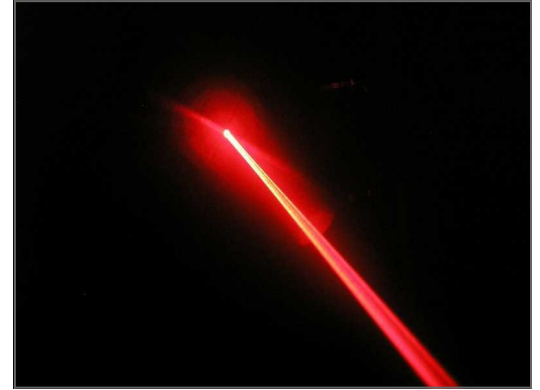


Espectrometría Infrarroja y calibración del instrumento.

La óptica es la rama de la física que se encarga del estudio de la radiación electromagnética y su interacción con la materia. Anteriormente hemos mostrado los fenómenos y los instrumentos que miden y analizan estas interacciones (reflexión, refracción, transmisión y absorción).



También sabemos que la radiación electromagnética se transmite en el medio a través de ondas y, como toda onda, posee características muy particulares, las cuales definirán los efectos que la radiación ocasionará al interactuar con los objetos.

Estas características son: la **longitud de onda**, que es la distancia existente entre dos crestas o dos valles de la radiación, y la **frecuencia**, definido como el número de ciclos por unidad de tiempo y que es inversamente proporcional a la longitud de onda. Se sabe, por Heinrich Hertz, que todas las ondas electromagnéticas, sea cual sea su longitud de onda y frecuencia, viajan a la velocidad de la luz, por lo que conociendo uno de los dos parámetros podemos obtener el otro usando esta rapidez como constante de proporcionalidad.

En esta edición, exponemos lo que es la radiación electromagnética.

Apasionados por la Metrología

La Guía MetAs, es el boletín electrónico de difusión periódica de MetAs & Metrologos Asociados.

En *La Guía MetAs* se presentan: noticias de la metrología, artículos e información técnica; seleccionada por nuestros colaboradores, que deseamos compartir con Usted, colegas, usuarios, clientes, estudiantes, amigos y en fin, con todos aquellos interesados o relacionados con la metrología técnica e industrial.

Calle: Antonio Caso # 246 Colonia: Centro
49 000, Cd. Guzmán, Zapotlán El Grande, Jalisco, México.
Teléfono & Fax: 01 (341) 4 13 61 23 multi-línea
E-mail: laguiametas@metas.mx. Web: www.metas.com.mx

Servicios Metrológicos:

Laboratorio de Calibración:

Presión, Alto Vacío, Temperatura Contacto & Radiación, Humedad, Eléctrica, Vibraciones, Masa, Densidad, Volumen y Óptica

Ingeniería:

Venta de Instrumentos, Desarrollo de Sistemas de Medición y Software, Reparación y Mantenimiento

Gestión Metrológica:

Subcontratación de Servicios, Outsourcing, Selección de Proveedores, Confirmación Metrológica

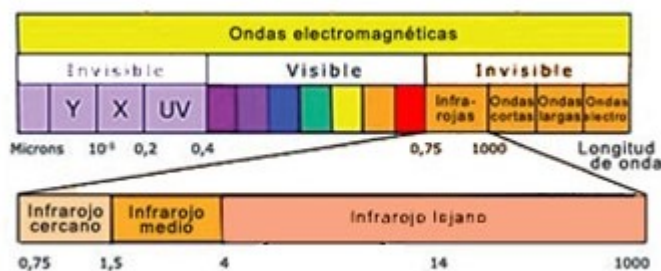
Consultoría:

Capacitación, Entrenamiento, Asesoría, Auditorías, Ensayos de Aptitud, Sistemas de Calidad

ca cuyas longitudes de onda van de $0,7 \mu\text{m}$ a $1\ 000 \mu\text{m}$ y frecuencias de $4,3 \times 10^{14} \text{ Hz}$ a $3 \times 10^{11} \text{ Hz}$ aproximadamente, correspondiente al intervalo **Infrarrojo** del espectro electromagnético.

EL ESPECTRO ELECTROMAGNÉTICO

Es la representación gráfica de la radiación electromagnética a manera de escala, en donde se muestran las frecuencias y u o longitudes de onda de las distintas regiones que componen a esta radiación. En otras ediciones se habló de las regiones Ultravioleta y Visible (de 10 nm a 780 nm en longitud de onda), esta vez se trabajará con longitudes de onda mucho más grandes como es la región infrarroja.



Como podemos ver en la figura que representa al espectro electromagnético, el intervalo infrarrojo tiene una amplitud tan amplia que debe dividirse en las regiones IR cercano (NIR por sus siglas en inglés), IR medio (MIR) y el IR lejano (FIR).

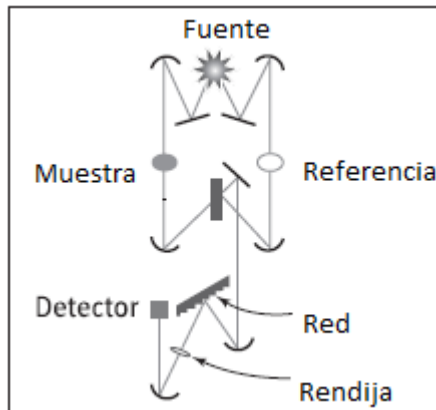
Espectro
Electromagnético

La instrumentación actual en Infrarrojo tiene la capacidad de realizar mediciones en la región del infrarrojo medio en su mayoría, sin embargo muchos espectrofotómetros UV-Visible con un intervalo más elevado pueden detectar el NIR (hasta aproximadamente $1\ 100 \text{ nm}$). En el FIR no hay gran cantidad de instrumentos pero también existen.

ESPECTRÓMETROS FT-IR MEDIO

El fundamento de medición para espectrofotómetros y espectrómetros es básicamente el mismo: incidir cierta cantidad de radiación sobre una muestra para después detectar la radiación transmitida (y por tanto absorbida) por la misma. Sin embargo, la instrumentación si es muy distinta, ya que las fuentes de energía infrarrojas son muy distintas a las lámparas generadoras de luz ultravioleta o visible. Además en los espectrómetros infrarrojo, la radiación que incide en la muestra es completa para luego pasar al detector, a diferencia de los espectrofotómetros UV-Visible en donde primero se descompone la luz por el sistema monocromador y luego únicamente la longitud de onda seleccionada será la que incida en la muestra. En cuanto a los detectores, los de UV-Vis son sensibles a la luz (fototubo, fotomultiplicador, diodos de silicio), mientras que en los espectrómetros IR se usan detectores de conductividad térmica.

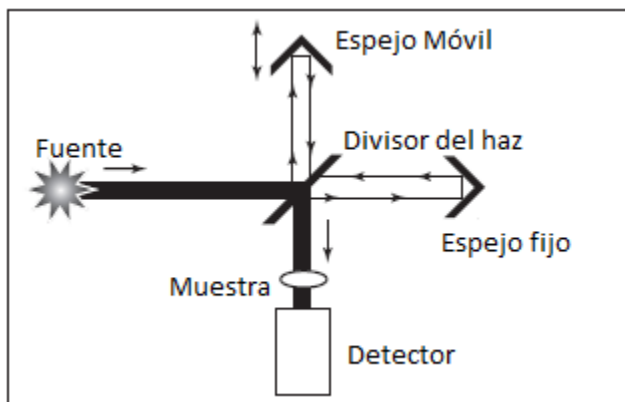
Existen dos clases de espectrómetro IR, a pesar de que uno de ellos ya está en desuso. Estos son los espectrómetros dispersivos IR y los espectrómetros IR por transformada de Fourier (FT-IR), los segundos son los más utilizados por su rapidez y exactitud en las mediciones. Los espectrómetros dispersivos son muy similares a los espectrofotómetros UV-Visible de doble haz, salvo que el sistema monocromador del IR, selecciona la longitud de onda después de incidir en la muestra a diferencia de los UV-Vis en donde primero se monocroma la luz y luego pasa por la muestra.



Sistema óptico del espectrómetro IR dispersivo.

Interferómetro

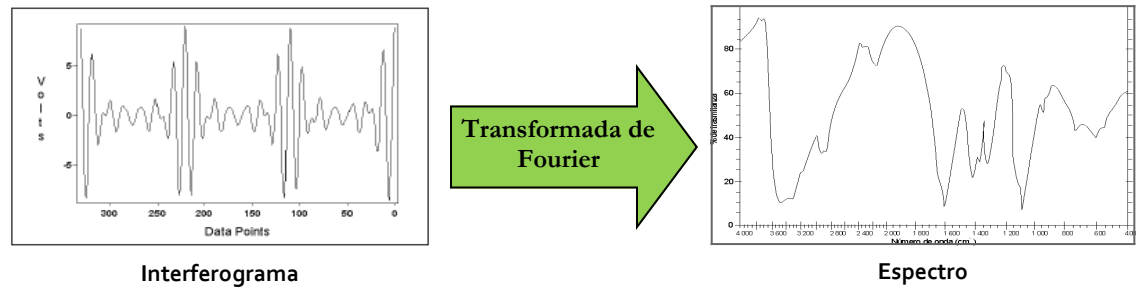
Los FT-IR, por otro lado, poseen un dispositivo que les proporciona exactitud, precisión y rapidez, este dispositivo es un interferómetro, que cuenta con un láser a una longitud de onda estable que funciona como referencia de la luz, y dos espejos, uno móvil y otro fijo que sirven para generar la interferencia.



Sistema óptico del espectrómetro FT-IR.

En este instrumento no se genera un espectro directamente como en Ultravioleta, Visible e IR dispersivo. El detector genera un interferograma y mediante un algoritmo conocido como transformada de Fourier

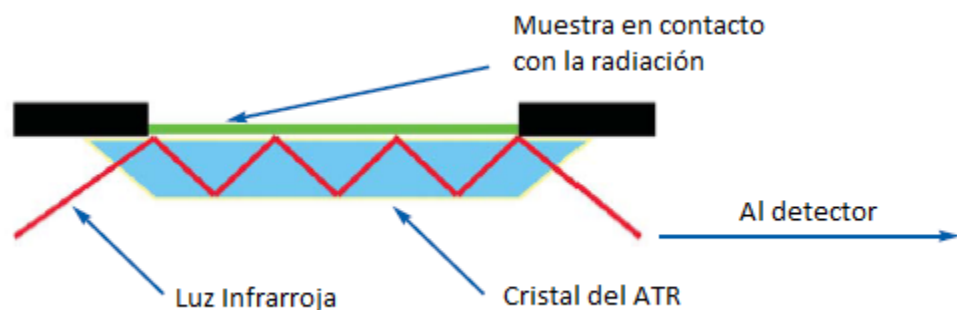
(de ahí el nombre), el software mostrará el espectro correspondiente.



Estas características (láser y espejos) le dan precisión y exactitud al equipo, y el que no exista una descomposición de la radiación le confiere rapidez. Es por esto, que los sistemas dispersivos están en desuso, ya que en comparación, son muchas más las ventajas de los FT-IR que las desventajas (costos).

Otro accesorio incluido en los espectrómetros más recientes es el ATR, es importante mencionar que para la medición de una muestra en estos instrumentos puede estar en cualquier estado (líquido, sólido o gas), para medir se requiere de una previa preparación y montaje, para los sólidos se debe hacer una mezcla en una matriz de KBr, aplicar presión y obtener una pastilla que se montará en el compartimiento de muestras, para los líquidos existen celdas especiales. El ATR (Reflectancia Total Atenuada) es un dispositivo que tiene dos funciones, la primera de ellas es eliminar los pre-tratamientos antes mencionados y la segunda es la de mejorar la señal del instrumento tras incidir en la muestra.

Escala a calibrar:
Número de onda (σ)

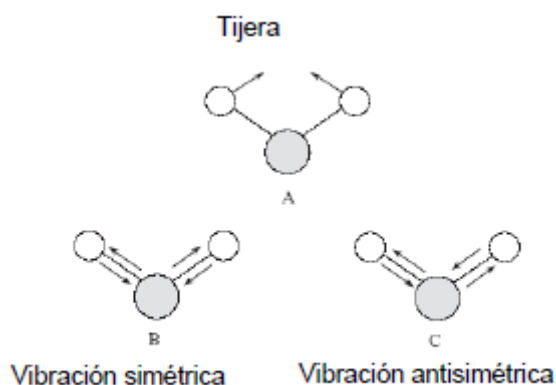


En la técnica de ATR lo más importante es que toda la superficie del cristal esté en contacto con la muestra, este cristal tiene un alto índice de refracción que le permitirá reflejar la radiación de 5 a 10 veces atenuando el haz transmitido (cada que refleja la señal mejora).

FUNDAMENTO FÍSICO-QUÍMICO DE LA TÉCNICA

Antes señalamos que cada región del espectro electromagnético tiene diferente interacción con la materia dependiendo de su longitud de onda/frecuencia, esto se debe principalmente a que la cantidad de energía es inversamente proporcional a la longitud de su onda, es decir a mayor longitud de onda menor será la energía de esta y viceversa. Es por esto que la energía de ondas de muy baja longitud de onda (rayos gamma) puede afectar a la materia a niveles subatómicos, por otro lado las ondas de radio, de muy baja energía y enorme longitud de onda no nos afectan a pesar de que estemos en contacto con ellas en todo momento.

En el caso del infrarrojo, la energía generada actuará a nivel molecular afectando a los enlaces covalentes de los compuestos orgánicos. Es decir, la absorción de esta energía por una molécula ocasionará vibraciones (de tensión y de flexión) en sus enlaces y deformaciones en su estructura resultado de las mismas.



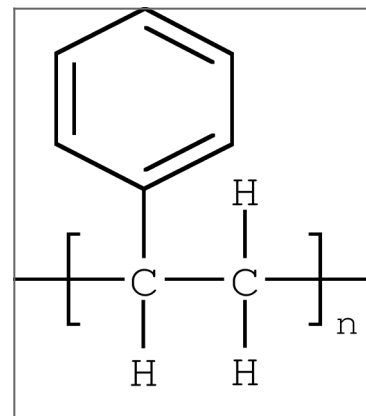
Las moléculas excitadas por radiación infrarroja pueden presentar vibraciones de flexión y de tensión.

Cada vibración involucra que exista mayor absorción y por tanto menor transmisión generando bandas espectrométricas características en un intervalo de número de onda. Estas bandas pueden ser utilizadas para análisis cualitativos (elucidación estructural, identificación de grupos funcionales) o cuantitativos (ley de Lambert-Beer).

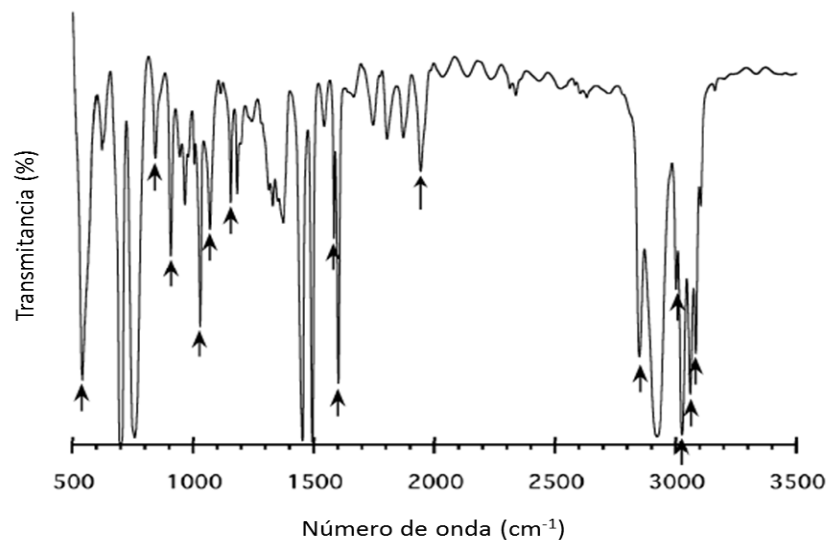
CALIBRACIÓN DE ESPECTRÓMETROS FT-IR

En estos instrumentos únicamente se calibrará la escala de número de onda (σ), ya que, como mencionamos, la medición de la transmitancia y absorbancia no se hace directamente con el detector, es el resultado de una serie de cálculos matemáticos conocidos como Transformada de Fourier.

La escala de número de onda (σ), es una escala de frecuencia que indica el número de veces que vibra una onda en una unidad de distancia que se encuentra en cm^{-1} y es el inverso de la escala de longitud de onda. La calibración de la escala se realiza con un material de referencia certificado, este es una película de poliestireno el cual presenta bandas de absorción características en la región infra-



roja las cuales son medidas y certificadas por Institutos Nacionales de Metrología (incluido el CENAM).



Espectro IR de la película de poliestireno. Se señalan las bandas certificadas de transmisión.

El Poliestireno es un polímero compuesto por n unidades de vinil benceno (estireno)

Debido a que no es una técnica altamente reproducible, para la calibración se deben de realizar seis mediciones, localizar las bandas de transmisión (mínimo de transmitancia) y reportar el promedio.

CONCLUSIONES

Los espectrómetros Infrarrojo por transformada de Fourier (FT-IR) son instrumentos que tienen la capacidad de medir la cantidad de radiación absorbida y transmitida por una sustancia en la región del espectro electromagnético desde $0,7 \mu\text{m}$ a $1\ 000 \mu\text{m}$ de longitud de onda. Como todo instrumento analítico, los FT-IR's trabajan con un error y una incertidumbre instrumental y por tanto están sujetos a una calibración. Dicha calibración se realiza con un material de referencia que es una película de poliestireno con bandas de transmisión certificadas.

Actualmente, el Laboratorio de Metrología Óptica de MetAs & Metrólogos Asociados proporciona el servicio acreditado (EMA) de calibración de espectrómetros FT-IR.

REFERENCIAS

Nava-Jaimes H, Pezet-Sandoval F, Hernández-Gutiérrez I. El sistema internacional de unidades (SI). 3a. Edición. Los Cués: Centro Nacional de Metrología, 2001.

Skoog DA, Crouch SR, Holler FJ. Principios de análisis instrumental. 6a. Edición. Distrito Federal: Cengage Learning, 2008.

Smith FG, Thompson JH. Óptica. Distrito Federal: Editorial Limusa, 1979.

National Institute of Standards & Technology. Certificate SRM 1921b Infrared transmission wavelength standard. Gaithersburg: NIST, 2010.