

**DISEÑO E IMPLEMENTACIÓN DE UN SISTEMA ÓPTICO DE DETECCIÓN DE
IRRADIANCIA PARA ESTABLECER EL RANGO DE TAMAÑO DE
PARTÍCULAS**

**LUZ ADRIANA PLAZAS PEMBERTHY
LAURA MARCELA VASQUEZ LOPEZ**

**Trabajo de grado presentado como requisito parcial para optar al título de
Ingeniera Física**

**Director
ING. MARIO MILVER PATIÑO VELASCO**

**UNIVERSIDAD DEL CAUCA
FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES, EXACTAS Y DE LA EDUCACIÓN
DEPARTAMENTO DE FÍSICA
PROGRAMA DE INGENIERÍA FÍSICA
POPAYÁN
2012**

**DISEÑO E IMPLEMENTACIÓN DE UN SISTEMA ÓPTICO DE DETECCIÓN DE
IRRADIANCIA PARA ESTABLECER EL RANGO DE TAMAÑO DE
PARTÍCULAS**

**LUZ ADRIANA PLAZAS PEMBERTHY
LAURA MARCELA VÁSQUEZ LÓPEZ**

**UNIVERSIDAD DEL CAUCA
FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES, EXACTAS Y DE LA EDUCACIÓN
DEPARTAMENTO DE FÍSICA
PROGRAMA DE INGENIERÍA FÍSICA
POPAYÁN
2012**

Nota de aceptación

Aprobado

Director Mario Milver Patiño V.
Ing. Mario Milver Patiño Velasco

Jurado Luis Fernando Echeverri
Msc. Luis Fernando Echeverri

Jurado Diego Alberto Bravo M
Ing. Diego Alberto Bravo M

Fecha de sustentación: Popayán, Marzo 22 de 2012

AGRADECIMIENTOS

Agradezco principalmente a Dios, por haberme permitido finalizar con éxito esta nueva etapa en mi vida, dándome todas las fuerzas necesarias para seguir cuando me sentía desfallecer.

A mi familia por ser el pilar fundamental en mi vida, especialmente a mi mamita Gloria Stella por ser un apoyo incondicional, por darme ánimos cuando lo necesitaba, por aconsejarme y por ser la mejor mamá del mundo, a mi papá Heimer Vásquez por su apoyo, a mi hermano Juan Camilo por estar siempre pendiente de mi, a mi sobrinito precioso Juanjo por ser la personita que con su inocencia e inteligencia llena mi vida de alegría y me da fuerzas para seguir, y a mis abuelos, tíos y primos por confiar en mí, desearme siempre lo mejor y apoyarme siempre con todos mis proyectos.

A mis amigos Laura O., Yady, Luza, Carlitos, Hernán, Olga, Yisel, Emiliana, Eliza V., Luisa C., Dago, Ferrin, Corchuelin, Pablo, Gulle, Ospi, Willy, Vane, Adri por estar siempre pendientes del trabajo, por darme ánimos cuando todo parecía estar mal, por compartir tantos momentos alegres y tristes , por su compañerismo y por siempre desearme lo mejor. También, de forma especial a mis mejores amigos Julita y Fabi D. por creer en mí, por apoyarme, aconsejarme y ser siempre incondicionales conmigo.

De igual manera un agradecimiento enorme al grupo de óptica y láser, a Leo y especialmente a Mario por abrirme las puertas del grupo, por orientarme, y brindarme todos sus conocimientos desinteresadamente, por creer en mí y apoyarme en forma incondicional para logara un excelente resultado de este proyecto de investigación. Agradezco a la familia Plazas Pemberthy por estar siempre pendientes y desearnos los mejor, especialmente a Luza por ser mi

confidente, compañera, consejera, por estar siempre dispuesta a escucharme, por ser realmente mi amiga.

A todos los profesores del departamento de física, les agradezco por su colaboración y enseñanzas a lo largo de la carrera y finalmente a la Universidad del Cauca por la calidad de la formación que recibí que permitió formarme como una ingeniera física.

Laura Marcela Vásquez López

AGRADECIMIENTOS

Agradezco primero que todo a Dios, por haberme dado la vida, la oportunidad de crecer, por bendecirme constantemente y permitirme alcanzar los logros propuestos en mi vida. Por iluminarme y orientarme para seguir el camino del bien y por ser mí consuelo en momentos de desilusión.

Le doy gracias a mi familia, a mi mami Luz Stella, mi papi Adolfo, mis hermanos Santiago y Julián, por brindarme su amor y apoyo constante, por corregirme, animarme y alentarme a salir siempre adelante y a dar lo mejor de mí, a mis abuelitos, tíos y primos por estar siempre tan pendientes de mi, por darme su amor, y por tenerme siempre en sus oraciones. A Carlos Andrade, mi novio, le agradezco mucho por ser siempre mi apoyo, por ayudarme y animarme en todo momento, bueno y malo y porque siempre hace todo lo posible por hacerme Feliz.

Agradezco a todas mis amigas: Diana, Gigi, Vivis, Lina, Luisa, Cindy, Ana G, Ana C y Adri, que me han acompañado desde el colegio, por siempre estar conmigo en las situaciones buenas y malas, por compartirme siempre su alegría y darme los mejores ánimos. A mis amigos y amigas de la universidad: JuanFer, Cami, Ospi, Yady, Laura O, Laura V, Javier, Richi, Guille, Pablo, Peke, Dago, Willy, Vane, Ferrin, Corchuelito, Juan David, Galvis, Reina, por compartir conmigo tantos momentos, por compartir los sufrimientos de los parciales y la alegría de las buenas notas, por los trasnochos y madrugadas y por estar siempre pendientes de cómo evolucionaba este trabajo. A mis mejores amigos Juan Fernando Casanova y Diana Carolina Salas, por ser los amigos más especiales en mi vida, por apoyarme siempre, por decirme la verdad cuando es necesario, por escucharme y darme sus concejos, y por siempre animarme y brindarme una sonrisa.

Agradezco mucho al Grupo de óptica y láser, a Mario y Leo por orientarnos, corregirnos, instruirnos y brindarnos toda su buena voluntad y apoyo para que esta investigación saliera adelante. A todos los compañeros, profesores, estudiantes y

jóvenes investigadores que hacen parte de este grupo, por ser una segunda familia y brindarme un segundo hogar durante el tiempo que estuve trabajando en el laboratorio. En especial a mi amiga y compañera de trabajo de grado Laura Vásquez, por todo su esfuerzo, paciencia y perseverancia para que juntas pudiéramos terminar esta investigación.

A todos los profesores del Departamento de Física, y a los que me brindaron sus conocimientos durante toda la carrera, les agradezco porque siempre tienen algo para aportarnos, por enseñarnos siempre de la mejor manera y por esforzarse tanto para que nuestra carrera, ingeniería física, salga adelante, tenga un buen nombre y siempre demos lo mejor. También les agradezco por siempre sacar un espacio para atendernos y resolver nuestras dudas, por colaborarnos con las muestras para las mediciones y por darnos siempre sus mejores deseos y ánimos.

Agradezco a Universidad del Cauca, por formarme como profesional, por la gran calidad de la formación que recibí y por darme seis años de alegría mientras iba creciendo como ingeniera física.

Luz Adriana Plazas P.

TABLA DE CONTENIDO

RESUMEN	1
INTRODUCCIÓN	2
1. CONSIDERACIONES TEÓRICAS Y EXPERIMENTALES	5
1.1 CONSIDERACIONES TEÓRICAS	5
1.1.1 Principios teóricos del láser	5
1.1.3 Esparcimiento Rayleigh	18
1.1.4 Esparcimiento Mie	18
1.1.5 Funciones de fase	20
1.1.6 Técnicas ópticas	22
1.2 CONSIDERACIONES EXPERIMENTALES	25
1.2.1 Ley de Snell	25
1.2.3 Ley de Malus	26
1.2.4 Herramienta CAD	27
1.2.5 Acondicionamiento de señales	27
1.2.6 Interfaz USB	28
1.2.7. Microscopía	28
REFERENCIAS	30
2. SISTEMA DESARROLLADO	33
2.1 REQUERIMIENTOS	33
2.2. DISEÑO EXPERIMENTAL DEL MONTAJE	34
2.2.1 Posicionador	34
2.2.2 Sistema rotatorio	38
2.2.3 Diseño del sistema electrónico	41

2.2.4. Caracterización de los componentes ópticos y electrónicos del sistema	42
2.2.5 Protocolo de la preparación de la muestra	47
2.3. IMPLEMENTACIÓN DEL SISTEMA.....	48
2.4 SISTEMA DE ADQUISICIÓN DE DATOS	50
2.5 CALIBRACIÓN DEL SISTEMA.....	51
2.5.1 Características de la muestra.....	51
2.5.2 Características del medio de suspensión para la muestra	52
2.5.3 Características de la concentración	52
2.6 EVALUACIÓN DEL SISTEMA.....	53
REFERENCIAS	54
3. RESULTADOS Y ANÁLISIS	55
3.1 ACONDICIONAMIENTO DIGITAL DE LOS DATOS	55
3.2. ADECUACIÓN DE LA MUESTRA	57
3.2.1 Propiedades de los polvos	57
3.2.2 Definición y caracterización del medio de suspensión para la muestra..	58
3.2.3 Determinación de la concentración ideal.....	59
3.3 RESULTADOS OBTENIDOS	60
3.3.1 Posición y valor de los picos máximos	66
3.3.2 Primera y segunda derivada.....	67
3.3.3 Pendientes de subida y bajada de los picos máximos	68
3.3.4 Integral: Área bajo la curva central	71
3.3.5 Ancho de pico de potencia mitad	72
REFERENCIAS	74
CONCLUSIONES	75

TABLA DE FIGURAS

Figura 1.1 Esquema de un generador de láser.....	6
Figura 1.2 Perfil de intensidad gaussiano del laser.....	6
Figura 1. 3 Comportamiento del haz Gaussiano.....	7
Figura 1. 4 Propagación de la luz en un medio	8
Figura 1.5 Esparcimiento debido a un obstáculo	9
Figura 1.6 Ondas secundarias esparcidas a una distancia P	14
Figura 1.7 Esparcimiento de luz por una partícula	16
Figura 1.8 Patrones de radiación para esparcimiento Rayleigh y Mie	20
Figura 1. 9 Esparcimiento angular	25
Figura 1.10 Ley de Snell.....	25
Figura 1.11 Ley de Malus	26
Figura 1.12 Tipos de microscopios.	29
Figura 2.1 Carro posicionador de un microscopio óptico.	35
Figura 2.2 Acondicionamientos realizados al carro Posicionador.	36
Figura 2.3 Recipiente portador de la muestra.	36
Figura 2.4 Pinza de agarre.	37
Figura 2.5 Sistema rotatorio diseñado.	38
Figura 2.6 Sistema de alineación del sistema rotatorio	39
Figura 2.7 Caja reductora diseñada.....	40
Figura 2.8 Diseño virtual del prototipo	40
Figura 2.9 Diagrama de proceso del funcionamiento del sistema electrónico	41
Figura 2.10 Variación de voltaje vs. tiempo de las fuentes de alimentación.	43
Figura 2.11 Montaje para caracterización de láseres.	44
Figura 2.12 Variación de intensidad vs. tiempo de las fuentes de iluminación	44
Figura 2.13 Sensores caracterizados	45
Figura 2.14 Montaje para caracterizar los sensores.	45
Figura 2.15 Curva de caracterización para el sensor FDS010	46
Figura 2.16 Curva de caracterización para el sensor LX1972IBC	46

Figura 2.17 Curva de caracterización para el sensor GA1A2S100SS	47
Figura 2.18 Curva de caracterización para el FDS010 cada grado.	47
Figura 2.19 Prototipo implementado	48
Figura 2.20 Curvas de Intensidad	49
Figura 2.21 Montaje total	50
Figura 2.22 Interfaz gráfica de usuario	51
Figura 2.23 Micrografías de las muestras en polvo utilizadas.	52
Figura 2.24 Curvas de esparcimiento de diferentes muestras	53
Figura 3.1 Gráfica de variación de intensidad vs ángulo.	56
Figura 3.2 Curva filtrada de intensidad vs ángulo.	57
Figura 3.3 Gráficas de esparcimiento del medio	59
Figura 3.4 Curvas de las concentraciones de la tabla 3.3	60
Figura 3.5 Gráficas polares de las muestras	61
Figura 3.6 Patrones de esparcimiento de las muestras	64
Figura 3.7 Comparación de todas las muestras.....	65
Figura 3.8 Gráficas de correlación entre posición de los máximos y tamaño	66
Figura 3.9 Primera Derivada.....	67
Figura 3.10 Segunda derivada.....	68
Figura 3.11 Gráfica de correlación de pendientes vs tamaño.....	70
Figura 3.12 Zona de interés para la integración.....	71
Figura 3.13 Relación entre tamaño y área.....	72
Figura 3.14 Relación entre tamaño y ancho de pico.....	73

RESUMEN

Con los procesos actuales de globalización de los mercados, la competitividad de las empresas debe ser un objetivo principal de la industria nacional. En los sectores productores de cerámicos, combustibles, recubrimientos, químicos, lácteos, entre otros, una de las características necesarias a evaluar, es el tamaño de partículas de los componentes de las materias primas. Éste debe ser caracterizado por técnicas metrológicas eficientes, con buena relación costo-beneficio y que sean implementables en el país. Para ello, es fundamental tener herramientas de evaluación de este parámetro para establecer la calidad de los productos ofrecidos.

En esta investigación se diseñó e implementó un sistema óptico que permitió registrar la irradiancia en función del ángulo de esparcimiento e identificar su relación con el tamaño de la partícula. Este desarrollo abre una ventana de posibles aplicaciones en el campo metrológico con el fin de evaluar las materias primas y así contribuir a mejorar la calidad de los productos en los sectores industriales relacionados con la medición de tamaño de partículas.

Teniendo en cuenta que el rango de tamaño de partículas utilizadas en esta investigación varía desde 70 nm hasta 10 μm , el fundamento teórico que soportó esta investigación fue el esparcimiento Mie, y la técnica óptica adoptada para la medición experimental de este tamaño fue esparcimiento angular, donde se mantuvo la longitud de onda fija y se modificó constantemente el ángulo de observación.

INTRODUCCIÓN

La industria colombiana, para satisfacer las necesidades de los clientes, debe ofrecer productos que cumplan estándares de calidad cada vez más exigentes, y más aún, si son impuestos por los mercados internacionales. Con el fin de garantizar que los productos cumplan los requerimientos, se hace necesario implementar un proceso riguroso de metrología que asegure la calidad tanto de la materia prima, como del producto terminado.

Debido a los altos costos de los equipos utilizados en metrología, a la escasez de empresas dedicadas a este fin y a las limitaciones de los servicios que ofrecen, la industria colombiana debe confiar empíricamente en que las materias primas sean de calidad y que el proceso de fabricación sea eficiente, poniéndose en desigualdad de condiciones al momento de competir con empresas internacionales [1].

La competitividad de una empresa se basa en la calidad de sus productos y ésta, a su vez, es una función de sus capacidades de medición. Un buen sistema metrológico permite al sector productivo ofrecer bienes y servicios que cumplan con las especificaciones o normas internacionales, que son un requisito cuando se trata de competir y acceder a mercados más amplios. La capacidad de medición está directamente relacionada con el nivel tecnológico de un país, y resulta fundamental para Colombia desarrollar una infraestructura nacional de medición, a fin de respaldar la competitividad de sus empresas [1].

En muchos procesos industriales, un factor de gran importancia al momento de evaluar las materias primas es el tamaño de partícula de los elementos que las componen, considerando que la calidad del producto final se verá afectada por este parámetro. Los métodos existentes en la actualidad para medir esta característica implican altos costos, ensayos invasivos, procesamiento de las

sustancias, uso de reactivos y contar con muestras de referencia. Además, los instrumentos de medida que existen en el mercado para este fin, están específicamente calibrados e implementados para las condiciones ambientales, geográficas y de producción de los países donde fueron creados [2-5].

Con el objetivo de contribuir a la solución de un problema nacional, utilizando recursos propios, en este proyecto se desarrolló el prototipo de un dispositivo que registra la irradiancia esparcida por la muestra, en función del ángulo de esparcimiento y la relaciona con el tamaño de partícula que la produce. Esta investigación se planteó como un primer intento para construir una herramienta que evalúe el tamaño de partículas abriendo una línea de investigación con un amplio campo de aplicaciones, fomentando así la relación interdisciplinar entre grupos de investigación dentro de la Universidad del Cauca.

La presentación de este trabajo se ha dividido en tres partes, correspondientes cada una a un capítulo, de la siguiente manera:

- El capítulo 1, denominado Consideraciones teóricas y experimentales, presenta los elementos de la física utilizados para la comprensión del fenómeno de esparcimiento, incluyendo los efectos ópticos sobre partículas suspendidas en solución, los tipos de esparcimiento que se presentan y las consideraciones experimentales necesarias para poder medir utilizando esta técnica.
- El capítulo 2, llamado Sistema desarrollado, presenta el proceso de diseño, implementación y calibración del prototipo óptico; también describe los procesos de adquisición de la información, adecuación de las señales y despliegue de la información.

- En el capítulo final, titulado Resultados y análisis, se presenta la información entregada por el prototipo implementado para siete muestras estudiadas, de igual manera, se describe la técnica de referencia y los criterios adoptados para extraer los descriptores más adecuados para la clasificación de las muestras bajo estudio.

REFERENCIAS

- [1] VESGA, R. (2009). Emprendimiento E Innovación En Colombia:¿Qué Nos Está Haciendo Falta? Universidad de los Andres, Facultad de administración.
- [2] YAO, W. LUI, J. et al. (2011). Grain size dependence of fracture toughness for fine grained alumina. Scripta Materialia.
- [3] SHI, X. QIN, B. (2009). Grain-Size Characteristics And Their Environmental Significance Of Wanghu Lake Sediments In The Middle Reach Of Yangtze River", Marine Geology & Quaternary Geology.
- [4] HONG, L. RONG-XIN, Z. BING-QING, H. (2010). Evolution of grain size and micro-strain of electroless deposited Ni-W-P coatings with high phosphorus content during heat treatment. Transactions of Materials and Heat Treatment [Trans. Mater. Heat Treat.]. Vol. 31, no. 7, pp. 123-128.
- [5] FOLK, R. WARD, W. (1990). A study in the significance of grain size parameters. Texas: Journal of Sedimentary Research,v. 27; no. 1; p. 3-26.

1. CONSIDERACIONES TEÓRICAS Y EXPERIMENTALES

En este capítulo se presentan las bases físicas y experimentales para el desarrollo del proyecto. Inicialmente, se da una breve descripción de los principios teóricos del láser, resaltando el perfil gaussiano del haz con el que se trabajó, después se explica el esparcimiento de la luz y se describen las teorías en las que se divide el fenómeno para determinar el tamaño de partículas. Se mencionan las técnicas más comunes empleadas para determinar tamaño de partículas, especialmente la técnica de esparcimiento angular utilizada en esta investigación. Finalmente, se describen las condiciones experimentales y los elementos necesarios para la implementación del método y su validación.

1.1 CONSIDERACIONES TEÓRICAS

1.1.1 Principios teóricos del láser

El láser (por sus siglas en inglés *Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation*) es una fuente de energía lumínica originada por la emisión de radiación de los átomos de un material sometido a inversión población. La configuración del sistema láser consta de dos espejos paralelos, entre los que se tiene un medio activo, que con energía externa, transforma en energía electromagnética la energía suministrada y actúa como amplificador de luz. La figura 1.1 muestra su esquema básico [1].

El láser tiene características muy particulares, que lo diferencian del resto de las fuentes de luz existentes, como son:

- Monocromaticidad: todos los fotones emitidos tienen una longitud de onda dentro de un rango muy estrecho, produciéndose prácticamente luz de un sólo color (color puro).

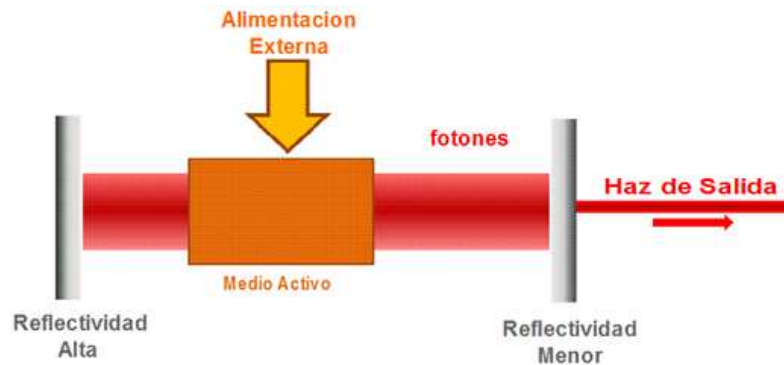


Figura 1.1 Esquema de un generador de láser.

- Direccionalidad o paralelismo: la luz viaja en forma rectilínea con escasa divergencia y se emite en forma pulsada o continua.
- Coherencia: es el orden que tienen los fotones para formar una superficie con igual fase conforme se propagan.

Las características del frente de onda sirven para clasificar los tipos de ondas, las más comunes son las ondas planas y las esféricas, donde el frente de onda es un plano y una esfera respectivamente [2].

Según la forma de los frentes de onda y los perfiles de intensidad, se puede diferenciar toda una gama de haces láser, que definen el comportamiento del haz conforme se propagan. Entre ellos están los haces Hermite y Laguerre gaussianos [2].

1.1.1.1 Perfil gaussiano

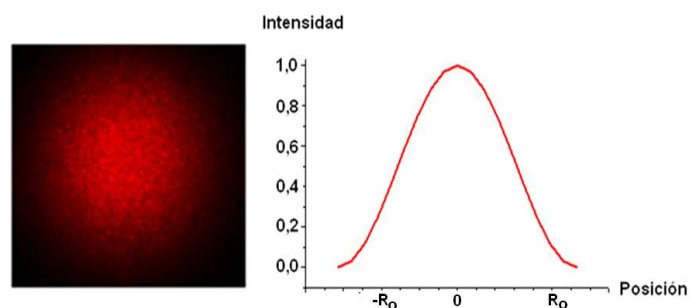


Figura 1.2 Perfil de intensidad gaussiano del láser.

Un haz gaussiano es una forma de radiación electromagnética, en la que la distribución de intensidad es aproximada por una función gaussiana. Muchos láseres (figura 1.2) emiten este tipo de haz en modo transversal fundamental, o modo TEM00, del resonador óptico del láser [2].

La función matemática que describe el haz gaussiano (ecuación 1.1), es una solución de la ecuación de Helmholtz en aproximación paraxial. La solución, con la forma de una función de Gauss, representa la amplitud compleja de campo eléctrico del haz [2].

$$E(r, z) = E_0 \frac{\omega_0}{\omega(z)} \exp\left(\frac{-r^2}{\omega^2(z)}\right) \exp\left(-ikz - ik \frac{r^2}{2R(z)} + i\zeta(z)\right). \quad (1.1)$$

donde

r es la distancia radial desde el eje central hasta el haz, z es la distancia axial desde el punto más estrecho del haz ("la cintura"), $\omega(z)$ es el radio en el que la amplitud del campo y la intensidad caen a $1/e$, y $1/e^2$ de sus valores axiales, respectivamente, ω_0 es el tamaño de la cintura, $R(z)$ es el radio de la curvatura de los frentes de onda del haz y $\zeta(z)$ es el cambio de fase Gouy (figura 1.3).

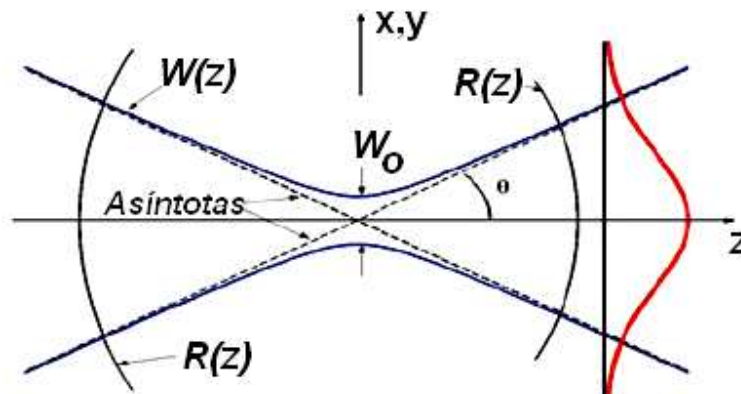


Figura 1. 3 Comportamiento del haz Gaussiano

1.1.2 Esparcimiento de la luz (Light Scattering¹)

El principio físico en que se basa la determinación del tamaño de partículas, se centra en la reducción que sufre la intensidad de la luz que atraviesa una suspensión en reposo que contiene las partículas bajo estudio. De manera que es posible relacionar el decaimiento de la intensidad, con el tamaño de las partículas presentes en la suspensión [3].

1.1.2.1 Bases físicas del esparcimiento

Según la óptica geométrica, la luz se propaga en línea recta en un medio homogéneo y transparente, continuará su trayectoria sin desviarse (figura 1.4.a) [4].

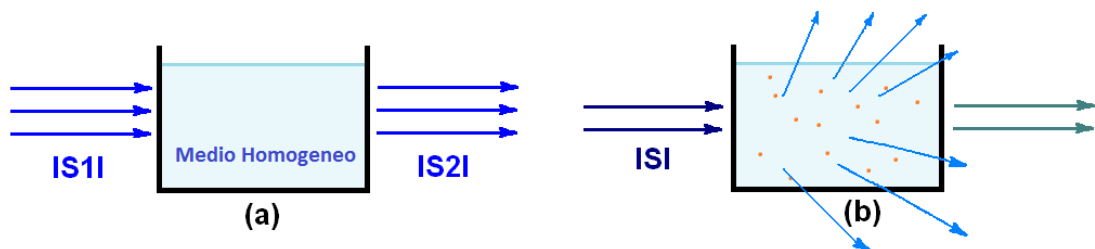


Figura 1. 4 a) Propagación de la luz en un medio homogéneo y transparente $|S1|=|S2|$,
b) Propagación de la luz en un medio con partículas (no homogéneo).

Cuando en el medio homogéneo se encuentran partículas (figura 1.4.b), aparece una cantidad considerable de luz en ángulos distintos al de la trayectoria inicial, que es llamada luz esparcida o *Scattered light*.

Desde el punto de vista microscópico, la materia está constituida por partículas cargadas eléctricamente (electrones y protones) que incluso, en ausencia de absorción, responden a la influencia del campo electromagnético incidente [4].

¹ El término dispersión está muy extendido en la literatura científica (junto con el anglicismo *esparcimiento*), sin embargo, el término recomendado por la Real Academia de Ciencias Exactas, Físicas y Naturales es **esparcimiento**, recomendando el uso de dispersión a la dispersión de la luz en los diversos colores que componen su espectro.

Si un obstáculo (Figura 1.5) interactúa con una onda electromagnética, sus cargas eléctricas son forzadas a un movimiento oscilatorio debido al campo, a través de la fuerza de Lorentz (ecuación 1.2) [3].

$$\vec{F} = q\vec{E} + q\vec{v}_p \times \vec{B} \quad (1.2)$$

donde q que es la carga, \vec{E} es el campo eléctrico, \vec{v}_p es la velocidad de la partícula y \vec{B} es el campo magnético.

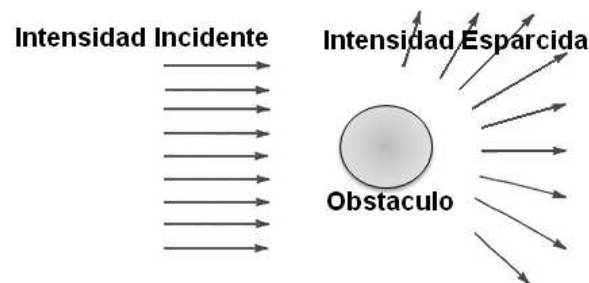


Figura 1.5 Espárcimiento debido a un obstáculo

Si el campo incidente es armónico, las oscilaciones tendrán la misma frecuencia del campo incidente, de manera que la posición de la partícula cambiará con el tiempo de la forma

$$\vec{r}_p = r_0 \cos(2\pi\nu t)\hat{u} \quad (1.3)$$

donde \hat{u} es el vector unitario en la dirección de vibración del campo externo, r_0 y ν son el desplazamiento máximo de la posición inicial y la frecuencia de oscilación de la partícula, respectivamente. Las cargas eléctricas aceleradas irradiarán energía electromagnética en todas las direcciones del espacio, conformando la radiación esparcida por el obstáculo [3].

La potencia radiada en todas las direcciones por esta partícula cargada, acelerada, no relativista, se obtiene por la integración del flujo del vector de

Poynting sobre el área de una esfera cuyo origen coincide con la posición instantánea de la partícula, así:

$$P(t) = \int_0^\pi |S(r,t)| 2\pi r^2 \sin \theta d\theta \quad (1.4)$$

donde

$$|S(r,t)| = \frac{q^2 a^2 \sin^2 \theta}{16\pi^2 \epsilon_0 r^2 c^3} \quad (1.5)$$

Es el llamado flujo de Poynting, con r siendo el radio de la partícula, c es la velocidad de la luz y θ es el ángulo de radiación. La potencia esparcida viene dada por:

$$P(t) = \frac{q^2 a^2}{6\pi \epsilon_0 c^3} \quad (1.6)$$

donde a es la aceleración de la partícula y q es su carga. Esta ecuación se conoce como fórmula de Larmor, donde se observa que la potencia es independiente del radio de la esfera [5].

Para encontrar la fracción de luz total que es esparcida, es conveniente escribir el valor promedio de esparcimiento en función del flujo de la radiación de luz incidente. Para lograrlo se describe la amplitud en términos del flujo de Poynting S , que está relacionado con el campo E a través de la ecuación (1.7) [3]:

$$\langle S \rangle = \frac{1}{2} \epsilon_0 c E_0^2 \quad (1.7)$$

Así se tiene

$$\langle P \rangle_{\text{esparcido}} = \frac{8\pi}{3} \left(\frac{q^2}{4\pi \epsilon_0 m c^2} \right)^2 \langle S \rangle_{\text{incidente}} \quad (1.8)$$

Ya que la potencia total esparcida y la onda incidente están caracterizadas por la densidad de flujo, la relación entre P y S es conocida como sección transversal de

esparcimiento de Thomson (ecuación 1.9) y permite calcular cómo un rayo de luz pierde energía en su camino a través del material.

$$\sigma = \frac{\langle P \rangle}{\langle S \rangle} = \frac{8\pi}{3} \left(\frac{q^2}{4\pi\epsilon_0 mc^2} \right)^2 \quad (1.9)$$

Dependiendo del material de la partícula, la energía total esparcida no es la misma que incide, ya que parte de esta puede ser convertida en otra forma de energía. A este fenómeno se le conoce como absorción.

El esparcimiento y la absorción son procesos mutuamente dependientes. Estos fenómenos, disminuyen la energía asociada al haz incidente en una cantidad que es igual a la suma de la energía absorbida más la esparcida. Esta reducción es conocida como extinción [3].

El esparcimiento de las ondas electromagnéticas por cualquier sistema es dependiente de la heterogeneidad de este, tanto a escala microscópica como macroscópica. Pero la física fundamental del esparcimiento es la misma para todos los sistemas sin tener en cuenta el tipo de heterogeneidad [3].

1.1.2.2 Esparcimiento por partículas y fluctuaciones

Todos los medios, excepto el vacío, son heterogéneos en algún sentido. En los medios que se consideran homogéneos como los gases, líquidos o sólidos puros, es posible distinguir heterogeneidades individuales a nivel microscópico, por lo tanto esparcen la luz. Cualquier medio transparente en el que la luz incide, es una agregación de muchas moléculas y el campo en la vecindad de una de ellas induce un momento dipolar oscilante, que a su vez da lugar a radiación dipolar secundaria [3].

Los sólidos, líquidos y muchos gases son ópticamente densos, ya que la separación molecular es mucho menor que la longitud de onda de luz incidente.

En los sólidos y líquidos la separación está comprendida aproximadamente entre 2 y 3 Å, y en los gases, a temperatura ambiente, es de 30 Å aproximadamente; por lo tanto, cada molécula no solo es afectada por el campo incidente sino también por el campo secundario resultante de las otras moléculas. Los medios que se asumen como perfectamente homogéneos son realmente estadísticamente homogéneos, esto quiere decir que el número de moléculas en un volumen dado es constante, pero el número de moléculas en ese elemento dependerá del instante en el que se analice. Esas fluctuaciones de densidad dan lugar a un tipo de esparcimiento en un medio ópticamente denso. Se debe distinguir bien entre esparcimiento por fluctuaciones y por partículas, aunque las expresiones matemáticas son las mismas, los principios físicos son diferentes, es decir el esparcimiento por fluctuaciones involucra argumentos termodinámicos mientras que el esparcimiento por partículas no [3].

Para este trabajo, se consideró únicamente la teoría referente al esparcimiento producido por partículas; además, teniendo en cuenta que la finalidad del proyecto fue relacionar su tamaño con el esparcimiento angular producido por ellas, experimentalmente se controlaron los parámetros fisicoquímicos de las suspensiones, para garantizar una densidad promedio constante.

Para el análisis se consideró que la partícula está suspendida en un medio homogéneo, donde las heterogeneidades moleculares o atómicas del medio son pequeñas comparadas con la longitud de onda incidente. Teniendo en cuenta que las partículas pueden tener una forma compleja y varios componentes homogéneos, se asumió que están compuestas de materia que puede ser descrita en cada punto en términos macroscópicos, es decir, que las propiedades ópticas de una partícula están completamente especificadas por constantes que dependen de la frecuencia. No se consideraron las interacciones de los fotones con las excitaciones cuánticas primarias [3].

De acuerdo a la transformación de la energía, existen dos tipos de esparcimiento, el esparcimiento inelástico, en el que la frecuencia de la luz esparcida es diferente a la de la luz incidente, también conocido como dispersión, y el esparcimiento elástico, que es el de interés en esta investigación, donde la frecuencia de la luz esparcida es la misma que la de la luz incidente y por tanto no hay intercambio de energía durante el proceso; además, la intensidad de la luz difundida elásticamente por un determinado material dependerá, necesariamente, del número de moléculas por unidad de volumen y de su polarizabilidad, que está relacionada con su índice de refracción [3].

1.1.2.3 Física del esparcimiento por una sola partícula

Para este análisis, se considera una partícula arbitraria, que se subdivide en pequeñas regiones. Al aplicarle un campo eléctrico oscilante se inducen momentos dipolares en cada región. Estos dipolos oscilan a la frecuencia del campo aplicado y por lo tanto, esparcen radiación secundaria en todas las direcciones. En una dirección en particular, a una distancia P (figura 1.6), el campo total es obtenido por la superposición de las ondas esparcidas, donde se tiene en cuenta la diferencia de fase ya que el esparcimiento debido a los dipolos es coherente. En general, estas relaciones de fase cambian con la dirección de esparcimiento, por tanto se espera que el campo eléctrico varíe en función del ángulo de esparcimiento. Si la partícula es pequeña, comparada con la longitud de onda, todas las ondas secundarias estarán aproximadamente en fase, por lo que no se esperará mucha variación en la dirección del esparcimiento [3].

A medida que el tamaño de las partículas aumenta, las fluctuaciones de las fases relativas entre las ondas que interfieren será mayor, por lo tanto, se presentará un incremento en la cantidad de picos y valles en el patrón de esparcimiento. La forma de la partícula es muy importante, ya que si cambia, altera las relaciones de fase y por lo tanto el patrón de esparcimiento varía [3]. Sin embargo, la amplitud y la fase del momento dipolar inducido para una frecuencia dada depende del

material del que está compuesta la partícula. Los métodos para el cálculo del esparcimiento por muchas partículas son físicamente equivalentes al procedimiento descrito anteriormente [3].

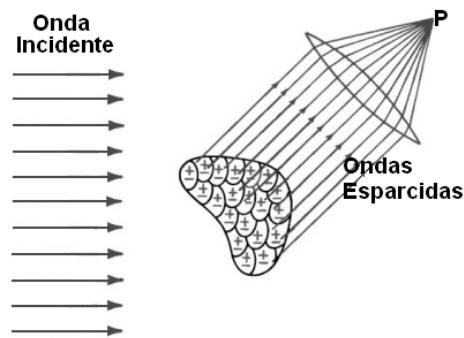


Figura 1.6 Ondas secundarias esparcidas a una distancia P [3].

1.1.2.4 Colecciones de partículas

Generalmente, los estudios teóricos tienen en cuenta el efecto producido por una sola partícula, pero en la realidad lo que se tiene son colecciones de éstas. En un cúmulo, cada elemento es excitado tanto por el campo externo como por el campo esparcido generado por el resto de partículas [3]. Cuando la colección de partículas es suficientemente grande, se debe tener en cuenta la frecuencia de la onda incidente y la distancia entre ellas en comparación con la longitud de onda de la radiación incidente. Si además, los elementos están separados al azar, no existirá una relación sistemática entre las fases de las ondas esparcidas por cada partícula (Esparcimiento incoherente), por tanto, la intensidad total esparcida por el conjunto será la suma de las intensidades esparcidas por cada una de ellas, complicando aún más el análisis [6].

Sin embargo, si se cumplen ciertas condiciones e hipótesis como las enunciadas a continuación, una colección de partículas puede ser tratada como una partícula aislada [7].

- El número de partículas por unidad de volumen es suficientemente pequeño, es decir, su separación es suficientemente grande, de forma que en los alrededores de cada partícula, el campo total esparcido por las partículas restantes es pequeño comparado con el campo externo [6].
- El esparcimiento debe ser elástico
- La fuente de luz debe ser monocromática.
- Las partículas deben ser isotrópicas y esféricas.
- Las características del esparcimiento sean independientes del movimiento de la partícula; es decir, no se consideran los efectos del esparcimiento dinámico.
- Todas las partículas deben tener las mismas propiedades ópticas.
- El medio que rodea la partícula esparidora debe ser homogéneo, lineal, isotrópico y no absorbente.

Además de cumplir con las anteriores restricciones, es importante considerar ciertos parámetros (Figura 1.7) cuando se analiza el esparcimiento de la luz por una partícula.

La partícula esparidora tiene una composición química que puede ser homogénea o heterogénea, y está relacionada con los índices de refracción de los materiales que la componen. Otra propiedad fundamental de la partícula es su forma, que puede ser, en principio arbitraria. Y, finalmente, un tamaño, que en el caso en que la partícula no sea esférica se caracteriza por un radio equivalente (r_{eq}), definido como aquél que tendría una partícula esférica con igual volumen. El cociente entre el radio equivalente de la partícula, multiplicado por 2π , y la longitud de onda de la luz incidente se conoce como el parámetro de tamaño (X) (ecuación 1.10) y proporciona una idea sobre el tamaño de la partícula frente a la longitud de onda de la radiación incidente [6].

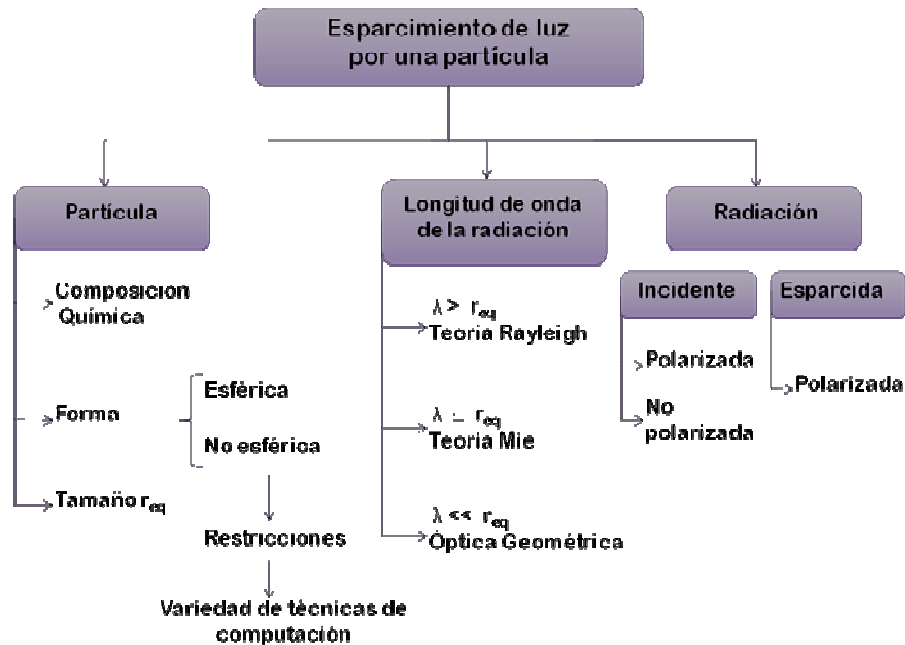


Figura 1.7 Esparcimiento de luz por una partícula [6].

$$X = \frac{2\pi r_{eq}}{\lambda} \quad (1.10)$$

Este parámetro es una magnitud adimensional que juega un papel importante en el estudio del esparcimiento de la luz por partículas. Si su valor es cercano a 2π la partícula y la longitud de onda de la luz incidente son del mismo orden. Se pueden presentar dos casos extremos, partículas pequeñas $X \ll 1$, y partículas muy grandes $X \gg 1$, frente a la longitud de onda.

Si la forma de la partícula es esférica existe una teoría analítica, conocida como Teoría de Mie, que permite obtener las propiedades del esparcimiento dependiendo de cuál sea el valor del parámetro de tamaño [6]. Ahora bien, si la partícula presenta otras geometrías o es irregular, no existe una única teoría para el estudio del esparcimiento, sino una amplia variedad de técnicas y códigos de computación. Entre ellas se destaca el código DDA (*Discrete Dipole Approximation*), el FDTD (*Finite Difference Time Domain*), el T-matrix (*Transition*

matrix) y el RT (*Ray Tracing*). Estas teorías son aplicables en dominios limitados de valores de parámetro de tamaño [8].

Parámetros como la composición de la partícula y su forma, pueden ser importantes para decidir que técnicas de computación se pueden usar. Independientemente de si la partícula es de composición homogénea o heterogénea, para realizar los cálculos se tienen que conocer los índices de refracción de los materiales y la longitud de onda de la radiación incidente.

Desde el punto de vista de la fenomenología física, el término de esparcimiento engloba distintos fenómenos físicos (tabla 1.1). La región de partículas pequeñas comparadas con la longitud de onda de la radiación incidente, $X \ll 1$, es estudiada con la teoría de esparcimiento Rayleigh. Si $X \approx 2\pi$, el análisis es más complicado y es tratado con la teoría de Mie. Para partículas grandes, $X \gg 1$, la interacción se puede describir en términos de la óptica geométrica, en la que se utilizan conceptos tales como rayo reflejado, refractado, transmitido y la reflexión de Fresnel. En esta región el término de la difracción contribuye de manera importante al esparcimiento [6].

Tabla 1.1 Teoría asociada al rango de tamaño de partícula [6].

Parámetro de Tamaño	Esféricas	No Esféricas
$X \ll 1$ (Región Rayleigh)	Aproximación Rayleigh	Aproximación Rayleigh
$X = 2\pi$ (Región Mie)	Teoría de Mie	DDA, FDTD, T- Matrix
$X \gg 1$ (Región óptica geométrica)	Teoría de Mie	Aproximación de la óptica geométrica (GOA) o RT

1.1.3 Esparcimiento Rayleigh

El esparcimiento de la radiación electromagnética por partículas cuyo tamaño es mucho menor que la longitud de onda de la radiación incidente se conoce como esparcimiento Rayleigh. Esta teoría abarca las moléculas independientes y dispuestas al azar en el espacio, por lo que las fases de las ondas secundarias esparcidas a los lados no tienen ninguna relación particular entre sí y no hay un patrón sostenido de la interferencia [4].

En el esparcimiento Rayleigh la dirección del campo eléctrico no cambia. Si un rayo polarizado verticalmente es esparcido, el campo eléctrico permanece vertical, y al ser la luz una onda transversal, no podrá propagarse en la dirección de su campo eléctrico, por tanto no se esparcirá hacia arriba o hacia abajo, sino sobre el plano horizontal. Si, por otro lado, la luz incidente no es polarizada, esta se esparcirá en todas las direcciones, pero con diferente polarización. En la teoría Rayleigh la intensidad de la luz esparcida varía con la sexta potencia del tamaño de la partícula y es inversamente proporcional a la cuarta potencia de la longitud de onda. La intensidad esparcida por una partícula, a un ángulo de observación θ respecto al rayo incidente, para este esparcimiento viene dada por la ecuación 1.11 [9].

$$I(\theta) = I_0 \frac{\lambda^2}{8\pi^2} \left(\frac{2\pi r}{\lambda} \right)^6 \left| \frac{m^2 - 1}{m^2 + 2} \right|^2 (1 + \cos^2 \theta). \quad (1.11)$$

donde λ es la longitud de onda de la radiación, m es el índice de refracción de la partícula respecto al medio que la rodea (este factor fija la polarizabilidad de la molécula) y r es el tamaño de la partícula .

1.1.4 Esparcimiento Mie

La teoría de Mie se basa en las ecuaciones de Maxwell, a partir de las que se puede obtener la ecuación de onda vectorial en coordenadas esféricas. Esta teoría

comprende el esparcimiento de las ondas electromagnéticas planas por una esfera dieléctrica e isotrópica y ocurre cuando el radio de las partículas es comparable con la longitud de onda de la luz que incide sobre ellas (ecuación 1.12). El polvo, polen, humo y gotas de agua son un ejemplo de las partículas que producen este fenómeno [10].

$$r > 0.05\lambda . \quad (1.12)$$

Esta teoría predice la intensidad esparcida en función del ángulo de esparcimiento de la luz en el punto de interacción con la partícula esférica y resuelve completamente las ecuaciones por interacción de la luz con la materia [7].

Las características angulares del esparcimiento de Mie se expresan mediante dos funciones de distribución de intensidades (I_1 e I_2), que corresponden a las intensidades de la luz polarizada en las direcciones perpendicular y paralela al plano de observación. Estas funciones constituyen el fundamento de la teoría de Mie y dependen de la longitud de onda de la radiación incidente, del índice de refracción del material y del tamaño de la partícula. Por tanto, la radiación esparcida, en este caso, está dada por ecuación 1.13 [11].

$$I(\theta) = \frac{I_0 \lambda^2}{8\pi^2} (I_1 + I_2) \quad (1.13)$$

donde I_1 e I_2 se expresan como:

$$I_1 = \frac{\lambda^2}{4\pi r^2} i_1 \text{sen}^2(\theta) \quad (1.14)$$

$$I_2 = \frac{\lambda^2}{4\pi r^2} i_2 \text{cos}^2(\theta) \quad (1.15)$$

donde i_1 e i_2 son llamadas funciones de intensidad y son perpendicular y paralelas respectivamente al plano de esparcimiento [12].

La diferencia más notable con el esparcimiento de Rayleigh es que la dependencia con la longitud de onda es menor y el dominio de la luz esparcida hacia adelante es mucho más fuerte. Mientras el esparcimiento Rayleigh es simétrico respecto al ángulo de observación θ , no ocurre lo mismo con el esparcimiento Mie, en el que no coinciden los valores de la función de intensidad en los hemisferios de observación; este esparcimiento produce un patrón de intensidad parecido al de las antenas con un lóbulo hacia adelante (figura 1.8) [13].



Figura 1.8 Patrones de radiación para esparcimiento Rayleigh y Mie [6]

Con la teoría de Mie en combinación con los patrones de esparcimiento medidos se puede determinar el tamaño de la partícula, para ello se debe garantizar la reproducibilidad de los resultados, que a su vez dependen de que las condiciones experimentales sean las mismas y las características de las partículas y el medio se mantengan [7].

1.1.5 Funciones de fase

Cuando la luz encuentra una interface óptica, esta es esparcida y la dirección del camino óptico es modificado. Una función de fase, puede ser usada para cuantificar la cantidad de luz que puede ser esparcida en una cierta dirección en un ángulo polar $\theta \in (0, \pi)$ y un ángulo azimutal $\Phi \in (0, 2\pi)$. $\theta = 0$ denota la dirección original de la luz antes de esparcirse. En ese caso, la función de fase es usada para describir el comportamiento de un evento de esparcimiento simple.

Sin embargo, las funciones de fase han sido usadas extensivamente para describir múltiples o grandes cantidades esparcidas. En este contexto, las funciones de fase son usadas como funciones de densidad de probabilidad para describir el comportamiento de la luz después de interactuar con múltiples interfaces ópticas. Por tanto, dada una función de fase, la integral sobre todas las direcciones será igual a la unidad [14,15].

El término “función de fase” es algo engañoso, este no tiene ninguna conexión con la fase de la onda electromagnética (luz) y sería más apropiado llamarlas funciones de esparcimiento. Las funciones de fase son usadas asumiendo una simetría azimutal, es decir, el esparcimiento es uniforme en la dirección azimutal por tanto se escribe $r(\theta)$ para representar $r(\theta, \Phi)$ [14, 16,17].

Se tienen dos tipos de funciones, la función de fase Henyey-Greenstein y la función de fase exponencial coseno.

La función de fase Henyey-Greenstein es definida como:

$$\Gamma_{HG}(\theta) = \frac{1}{4\pi} \frac{1-g^2}{(1+g^2-2g \cos \theta)^{\frac{3}{2}}} \quad (1.16)$$

Donde g es el parámetro de asimetría y esta dado por la ecuación 1.17

$$g = \frac{1}{2} \int_0^\pi (\cos \theta) I(\theta) \sin \theta d\theta \quad (1.17)$$

Este parámetro g puede tomar valores entre 1 y -1. Un valor de $g = 1$ supone que todo el esparcimiento es hacia adelante, que solo hay esparcimiento en el hemisferio anterior a la partícula. Por el contrario, un valor de $g = -1$ indica que solo ocurre esparcimiento hacia atrás. Cuando $g = 0$, el esparcimiento es simétrico entre ambos hemisferios hacia adelante y hacia atrás [11].

La función de fase exponencial coseno es definida como:

$$\Gamma_{EG}(\theta) = \frac{n+1}{2\pi} \cos^n \theta \quad (1.18)$$

donde n está relacionada con la dirección exponencial (especular).

La teoría del esparcimiento actual proporciona las bases para la comprensión del fenómeno, pero de ninguna manera constituye una solución matemática para todas las situaciones en las que se produce el esparcimiento, ya que realmente no se consideran fuerzas teóricas y sustancias ideales, sino que se trabaja con materiales que son reales, impuros, y a veces impredecibles [7].

1.1.6 Técnicas ópticas

Existen una variedad de técnicas ópticas con las que es posible determinar el tamaño de las partículas, siendo un ejemplo de la importancia y dificultad que se tiene para este tipo de mediciones. Cada técnica es aplicable a rangos de radios diferentes dependiendo del tipo de muestra. A continuación se menciona una lista de algunos métodos de medición de tamaño de partícula [7].

Tabla 1.2 Métodos de medición de tamaño de partículas [7].

Los métodos de microscopía	Óptica
	Microscopía Electrónica de Transmisión
	Microscopía Electrónica de Barrido
	Microscopía de Fuerza Atómica
Los métodos de interacción luz	Análisis de imágenes
	Difracción láser
	Espectroscopia de correlación de fotones
	Esparcimiento óptico de una sola partícula
	Esparcimiento óptico Multi-Ángulo
	Oscurecimiento de luz por una sola partícula
	Velocimetría laser de efecto Doppler
Los Métodos de propiedades eléctricas	Tiempo de Vuelo
	Efecto Doppler por fibra óptica
	Principio Coulter (Electrozone)
	Analizador de Movilidad Diferencial (DMA)
Los métodos de sedimentación	Movilidad electroforética
	Potencial Zeta
	Fotosedimentación
Métodos de selección y clasificación	Sedimentación centrífuga
	Sedimentación por Rayos X
	Selección de células activas por Fluorescencia (FACS)
	Fraccionamiento de campo de flujo (FFF)
	Tamizado y cribado
	Clasificación del aire

De las técnicas mencionadas, únicamente se considerarán los métodos de interacción de la luz, específicamente los métodos ópticos que dependen tanto de la longitud de onda como del ángulo de esparcimiento, para los que se muestra a continuación una tabla que relaciona los rangos de radio con la técnica apropiada [18].

Tabla 1.3 Relación entre el tipo de análisis, el método óptico y el rango de radios, para determinar tamaño de partícula [18].

Tipo de análisis	Método óptico	Rango de radios
Ángulo fijo y longitud de onda variable	Espectroscopia de <i>Backscattering</i>	0,5 μm – 30 μm
	Espectroscopia de extinción para partículas dieléctricas	100 nm – 1,5 μm
	Espectroscopia de extinción para partículas metálicas	1 nm – 300 nm
Ángulo variable y longitud de onda fija	<i>Scattering</i> angular	50 nm - 1 μm

Cada método es aplicable a rangos de radios diferentes según el tipo de muestra, para el caso actual se tendrá en cuenta solo el esparcimiento angular.

1.1.6.1 Esparcimiento angular

Es una técnica para determinar, independientemente la masa molecular absoluta y el tamaño promedio de macromoléculas en suspensión, como proteínas, biopolímeros, polímeros sintéticos, cerámicos, y partículas como liposomas, micelas, coloides y muchos más. El esparcimiento angular mide la cantidad de luz esparcida en cada ángulo detectado. Cuanto mayor sea el número de ángulos detectados, mayor será la precisión del experimento [19,20].

Esta técnica tienen el mismo principio básico de la luz estática esparcida a un solo ángulo, pero en este caso se puede tener un único detector moviéndose sobre el rango de medición (figura 1.9.a), o un arreglo de detectores fijos en ubicaciones angulares específicas (figura 1.9.b) [19,20].

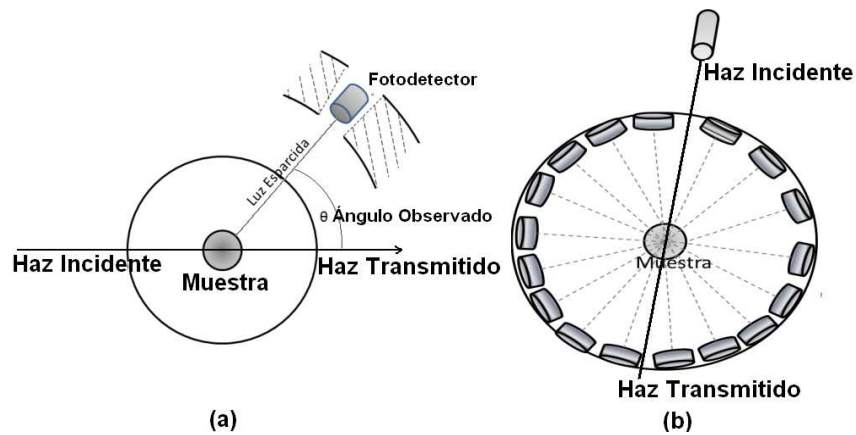


Figura 1. 9 Esparcimiento angular con a) un solo detector [19], b) múltiples detectores.

1.2 CONSIDERACIONES EXPERIMENTALES

1.2.1 Ley de Snell

En óptica, la ley de Snell es usada para describir la relación que existe entre los ángulos de incidencia y refracción.

Se consideran dos medios (Figura 1.10) con índices de refracción n_1 y n_2 , separados por una superficie. Los rayos de luz que atraviesen los medios se refractarán en la superficie y su dirección de propagación variará dependiendo del índice de refracción relativo y del ángulo de incidencia θ_i [4].

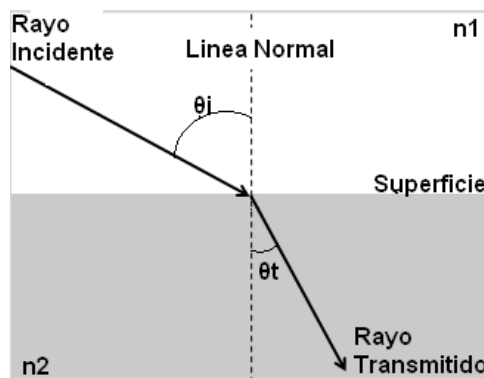


Figura 1.10 Ley de Snell

La ecuación 1.19 se conoce como la ley de Snell, dada para un rayo de luz con incidencia θ_i , medido ente la normal a la superficie y la dirección de preparación del rayo, en el medio n_1 , que se propaga en el medio n_2 con un ángulo de refracción θ_r .

$$n_1 \text{sen} \theta_i = n_2 \text{sen} \theta_r \quad (1.19)$$

Mediante esta ley se afirma que el producto entre el índice de refracción y el seno del ángulo incidente es constante para un rayo que incida sobre la superficie que separa los dos medios [21].

1.2.3 Ley de Malus

Cuando una onda linealmente polarizada atraviesa un polarizador lineal, la dependencia que tiene la irradiancia emergente del ángulo formado entre la dirección de transmisión del polarizador lineal y la dirección de vibración del vector campo eléctrico incidente, está dada por la siguiente ecuación (figura 1.11) [22]:

$$I = I_0 \cos^2 \theta \quad (1.20)$$

donde I_0 es la intensidad del rayo antes de pasar por el polarizador y θ es el ángulo entre el eje del polarizador y el eje de polarización de la luz incidente.

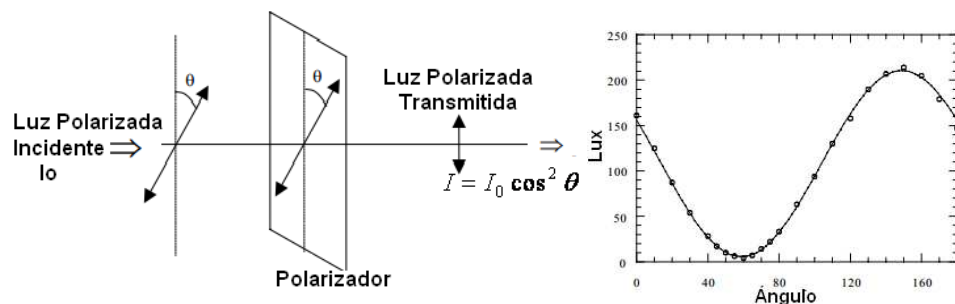


Figura 1.11 Ley de Malus [23]

1.2.4 Herramienta CAD

El diseño asistido por computadora (por sus siglas en inglés *Computer Aided Desing*, CAD), es un conjunto de herramientas computacionales cuya velocidad y facilidad con la que un dibujo puede ser preparado y modificado presenta enormes ventajas frente al dibujo manual. Estas son herramientas muy potentes que se pueden dividir en programas de dibujo en dos dimensiones (2D) y modeladores en tres dimensiones (3D). Las herramientas de dibujo en 2D se basan en entidades geométricas vectoriales como puntos, líneas, arcos y polígonos, con las que se puede operar a través de una interfaz gráfica, mientras que los modeladores en 3D añaden superficies y sólidos [24].

1.2.5 Acondicionamiento de señales

Durante la adquisición de los datos, fue necesario que los valores de las variables eléctricas adquiridas no presentaran niveles de ruido, para que se mantuvieran en los rangos admitidos por las tarjetas de adquisición y guardaran relación conocida con las variables a medir. Para cumplir con estos requerimientos se utilizaron los siguientes dispositivos:

1.2.5.1 Filtro electrónicos

Un filtro electrónico es un sistema utilizado principalmente para la atenuación de componentes no deseadas del espectro de frecuencia de una señal. Estos se pueden clasificar en los siguientes tipos [25]:

- Según el tipo de señal procesada, en filtros analógicos (pasivos, activos y de capacidad conmutada) y filtros digitales.
- Según la función que lleven a cabo en filtros pasa-bajas, pasa-altas, pasa-bandas y rechaza-bandas.
- Según la aproximación empleada en Butterworth, Chebychev y Bessel.

1.2.5.2 Amplificadores

Son dispositivos activos que reciben una señal de una fuente de entrada y modifican su potencia, conservando parámetros como la frecuencia y la forma de onda de la señal [26].

1.2.5.1 Amplificador operacional: es un amplificador diferencial de muy alta ganancia que posee alta impedancia de entrada y baja impedancia de salida. Por lo general, se utiliza para proporcionar cambios en la amplitud de voltaje en osciladores, en circuitos de filtro y en muchos tipos de circuitos de instrumentación [26].

1.2.5.3 Microcontrolador

Es un dispositivo electrónico que se utiliza en aplicaciones puntuales, donde debe realizar un determinado número de tareas, de manera eficiente y al menor costo posible. En estas aplicaciones, el microcontrolador ejecuta un programa que se encuentra guardado permanentemente en su memoria, trabaja con algunos datos almacenados temporalmente e interactúa con el exterior a través de líneas de entrada y salida de que dispone [27].

1.2.6 Interfaz USB

Universal Serial Bus (USB) es una arquitectura de comunicaciones que le da a un computador la capacidad de interconexión a una variedad de dispositivos usando un cable de cuatro hilos. El USB es un enlace de comunicación serial que se ejecuta ya sea a 1,5 o 12 megabits por segundo (MBS). Los protocolos USB pueden configurar dispositivos al inicio o cuando son conectados en tiempo de ejecución [28].

1.2.7. Microscopía

Microscopía es el conjunto de técnicas y métodos destinados a hacer visible los objetos de estudio que por su pequeñez están fuera del rango de resolución del

ojo normal [29]. De acuerdo a su funcionamiento los microscopios se clasifican como se muestra en la siguiente figura.

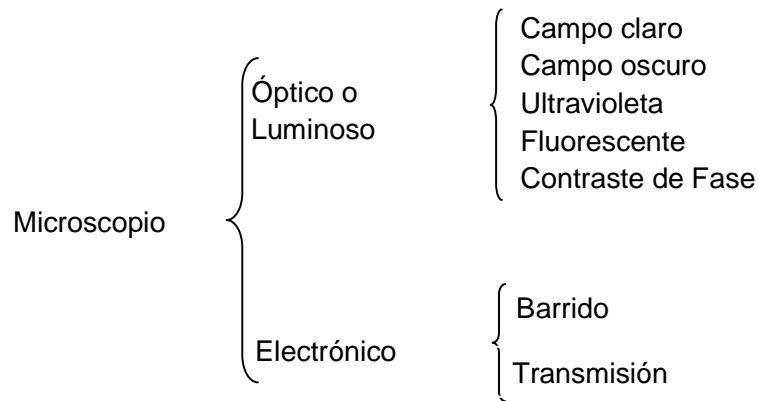


Figura 1.12 Tipos de microscopios.

1.2.7.1 Microscopía óptica

Esta técnica consiste en hacer pasar luz visible a través de un sistema óptico, para lograr una vista ampliada de la muestra a analizar. La imagen resultante puede ser detectada directamente por el ojo humano o capturada por un sensor óptico y mostrada digitalmente. Dentro de las técnicas de microscopía óptica se pueden distinguir: La microscopía de campo brillante, de campo oscuro, de contraste de fase, de fluorescencia y de luz ultravioleta (figura 1.11) [29]. En esta investigación se usó de la microscopía de campo brillante para adquirir las imágenes necesarias de las partículas que se encuentran en el orden de magnitud de las micras.

1.2.7.2 Microscopía electrónica

La principal ventaja de esta técnica es su capacidad de amplificación, puede dar una resolución de hasta mil veces más que el microscopio óptico, debido a que emplea un haz de electrones en lugar de un haz de fotones para iluminar los objetos [30].

Los microscopios electrónicos disponen de un cañón que emite electrones para que choquen contra la muestra, creando una imagen aumentada. Utilizan lentes magnéticas para crear campos que dirigen y enfocan el haz de electrones. La presencia de moléculas de aire pueden desviar los electrones de forma que debe haber un alto vacío en el interior del microscopio. Por último, todos los microscopios electrónicos cuentan con un sistema que registra o muestra la imagen obtenida [31]. Entre las técnicas de microscopía electrónica están la microscopía de barrido (SEM) y la microscopía de transmisión (TEM).

En este capítulo se presentaron los fundamentos teóricos y experimentales, describiéndolos en forma breve, con el fin de hacer un *background* para comprender el funcionamiento de lo presentado en los siguientes capítulos.

REFERENCIAS

- [1] CHILDDS, S. (1993). *Láser-assisted transurethral of the prostate (TURP)*, United States. Ed. Williams & Wilkins, Baltimor, MarylaRd.
- [2] RODRÍGUEZ, G. SANCHEZ, F. MARTÍNEZ, S. (2009). Ingeniería de haces láser: propiedades, manipulación y aplicaciones. Mexico. Vol XII, N°44.
- [3] BOHREN, C. HUFFMAN, D. (1998). Absorption and Esparcimiento of Light by Small Particles. United States, 1 ed. John Wiley & Sons, Inc. Vol 1.
- [4] HECHT, E. ZAJAC, A. (2003). Óptica. United States. Pearson Education. 3 ed. Addison- Wesley.
- [5] CARREÑO, F. ANTÓN, M (2001). Óptica Física, Problemas y ejercicios resueltos. Madrid : Prentice Hall. Pearson Education, S.A..
- [6] VILAPLANA, R. (2004). Propiedades de dispersión de la luz por partículas irregulares: una aplicación al estudio de las partículas cometarias. España. Universidad Politécnica de Valencia.
- [7] WEBB, P.(2000).A Primer on Particle Sizing by Static Laser Light Esparcimiento.USA.Micromeritics Instrument Corp.
- [8] MISHCHENKO M., HOVENIER J., TRAVIS L.(2000). Light Esparcimiento by Nonspherical Particles.San Diego, California.Ed. Acdademic Press.

- [9] BJÖRN, L. (2008). Photobiology the Science of life and light. New york. Springer.
- [10] KARTALOPOULOS, S. Free space optical networks for ultra-broad band services. New Jersey, Ed. Jhon Wiley & Sons, Inc.
- [11] FIGUERUELO, J. DÁVILA, M. (2004). Química Física del Ambiente y de los Procesos Medioambientales. Barcelona-España. Ed. Reveté.
- [12] KERKER, M. (1969). The Esparcimiento of light. New York. Ed. Academic Press.
- [13] BURROWS, J. (2011). The Remote Sensing of Tropospheric Composition from Space. New York. Ed. Springer.
- [14] EDSTROM, P. (2002). Fast and stable solution method for angle-resolved light esparcimiento simulation. Mid Sweden University.
- [15] HANRAHAN, P. KRUEGER, W. (1993). Reflection from layered surfaces due to subsurface esparcimiento. In SIGGRAPH '93: Proceedings of the 20th annual conference on Computer graphics and interactive techniques. New York, NY, USA.
- [16] CARLSSON, J., PERSSON, A., et al. (1995). Time-resolved studies of light propagation in paper. Applied Optics.
- [17] PRAHL, S. KEIJZER, M. et al. (1989). A Monte Carlo model of light propagation in tissue. The University of Texas at Austin. SPIE Institute Series IS 5 , 102–111
- [18] SCAFFARDI, L. Determinación de tamaño de micro y nanopartículas por esparcimiento de luz. Centro de Investigaciones Ópticas (CONICET-CIC) Y Universidad Nacional de La Plata.
- [19] EL RASSI, Z. (2002). Carbohydrate analysis by modern chromatography and electrophoresis. Amsterdam. Elsevier Science.
- [20] STRIEGEL, A. YAU, W. KIRKLAND, J. BLY, D. (2009). Modern Size-exclusion Liquid Chromatography. Ed. Wiley.
- [21] BOREMAN, G.D. (1999). Fundamentos de electro-óptica para ingenieros. Textos de ingeniería óptica, vol TT37.
- [22] CARREÑO, F. REVILLA, et al, O. (2001). Experiencias de óptica física. España: Editorial Complutense S.A. Ed.1
- [23] BERBERO, A. (2003). Polarización Lineal: Verificación Experimental de la Ley de Malus. España. Ed. Universidad de Castilla la Mancha.
- [24] LE FRAPPER, O. (2007). "AutoCAD, todas las herramientas desde el diseño hasta la presentación detallada". Barcelona: Edición Eni, Ed.1.

- [25] QUINTERO, C. (2011). Instrumentación Electrónica Aplicada. Barranquilla: Editorial Universidad del norte.
- [26] MALVINO, A.P. (2000) .Principios de electrónica. Madrid: McGRAW-HILL.Sexta edición.
- [27] VALDÉS, F. PALLÁS, A. (2007). Microcontroladores: fundamentos y aplicaciones con PIC. España: MARCOMBO S.A.
- [28] USB Implementers Forum. (2001)."Device Class Definition for Human Interface Devices (HID) ".Version1.1.
- [29] HERMAN B. (1993). Optical microscopy: emerging methods and applications. University of north Carolina.
- [30] VAZQUEZ, G. (2000). Introducción a la Microscopía Electrónica Aplicada a las Ciencias Biológicas. Universidad Nacional Autónoma de México. Primera edición.
- [31] LOCQUIN, M. LANGERON, M. (1985). Manual de Microscopia. España. Editorial Labor, S.A.

2. SISTEMA DESARROLLADO

En este capítulo se presentan los requerimientos del sistema óptico para la detección de irradiancia de manera que sea posible establecer el tamaño de las partículas bajo estudio. Luego se describe el diseño del prototipo implementado, describiendo las partes que lo componen, al igual que el diseño del sistema electrónico empleado para el acondicionamiento de las señales, el control del mismo y el diseño del método de alineación que se realizó. También, se presenta la caracterización, tanto de los componentes ópticos como electrónicos, necesarios para la implementación del sistema. Por último, se describe el protocolo de preparación de las muestras y las restricciones que se deben tener en cuenta para la adecuada calibración y funcionamiento del prototipo.

2.1 REQUERIMIENTOS

Para el desarrollo de este proyecto fue necesario contar con una fuente de luz coherente y estable, de modo que cuando las ondas choquen con la partícula esparsora produzcan patrones de esparcimiento que sean más factibles de analizar. Así mismo, se busca un sistema que efectúe un barrido controlado de 360° en el plano horizontal alrededor de la muestra con el objeto de aprovechar al máximo la captura de información a lo largo de todo el rango de medición, y con suficiente torque para girar el sistema que contiene los detectores.

Para el sistema integrado se requirió un armazón de una forma, tamaño y peso adecuados que le proporcionaron una inercia grande para que se mantuviera estable, nivelado y que conservara su portabilidad. De igual forma, fue necesario desarrollar un método de alineación entre la fuente de luz incidente, los fotodetectores y la muestra, para realizar un barrido confiable.

Por otra parte, se requirió que las condiciones del ambiente fueran adecuadas, minimizando la vibración y sobre todo de luces parásitas debido a que el sistema requería de sensores con una alta sensibilidad a variaciones mínimas de

intensidad. Este tipo de sensores registraban pequeñas señales, que necesitaron ser acondicionadas y filtradas, con el fin de presentar datos más precisos. Por último, se desarrolló un software que se encargó de la adquisición y almacenamiento de la información.

Para minimizar los errores, durante los procesos de diseño y caracterización, se consideraron los siguientes aspectos que afectaban la respuesta del sistema y por tanto su fiabilidad:

- Estabilidad de la fuente de potencia
- Respuesta del sensor a determinada longitud de onda
- El tiempo de integración de los sensores
- Radiaciones incidentes
- El ruido electrónico
- El ruido ambiental

2.2. DISEÑO EXPERIMENTAL DEL MONTAJE

El diseño del prototipo se realizó con base a los requerimientos planteados anteriormente. Se seleccionaron tanto los materiales, como los componentes utilizados de tal forma que el sistema fuera económico y lo más eficiente posible.

El diseño se realizó en las siguientes etapas:

2.2.1 Posicionador

Trabajar con sistemas ópticos requiere de una gran precisión en la ubicación de los elementos que los conforman. Dejarlos sujetos a una posición fija no es recomendable, debido a que los materiales y componentes pueden sufrir cambios morfológicos (por variaciones de temperatura, humedad, entre otros) y el entorno puede variar sus condiciones. Estos cambios aunque pequeños, pueden alterar la alineación del sistema óptico [1].

En consideración a los requerimientos de alineación, se realizaron diferentes diseños de posicionadores, concluyendo, que este debía tener como mínimo dos grados de libertad.

Entre las posibilidades analizadas, la más eficiente y viable económicamente fue la adquisición de un carro posicionador de un microscopio óptico (figura 2.1) de aproximadamente 100 cm², con dos grados de libertad y una resolución de desplazamiento manual de 0.1 mm para cada eje y un agujero en el centro de 31.7 mm de diámetro, existente en los equipos dados de baja de la Universidad del Cauca y solo se requirió hacerle algunos acondicionamientos.



Figura 2.1 Carro posicionador de un microscopio óptico.

Al carro posicionador se le agregó una pinza especialmente diseñada para sujetar la cubeta portadora de la muestra y cuatro soportes de 15 cm en los extremos para sostenerlo y darle estabilidad (figura 2.2).

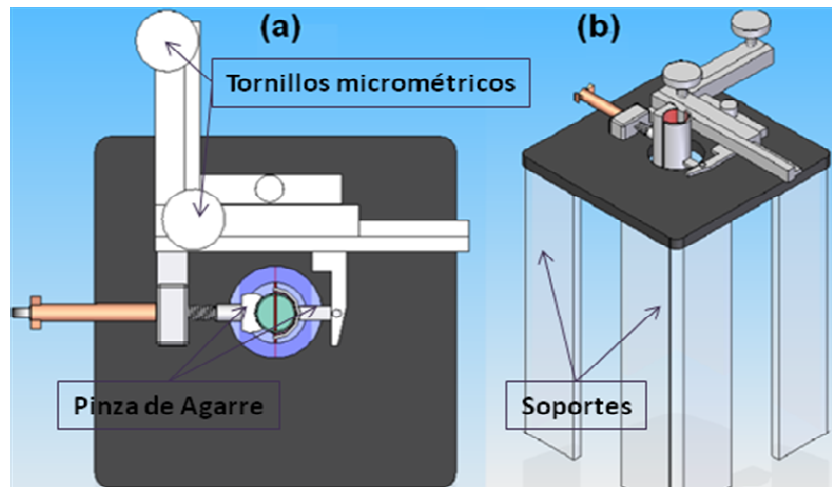


Figura 2.2 Acondicionamientos realizados al carro Posicionador. (a) Vista planta. (b) vista isométrica.

2.2.1.1 Recipiente portador de la muestra

Se seleccionó un recipiente cilíndrico (figura 2.3) para mantener un radio constante durante la toma de datos, ya que se debía realizar un barrido de 360 grados alrededor del eje vertical.

Siguiendo con la idea de realizar un montaje económico, se optó por tubos de vidrio utilizados para almacenar muestras clínicas, que fueron previamente analizados para determinar su grado de circularidad. Se observó que esta característica era muy alta en la región central del tubo, pero disminuía hacia los extremos, por lo tanto se debían realizar las medidas lejos de estas zonas, pero procurando una mínima cantidad de muestra para no disminuir la eficiencia del sistema.

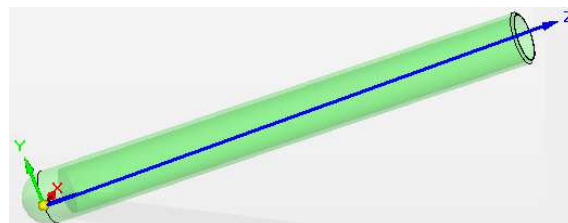


Figura 2.3 Recipiente portador de la muestra.

2.2.1.2 Pinza de agarre

Para que el sistema sea estable, el diseño de la pinza de agarre (figura 2.4) se realizó con base a la forma del recipiente portador de la muestra y a las siguientes condiciones:

- La longitud debía ser suficiente para servir de guía y evitar una posible desalineación respecto al eje vertical.
- Debía tener flexibilidad de agarre para recipientes de diferentes diámetros.
- La superficie de contacto debía tener un recubrimiento que impida que los recipientes se rayen al momento de sujetarlos.

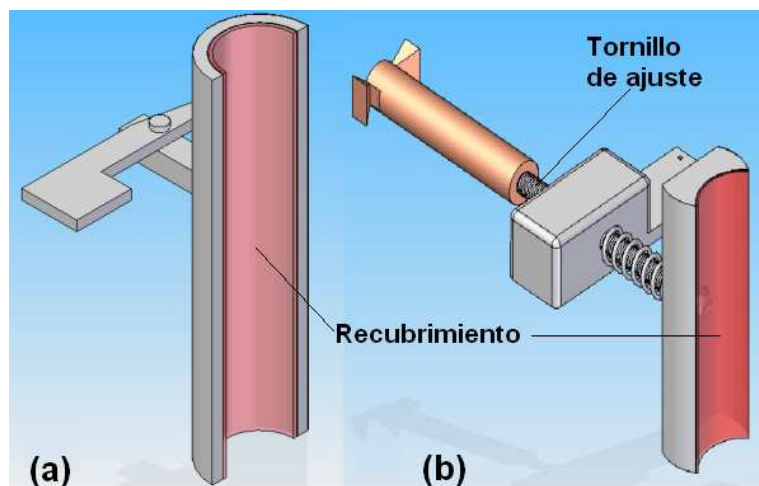


Figura 2.4 Pinza de agarre. (a) Guía (b) Pieza encargada de aprisionar.

Está compuesta por dos partes: La primera es una guía (figura 2.4.a) de 7 cm de longitud comparado con el recipiente a utilizar de 10 cm aproximadamente, con un recubrimiento de caucho en su interior. La segunda parte es una pieza de 4 cm de longitud (figura 2.4.b) encargada de aprisionar el recipiente contra la guía, unida a un resorte guiado por un tornillo que permite ajustarla según el diámetro requerido, igualmente con un recubrimiento de caucho en la parte interior.

2.2.2 Sistema rotatorio

En función de los requerimientos de muestreo, se diseñó un sistema giratorio (figura 2.5) para registrar la información a lo largo de todo el barrido.

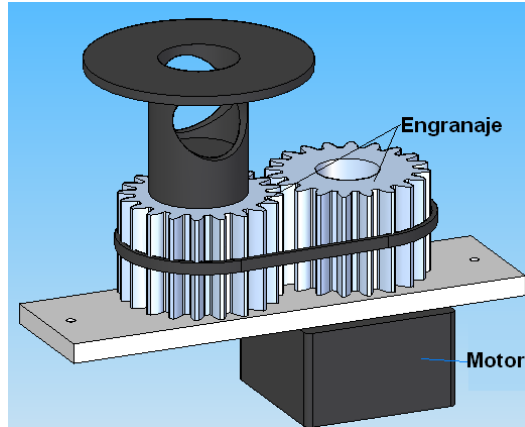


Figura 2.5 Sistema rotatorio diseñado.

El sistema se compone de las siguientes partes:

2.2.2.1 Disco plano

El barrido completo de medición requería un radio constante de medida, así que se eligió una superficie circular. Se diseñó un disco plano de 5 cm de diámetro, para sostener el detector, con un agujero en el centro de 3 cm de diámetro para que el contenedor de la muestra pueda atravesarlo sin ser perturbado. Las dimensiones del disco se escogieron teniendo en cuenta que se requería obtener arcos pequeños en el giro y no afectar la portabilidad del sistema.

2.2.2.2 Diseño del método de alineación

La onda luminosa se propaga en forma rectilínea hasta que entra en contacto con el recipiente utilizado para contener la muestra. Debido a la forma cilíndrica de éste, la desviación de los rayos se presentara únicamente en el plano horizontal, correspondiente a donde está incidiendo el haz y solo los rayos que inciden de forma normal a la superficie pasarán completamente el contenedor sin desviarse.

El láser seleccionado operaba en modo TEM₀₀ y presentaba un perfil gaussiano de intensidad (figura 1.2), por lo tanto, la mayor intensidad se encuentra en el centro del haz [2]. Utilizando un fotosensor se detectó la máxima intensidad como criterio para alinear la muestra, el láser y el fotodetector.

Para cumplir con los requerimientos de alineación se utilizó el posicionador en los ejes X y Y, que son perpendicular y paralelo al laser de incidencia respectivamente, para mover el recipiente contenedor de la muestra, hasta que la intensidad máxima del láser incidiera normalmente en su superficie y los fotodetectores la capturaran en ambos ejes. Por tanto, fue necesario adicionarle al disco plano un soporte cilíndrico de 4cm de diámetro por 5 cm de largo, con dos agujeros perpendiculares entre si, en la parte inferior y adaptarles dos láseres y dos fotodetectores, tal como se muestra en la figura 2.6.

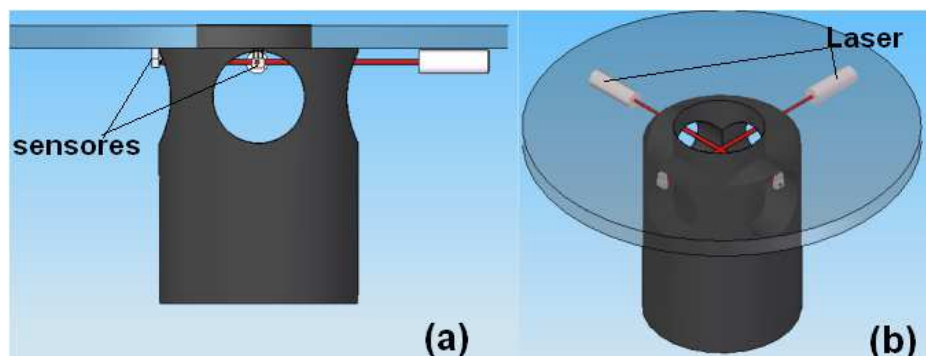


Figura 2.6 Sistema de alineación del sistema rotatorio (a) Vista alzada (b) Vista isométrica.

2.2.2.3 Motor y caja reductora

El muestreo alrededor del contenedor se puede realizar rotando el láser o el sensor. Se consideró que para girar el láser, el motor debía hacer un giro más brusco y tener un mayor torque, por lo que se escogió rotar el sensor, que es más ligero, implicando un menor torque y mayor suavidad en el giro. Además, un beneficio de mantener el láser estático es que facilita la alineación tomándolo como referencia.

Se escogió un motor paso a paso, ya que reúne todas las características requeridas: se puede girar 360 grados, controlar su avance y su torque.

Teniendo en cuenta las dimensiones del área de sensado del fotodetector, se diseñó una caja de reducción (Figura 2.7) con una relación de 5 a 1 para el motor, y así conseguir que el sensor se desplace en arcos de 0.5 mm aproximadamente permitiendo registrar una mayor cantidad de información.

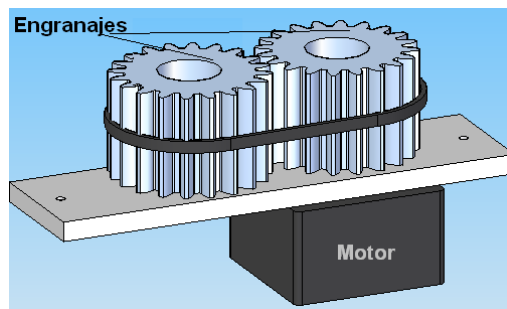


Figura 2.7 Caja reductora diseñada.

Una vez definidos todos los componentes, estos se ubicaron sobre una plataforma estable que constaba de una base de 250 cm² aproximadamente, con tres patas de altura variable, permitiendo su nivelación independientemente de la superficie en la que se encuentre.

Para concretar las ideas anteriormente elaboradas, se realizó un modelamiento tridimensional virtual (figura 2.8) para detectar posibles falencias en el sistema a través de la simulación, en un software de diseño asistido por computador.

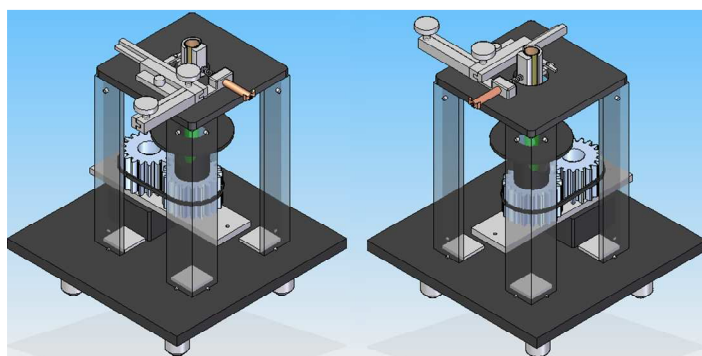


Figura 2.8 Diseño virtual del prototipo (vistas isométricas).

2.2.3 Diseño del sistema electrónico

Con el objetivo de controlar y sincronizar el giro del motor con la captura de la información, se utilizó una tarjeta de adquisición de datos ARDUINO UNO con hardware y software libre. Su principal característica es tener conexión USB, facilitando así la conexión del prototipo con el computador.

Para el control del motor se utilizaron los pines digitales de la tarjeta, que se encargaban de controlar el encendido de las bobinas y realizar el giro deseado. En la secuencia de activación empleada había, al menos, dos devanados activos por paso, ofreciendo un alto torque y retención. En cuanto a la recepción de los datos enviados por los fotodetectores, se utilizaron los pines analógicos de entrada de la tarjeta (figura 2.9).

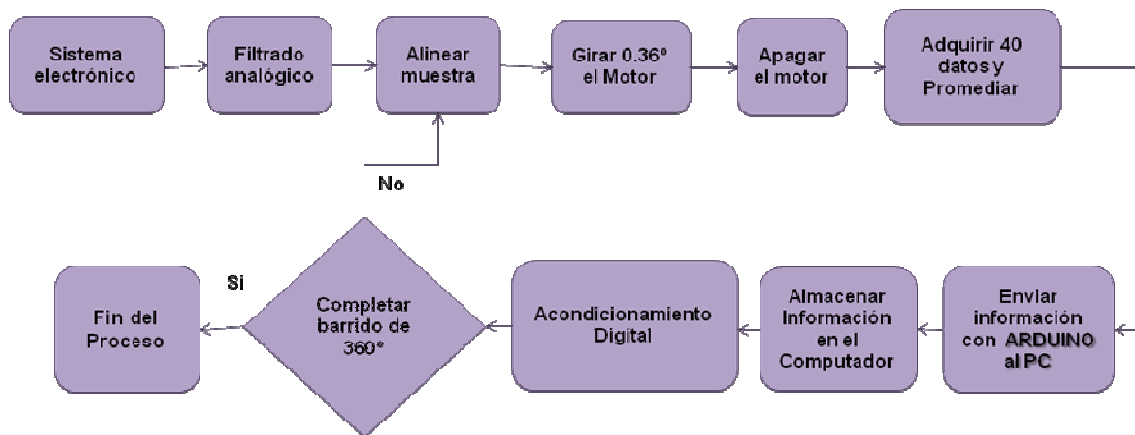


Figura 2.9 Diagrama de proceso del funcionamiento del sistema electrónico

2.2.3.1 Adecuación de señales

La tarjeta de adquisición está diseñada para soportar voltajes y corrientes de hasta 20 V y 40 mA respectivamente, por lo tanto fue necesario realizar una serie de acondicionamientos de manera que no se afecten los dispositivos que la conforman.

Las especificaciones del motor utilizado requerían que la corriente suministrada fuera aproximadamente de 1.2 A, por tanto se recurrió a un driver de corriente capaz de generar hasta 3 A, para amplificar la señal proveniente de la tarjeta.

En el caso del voltaje proporcionado por los sensores, se empleó el amplificador de instrumentación AD620 para incrementar los cambios de voltaje y garantizar la detección por los pines analógicos de la tarjeta, obteniendo una mejor resolución al momento de desplegar la información. De igual manera, se adicionó al montaje filtros electrónicos pasa bajas para minimizar el ruido electrónico.

2.2.4. Caracterización de los componentes ópticos y electrónicos del sistema

Para garantizar unas medidas confiables se requería que la intensidad del láser se mantenga constante, que la alimentación eléctrica no fluctúe durante el tiempo de captura de la información y el fotodetector responda de forma acertada y reproducible.

Con esto en mente, se realizó la caracterización de los componentes mencionados a continuación, con el fin de escoger los más estables para el sistema.

2.2.4.1 Fuente de alimentación

Se analizaron cuatro tipos de fuentes para definir la de mayor estabilidad y eficiencia.

- Fuente digital variable
- Fuente regulada de computador
- Baterías
- Fuente regulada de computador conectada a un sistema de alimentación ininterrumpida (UPS)

Se adecuó un voltímetro a la salida de las fuentes y durante un tiempo de 15 minutos se midió el voltaje cada 10 segundos, con el fin de determinar la variación que pudieran presentar cada una de las fuentes. Los resultados obtenidos se muestran en la figura 2.10.

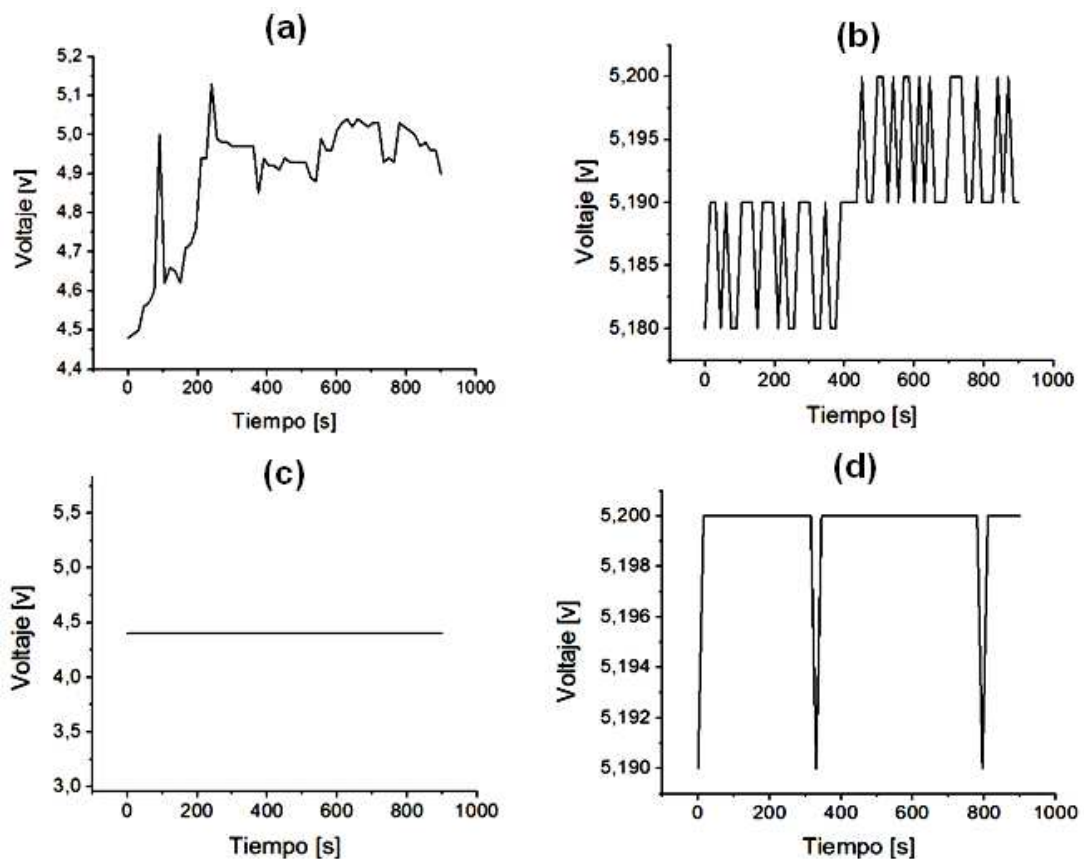


Figura 2.10 Variación de voltaje vs. tiempo de las fuentes de alimentación a) fuente digital, b) fuente regulada de computador, c) batería y d) fuente regulada conectada a una UPS.

La gráfica 2.10.c muestra que la respuesta de voltaje dada por las baterías fue la más estable pero no la más eficiente debido a que se requiere un cambio o recarga constante. Por otra parte, la fuente regulada de computador conectada a una UPS (2.11.d) muestra una variación mínima, por lo que se eligió para alimentar el sistema.

2.2.4.2 Láser

Se caracterizaron diferentes láseres rojos, entre los que están: láser de helio neón de 10 mw, diodo láser de 1 mw y diodo láser de 5 mw. Se realizó un montaje (figura 2.11) que constaba de un polarizador y un sensor de luz con interfaz al

computador para capturar la intensidad durante 15 minutos en intervalos de 15 segundos.

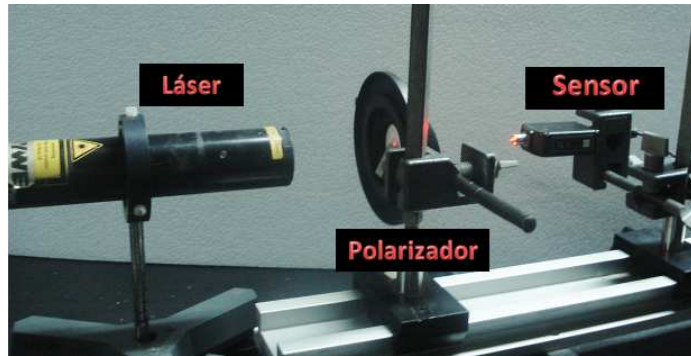


Figura 2.11 Montaje para caracterización de láseres.

A continuación, en la figura 2.12 se muestran las gráficas de intensidad vs. Tiempo de los láseres que se analizaron.

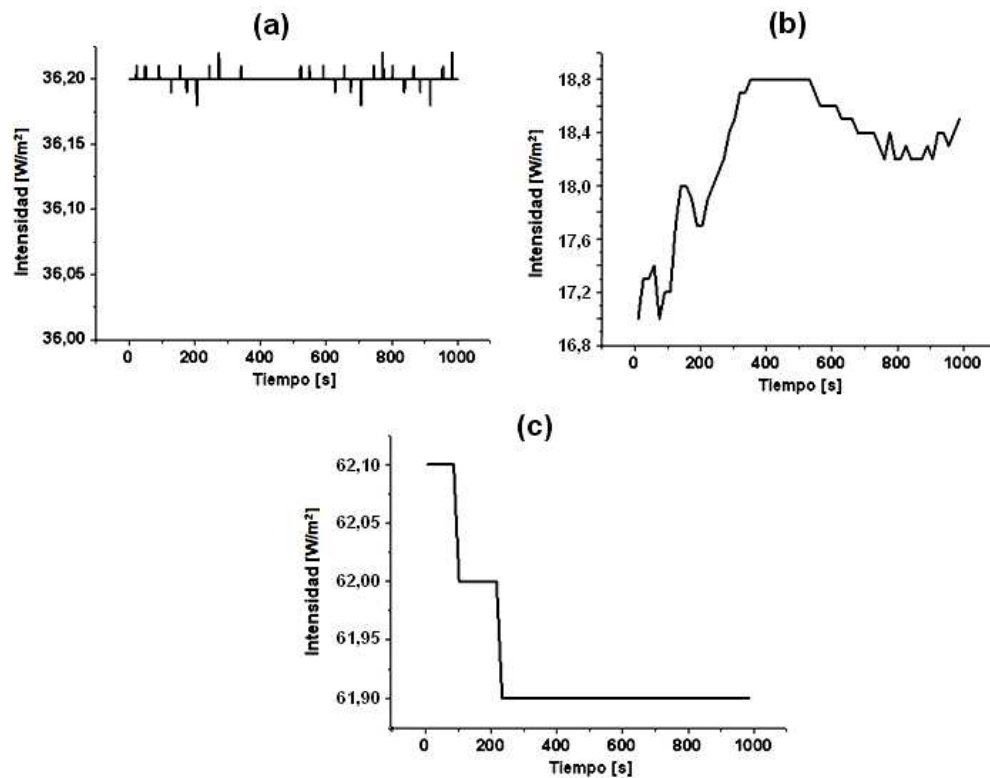


Figura 2.12 Variación de intensidad vs. Tiempo de las fuentes de iluminación (a) Helio Neón (b) Diodo de 5mW (c) Diodo de 1mW.

Según los resultados obtenidos se escogió el láser de Helio-Neón por su estabilidad en el tiempo, aunque cabe mencionar que este requería de aproximadamente una hora después de encendido, para lograr su mayor estabilidad.

2.2.4.3 Sensores de luz

En el montaje para caracterizar los sensores de luz (figuras 2.13 - 2.14) se incluyeron tanto el láser como la fuente elegidos anteriormente. Se utilizaron dos polarizadores lineales, uno para asegurar que el láser tenga una polarización conocida y el otro para variar la intensidad y así poder determinar la curva de respuesta de los fotodetectores, basándose en la ley de Malus.

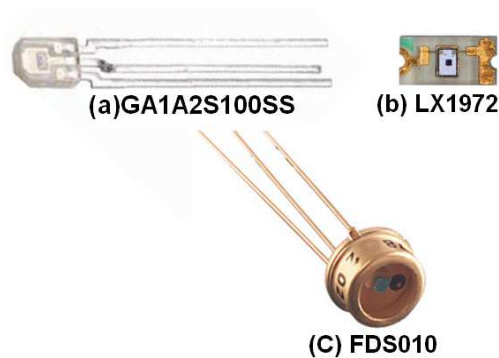


Figura 2.13 Sensores caracterizados



Figura 2.14 Montaje para caracterizar los sensores.

Un parámetro que se tuvo en cuenta para la caracterización de los sensores fue el tiempo de integración para poder determinar cuánto tiempo se debe esperar antes de empezar la toma de datos.

Para caracterizar los sensores, se varió el ángulo del polarizador cada cinco grados para determinar su comportamiento respecto al cambio de ángulo.

Las curvas de voltaje vs ángulo se muestran en las figuras 2.15, 2.16 y 2.17.

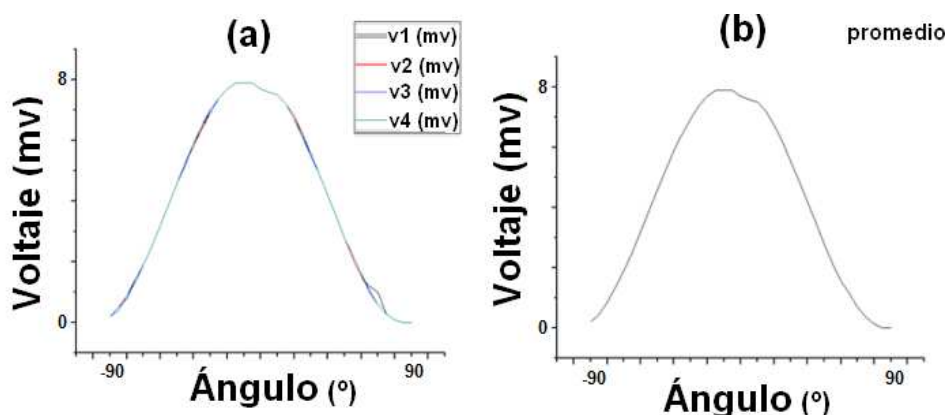


Figura 2.15 Curva de caracterización para el sensor FDS010 a) para cuatro repeticiones b) promedio.

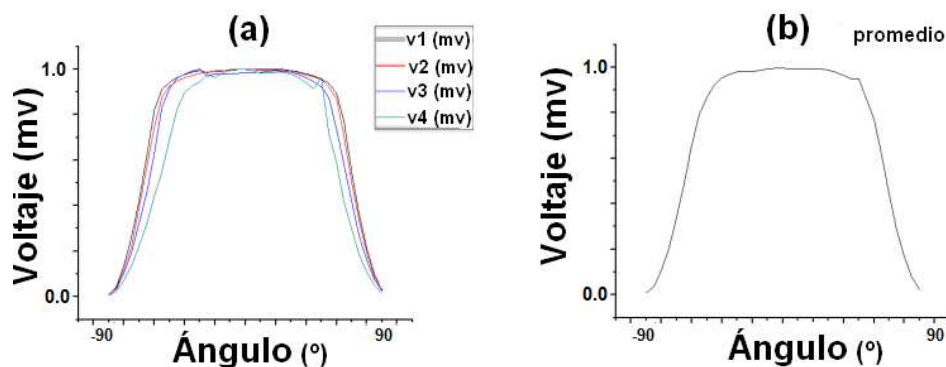


Figura 2.16 Curva de caracterización para el sensor LX1972IBC a) para cuatro repeticiones b) promedio.

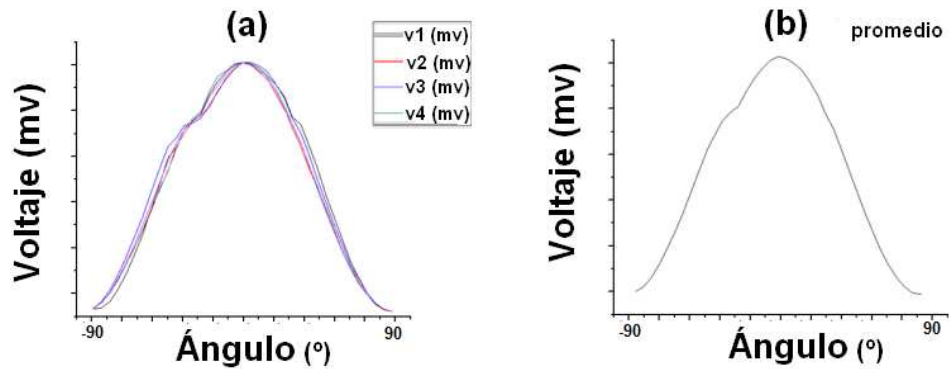


Figura 2.17 Curva de caracterización para el sensor GA1A2S100SS a) para cuatro repeticiones b) promedio.

Según las gráficas obtenidas, se determinó que el sensor FDS010 tenía una mayor estabilidad y reproducibilidad al momento de adquirir los datos. Por tanto, se decidió variar el ángulo cada grado para determinar la resolución del sensor observando si detectaba cambios pequeños de intensidad. La curva obtenida se muestra en la figura 2.18.

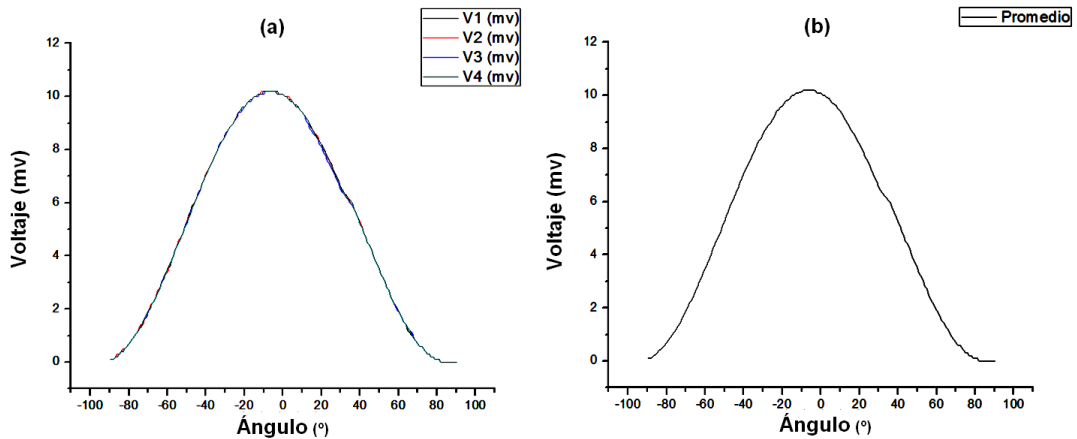


Figura 2.18 Curva de caracterización para el FDS010 cada grado.

2.2.5 Protocolo de la preparación de la muestra

El sistema responde correctamente entregando una alta repetitividad y diferenciando las muestras, si éstas siguen un protocolo de preparación,

manteniendo determinadas características constantes con el fin de relacionar las variaciones únicamente al cambio de tamaño entre las partículas.

Para lograr una muestra adecuada fue necesario:

1. Mantener un volumen constante del medio.
2. Mantener un volumen constante de la muestra en polvo.
3. Utilizar el mismo tipo de contenedor para todas las muestras.
4. Agitar la mezcla para lograr una distribución homogénea de las partículas en el medio.
5. Extraer las burbujas que se hayan generado con la agitación.
6. Limpiar el recipiente para eliminar cualquier huella o impureza externa.

2.3. IMPLEMENTACIÓN DEL SISTEMA

Una vez terminados todos los diseños de las piezas, se construyó el sistema en aluminio para garantizar que tantos los sensores como los láseres se mantuvieran alineados, a pesar de las condiciones del medio.

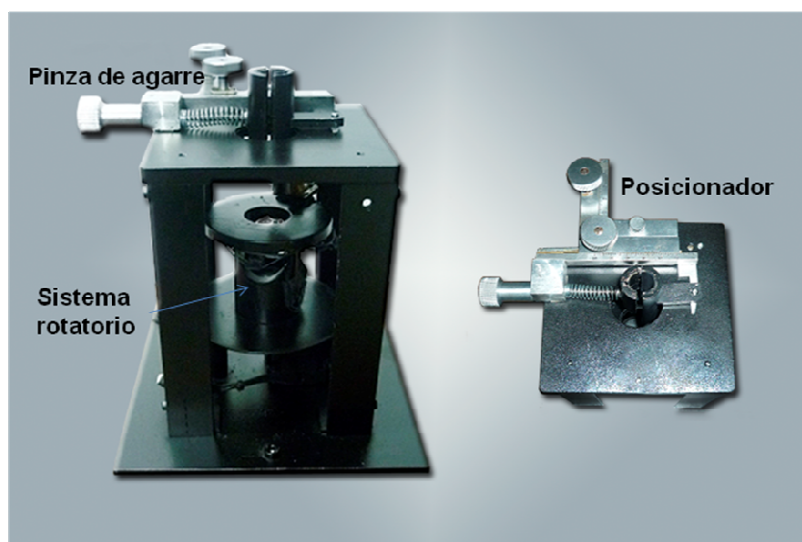


Figura 2.19 Prototipo implementado

En la figura 2.19 se muestra el prototipo, que consta de un armazón metálico de 16 x 16 x 21cm, que incluye el posicionador con las pinzas de agarre de las muestras, el motor con el arreglo de piñones para la reducción de giro, los sensores y láseres de alineación y medición. Todo lo anterior está ubicado sobre una placa niveladora para compensar el desnivel de la superficie sobre la que se ponga el prototipo.

Al sistema final se le adicionaron dos sensores de luz (PASCO® light sensor CI-6504A y CI-6604), uno para asegurar la estabilidad del láser incidente y otro para medir el retroesparcimiento a 180° respecto a la luz esparcida, y así garantizar una densidad de partículas constante en el área de incidencia del haz para todos los barridos realizados (figura 2.20). Así mismo, éste consta de una tarjeta de adquisición de datos para controlar el prototipo, un circuito para la adecuación de señales y un software con interfaz gráfica para la adquisición y procesamiento de datos en el computador (Figura 2.21).

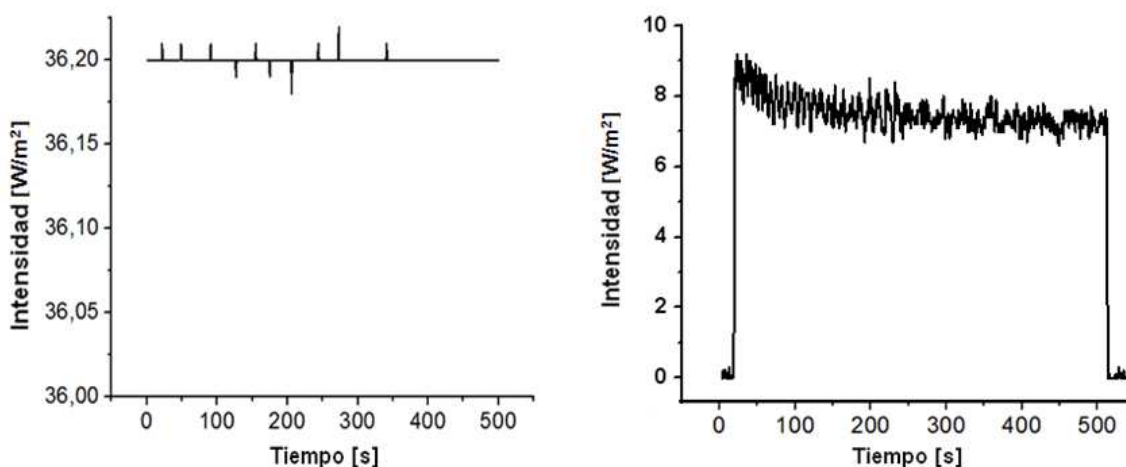


Figura 2.20 Curvas de Intensidad a) incidente b) retroesparcida.

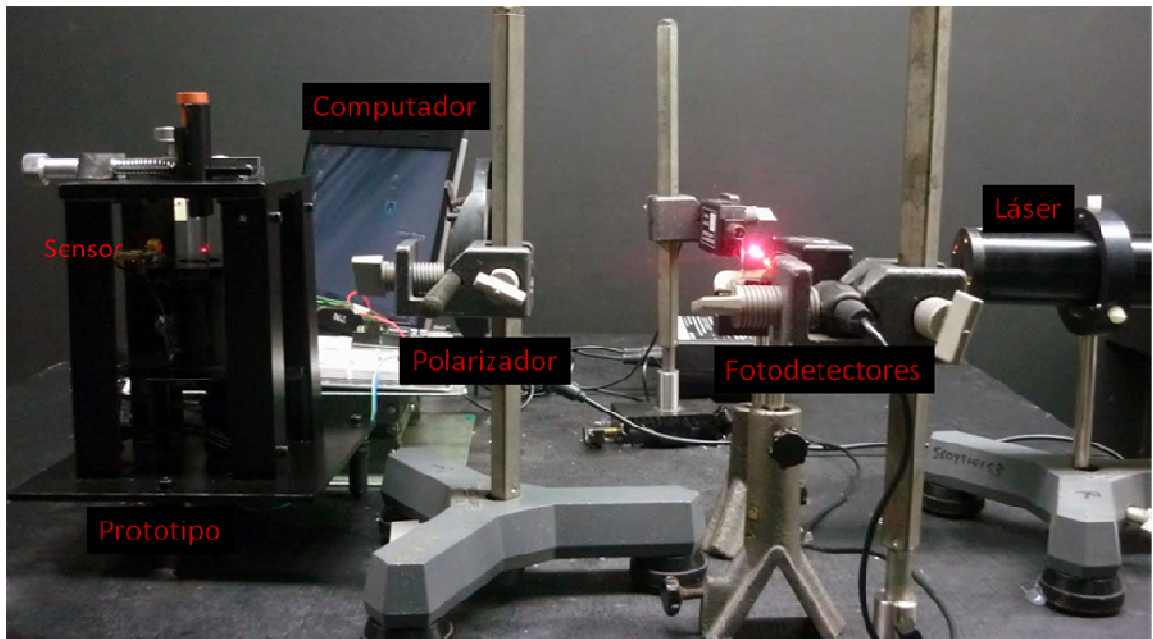


Figura 2.21 Montaje total

2.4 SISTEMA DE ADQUISICIÓN DE DATOS

El software implementado está encargado de controlar la adquisición, acondicionamiento y el despliegue de la información que produce la técnica de esparcimiento angular. Para este propósito se desarrolló una aplicación basada en lenguaje C++, que cumple distintas funciones dentro del sistema. Primero se encarga de la adquisición de la información suministrada por la tarjeta de adquisición de datos, que requirió desarrollar una rutina para extraer la información del puerto serial (COM) y almacenarla en el computador para su posterior análisis. Se realizó una función para filtrar el ruido presente en los datos que permitió apreciar mejor el fenómeno, y así analizar más fácil las curvas obtenidas. Finalmente se implementaron funciones que permitieron la visualización de la información previamente acondicionada y analizada. Lo anteriormente mencionado se muestra en forma de una interfaz gráfica (figura 2.22).

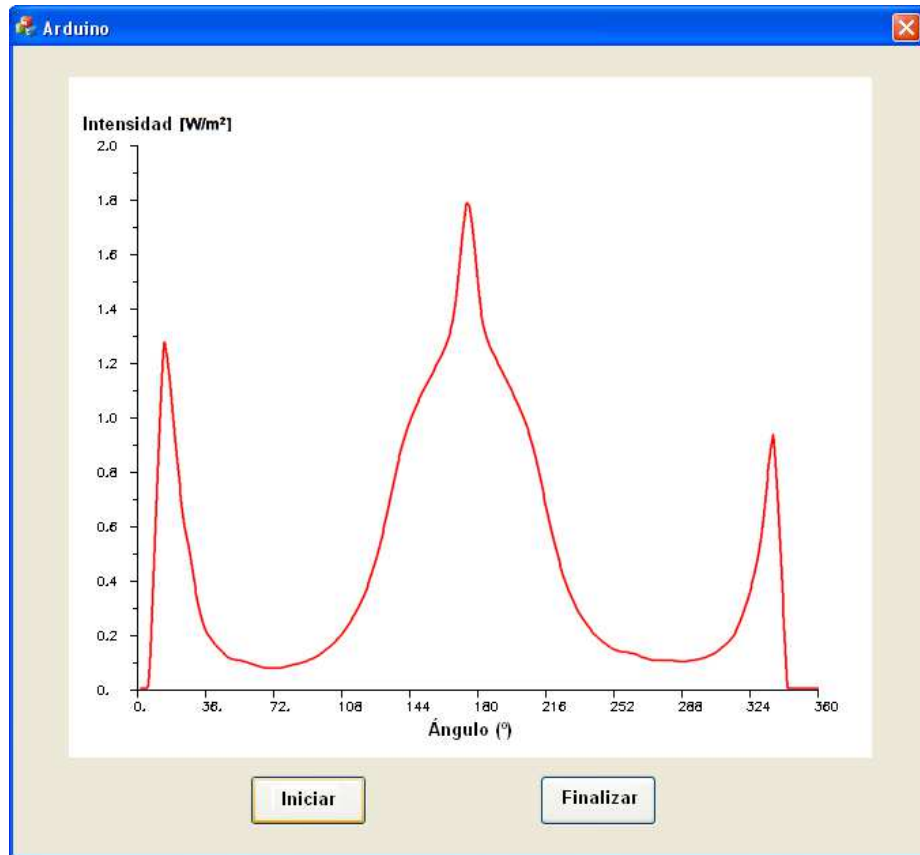


Figura 2.22 Interfaz gráfica de usuario

En la figura 2.22 se aprecian los botones para iniciar y finalizar la captura de los datos. También se puede observar el contexto de visualización de éstos.

2.5 CALIBRACIÓN DEL SISTEMA

2.5.1 Características de la muestra

Para delimitar y determinar las características de las muestras a analizar se asumieron las restricciones presentadas en el capítulo 1. Por tanto, el estudio se realizó para polvos dieléctricos, aproximadamente esféricos y con rangos de tamaño comparables con la longitud de onda incidente.

Las muestras escogidas fueron Arena, Polen, Oxido de Circonio (ZrO_2) de 1 micra, Dióxido de Titanio (TiO_2), Alúmina (Al_2O_3), Fosforo de Indio (InP), ZrO_2 de 70 nm y ZrO_2 de 15nm. Teniendo en cuenta que el tamaño se obtuvo de micrografías de barrido y ópticas, es decir que el margen de error en la determinación de éste depende de la resolución de cada técnica.

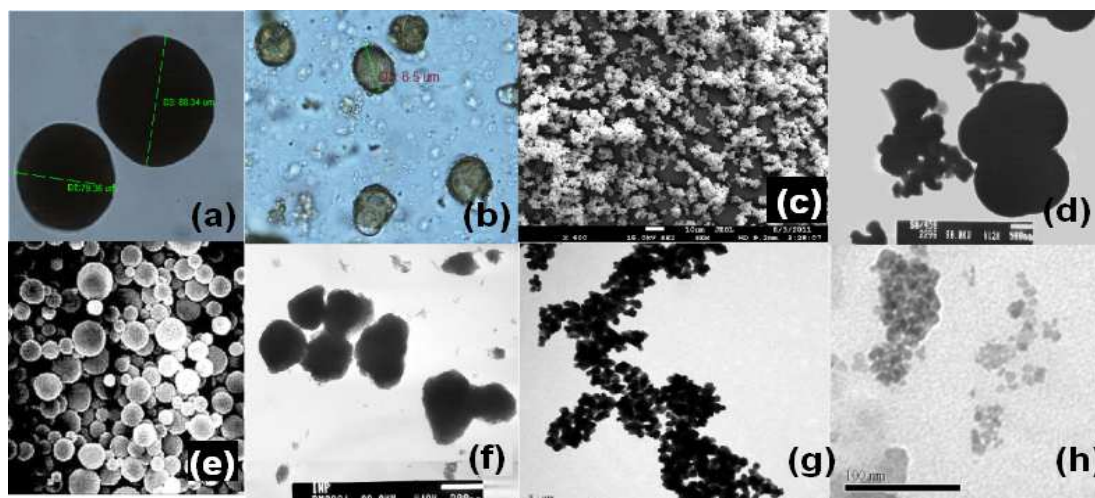


Figura 2.23 Micrografías de las muestras en polvo utilizadas. a) arena, b) polen, c) ZrO_2 1 μ , d) TiO_2 , e) Al_2O_3 , f) InP, g) ZrO_2 70nm, h) ZrO_2 15nm

2.5.2 Características del medio de suspensión para la muestra

El sistema diseñado requiere aproximadamente ocho minutos para girar 360° y adquirir la información cada 0.36° , por tanto se buscó un medio de suspensión lo suficientemente viscoso para postergar el tiempo de precipitación de las partículas, considerando que debe ser traslucido, tener un índice de refracción diferente al de la muestra y retener la mínima cantidad de burbujas, para no afectar la medición.

2.5.3 Características de la concentración

Se adicionó gradualmente una cantidad constante de una de las muestras en polvo al medio en suspensión elegido, con el fin de buscar un punto de equilibrio para mantener las propiedades del esparcimiento simple, pero con una

concentración adecuada para obtener un flujo constante de partículas atravesando el área iluminada por el haz láser durante todo el tiempo de medición y así lograr una correcta apreciación del fenómeno en todo el rango de barrido.

2.6 EVALUACIÓN DEL SISTEMA

Con el propósito de evaluar el desempeño del sistema implementado, se realizaron barridos de tres medios diferentes, al aire, al recipiente de vidrio seleccionado y al recipiente con una muestra determinada. Los resultados se muestran en la figura 2.24, de la que se puede observar que si existe una variación de la luz esparcida a medida que se cambia la muestra.

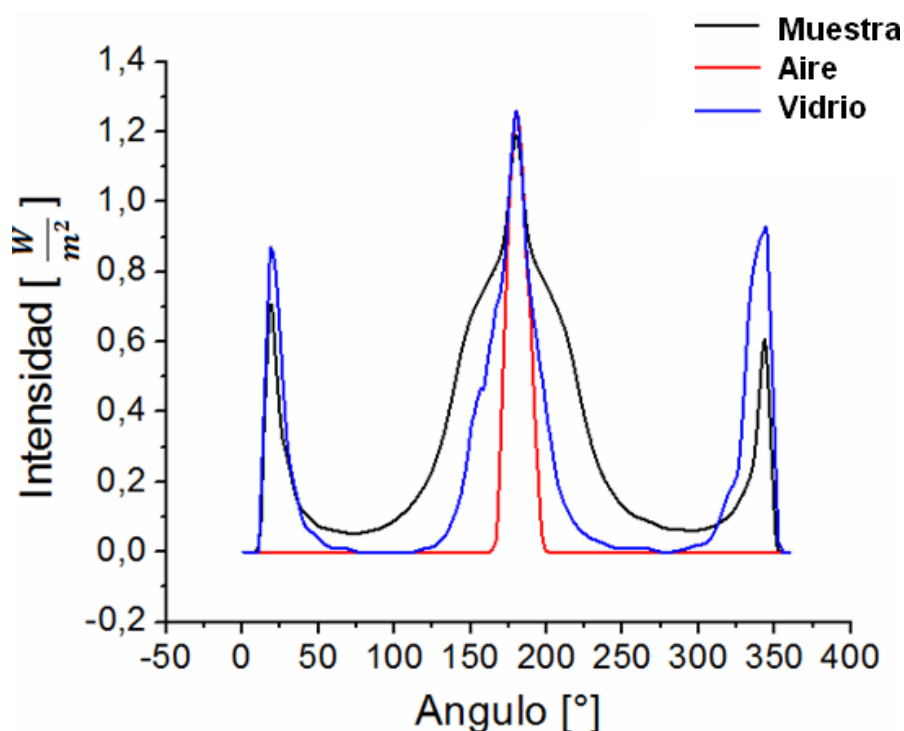


Figura 2.24 Curvas de esparcimiento de diferentes muestras a) Aire b) Recipiente de vidrio c) Recipiente con una muestra determinada.

En este capítulo se presentaron todos los diseños necesarios para una implementación adecuada del sistema óptico propuesto. Además, se caracterizaron los componentes ópticos y electrónicos seleccionados para el

montaje, las muestras en polvo y el medio de suspensión con el fin de garantizar un funcionamiento óptimo del dispositivo.

REFERENCIAS

- [1] AMMANN, J. HENTSCHEL, F. GALUPPO, E. (2005). FISICA EXPERIMENTAL V-
óptica. Chile: Universidad de Santiago de Chile.
- [2] RODRÍGUEZ, G. SANCHEZ, F. MARTÍNEZ, S. (2009). Ingeniería de haces láser:
propiedades, manipulación y aplicaciones. México. Vol XII, N°44.

3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

En este capítulo se presentan los resultados de aplicar la técnica de detección angular de irradiancia a las muestras, con el fin de establecer una correspondencia entre el rango de tamaño de partículas presentes en ellas. Inicialmente se especifica el procedimiento realizado para acondicionar los datos, posteriormente se describe el método para la caracterización de la muestra y del medio de suspensión para las mismas, y la determinación de la concentración ideal. Finalmente se muestran las curvas para las muestras seleccionadas, la comparación de los resultados con la técnica de microscopía, al igual que el análisis para todas las curvas, presentando los descriptores que cumplieron con el objetivo de clasificar adecuadamente las muestras.

3.1 ACONDICIONAMIENTO DIGITAL DE LOS DATOS

El ruido es un factor que está presente en la mayoría de los sistemas. En el caso del esparcimiento óptico, puede ser ocasionado principalmente por fuentes de luz externas al sistema, fluctuaciones en la iluminación y red eléctrica, vibración de la superficie en la que se encuentra, impurezas en el recipiente contenedor de la muestra, entre otros. Aunque se trató de mantener condiciones experimentales que disminuyeran al máximo los errores sistemáticos, se presentaron algunas fluctuaciones aleatorias incontrolables en la medición. Para disminuir este efecto se realizó un proceso de acondicionamiento que se describe a continuación.

- Cuando se ubica el sensor en la posición deseada, se apaga el motor en el momento de adquirir la información para disminuir el ruido electrónico. Se toman cuarenta datos de intensidad en un mismo punto y se promedian para minimizar los posibles errores.
- Se obtiene la curva de variación de intensidad vs ángulo, realizando un barrido de 360° alrededor de la muestra. Una de las curvas originales obtenidas se presenta en la figura 3.1.

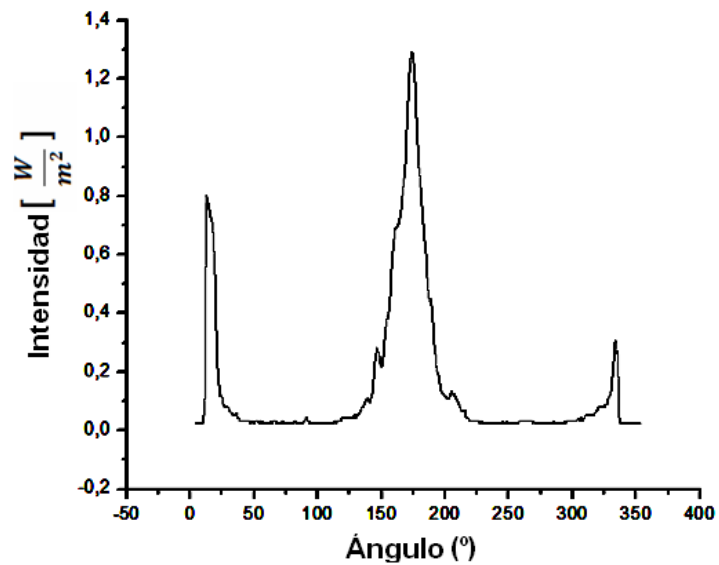


Figura 3.1 Gráfica de variación de intensidad vs ángulo.

- Se implementó un filtro digital *moving average* [1], con el objetivo de disminuir el efecto del ruido. Este posee una ventana de diez elementos alrededor del punto principal y cada dato corresponde al resultado del promedio del valor de ese punto y de cada uno de sus diez vecinos consecutivos hacia cada lado. En la figura 3.2 se presenta el resultado de aplicar el filtro descrito a los datos graficados en la figura anterior.

Los análisis de los patrones de esparcimiento de cada una de las muestras se realizaron posteriormente a que se aplicara el filtro mencionado, es decir, que todas las gráficas que se muestran en este capítulo, han sido previamente filtradas.

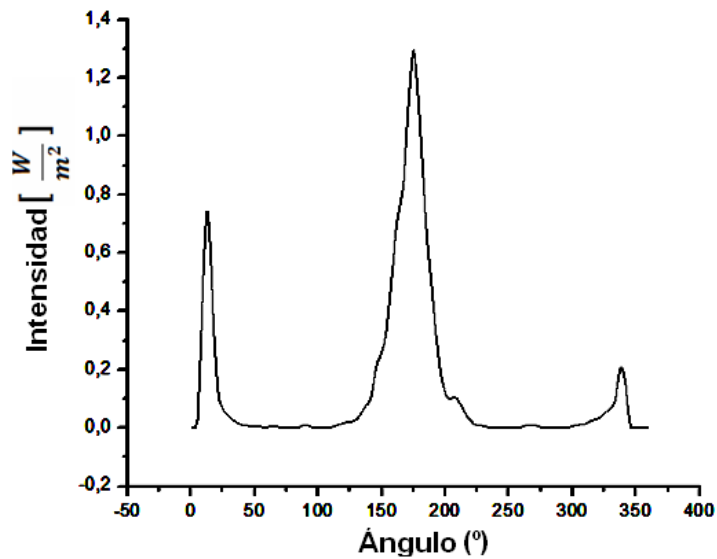


Figura 3.2 Curva filtrada de intensidad vs ángulo.

3.2. ADECUACIÓN DE LA MUESTRA

Para desarrollar un proceso controlado de investigación es necesario estandarizar las muestras que se van a analizar; para ello se requiere definir ciertas especificaciones como:

3.2.1 Propiedades de los polvos

Es importante para el análisis conocer algunas propiedades físicas de las partículas como su tamaño, su índice de refracción y su densidad aparente, con el fin de delimitar los rangos de valores. El tamaño se determinó a partir de micrográficas tanto del microscopio óptico como electrónico, el índice de refracción se obtuvo de la literatura [2] y, para la densidad aparente, se pesó una cantidad de las muestras en polvo y se sumergió en un volumen dado para determinar el incremento del volumen. Las características obtenidas se muestran en la Tabla 3.1.

Tabla 3.1 Propiedades físicas de las muestras en polvo seleccionadas

Compuesto	Tamaño	Índice de Refracción	Densidad	Masa
Arena	80,4400 μm	4,0100	2,5050	0,0020
Polen	5,6000 μm	1,5500	1,6850	0,0013
ZrO ₂	1,0000 μm	2,2100	3,4950	0,0028
InP	0,2000 μm	3,5000	4,290	0,0034
TiO ₂	0,8000 μm	2,8750	3,8800	0,0031
Al ₂ O ₃	0,5000 μm	1,7700	3,9700	0,0032
ZrO ₂	70,0000 nm	2,2100	5,5350	0,0044
ZrO ₂	15,0000 nm	2,2100	5,4350	0,0043

3.2.2 Definición y caracterización del medio de suspensión para la muestra

El medio de suspensión para las muestras en polvo se estableció determinando el tiempo de precipitación de una cantidad constante de partículas en cada sustancia (tabla 3.2). Así mismo, se realizaron curvas de esparcimiento de cada uno de los medios escogidos (figura 3.3).

Tabla 3.2 Tiempos de precipitación en glicerina, aceite mineral y agua.

Medio	Tiempo de sedimentación
Agua	40 segundos
Aceite	15 minutos
Glicerina	> 60 minutos

De la tabla 3.2 y la figura 3.3 se puede observar que, según los tiempos, el medio más apropiado es la glicerina, pero su principal desventaja es que la muestra debe agitarse para homogenizar la mezcla y en este medio se generan demasiadas burbujas que son difíciles de extraer, por lo que se escogió el aceite mineral que, aunque no es tan viscoso como la glicerina, es apropiado para el análisis, ya que el tiempo en el que se precipitan la mayoría de las partículas es superior a ocho minutos, que es el tiempo empleado por el sistema para adquirir toda la información a lo largo del barrido.

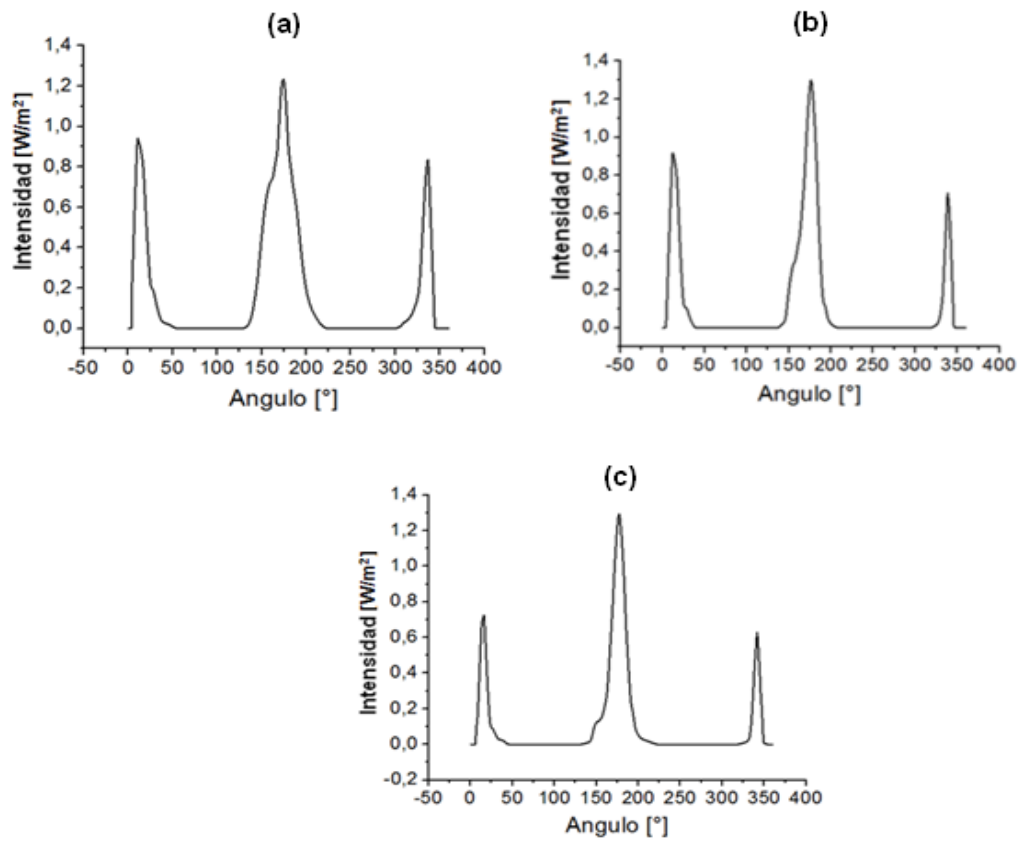


Figura 3.3 Gráficas de esparcimiento del medio a) Agua b) Glicerina c) Aceite mineral.

3.2.3 Determinación de la concentración ideal

Para la determinación de la concentración adecuada para las muestras se realizaron barridos de 5 concentraciones diferentes de ZrO_2 de 70 nm (tabla 3).

Tabla 3.3 Cantidades de ZrO_2 de 70 nm para determinar la concentración ideal

Masa de ZrO_2 70nm [g]
0,0020
0,0030
0,0044
0,0060
0,0070

Las variaciones de voltaje (eje y) respecto al ángulo (eje x) de cada una de las concentraciones anteriormente mencionadas, se puede observar en la figura 3.4. En ella se puede resaltar que la cantidad de 0,0044 g es la más adecuada ya que permite diferenciar con mayor claridad el fenómeno, es decir, que es lo suficientemente concentrada como para evidenciar el esparcimiento.

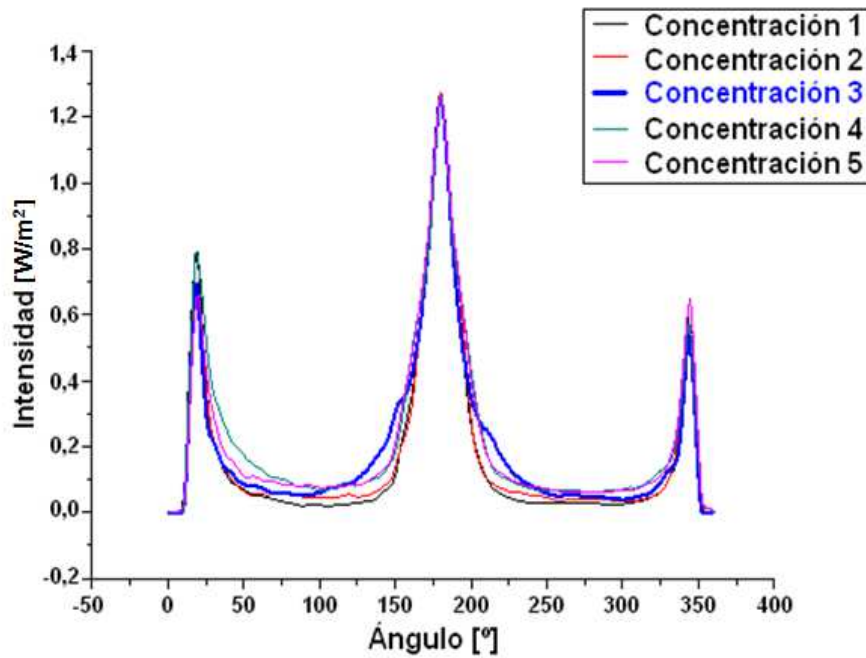


Figura 3.4 Curvas de las concentraciones de la tabla 3.3

3.3 RESULTADOS OBTENIDOS

Los resultados que se presentan a continuación fueron obtenidos al tomar las señales provenientes del fotodetector (FDS010), previamente convertidas a intensidad mediante el factor de conversión dado en la ecuación 3.1, obtenido mediante mediciones realizadas con un detector de referencia y graficado respecto al ángulo.

$$I \left[\frac{w}{m^2} \right] = 1.086 \left[\frac{w}{vm^2} \right] * V [v] \quad (3.1)$$

La selección de los tamaños de los materiales en polvo se hizo de tal manera que cumpliera las condiciones de la teoría de Mie (ecuación 1.12). Para comprobarlo se realizaron las respectivas gráficas polares como se muestra en la figura 3.5.

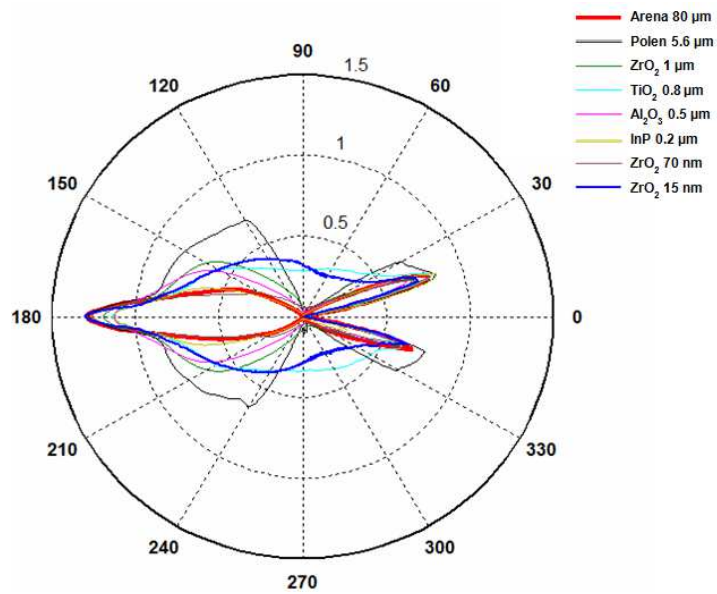


Figura 3.5 Gráficas polares de las muestras

La teoría de esparcimiento indica que cuando se tienen partículas pequeñas, comparables con la longitud de onda, la irradiancia esparcida es simétrica respecto al centro esparcisor, mientras que cuando las partículas son de tamaño comparable con la longitud de onda la irradiancia esparcida no lo es (figura 3.5).

La mayoría de las muestras analizadas están dentro del rango de la teoría Mie, excepto la muestra de ZrO_2 de 15nm cuyo tamaño es inferior al 10% de la longitud de onda incidente, por lo que esta muestra no se tendrá en cuenta para el análisis. De igual manera, la muestra de 80 micras tampoco se considerará porque su tamaño ya es muy grande en comparación con la longitud de onda y su análisis corresponde a la teoría manejada por la óptica geométrica.

El análisis de la información obtenida consideró parámetros como: ancho de pico a potencia media, primera y segunda derivada, área bajo la curva, pendientes de

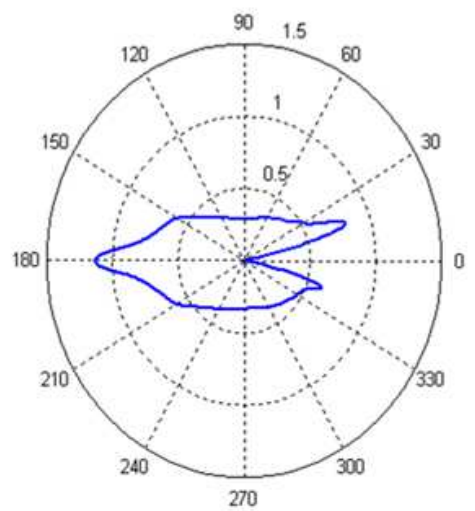
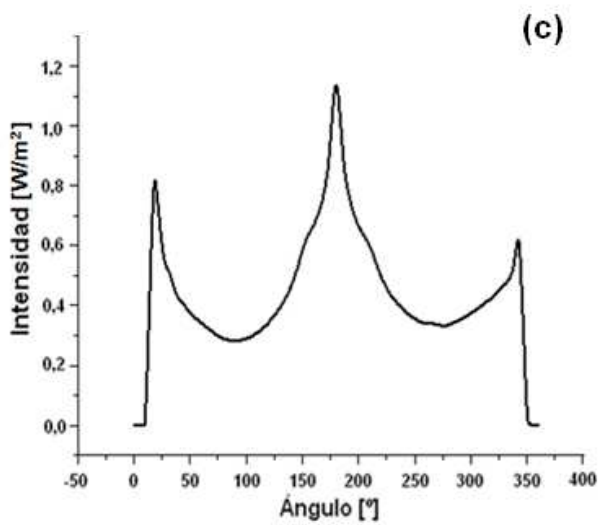
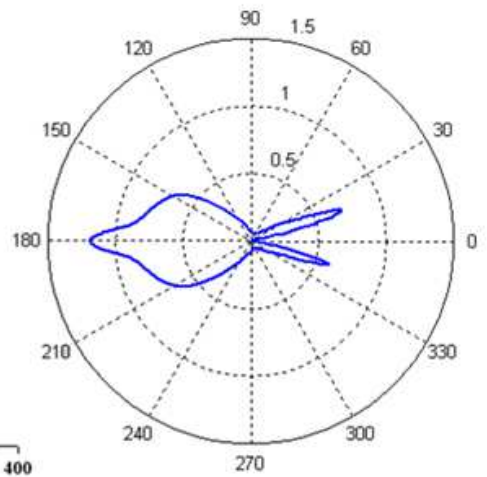
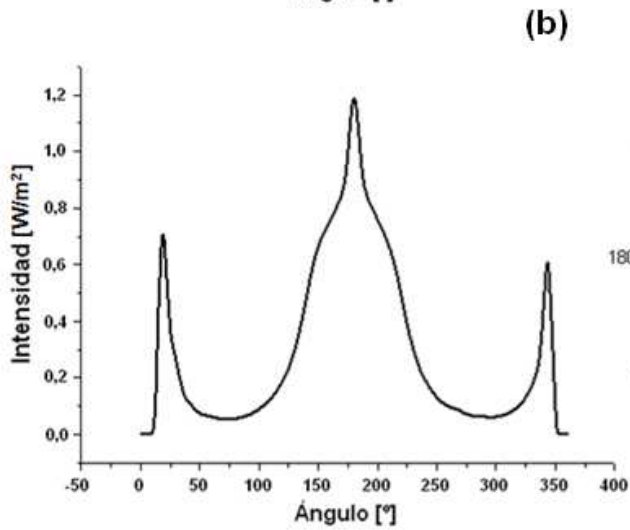
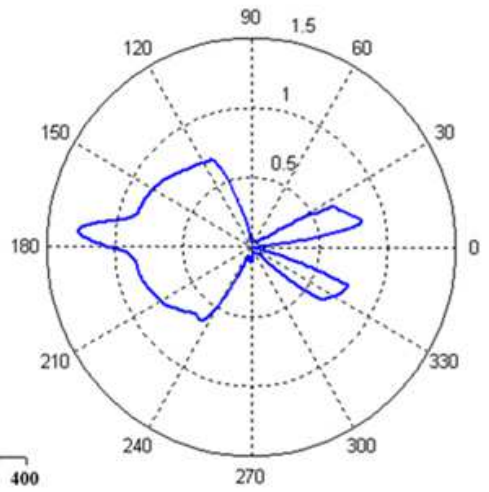
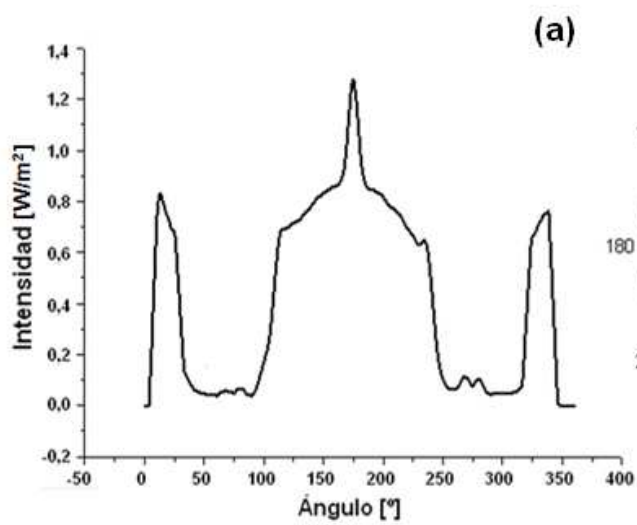
subida y bajada, posición y valor de los máximos. Esto con el fin de obtener algún indicativo que permita establecer una relación directa entre los patrones registrados y el tamaño de las partículas.

Las gráficas generadas al realizar el barrido completo a cada una de las muestras seleccionadas son el resultado de 10 barridos a cada una, con el fin de disminuir el error en la información, obteniendo las desviaciones estándar promedio que se muestran en la tabla 3.4. De esta tabla se puede inferir que la desviación no supera el 2.5%, por tanto la información que se analizará es confiable ya que se garantiza una alta repetitividad.

Tabla 3.4 Desviación estándar de las muestras

Muestra en Polvo	Desviación Estándar	Porcentaje (%)
Polen 5.6 μm	0,0157	1,5751
ZrO ₂ 1 μm	0,0191	1,9113
TiO ₂ 0.8 μm	0,0207	2,0704
Al ₂ O ₃ 0.5 μm	0,0120	1,2047
InP 0.2 μm	0,0165	1,6523
ZrO ₂ 70nm	0,0187	1,8742

Las gráficas que se muestran a continuación (figura 3.6), son los promedios de cada curva, el eje x se refiere a los ángulos del barrido efectuado por el sensor, y el eje y representa la intensidad medida por el mismo. Cabe aclarar, que el patrón de esparcimiento en realidad tiene la forma de dos picos, uno a 180° respecto al haz incidente, donde se mide la intensidad transmitida y uno a 360° respecto al incidente, que es el haz reflejado, pero lo que en realidad se observa es el segundo pico dividido en dos, donde las zonas comprendidas entre 0-20° y 340-360° no brindan una información confiable debido a que en ese momento el sensor interfiere con el haz de incidencia.



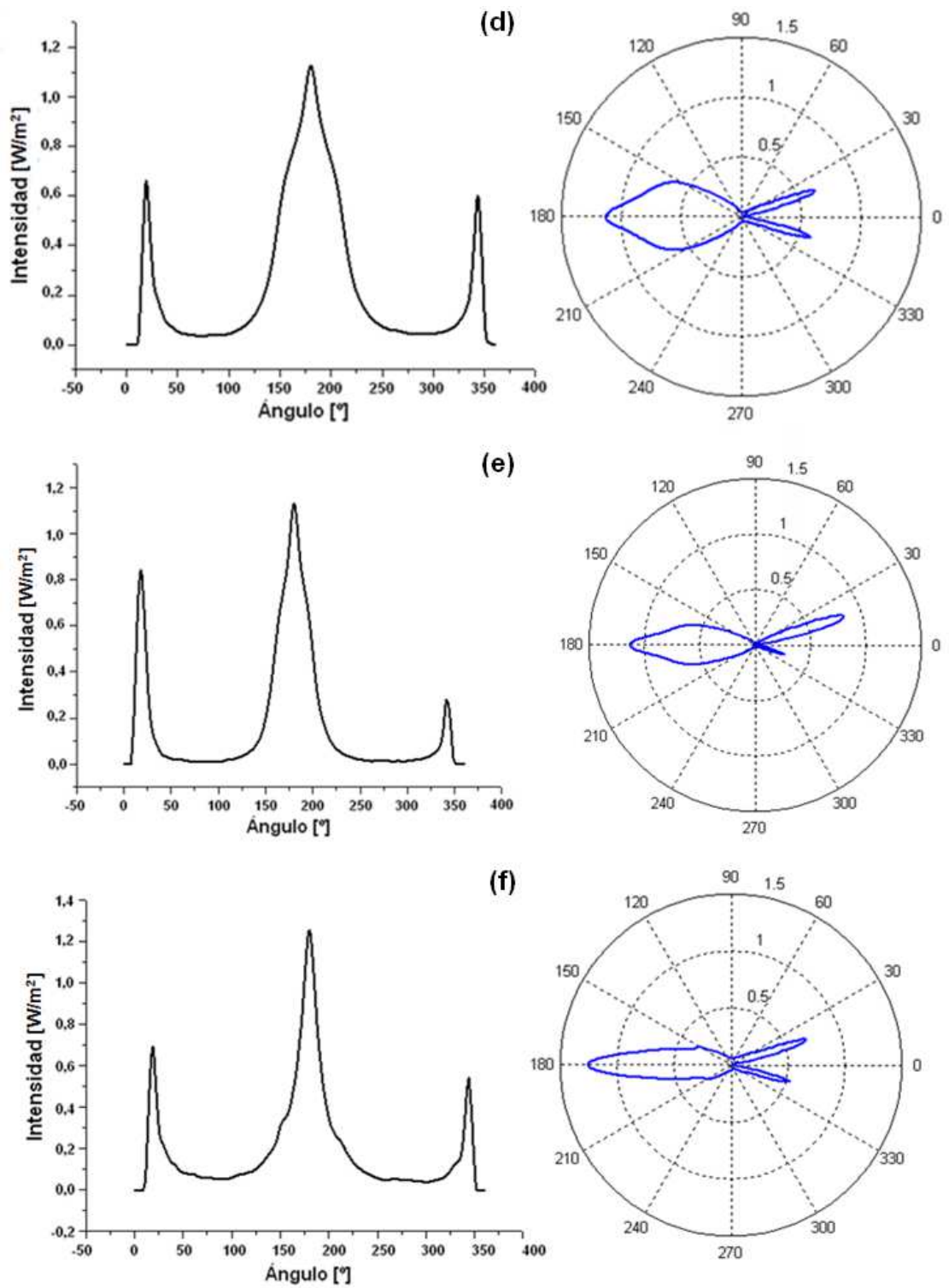


Figura 3.6 Patrones de esparcimiento de las muestras a) Polen de $5.6 \mu\text{m}$ b) ZrO_2 de $1 \mu\text{m}$ c) TiO_2 de $0.8 \mu\text{m}$ d) Al_2O_3 de $0.5 \mu\text{m}$ e) InP de $0.2 \mu\text{m}$ f) ZrO_2 de 70nm

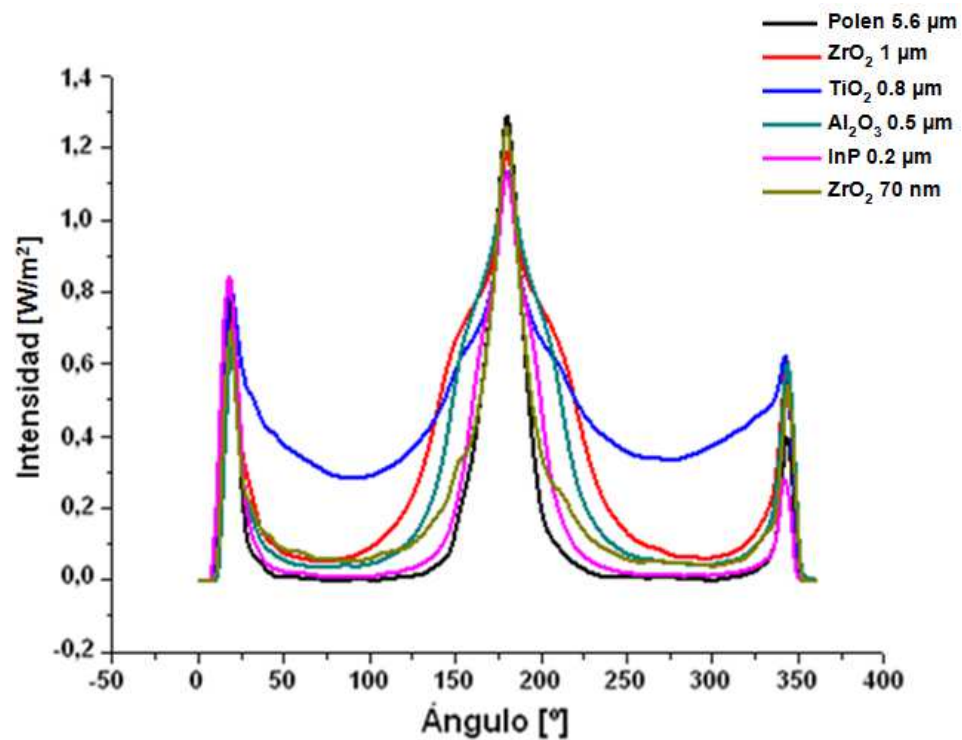


Figura 3.7 Comparación de todas las muestras.

Existe una tendencia similar en las gráficas presentadas, en la figura 3.7 se observa un pico central, de ancho variable, cuya amplitud corresponde al máximo de intensidad, que está ubicado a 180° . El esparcimiento se genera cerca a este ángulo y a medida que se aproxima a 90° o 270° es prácticamente nulo.

El rango de tamaño considerado para las partículas es muy amplio ($0.07\mu\text{m}$ - $5.6\mu\text{m}$), por tanto en adelante, éste se presenta en una escala logarítmica para poder apreciar mejor la tendencia. A continuación se describen los resultados obtenidos para cada uno de los análisis realizados.

3.3.1 Posición y valor de los picos máximos

Tabla 3.5 Posición y valor de los picos máximos

Material	Posición del primer máximo		Posición del segundo máximo		Posición del tercer máximo	
	Ángulo	Intensidad	Ángulo	Intensidad	Ángulo	Intensidad
Polen 5.6 μm	18,36	0,8314	180,00	1,2762	343,44	0,7638
ZrO ₂ 1 μm	19,80	0,7064	180,00	1,1884	343,44	0,6061
TiO ₂ 0.8 μm	18,72	0,8168	180,00	1,1346	342,36	0,6201
Al ₂ O ₃ 0.5 μm	19,80	0,6603	180,00	1,1246	343,44	0,6005
InP 0.2 μm	18,00	0,8417	180,00	1,1298	341,64	0,2784
ZrO ₂ 70nm	18,72	0,6945	180,00	1,2575	344,16	0,5418

En la tabla 3.5 se observa la posición en los ejes X y Y de cada uno de los máximos presentes en las curvas de intensidad $[w/m^2]$ vs ángulo $[^\circ]$. Se puede notar que hay una variación tanto en la posición como en el valor máximo en cada uno de los picos al cambiar de muestra. Con el fin de determinar si existe una relación entre este parámetro y el tamaño de partícula, se realizaron las siguientes gráficas (figura 3.7).

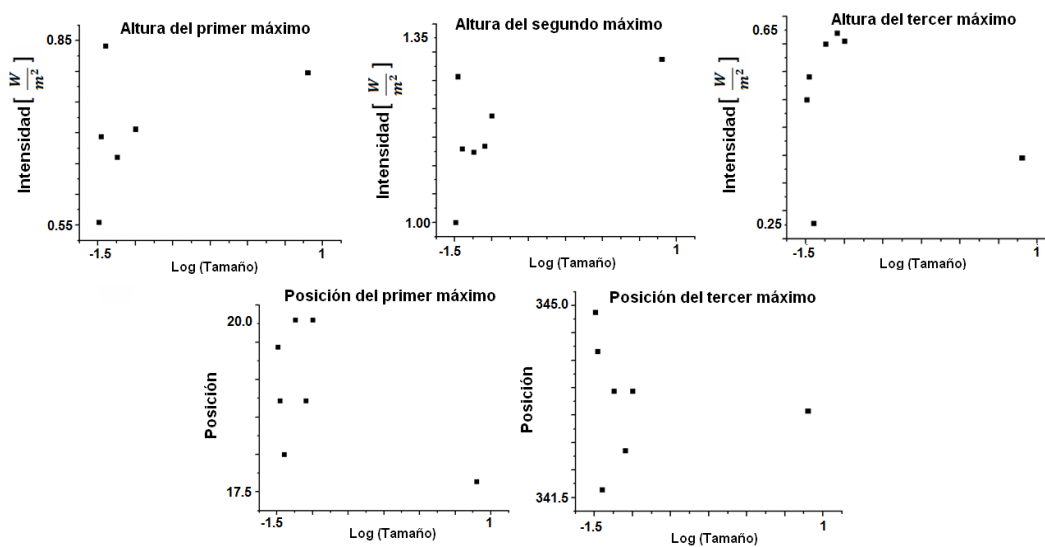


Figura 3.8 Gráficas de correlación entre posición de los máximos y tamaño.

El análisis de las gráficas muestra que no hay una correlación apreciable en ellas, por tanto no se puede utilizar este parámetro como descriptor.

3.3.2 Primera y segunda derivada

Se estudio la primera y segunda derivada (figuras 3.8 y 3.9), con el fin de determinar si tanto los máximos y mínimos como los cambios de concavidad en los patrones de esparcimiento muestran alguna relación con las variaciones de tamaño de partícula analizadas.

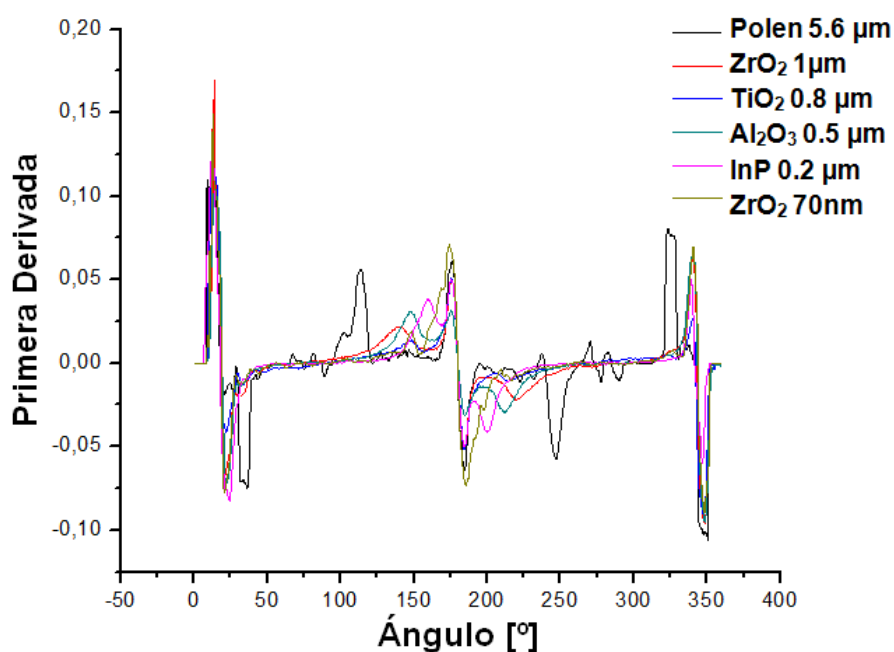


Figura 3.9 Primera Derivada.

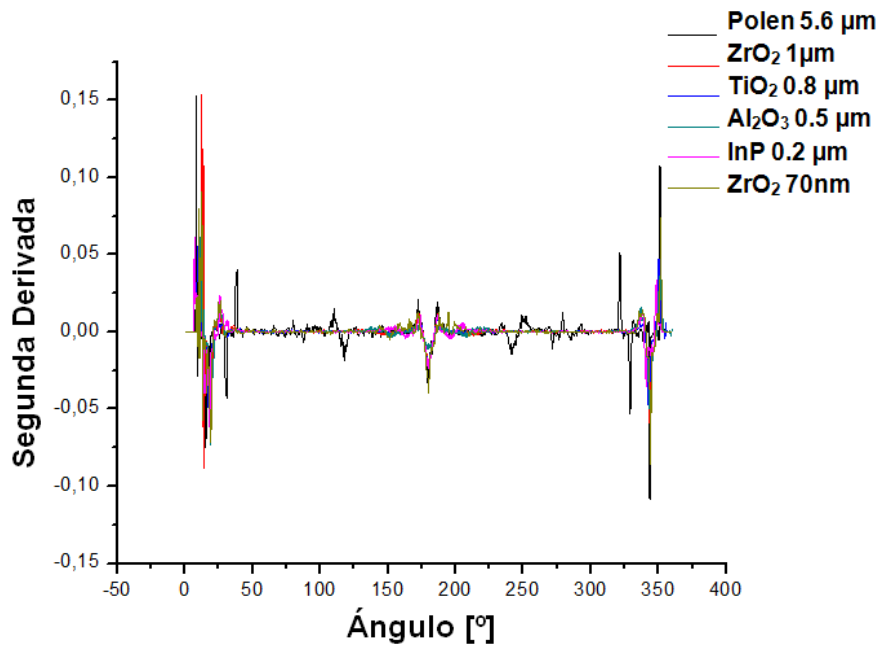


Figura 3.10 Segunda derivada

Tanto para la primera como segunda derivada las diferencias entre un tamaño y otro no fueron significativas, de modo que una vez más, estos criterios no se pueden utilizar como descriptores.

3.3.3 Pendientes de subida y bajada de los picos máximos

Tabla 3.6 Pendientes de subida de los tres picos de intensidad para cada una de las muestras.

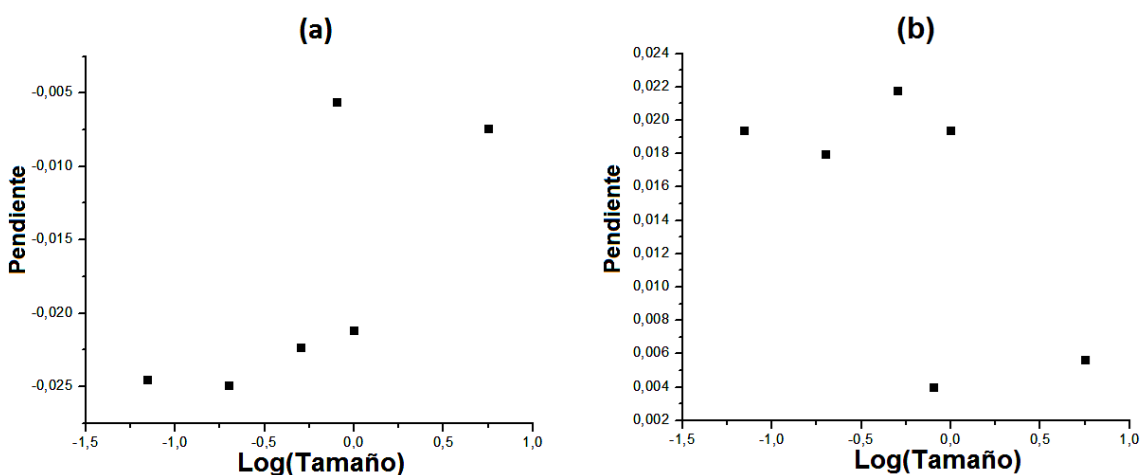
Compuesto	Pendientes de Subida		
	Pico 1	Pico 2	Pico 3
Polen 5.6 μm	0,0264	0,0029	0,0056
ZrO ₂ 1 μm	0,0271	0,0053	0,0194
TiO ₂ 0.8 μm	0,0309	0,0055	0,0040
Al ₂ O ₃ 0.5 μm	0,0297	0,0067	0,0218
InP 0.2 μm	0,0249	0,0114	0,0180
ZrO ₂ 70nm	0,0264	0,0222	0,0194

Tabla 3.7 Pendientes de bajada de los tres picos de intensidad para cada una de las muestras.

Compuesto	Pendientes de Bajada		
	Pico 1	Pico 2	Pico 3
Polen 5.6 μm	-0,0074	-0,0029	-0,0345
ZrO ₂ 1 μm	-0,0212	-0,0053	-0,0162
TiO ₂ 0.8 μm	-0,0056	-0,0055	-0,0216
Al ₂ O ₃ 0.5 μm	-0,0223	-0,0067	-0,0142
InP 0.2 μm	-0,0249	-0,0114	-0,0105
ZrO ₂ 70nm	-0,0245	-0,0221	-0,0109

Las tablas 3.6 y 3.7 corresponden a las pendientes tanto de subida como de bajada de los tres máximos que se observan en los patrones de esparcimiento. Cada pendiente fue calculada desde el valor medio del pico. Se puede observar además, que los valores tanto de las pendientes de subida como las de bajada son similares en el pico central, esto se debe a que los patrones presentan simetría respecto al origen.

Para determinar si este parámetro tiene alguna correlación con el tamaño de las partículas se realizó una gráfica de tamaño vs pendientes, como se muestra a continuación (gráfica 3.10).



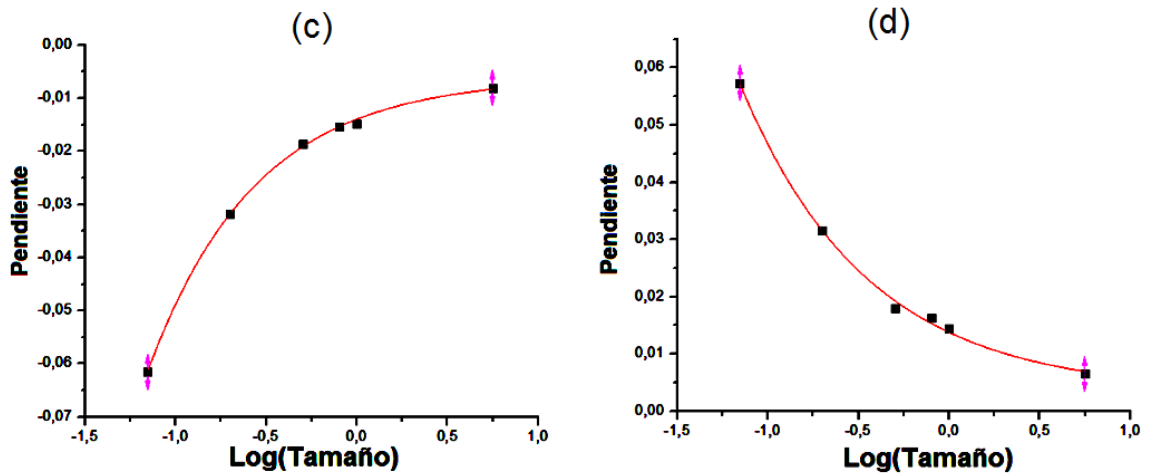


Figura 3.11 Gráfica de correlación de pendientes vs tamaño a) subida pico 1, b) bajada pico 3, c) bajada pico medio y d) subida pico medio.

De las gráficas 3.11.a y 3.11.b se concluye que los datos para las pendientes de los picos 1 y 3 no presentan ninguna tendencia por lo que éste parámetro no es un descriptor del tamaño de partícula.

Para las gráficas 3.11.c y 3.11.d se observó una tendencia en los datos de forma exponencial decreciente y creciente, para la pendiente de subida y bajada del pico central respectivamente. Se realizó una regresión exponencial a la información, obteniendo una curva con un ajuste del 99% para ambas, de la siguiente forma:

$$Pendiente = A + B * e^{\frac{Log(Tamaño)}{C}} \quad (3.2)$$

donde A_s tiene un valor de 0,00337, B_s de 0,0104 y C_s de 0,70183 para al pendiente de subida, y donde A_b tiene un valor de -0,00611, B_b de -0,00786 y C_b de -0,59137 para al pendiente de bajada. De lo anterior, se puede concluir que el valor absoluto de las pendientes disminuye a medida que el tamaño aumenta.

En las gráficas 3.11.c y 3.11.d se tiene que para tamaños pequeños la pendiente será más fuerte lo que indica que habrá un pico de intensidad más pronunciado y por tanto la partícula esparcirá menos. Mientras que para tamaños grandes de

partícula se tendrán pendientes con menor inclinación que generan picos más suaves, implicando un mayor esparcimiento.

3.3.4 Integral: Área bajo la curva central

El análisis del área bajo la curva se delimitó únicamente al pico central (figura 3.12), que contiene la mayor información de la intensidad esparcida.

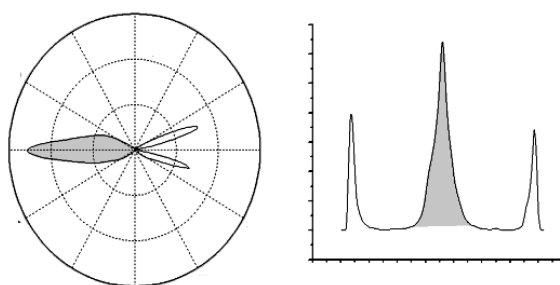


Figura 3.12 Zona de interés para la integración

Tabla 3.8. Área bajo la curva del pico central de intensidad para cada una de las muestras.

Partícula	Área Bajo la Curva
Polen 5.6 μm	95,3197
ZrO ₂ 1 μm	56,6733
TiO ₂ 0.8 μm	49,5349
Al ₂ O ₃ 0.5 μm	49,1663
InP 0.2 μm	30,1198
ZrO ₂ 70nm	22,3370

En la tabla 3.8 se presentan los valores para cada tamaño de partícula correspondientes al área bajo la curva central, que se obtuvo mediante la integral de la función que describe esa zona. Con el fin de determinar que correlación existe entre este parámetro y el tamaño de las partículas se realizó la gráfica de área vs Log(tamaño) (Figura 3.13)

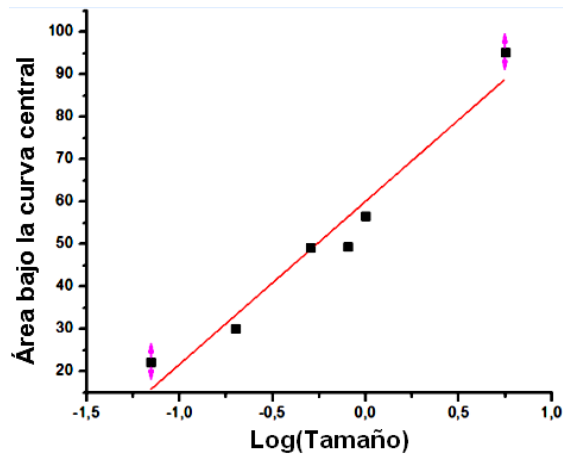


Figura 3.13 Relación entre tamaño y área.

Se observó una tendencia en los datos de forma lineal creciente, por lo que se realizó una regresión lineal a la información, obteniendo una curva con un ajuste del 94%, de la forma presentada en la ecuación 3.3.

$$\text{Área} = A + B * \text{Log}(\text{Tamaño}) \quad (3.3)$$

Donde B tiene un valor de 38.3061 y A de 60,1474. Del tratamiento matemático realizado, se deduce que tanto el área bajo la curva como el tamaño de partícula tienen un aumento directamente proporcional. Es decir que a mayor tamaño de partícula, mayor será el área bajo la curva y por tanto la partícula esparcirá más.

3.3.5 Ancho de pico de potencia mitad

Tabla 3.9 Ancho de pico de potencia media para cada una de las muestras.

Material	Ancho
Polen 5.6 μm	115,5600
ZrO ₂ 1 μm	68,4639
TiO ₂ 0.8 μm	64,7963
Al ₂ O ₃ 0.5 μm	59,9060
InP 0.2 μm	36,6771
ZrO ₂ 70nm	23,2288

En la tabla 3.9 se presentan los valores para cada tamaño de partícula correspondientes al ancho de pico a media potencia para la curva central, que se obtuvo midiendo el ancho a la altura media del pico. Con el fin de determinar que correlación existe entre este parámetro y el tamaño de las partícula se realizó la gráfica de ancho de pico vs Log(tamaño) (Figura 3.14).

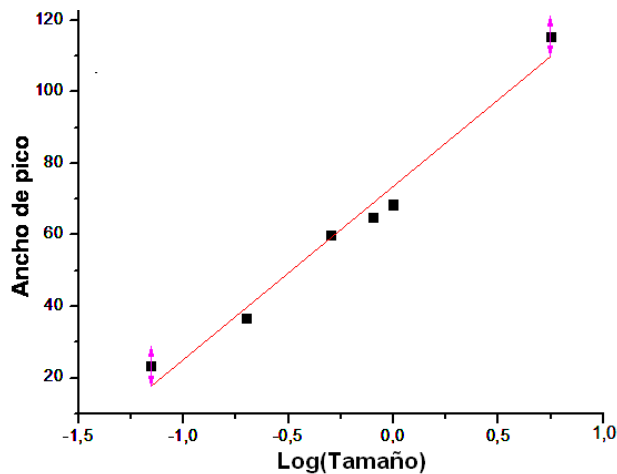


Figura 3.14 Relación entre tamaño y ancho de pico.

A la información obtenida se le realizó una regresión lineal, ya que se evidenció un comportamiento lineal creciente en los datos. La curva resultante del análisis matemático presentó un ajuste del 97%, de la forma presentada en la ecuación 3.4.

$$Ancho = A + B * Log(Tamaño) \quad (3.4)$$

donde A tiene un valor de 73,59 y B de 48,48. Del análisis se tiene que a medida que aumenta el ancho de pico a media potencia, la partícula aumenta de tamaño y al igual que en el parámetro anterior, indica que un aumento en el ancho de pico implica un mayor tamaño y por tanto un mayor esparcimiento.

Los últimos tres parámetros se consideraron como descriptores para determinar la relación existente entre el tamaño de partículas y el patrón de esparcimiento

asociado a cada una. La confiabilidad en la información obtenida depende tanto de la precisión de la técnica como del prototipo implementado. En este trabajo se ve reflejada en la alta correlación que presentan los parámetros analizados con el tamaño de partículas medidas y la alta repetitividad en las medidas (tabla 3.4), todo esto bajo las condiciones experimentales impuestas y las condiciones ambientales bajo las que se realizó el experimento.

Los resultados obtenidos por el prototipo evidencian que el sistema, en principio es apto para determinar el tamaño promedio de las partículas dieléctricas, siempre y cuando, su tamaño este comprendido entre 70nm y 5 μ m. Sin embargo, sería recomendable realizar su calibración con muestras esféricas de diferentes tamaños y del mismo material, todo esto con el fin de minimizar el efecto de las fluctuaciones que se pueden presentar debido a la influencia de estos parámetros. Por motivos de costos no fue posible la adquisición de este tipo de muestras para calibrar el sistema.

REFERENCIAS

- [1] MATHER, P. KOCH, M. (2011). Computer Processing of Remotely-Sensed Images: An Introduction. Oxford: Wriley-Blackwell. 1 ed.
- [2] Filmetrics, Inc. "Refractive Index Database" [en línea]. © Copyright 2011, Marzo 2012. <http://www.filmetrics.com/refractive-index-database>

CONCLUSIONES

El sistema implementado permitió realizar adecuadamente tanto la alineación de los componentes como el barrido al rededor de la muestra para capturar la información referente a la irradiancia esparcida.

El sistema electrónico y el software desarrollado para el control del prototipo permitieron alcanzar la resolución de giro apropiada para la técnica, es decir que se controló el giro del motor de forma que se pudiera obtener la mayor cantidad de información posible durante todo el barrido.

Debido a la presencia inevitable de ruido en las señales se hace necesario filtrar las curvas obtenidas. Para ello se utilizó un filtro digital que permitió mejorar la calidad de la información capturada, facilitar análisis de los parámetros y seleccionar los descriptores interés.

El análisis de las gráficas polares es una herramienta que permite determinar si las muestras tiene un tamaño que puede ser medido con el sistema desarrollado, ya que dependiendo de la simetría presentada por la curva, se puede incluir o excluir la muestra a analizar

En los patrones de esparcimiento se pueden identificar tres picos sobresalientes. El de mayor interés y por tanto considerado para realizar los análisis correspondientes, es el comprendido entre la región de 90° a 270° , ya que en este se encuentra la mayor información de la luz esparcida por las partículas presentes en la muestra. Los otros dos picos que se observan hacen referencia a la intensidad retroesparcida por las mismas, sin embargo, la información es poco confiable debido a las condiciones del montaje, ya que el sensor interfiere con el láser incidente entre $0-20^\circ$ y $340-360^\circ$ y genera alt eraciones en las medidas.

Para que el sistema implementado presente una información real, es importante que se cumplan ciertas condiciones: que el tamaño promedio de las partículas este comprendido entre 0.07 μ m y 5 μ m, la forma de estas sea aproximadamente esférica y sus propiedades físicas no cambien con la dirección, que el medio de suspensión tenga un volumen y una viscosidad adecuada para mantener un flujo constante de partículas en la zona de sensado durante aproximadamente 8 minutos y las burbujas que en éste se puedan generar sean fácilmente extraíbles, que se mantenga un volumen de partículas constante en el medio de suspensión, y finalmente que las condiciones del ambiente sean las adecuadas para evitar al máximo la vibración, humedad y luces parásitas.

El buen funcionamiento del prototipo implementado se evidencia en la obtención de tres parámetros descriptores como fueron valor absoluto de la pendiente, ancho de pico a potencia mitad y área bajo la curva del pico central, que mostraron una tendencia característica al relacionarlos con el tamaño de las partículas, estos presentaron un ajuste mayor al 94%, lo que es altamente representativo para diferenciar muestras con distintos tamaños promedio.

Todo el análisis realizado permite concluir que el sistema implementado es eficiente y adecuado para determinar el tamaño de partículas, de manera económica, ya que requiere una mínima cantidad de la muestras, es portable y de fácil calibración. Por lo que se puede deducir que la técnica de esparcimiento angular utilizada es apropiada para la diferenciación de tamaños de partículas y se puede utilizar como base en el análisis de una gran variedad de muestras. Sin embargo, se deben realizar ciertas mejoras y contar con una mayor cantidad de muestras para aumentar la potencialidad del prototipo.