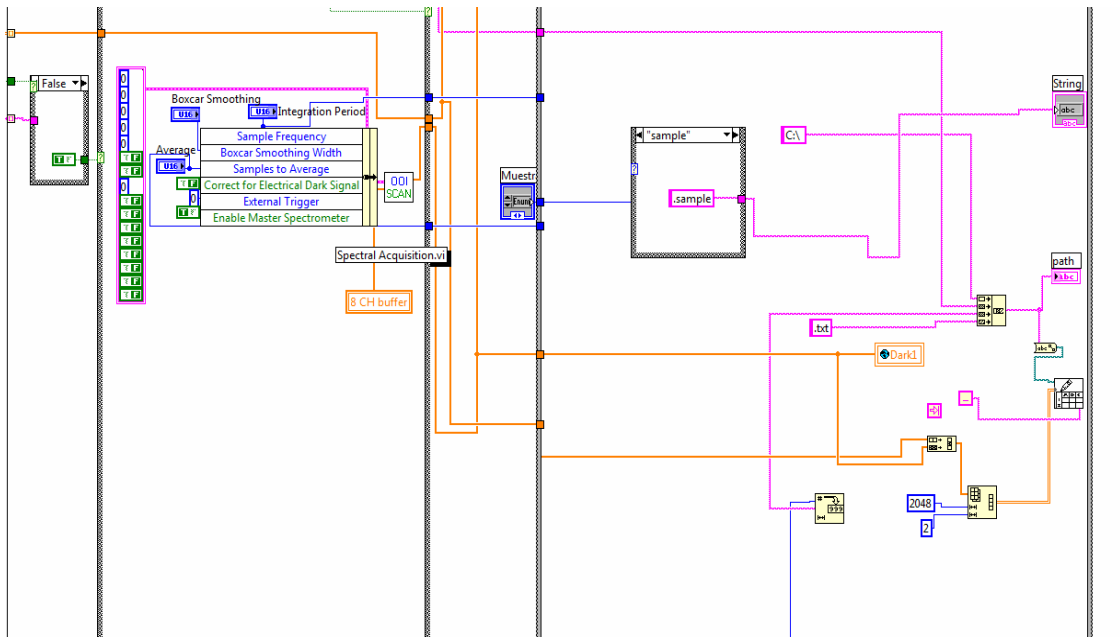
```

APÉNDICE C

Interfaz en Labview para controlar el motor



Interfaz en Labview para controlar el espectrofotómetro y guardar archivos.



APÉNDICE D

Programa de procesamiento de datos realizado en Matlab.

```
function varargout = interfaz(varargin)
% INTERFAZ M-file for interfaz.fig
gui_Singleton = 1;
gui_State = struct('gui_Name',       mfilename, ...
                  'gui_Singleton',   gui_Singleton, ...
                  'gui_OpeningFcn',  @interfaz_OpeningFcn, ...
                  'gui_OutputFcn',  @interfaz_OutputFcn, ...
                  'gui_LayoutFcn',   [], ...
                  'gui_Callback',    []);
if nargin && ischar(varargin{1})
    gui_State.gui_Callback = str2func(varargin{1});
end

if nargout
    [varargout{1:nargout}] = gui_mainfcn(gui_State, varargin{:});
else
    gui_mainfcn(gui_State, varargin{:});
end
function interfaz_OpeningFcn(hObject, eventdata, handles, varargin)
handles.referencia = 0;
handles.solvente = 0;
handles.muestra= 0;
handles.refsolvente=0;
handles.refmuestra=0;
handles.lambdas=0;
handles.total=0;
handles.Linicial=0;
handles.Lfinal=0;
handles.Tinicial=0;
handles.Tfinal=0;
handles.foco=0;
handles.totalang=0;
handles.resolucion=0;
handles.theta=0;
handles.solventegraf=0;
handles.muestragraf=0;
handles.output = hObject;
guidata(hObject, handles);
function varargout = interfaz_OutputFcn(hObject, eventdata, handles)
varargout{1} = handles.output;
function edit1_Callback(hObject, eventdata, handles)
function edit1_CreateFcn(hObject, eventdata, handles)

if ispc && isequal(get(hObject,'BackgroundColor'), get(0,'defaultUicontrolBackgroundColor'))
    set(hObject,'BackgroundColor','white');
end
function pushbutton1_Callback(hObject, eventdata, handles)
raiz1=get(handles.edit1, 'String');
```

```

raiz2=get(handles.edit2, 'String');
raiz3=get(handles.edit3, 'String');
%disp(raiz1)
ext=['.txt'];
handles.total=str2double(get(handles.edit5,'String'));
for i=1:handles.total
    nvaraiz=[raiz1 int2str(i)];%%concatena un indice a cada nombre de archivo
    nombre=[nvaraiz ext];
    matriz=load(nombre); %%abre el archivo con los datos, en dos columnas
    matriz_gde_agua(:,i)=matriz(:,2); %%la segunda columna contiene los datos de intensidad
end
handles.solvente = matriz_gde_agua;
lambdas=matriz(:,1);%%la primera columna contine los valores de lambdas
handles.lambdas=lambdas;

for i=1:handles.total
    nvaraiz=[raiz2 int2str(i)];%%concatena un indice a cada nombre de archivo
    nombre=[nvaraiz ext];
    matriz=load(nombre); %%abre el archivo con los datos, en dos columnas
    matriz_gde_aire(:,i)=matriz(:,2); %%la segunda columna contiene los datos de intensidad
end
handles.referencia = matriz_gde_aire;
for i=1:handles.total
    nvaraiz=[raiz3 int2str(i)];%%concatena un indice a cada nombre de archivo
    nombre=[nvaraiz ext];
    matriz=load(nombre); %%abre el archivo con los datos, en dos columnas
    matriz_gde_muestra(:,i)=matriz(:,2); %%la segunda columna contiene los datos de intensidad
end
handles.muestra = matriz_gde_muestra;
raiz4=get(handles.edit4, 'String');
matrizdark=load([raiz4 ext]);

for i=1:handles.total
    matriz_gde_dark(:,i)=matrizdark(:,2); %%todas las columnas de la matriz dark son iguales
end
Inter1=matriz_gde_agua-matriz_gde_dark;
Inter2=matriz_gde_aire-matriz_gde_dark;%%se resta el archivo dark(offset) al archivo aire
Inter3=matriz_gde_muestra-matriz_gde_dark;

normal=Inter1./Inter2; %%se normaliza el solvente con respecto al aire
normal2=Inter3./Inter2;%%se normaliza la muestra con respecto al aire
handles.refsolvente=normal;
handles.refmuestra=normal2;
set(handles.edit9,'String',handles.total)
guidata(hObject,handles);
function edit2_Callback(hObject, eventdata, handles)
function edit2_CreateFcn(hObject, eventdata, handles)
if ispc && isequal(get(hObject,'BackgroundColor'), get(0,'defaultUicontrolBackgroundColor'))
    set(hObject,'BackgroundColor','white');
end
function edit3_Callback(hObject, eventdata, handles)
function edit3_CreateFcn(hObject, eventdata, handles)
if ispc && isequal(get(hObject,'BackgroundColor'), get(0,'defaultUicontrolBackgroundColor'))
    set(hObject,'BackgroundColor','white');
end
function edit4_Callback(hObject, eventdata, handles)

```

```

function edit4_CreateFcn(hObject, eventdata, handles)
if ispc && isequal(get(hObject,'BackgroundColor'), get(0,'defaultUicontrolBackgroundColor'))
    set(hObject,'BackgroundColor','white');
end
function popupmenu1_Callback(hObject, eventdata, handles)
function popupmenu1_CreateFcn(hObject, eventdata, handles)
if ispc && isequal(get(hObject,'BackgroundColor'), get(0,'defaultUicontrolBackgroundColor'))
    set(hObject,'BackgroundColor','white');
end
function boton2_Callback(hObject, eventdata, handles)
grafica = get(handles.popupmenu1, 'Value');
handles.Linicial=str2double(get(handles.edit6,'String'));
handles.Lfinal=str2double(get(handles.edit8,'String'));
handles.Tinicial=str2double(get(handles.edit7,'String'));
handles.Tfinal=str2double(get(handles.edit9,'String'));
handles.foco=str2double(get(handles.edit11,'String'))/100;
handles.resolucion=str2double(get(handles.edit10,'String'));
for i=1:length(handles.lambdas)
    if floor(handles.lambdas(i))==handles.Linicial
        Li=i;
        break
    end
end
for i=1:length(handles.lambdas)
    if floor(handles.lambdas(i))==handles.Lfinal
        Lf=i;
        break
    end
end
handles.totalang=handles.resolucion*(1e-6)*(1:handles.total);
handles.theta=atan2(handles.totalang,handles.foco);
switch grafica
case 1
    cla
    for i=1:handles.total
        plot(handles.lambdas,handles.solvente(:,i));
        hold on
    end
    xlabel('\lambda [nm]')
    ylabel('Intensidad [cuentas]')
case 2
    cla
    for i=1:handles.total
        plot(handles.lambdas,handles.referencia(:,i),'r');
        hold on
    end
    xlabel('\lambda [nm]')
    ylabel('Intensidad [cuentas]')
case 3
    cla
    for i=1:handles.total
        plot(handles.lambdas,handles.muestra(:,i),'g');
        hold on
    end
    xlabel('\lambda [nm]')
    ylabel('Intensidad [cuentas]')

```

```

case 4
    cla
    if(get(handles.radiobutton4,'Value'))
        solventegraf=handles.refsolvente( Li:Lf, handles.Tinicial:handles.Tfinal );
        for i=1:Lf-Li
            plot(handles.Tinicial:handles.Tfinal,solventegraf(:,i),'r')
            hold on
        end
        ylabel('Reflectancia')
        xlabel('Posiciones')
    else
        solventegraf=handles.refsolvente( Li:Lf, handles.Tinicial:handles.Tfinal );
        for i=1:Lf-Li
            plot(handles.theta(handles.Tinicial:handles.Tfinal),solventegraf(:,i),'g')
            hold on
        end
        ylabel('Reflectancia')
        xlabel('\Delta Angulo')
    end
case 5
    cla
    if(get(handles.radiobutton4,'Value'))
        muestragraf=handles.refmuestra( Li:Lf, handles.Tinicial:handles.Tfinal );
        for i=1:Lf-Li
            plot(handles.Tinicial:handles.Tfinal,muestragraf(:,i),'g')
            hold on
        end
        ylabel('Reflectancia')
        xlabel('Posiciones')
    else
        muestragraf=handles.refmuestra( Li:Lf, handles.Tinicial:handles.Tfinal );
        for i=1:Lf-Li
            plot(handles.theta(handles.Tinicial:handles.Tfinal),muestragraf(:,i),'g')
            hold on
        end
        ylabel('Reflectancia')
        xlabel('\Delta Angulo')
    end
end

guidata(hObject,handles);
function edit5_Callback(hObject, eventdata, handles)
function edit5_CreateFcn(hObject, eventdata, handles)
if ispc && isequal(get(hObject,'BackgroundColor'), get(0,'defaultUicontrolBackgroundColor'))
    set(hObject,'BackgroundColor','white');
end
function edit6_Callback(hObject, eventdata, handles)
function edit6_CreateFcn(hObject, eventdata, handles)
if ispc && isequal(get(hObject,'BackgroundColor'), get(0,'defaultUicontrolBackgroundColor'))
    set(hObject,'BackgroundColor','white');
end
function edit7_Callback(hObject, eventdata, handles)
function edit7_CreateFcn(hObject, eventdata, handles)
if ispc && isequal(get(hObject,'BackgroundColor'), get(0,'defaultUicontrolBackgroundColor'))
    set(hObject,'BackgroundColor','white');
end
end

```

```
function edit8_Callback(hObject, eventdata, handles)
function edit8_CreateFcn(hObject, eventdata, handles).
if ispc && isequal(get(hObject,'BackgroundColor'), get(0,'defaultUicontrolBackgroundColor'))
    set(hObject,'BackgroundColor','white');
end
function edit9_Callback(hObject, eventdata, handles)
function edit9_CreateFcn(hObject, eventdata, handles)
if ispc && isequal(get(hObject,'BackgroundColor'), get(0,'defaultUicontrolBackgroundColor'))
    set(hObject,'BackgroundColor','white');
end
)
set(handles.radiobutton4, 'Value', 0);
```

```
function radiobutton4_Callback(hObject, eventdata, handles)
set(handles.radiobutton3, 'Value', 0);
function edit10_Callback(hObject, eventdata, handles).
function edit10_CreateFcn(hObject, eventdata, handles)
if ispc && isequal(get(hObject,'BackgroundColor'), get(0,'defaultUicontrolBackgroundColor'))
    set(hObject,'BackgroundColor','white');
end
function edit11_Callback(hObject, eventdata, handles)
function edit11_CreateFcn(hObject, eventdata, handles)
if ispc && isequal(get(hObject,'BackgroundColor'), get(0,'defaultUicontrolBackgroundColor'))
    set(hObject,'BackgroundColor','white');
end
function pushbutton3_Callback(hObject, eventdata, handles)
```