

Enseñanza de la Química

ESPECTRÓMETRO PARA RADIACIÓN VISIBLE HECHO EN CASA, DE BAJO COSTO Y ALTAS PRESTACIONES

Eduardo Montoya Rossi^{2*}, Óscar Baltuano Elías^{1,3}, Aurelio Arbildo López⁴

RESUMEN

Un problema de la enseñanza – aprendizaje del análisis químico instrumental es el alto costo de la instrumentación comercial, incluyendo aspectos de mantenimiento y servicio. Esto limita el acceso de los estudiantes a la operación directa de los diversos instrumentos, comprometiendo la calidad de su formación profesional.

En este trabajo se describe detalladamente un espectrómetro de luz visible de 390 – 650 nanómetros, de fácil construcción, bajo costo, robusto y de altas prestaciones, adecuado para espectro-fotometría de absorción y fluorescencia moleculares y emisión atómica.

El espectrómetro no tiene partes móviles y usa como detector una cámara web conectada a una computadora personal, que permite la adquisición, presentación, procesamiento y registro de los espectros, a condiciones elegidas por el experimentador. El dispersor es la cara metálica interna de un pedazo de DVD virgen, expuesta para obtener una red de difracción de reflexión de primera superficie y la luz se transmite al dispersor mediante una fibra óptica acrílica. Los componentes del instrumento están montados rígidamente sobre una placa de aluminio ennegrecida.

Se presentan ejemplos de espectros obtenidos y mediciones de absorbancia y se discuten las ventajas y limitaciones del instrumento.

Palabras clave: Espectrofotometría, instrumentación química, análisis fotométrico, análisis químico instrumental.

LOW COST AND HIGH PERFORMANCE HOMEMADE SPECTROMETER FOR VISIBLE RADIATION

ABSTRACT

A problem of teaching and learning of instrumental chemical analysis is the high cost of commercial instrumentation, including aspects of maintenance and service. This limits the access of the students to the direct operation of the instruments, compromising the quality of their professional formation.

In this work, a homemade spectrometer for visible light of 390 – 650 nanometers is described in detail. The instrument is of easy construction, low cost, robust and of high performance,

¹ Instituto Peruano de Energía Nuclear, Dirección de Investigación y Desarrollo, División de Técnicas Analíticas Nucleares. emontoya@ipen.gob.pe

² Universidad Peruana Cayetano Heredia, Facultad de Ciencias – Departamento de Química y Facultad de Educación.

³ Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Facultad de Física.

⁴ Universidad de Lima, Facultad de Ingeniería Industrial.

being useful for spectrometry of molecular absorption, molecular fluorescence and atomic emission.

The spectrometer has no mobile parts and uses as detector a web cam, connected to a PC, allowing the acquisition, presentation, processing and recording of the spectra, under controlled conditions chosen by the experimenter. The grating is a piece of the metallic layer of a virgin DVD, exposed in order to get a first surface reflective grating and the light is transmitted to the grating by means of a piece of an acrylic optical fiber. The components of the instrument are rigidly mounted on a darkened aluminum plate.

Examples of obtained spectra and absorbance measurements are presented and the advantages and limitations of the instrument are discussed.

Key words: Spectrophotometry, Chemical Instrumentation, Photometric Analysis, Instrumental Chemical Analysis.

INTRODUCCIÓN

Una dificultad importante en el proceso de enseñanza – aprendizaje del análisis químico instrumental es el alto costo de la instrumentación comercial disponible, que incluye aspectos de mantenimiento y eventuales reparaciones. Esta dificultad limita el acceso de los estudiantes a la operación directa de los diversos instrumentos, lo que atenta contra la calidad de la formación profesional de dichos estudiantes.

Una mejora importante en la formación académica de los estudiantes, sería que pudiesen disponer de instrumentos de bajo costo y buena calidad, que les permitan un trabajo de laboratorio individual o en grupos de no más de dos personas. Pero sería aún mejor si los estudiantes pudiesen construir sus propios instrumentos y aplicarlos obteniendo resultados cuya precisión y veracidad, demuestren experimentalmente que son adecuados para el propósito del análisis químico instrumental cualitativo y cuantitativo. Esto proporcionaría a los estudiantes una valiosa oportunidad de aprendizaje significativo, que les facilitaría la comprensión de los fenómenos y tecnología involucrados en una técnica importante de análisis químico instrumental, como es la espectro-fotometría de absorción molecular.

En el caso de los métodos ópticos de análisis químico se pueden encontrar, en la literatura, diversas propuestas para la construcción de instrumentos de bajo costo, tales como por ejemplo espectrómetros¹⁻⁵, varios de los cuales usan un CD o un DVD como red de difracción. También se han descrito fotómetros no dispersivos para mediciones de absorción⁶⁻¹⁰ y fluorescencia¹¹. En el presente trabajo, se describe detalladamente la fabricación y evaluación de un espectrómetro para la radiación electromagnética en la región visible, de fácil construcción, bajo costo y altas prestaciones, adecuado para la implementación de prácticas de laboratorio de análisis químico instrumental cuantitativo y cualitativo, en los temas de espectro-fotometría de absorción molecular, espectrometría de fluorescencia molecular, espectrometría de emisión atómica y turbidimetría, aplicable en laboratorios que disponen de bajo presupuesto.

PARTE EXPERIMENTAL

Construcción del banco óptico

El instrumento propuesto utiliza como entrada de luz, una fibra óptica acrílica de las que se usan en equipos de audio. El componente dispersor es un pedazo de un disco DVD virgen, al que se le ha retirado la cubierta plástica, para obtener una red de difracción de reflexión, de primera superficie, evitando así las interferencias debidas a reflexiones múltiples. Finalmente, el detector es una cámara Web *Logitech Quickcam Pro 9000*®, que trabaja conectada a una

computadora personal portátil con sistema operativo *Linux*®, en distribución *Ubuntu 12.04 LTS*®.

El espectrómetro descrito es robusto y no tiene partes móviles. Los tres componentes del mismo están montados rígidamente sobre una placa de aluminio de 240 x 100 x 50 mm, que constituye el banco óptico y que se ha ennegrecido con pintura negra no reflectora. Para fijar cada componente se ha empleado pequeñas láminas de metal, también ennegrecidas. El montaje de los tres componentes se muestra en la figura 1. Todo el conjunto va encerrado en una lata cuyo interior y exterior se han cubierto también con la misma pintura, como se muestra en la figura 2.



Figura 1. Placa de aluminio conteniendo los tres componentes del espectrómetro.



Figura 2. Vista exterior del espectrómetro.

Construcción del dispositivo porta-celda para espectrometría de absorción y fluorescencia moleculares, en solución

El dispositivo porta-muestras se ha construido con masilla MOLDIMIX®, empleando como molde interno una cubeta descartable, envuelta en una delgada lámina de polietileno (que no se adhiere a la masilla). Como molde externo se empleó un envase de rollo fotográfico⁸. Luego del endurecimiento de la masilla, se retiró los moldes interior y exterior y se perforó agujeros para la entrada y salida de luz. También se perforó un agujero en ángulo recto con los anteriores, para las medidas de fluorescencia y turbidez. Los detalles se muestran en la figura 3.

Software

Todo el software empleado en el presente trabajo es de licencia libre. Para enfocar y configurar la cámara web, se utilizó el software *QT v4l2* (<http://linuxtv.org/downloads/v4l-utils/>). Para la adquisición de datos, que consiste en la toma de un número dado de fotografías, en forma automática, se utilizó el software denominado *streamer* (Gerd Knorr <kraxel@bytesex.org>). El procesamiento de datos se realizó con una aplicación en forma de macro, utilizando el software *ImageJ* (<http://imagej.nih.gov/ij/>). Finalmente, para la calibración de los espectros en longitudes de onda, se empleó la hoja de cálculo de la suite *Open Office* (www.openoffice.org).



Figura 3. Ejemplos de dispositivos porta-celda.

Adquisición y procesamiento de datos

Como fuente de radiación se utilizó un diodo emisor de luz (LED) blanca, recubierto con papel celofán amarillo, para atenuar el intenso componente azul. El LED se alimentó con una fuente regulada de 5 voltios, con un potenciómetro en serie para controlar la corriente suministrada, entre 1 y 20 mA. La figura 4 es una fotografía del espectro de la luz transmitida cuando el porta-muestras tiene una cubeta descartable conteniendo agua (blanco).



Figura 4. Espectro visible un LED de luz blanca, cubierto por celofán amarillo.

En la figura 4, cada columna de píxeles contiene información cuantitativa de la intensidad de luz registrada^{1-2,10}, en función de la longitud de onda. Existen sin embargo algunos detalles que considerar:

- Aunque esté impresa en escala de grises, se trata de una fotografía a color y está constituida por tres canales Rojo (R), verde (G) y Azul (B), que para trabajo cuantitativo es conveniente considerarlas como tres fotografías independientes (ver figura 5).



Figura 5. Canales R, G y B, correspondientes a la imagen de la figura 4.

- En el estándar RGB, la relación entre la potencia de radiación P_i , recibida por un píxel dado y el valor numérico N_i registrado (para un canal dado) no es lineal, sino que obedece a la relación: $N_i = (P_i)^{0.45}$.
- En el estándar RGB de 24 bits, los valores permitidos para N_i corresponden al intervalo $[0, 255]$, para cada canal.

Estas limitaciones de una cámara web, además de una relación señal / ruido algo desfavorable para trabajo fotométrico, nos llevaron a desarrollar el siguiente procedimiento para el procesamiento de imágenes:

1. Adquirir un conjunto de 128 fotografías para el blanco.
2. Separar cada fotografía en sus respectivos canales R, G y B.
3. Convertir cada fotografía R, G y B a formato de 32 bits.
4. Elevar todos los píxeles de cada fotografía a la potencia de $(1/0,45) = 2,2222$, como se indica en Suzuki *et al*¹⁰.
5. Para cada canal, sumar las 128 fotografías (píxel a píxel) y obtener una imagen promedio.
6. Sumar las imágenes promedio, correspondientes a los canales R, G y B, para obtener una imagen total, en escala de grises, con profundidad de 32 bits.
7. Repetir los pasos 1 a 6, para la muestra y el fondo (cubeta conteniendo el blanco y fuente de luz apagada).
8. Obtener la imagen neta del espectro del blanco, restando la imagen promedio del fondo de la imagen promedio del blanco.
9. Obtener la imagen neta del espectro de la muestra, restando la imagen promedio del fondo de la imagen promedio de la muestra.
10. Poner el valor mínimo de cada imagen neta en 1, para evitar errores de procesamiento, causados por división entre cero y por logaritmo de cero.
11. Dividir, píxel a píxel, la imagen neta del espectro del blanco entre la imagen neta del espectro de la muestra. El resultado es la imagen neta de absorción.
12. Tomar el logaritmo, base 10, de la imagen neta de absorción. El resultado es la imagen neta de absorbancia.

En el caso de espectrometrías de emisión, se siguen los pasos 1 al 9, omitiendo el paso 8 si es que no se emplea un blanco. Para obtener una curva de calibración fotométrica se sigue los mismos procedimientos, pero empleando soluciones patrón en lugar de muestras.

La calibración del espectrómetro en longitudes de onda se realizó empleando como patrón el espectro discontinuo de emisión, de una lámpara fluorescente compacta.

Reactivos

Para la obtención de espectros de absorción se usó soluciones diluidas de permanganato de potasio de diferentes concentraciones, que se obtuvieron mediante diluciones, a partir de una solución madre, de concentración arbitraria.

Para los experimentos de fluorescencia molecular se obtuvo una solución fluorescente, de concentración arbitraria, sumergiendo en agua destilada la punta de un plumón marcador amarillo¹¹. Finalmente, para la obtención del espectro de emisión atómica del sodio, se introdujo una pequeña gota de solución diluida de cloruro de sodio, en la llama de un mechero de alcohol, empleando un alambre de nicromo.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La figura 6 es una fotografía del espectro de la luz transmitida cuando el porta-muestras tiene una cubeta descartable conteniendo una solución diluida de KMnO_4 . Las fotografías mostradas en las figuras 4 y 6 son imágenes promedio, obtenidas siguiendo los pasos 1 – 7 del procedimiento indicado en la parte experimental, a las mismas condiciones de la cámara web. Por comparación con la figura 4, en la figura 6 se aprecia claramente la absorción selectiva de una porción del espectro visible, por parte del ion MnO_4^{-1} .



Figura 6. Absorción selectiva de la luz visible por el ion MnO_4^{-1} .

La figura 7 presenta el espectro de absorción, en unidades de absorbancia, correspondiente a los espectros de las figuras 4 y 6. La gráfica de del espectro se obtiene seleccionando una línea horizontal, que pasa por el centro de la imagen neta de absorbancia, obtenida en el paso 12 del procedimiento mencionado y registrando los valores de gris almacenados en cada píxel, en función del número de píxel (perfilado). En la práctica, es mejor seleccionar una banda de unos 25 píxeles de altura y registrar el valor promedio de cada columna de píxeles, en función del número de columna. El paso final es importar estos datos desde una hoja de cálculo y construir la gráfica correspondiente. Se puede graficar los valores de absorbancia en función de la longitud de onda, si se ha efectuado la calibración necesaria. En la figura 7 es importante notar que solamente una porción del gráfico, que va aproximadamente entre las columnas de píxeles 340 y 750, contiene información espectral válida. El resto corresponde a las partes oscuras de la imagen y es principalmente un artefacto producido por el ruido electrónico en los sensores de luz, de tipo CMOS, que componen el detector de imagen de la cámara web. En la porción válida de la figura 7, es evidente que el espectro obtenido es de buena calidad y los detalles observados corresponden a una resolución del orden de 2 nanómetros.

La figura 8 presenta el espectro de emisión de una lámpara fluorescente compacta, con el cual se ha realizado la calibración en longitudes de onda.

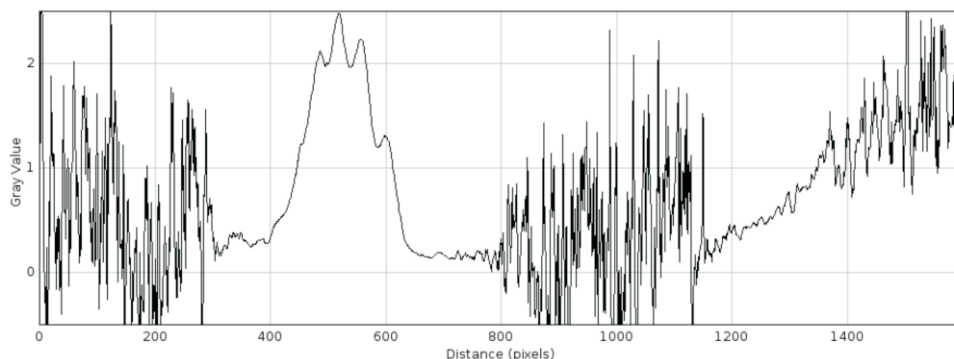


Figura 7. Espectro de absorción obtenido para una solución diluida de KMnO_4 .

La figura 9 muestra una gráfica del espectro y la figura 10 muestra la curva de calibración en longitud de onda, mientras que la tabla 1 presenta una comparación entre las longitudes de onda asignadas a los picos numerados en la figura 9 y las obtenidas mediante una ecuación de regresión lineal. Se observa que la máxima desviación entre los valores nominales y los obtenidos mediante la ecuación de ajuste, es de unos 2,7 nanómetros. Esta desviación máxima se reduce a 0,5 nanómetros si se emplea un ajuste de regresión cuadrática, no mostrado aquí.



Figura 8. Espectro de emisión de una lámpara fluorescente compacta.

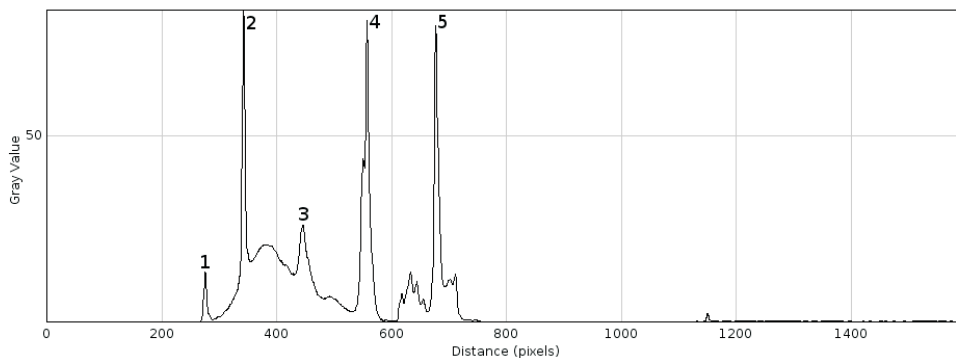


Figura 9. Asignación de longitudes de onda a los picos espectrales de la figura 8.

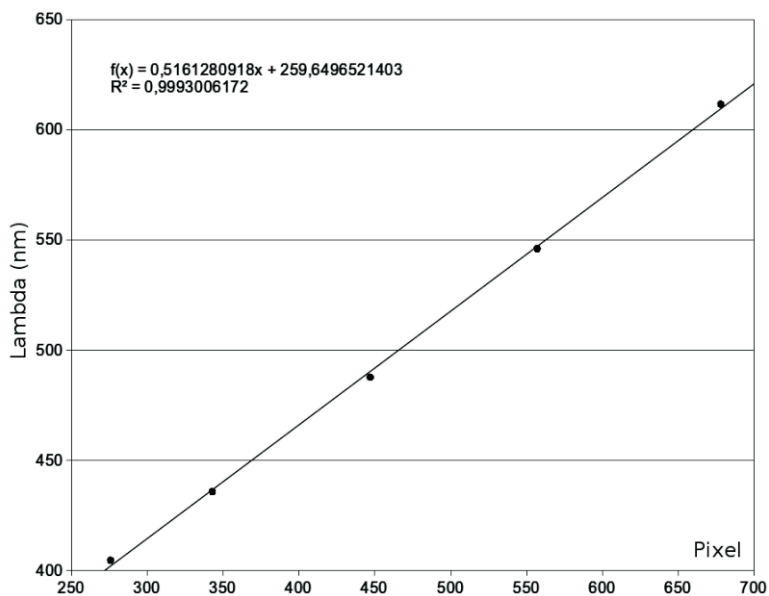


Figura 10. Recta de calibración del espectrómetro en longitud de onda.

Tabla 1. Calibración del espectrómetro en longitud de onda.

Pico	Pixel	λ nominal (nm)	λ calculada (nm)	Diferencia
1	276	404,7	402,1	2,6
2	343	435,8	436,7	- 0,9
3	447	487,7	490,4	- 2,7
4	557	546,1	547,1	- 1,0
5	678	611,6	609,6	2,0

La figura 11 presenta una curva de absorbancia versus concentración, a 525 nanómetros, para soluciones de KMnO_4 . Puede observarse que la curva cumple con la ley Beer – Lambert, lo que muestra que el espectrómetro propuesto es adecuado para el propósito del análisis fotométrico cuantitativo, hasta valores de absorbancia de por lo menos 2,1. Esto significa que la radiación parásita del espectrómetro es notablemente baja. Llama la atención la dispersión relativamente alta de los datos, alrededor de la recta de regresión. Habiendo comprobado los autores que la fuente de luz y la cámara web son extraordinariamente estables, la causa más probable es la imperfección del porta-celda, que permite una apreciable incertidumbre en el posicionamiento de la cubeta. Actualmente se trabaja en la corrección de este problema.

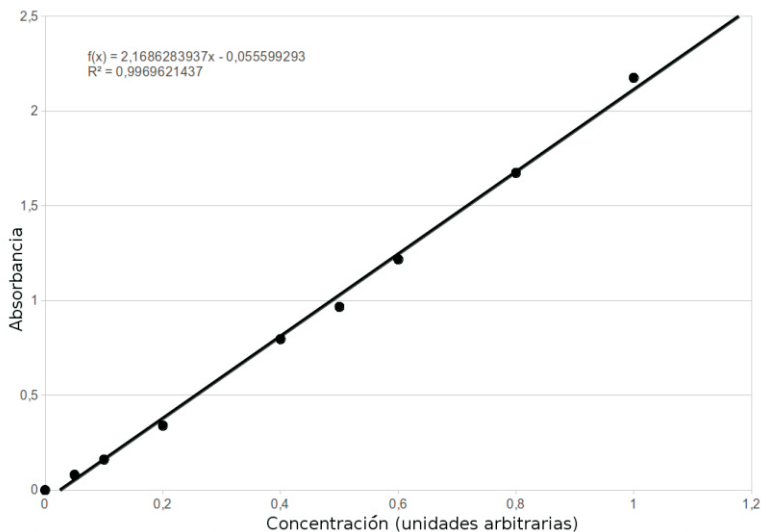


Figura 11. Curva de absorción versus concentración para soluciones de KMnO_4 .

La figura 12 muestra el espectro de fluorescencia verde del pigmento fluorescente extraído con agua, de un plumón marcador amarillo. La excitación se realizó en un ángulo de 90 grados con respecto al detector, con un LED violeta centrado en 390 nanómetros. Puede observarse que el espectro de fluorescencia es de buena calidad y no se detecta la señal de excitación. Cabe mencionar que iluminando la muestra en un ángulo de 90 grados, también se ha logrado hacer mediciones cuantitativas de turbidez, que no se muestran aquí.

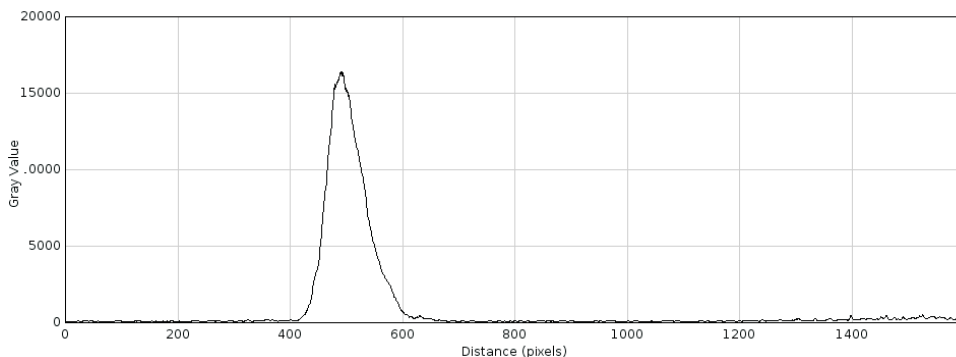


Figura 12. Espectro de fluorescencia del pigmento de un plumón marcador amarillo.

Las figuras 13 y 14 muestran, respectivamente, una imagen del espectro de emisión del sodio y su correspondiente gráfica de intensidad en función de la columna de píxeles (eje de abscisas). Puesto que el máximo de intensidad cae en el valor de abscisa de 638, empleando la ecuación que aparece en la figura 10, se calcula que la longitud de onda del pico de emisión es de 589 nanómetros. Puede observarse también que no se llega a resolver el doblete que constituye la línea D del sodio, debido a la limitada resolución de la cámara web empleada, en comparación con la empleada por Wakabayashi et al² y a que no se ha usado rendija de entrada. El ancho de media altura, del pico mostrado en la figura 14 es de 04 canales, que multiplicados por la pendiente de la ecuación mostrada en la figura 10, dan como resultado una resolución de 2,06 nanómetros.



Figura 13. Imagen del espectro de emisión del sodio en la región visible.

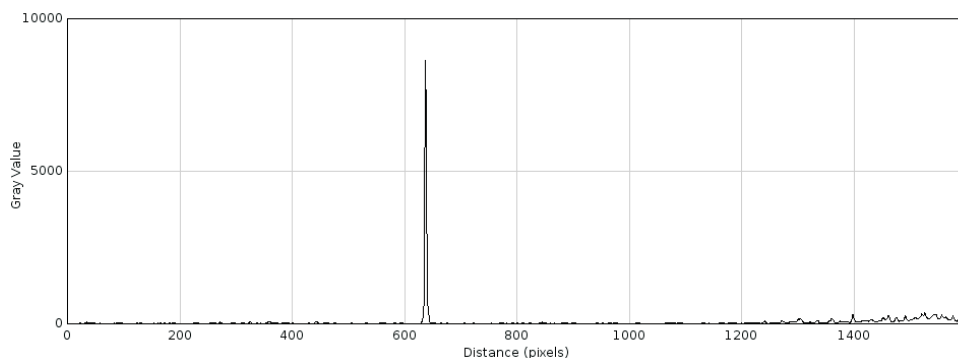


Figura 14. Perfil de intensidad correspondiente a la imagen de la figura 13.

Además de su costo notablemente bajo, otra ventaja importante es que el versátil espectrómetro descrito en este trabajo puede ser construido por los estudiantes. Aunque para esta tarea no se requieren conocimientos de electrónica, sí es necesario tener alguna práctica en la programación de computadoras. Por otra parte, el que los estudiantes tengan que programar todos los algoritmos necesarios para procesar los datos, partiendo de la información contenida en las fotografías y llegando a mediciones fotométricas válidas, es una magnífica oportunidad para que los estudiantes comprendan el proceso de la medición y no se tornen meros “apretadores de botones”.

El uso de una cámara fotográfica como detector es otra característica de alta tecnología, ya que permite la captura simultánea de todas las longitudes de onda del espectro, entre 390 nm y 650 nm, que corresponde al intervalo de longitudes de onda al que responde la cámara usada. Finalmente, el uso de una computadora para operar el instrumento, permite la adquisición, presentación, procesamiento y registro de los espectros de absorción y emisión, a condiciones controladas por el experimentador.

En efecto, una de las funciones de la computadora es elegir los valores apropiados de los parámetros de operación de la cámara, tales como foco, tiempo de exposición, brillo, contraste, saturación, ganancia, etc. Es importante enfatizar que una vez que se ha elegido un juego de valores de los parámetros, apropiado para un experimento dado, se deben mantener constantes durante todo el trabajo. Especialmente si se busca obtener resultados cuantitativos. Por este motivo, no se debe emplear nunca cámaras automáticas, ya que éstas cambian permanentemente los valores de sus parámetros de operación, en función de la luz que reciben, para tratar de obtener siempre las mejores imágenes posibles.

La versatilidad del instrumento, que puede ser usado para experimentos de diversas técnicas ópticas de análisis químico, se debe en gran medida al uso de una fibra óptica como medio de entrada de luz, ya que esto le permite adaptarse fácilmente a diferentes requerimientos experimentales. Finalmente, la tabla 2 muestra una lista de partes selectas y sus costos respectivos, que dan un total de 350,00 soles.

Tabla 2. Lista de partes y costos de las mismas.

Parte	Costo en soles
Cámara web <i>Logitech Quick Cam Pro 9000</i>	264,00
Cable de fibra óptica	24,00
Placa de aluminio	20,00
Pintura negra mate <i>ABRO SPRAY PAINT</i>	10,00
Otros (DVD, lata contenedora, <i>MOLDIMIX, etc.</i>)	32,00

CONCLUSIONES

El espectrómetro construido es confiable, robusto y adecuado para trabajo fotométrico cuantitativo y cualitativo en la región visible, hasta 650 nm. Su construcción es tan simple que puede ser realizada por los estudiantes, individualmente o en grupos pequeños y no se requieren conocimientos de electrónica. El costo es notablemente bajo, y la parte más cara es la cámara web.

REFERENCIAS

1. Wakabayashi F, Hamada K. A DVD Spectroscope: A Simple, High-Resolution Classroom Spectroscope. *Journal of Chemical Education* 2006; 83(1): 56-58.
2. Wakabayashi F. Resolving Spectral Lines with a Periscope-Type DVD Spectroscope. *Journal of Chemical Education* 2008; 85(6): 849-853.
3. Lema MA, Aljinovic M, Lozano ME. Using a Homemade Spectrophotometer in Teaching Biosciences. *Biochemistry and Molecular Biology Education* 2002; 30(2): 106-110.
4. Knagge K, Raftery D. Construction and evaluation of a LEGO Spectrophotometer for Student Use. *Chem. Educator* 2002; 7: 371-375.
5. Heredia Avalos S. Cómo Construir un Espectroscopio Casero con un CD. *Rev. Eureka Enseñ. Divul. Cien.* 2009; 6(3): 491-495.
6. Sorouraddin MH, Saadati M. Simple, Cheap and Portable Colorimeter for introductory Analytical Chemistry Laboratories. *Chemistry* 2009; 18(6): 176-182.

7. Sorouraddin MH, Saadati M, Samadi A. A Simple and Cheap Device for Colorimetric Determination of Serum Iron. *Journal of the Chinese Chemical Society* 2010; 57: 56-61.
8. Gordon J, James A, Harman S, Weiss K. A Film Canister Colorimeter. *Journal of Chemical Education* 2002; 9(8): 1005-1006.
9. Mozo JD, Galán M, Roldan E. Application of Light Emitting Diodes to Chemical Analysis: Determination of Copper in Water. *Journal of Chemical Education* 2001; 78(3): 355-357.
10. Suzuki Y, Endo M, Jin J, Iwase K, Iwatsuki M. Tristimulus Colorimetry Using a Digital Still Camera and its Application to Determination of Iron and Residual Chlorine in Water samples. *Analytical Sciences* 2006; 22: 411-414.
11. Farooq Wahab M. Fluorescence Spectroscopy in a Shoebox. *Journal of Chemical Education* 2007; 84(8): 1308-1312.