



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



①① Número de publicación: **2 119 712**

②① Número de solicitud: 9602661

⑤① Int. Cl.⁶: G01N 21/35
G02B 5/28

①②

PATENTE DE INVENCION

B1

②② Fecha de presentación: **17.12.96**

④③ Fecha de publicación de la solicitud: **01.10.98**

Fecha de concesión: **26.03.99**

④⑤ Fecha de anuncio de la concesión: **16.05.99**

④⑤ Fecha de publicación del folleto de patente:
16.05.99

⑦③ Titular/es: **Consejo Superior
de Investigaciones Científicas
Serrano, 113
28006 Madrid, ES**

⑦② Inventor/es: **Briones Fernández-Pola, Fernando;
Silveira Martín, Juan Pedro y
Anguita Estefanía, José Virgilio**

⑦④ Agente: **No consta**

⑤④ Título: **Procedimiento y dispositivo óptico microfabricado para la detección de bandas de absorción/emisión en el infrarrojo.**

⑤⑦ Resumen:

Procedimiento y dispositivo óptico microfabricado para la detección de bandas de absorción/emisión en el infrarrojo.

Facilita la detección de sustancias químicas y emisores de radiación con unos costes muy inferiores a los de los sistemas conocidos y con una precisión suficiente para muchas aplicaciones tales como la detección de gases en mezclas.

El procedimiento consiste en generar una radiación que sea plana en una banda característica de la sustancia o fuente a detectar y que atraviesa un ambiente en el que se encuentra dicha sustancia, efectuándose después una modulación de la radiación y una detección de la radiación modulada que aportará una señal directamente relacionada con la concentración de dicha sustancia en el referido ambiente. El dispositivo correspondiente incluye una lámpara (1) a la que se ajusta una guía óptica (2), de manera que se ilumine o radie el ambiente bajo estudio; disponiéndose enfrentadamente a dicha guía (2) un detector (4), e intercalándose entre ambos un modulador (3).

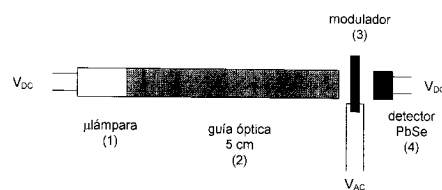


FIG. 2

ES 2 119 712 B1

Aviso: Se puede realizar consulta prevista por el artº 37.3.8 LP.

DESCRIPCION

Procedimiento y dispositivo óptico microfabricado para la detección de bandas de absorción/emisión en el infrarrojo.

Objeto de la invención

La presente invención, tal y como se expresa en el enunciado de esta memoria descriptiva, se refiere a un procedimiento y dispositivo óptico microfabricado para la detección de bandas de absorción/emisión en el infrarrojo, cuya finalidad consiste en proporcionar un sistema de detección de sustancias y/o emisores de radiaciones que sea de manejo más sencillo que el de los sistemas conocidos y cuyo coste sea mucho menor que el de dichos sistemas conocidos aunque su precisión no sea tan alta como la de los mismos; al objeto de que pueda generalizarse su adquisición y uso para muchas aplicaciones que no requieren tan elevada exactitud en la detección.

El procedimiento y dispositivo de la invención es especialmente aplicable a la detección y cuantificación de gases en mezclas.

El sector de la técnica en la que se encuadra la invención es el de las tecnologías físicas con aplicación en la detección de sustancias químicas y emisores de radiación infrarroja (IR).

Antecedentes de la invención

La absorción de la radiación en determinados intervalos del espectro por sustancias químicas es conocida desde hace más de un siglo como base de instrumentación analítica. Esta distribución espectral de bandas en absorción, es una característica propia de cada compuesto químico y por tanto puede ser utilizada como elemento que diferencia a cada uno. El análisis de sustancias químicas se puede realizar mediante la determinación de la distribución espectral de la radiación transmitida. Utilizando este hecho es posible realizar análisis de sustancias químicas de una manera remota. De la misma forma la radiación emitida por un emisor IR es característica de él y a través del estudio de la forma espectral de dicha radiación es posible identificarlo.

Este estudio se puede realizar por diversos métodos. Mediante sistemas dispersivos como espectrómetros o monocromadores, o no dispersivos como interferómetros de transformada por Fourier, Fabry-Perot, láseres y otros dispositivos, se puede medir la absorción de una sustancia química. Sin embargo estos sistemas presentan los inconvenientes de que son muy complejos y sofisticados, y su utilización se limita a laboratorios o industrias, donde son manejados por personal especializado.

Actualmente se han realizado intentos de miniaturizar estos sistemas para poder reducir el coste de los mismos y poder así ser utilizados masivamente. La utilización de láseres de semiconductor, permite reducir el tamaño considerablemente, pero todavía requiere un sistema complejo que limita su abaratamiento. También se han realizado sistemas Fabry-Perot y sistemas de redes de difracción mediante microfabricación en silicio. Con ellos se tienen sistemas sintonizables en longitud de onda en el infrarrojo (D. Rossberg. Sensors and Actuators A. 46-47, 413-416 (1995)). Estos filtros tienen una gran fineza y se ajustan a

la zona del espectro deseada. Sin embargo estos sistemas presentan el inconveniente de que necesitan un control estricto para permanecer siempre en la misma zona del espectro. La fineza de estos sistemas plantea problemas por el bajo nivel de señal, debido al uso de ventanas tan estrechas en el espectro, que se agrava cuando se trabaja en el infrarrojo medio, donde sería necesario el uso de detectores enfriados y se encarecería el dispositivo final.

Descripción de la invención

Para lograr los objetivos y evitar los inconvenientes indicados en anteriores apartados, la invención consiste en un procedimiento y dispositivo óptico microfabricado para la detección de bandas de absorción/emisión en el infrarrojo, que utiliza un sistema óptico microfabricado y de bajo coste para modular espectralmente la radiación a detectar. Esta modulación se realiza a frecuencias adecuadas para mejorar la relación señal-ruido de la correspondiente señal.

Permite detectar sustancias químicas o de emisores de radiación IR. La utilización de un sistema modulador en longitud de onda de baja resolución, permite detectar variaciones en la radiación en una determinada banda del espectro debidas a la absorción por la sustancia a detectar. Este sistema a pesar de tener baja resolución espectral es capaz de diferenciar sustancias químicas existentes en niveles de concentración inferiores al 1 %.

Con la invención que se presenta, se pretende obtener resultados no con tal alta resolución como las técnicas anteriormente citadas, pero sí con suficiente para ser utilizado como detector selectivo en muchos casos. Este es un sistema de medida sencillo y de coste reducido. Esto permite la realización de un detector para determinadas sustancias químicas de bajo coste y suficientemente selectivo en longitud de onda para aplicaciones específicas.

El método que se utiliza se basa en la modulación de baja resolución en longitud de onda de una emisión de radiación electromagnética. La forma espectral será la característica que identificará a la sustancia a detectar o a la fuente de radiación en su caso. La modulación espectral en función del tiempo, en la zona donde las sustancias a detectar tienen una forma espectral característica, nos dará una variación de la intensidad luminosa transmitida. Esta señal contiene información que sólo depende de las variaciones producidas en ese intervalo del espectro, y característica de las sustancias o emisores bajo estudio.

En el caso de la detección de una sustancia, el procedimiento a seguir será de la siguiente manera:

- Se genera una radiación electromagnética en una zona amplia del espectro. Esta emisión deberá ser lo más plana posible en la zona de trabajo, evitándose la existencia de variaciones locales de intensidad. Esta emisión luminosa viajará por un camino óptico, en el que se encontrará la atmósfera o sistema bajo estudio.

Esto permitirá que esta emisión sea absorbida por el componente químico a detectar.

En el caso que esto se produzca por la existencia de la sustancia química, la radiación tendrá ahora variaciones locales, en longitud de onda, que corresponderán a la forma de la banda de absorción de dicha sustancia.

- A continuación se modula parcialmente esta radiación mediante un sistema de anchura espectral similar a la anchura de la banda de absorción. Esta modulación se realiza básicamente a partir del corrimiento en longitud de onda de una banda de transmisión (figura 1). Esta tiene una anchura espectral que puede ser hasta de unos cientos de nanómetros. El corrimiento en longitud de onda será menor que la anchura de la misma, y será de unas decenas de nanómetros. Esta variación local de la transmisión del modulador hace que solo se obtenga variación con el tiempo cuando haya variaciones de la intensidad en la zona modulada. Este hecho da el carácter selectivo a este dispositivo. Tiene que entenderse que se trata de una selectividad relativa, ya que la zona modulada puede alcanzar una anchura de decenas de nanómetros. Sin embargo la buena elección de la zona a modular hace suficiente este esquema para muchos casos de detección selectiva. Como se mostrará con el ejemplo de realización de la invención, con esta variación en la respuesta espectral del sistema modulable se podrá detectar variaciones en las concentraciones de gases inferiores al 1 % con un camino óptico de unos centímetros.
- Se detecta de manera sincrónica a la modulación, la radiación después de atravesar un camino óptico dentro del gas, mediante un detector apropiado. La señal al ser detectada por un detector de banda ancha, aparece integrada espectralmente, pero conservando su variación temporal. La señal así obtenida estará formada por un fondo o parte no dependiente del tiempo que es debida a la parte del espectro que no es variada con el modulador. La otra contribución, dependiente del tiempo, en ausencia del gas es debida a la deformación espectral del propio modulador o a ligeras variaciones del sistema óptico. Este valor, no variará a lo largo del tiempo, ya que es una característica del sistema. La aparición de una variación espectral en la zona modulada, producirá una variación tanto en la parte dependiente como independiente del tiempo. Sin embargo, la variación en las mismas será diferente, y mucho más importante relativamente, en la dependiente del tiempo. Con esta información se puede detectar la aparición de cambios en la zona espectral bajo modulación, que serán distinguidos de los producidos en otra zona del espectro por la diferente variación entre la parte dependiente o independiente del tiempo. La variación de la señal dependiente del tiempo nos dará cuenta de la variación local de la transmisión en la zona de interés. Por lo tanto la señal que se obtiene está relacionada directamente con la

concentración del gas existente en el camino óptico.

Esta invención presenta un sistema de medida que solo tiene un camino óptico, evitándose la necesidad de otros componentes (detectores...), que además pueden ser el origen de un mal funcionamiento del propio sistema. La posibilidad de modular la señal temporalmente permite mediante la detección sincrónica, el aumento de la relación señal-ruido, aumentando la sensibilidad de la medida.

El dispositivo realizado a partir de esta invención está formado por un filtro interferencial microfabricado que determina una interferencia óptica constructiva/destructiva entre un elemento reflectante plano de espesor óptico adecuado múltiplo de $n \lambda/4$, separado de un elemento reflectante fijo por un espacio de aire de espesor variable. Este dispositivo permite su utilización como detector de sustancias químicas o emisores IR, estando construido con elementos de muy bajo coste. Su aplicación inmediata es la detección y cuantificación de gases en mezclas, como puede ser metano, otros hidrocarburos, óxidos de carbono..., según se elija adecuadamente el intervalo de trabajo, donde se produce la modulación de onda de la radiación electromagnética.

A continuación, para facilitar una mejor comprensión de esta memoria descriptiva y formando parte integrante de la misma, se acompañan unas figuras en las que con carácter ilustrativo y no limitativo se ha representado el objeto de la invención.

Breve descripción de las figuras

Figura 1.- Representa una gráfica del corrimiento en longitud de onda de una banda de transmisión para realizar la modulación espectral empleada en el procedimiento y dispositivo de la presente invención.

Figura 2.- Representa esquemáticamente un prototipo del dispositivo óptico microfabricado de la presente invención.

Figura 3.- Representa una vista en perspectiva y esquemática del filtro modulable empleado en el modulador del prototipo referido en la anterior figura 2.

Figura 4.- Representa una gráfica de la respuesta del filtro modulable referido en la anterior figura 3.

Figura 5.- Representa una gráfica de la respuesta del detector del prototipo referido en la anterior figura 2.

Descripción de un ejemplo de realización de la invención

Seguidamente se realiza una descripción de un ejemplo de la invención, haciendo mención a las referencias adoptadas en las figuras.

Así, en la figura 2 se muestra un esquema del dispositivo correspondiente a este ejemplo de realización y basado en la invención, que se aplica a la detección de metano en aire. Este hidrocarburo tiene diferentes bandas de absorción. Se ha elegido aquélla que muestra una mayor intensidad, que nos permitirá por tanto obtener un límite de detección menor. La banda conocida como v_3 centrada en $3,3 \mu\text{m}$ del metano es la de mayor intensidad.

Una vez conocida la zona espectral de trabajo se utilizará una fuente de radiación que cubra adecuadamente esa zona espectral. De entre las posibles fuentes utilizables para esta zona (cuerpo negro, LED, lámpara de wolframio), hemos utilizado la lámpara de wolframio 1 por las ventajas que nos ofrece en la realización del montaje del prototipo. Sin embargo se ha evaluado también la utilización de un emisor tipo cuerpo negro, que se adaptaría a cada zona de emisión, ajustando adecuadamente su temperatura de trabajo.

La lámpara de wolframio tiene un espectro de emisión de gran anchura (visible-IR), que nos facilita una emisión en la zona de interés ($3,3 \mu\text{m}$) sin variaciones espectrales locales, que darían lugar a señales falsas cuando se realizara la modulación. La lámpara utilizada es alimentada a 3 V.

La emisión de la lámpara es transportada por una guía de ondas 2 formada por un cilindro hueco de mylar ajustado al exterior de la lámpara, cuyo interior tiene una capa metálica para aumentar la reflectividad de la cara interior. Esta reflectividad elevada permite disminuir las pérdidas en las múltiples reflexiones que realiza el haz luminoso dentro de la guía de ondas. Este guiado no limita la utilización de otro sistema óptico para el guiado de la radiación hacia el detector, evitando la pérdida de radiación fuera de la superficie del detector.

En el extremo opuesto de la guía de ondas se sitúa el sistema de modulación 3, formado por un filtro interferencial modulable, micromecanizado con tecnología de silicio (figura 3). Este filtro está formado por un substrato de silicio (A) -determinante de un elemento reflectante fijo- sobre el que se ha depositado una capa de polisilicio (C) -determinante de un elemento reflectante plano-, que queda en forma de membrana sustentada en la zona periférica en óxido de silicio (B), que también hace de aislante eléctrico entre ambas capas. Para la realización de esta estructura y partiendo de una estructura formada por un substrato de silicio, se han depositado sobre él una capa de óxido de silicio y sobre ésta una de polisilicio. El vaciado de la capa de óxido para formar la capa intermedia de aire (D) se realiza mediante ataque en fase vapor a través de orificios realizados en la capa de polisilicio. Este apilamiento de polisilicio/aire/silicio, se ha calculado para que tenga un espectro interferencial en transmisión con un máximo en la zona espectral bajo estudio, es decir en $3,3 \mu\text{m}$. Para ello la capa de polisilicio tendrá un espesor igual al camino óptico de $\lambda/2$ y la de aire $\lambda/4$. Dada la sencillez del sistema interferencial, los máximos y mínimos tienen una anchura espectral importante. En este caso esa anchura es comparable a la de la banda de ab-

sorción del metano en esa zona. También hay que señalar que el contraste en transmisión entre las zonas de máximos y mínimos es solo de un 30% en la intensidad transmitida. Sin embargo como se comprobará más adelante, estas características serán suficientes para su utilización en la invención que aquí se presenta. Aplicando una diferencia de potencial entre la capa superior de polisilicio y la inferior de silicio de entre 0 y 5V, se modula la transmisión por variación de la distancia entre estas dos capas, variándose por tanto su respuesta interferencial (figura 4). De esta manera tenemos la modulación de la radiación.

Esta radiación modulada será detectada por un detector de PbSe 4, que tiene su respuesta espectral en la zona de trabajo. La señal obtenida está formada por una parte continua (DC), y otra, función del tiempo (AC).

La señal AC, variará:

- si hay una diferencia de absorción en el intervalo espectral que barre. Es decir si se produce una variación local de absorción. Esto se producirá sólo si existe la sustancia a detectar en el camino óptico del detector o varía la concentración de la misma.
- si hay una variación de la intensidad de la radiación incidente. Este efecto se produce de una manera uniforme en todo el intervalo espectral. Utilizando la señal DC se podrá compensar esta variación no debida a la aparición del gas.

La señal AC, en ausencia del compuesto químico nos dará información de la variación local de intensidad de radiación, debida a la fuente de la misma, como de la transmisión de los diferentes elementos ópticos del sistema. Esta variación, que es propia del sistema óptico, se podrá compensar ya que no varía.

Con este dispositivo se han realizado unas medidas de la concentración de metano en nitrógeno a temperatura ambiente y presión atmosférica. La señal del detector se ha medido mediante la técnica lock-in. El resultado de estas medidas se presentan en la figura 5 en función de la concentración de metano. Como se aprecia en esta figura este sistema de tamaño reducido (5 cm), permite la detección de metano en la zona de 1% que es suficiente para la realización de detectores de alarma para fugas de metano. El margen de entrada de este dispositivo está entre 0 y 100% de metano, por lo que este sistema también es utilizable como calibrador de mezclas gaseosas de metano en todo el intervalo de concentraciones.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la detección de bandas características de absorción/emisión en el infrarrojo, **caracterizado** porque consta de las siguientes etapas:

- a) una primera etapa de generación de radiación con bandas características de absorción/emisión en el infrarrojo;
- b) una segunda etapa en la que se utiliza un dispositivo óptico modulador microfabricado que determina una variación periódica del solapamiento espectral entre la banda de transmisión del dispositivo modulador y la banda de absorción/emisión a detectar;
- c) una tercera etapa de detección de la radiación infrarroja resultante, mediante un detector de radiación con una respuesta espectral plana en la banda considerada; y
- d) una cuarta etapa de detección sincrona de la señal eléctrica periódica generada por el detector aludido en la etapa tercera, tomando como referencia la señal alterna de control del dispositivo modulador.

2. Dispositivo óptico modulador microfabricado, **caracterizado** porque está formado por un filtro interferencial microfabricado que determina una interferencia óptica constructiva/destructiva

entre un elemento reflectante plano (C) de espesor óptico adecuado múltiplo de $n \lambda/4$, separado de un elemento reflectante fijo (A) por un espaciado de aire de espesor variable (D).

3. Dispositivo óptico modulador microfabricado, según reivindicación 2, **caracterizado** porque dicho filtro está formado por un sustrato de silicio (A) sobre el que se ha depositado una primera capa de óxido de silicio (B), sobre la que a su vez se ha depositado una segunda capa de polisilicio (C), efectuándose un vaciado de la primera capa (B) mediante ataque en fase vapor a través de orificios realizados en la segunda capa (C); de manera que queda una zona intermedia de aire (D) entre el sustrato (A) y la segunda capa (C) a excepción de partes periféricas del filtro en las que el espacio existente entre el sustrato (A) y la segunda capa (C) queda ocupado por la materia restante de la primera capa (B); constituyendo dicha materia restante un aislante entre el sustrato (A) y la segunda capa (C).

4. Dispositivo óptico modulador microfabricado, según reivindicaciones 3 y 1, **caracterizado** porque el sustrato de silicio (A), la zona intermedia de aire (D) y la segunda capa de polisilicio (C) del filtro constituyen un apilamiento de polisilicio/aire/silicio que se dimensiona para que tenga un espectro interferencial en transmisión con un máximo en la zona espectral correspondiente a la banda considerada referida en el apartado c) de la reivindicación 1.

35

40

45

50

55

60

65

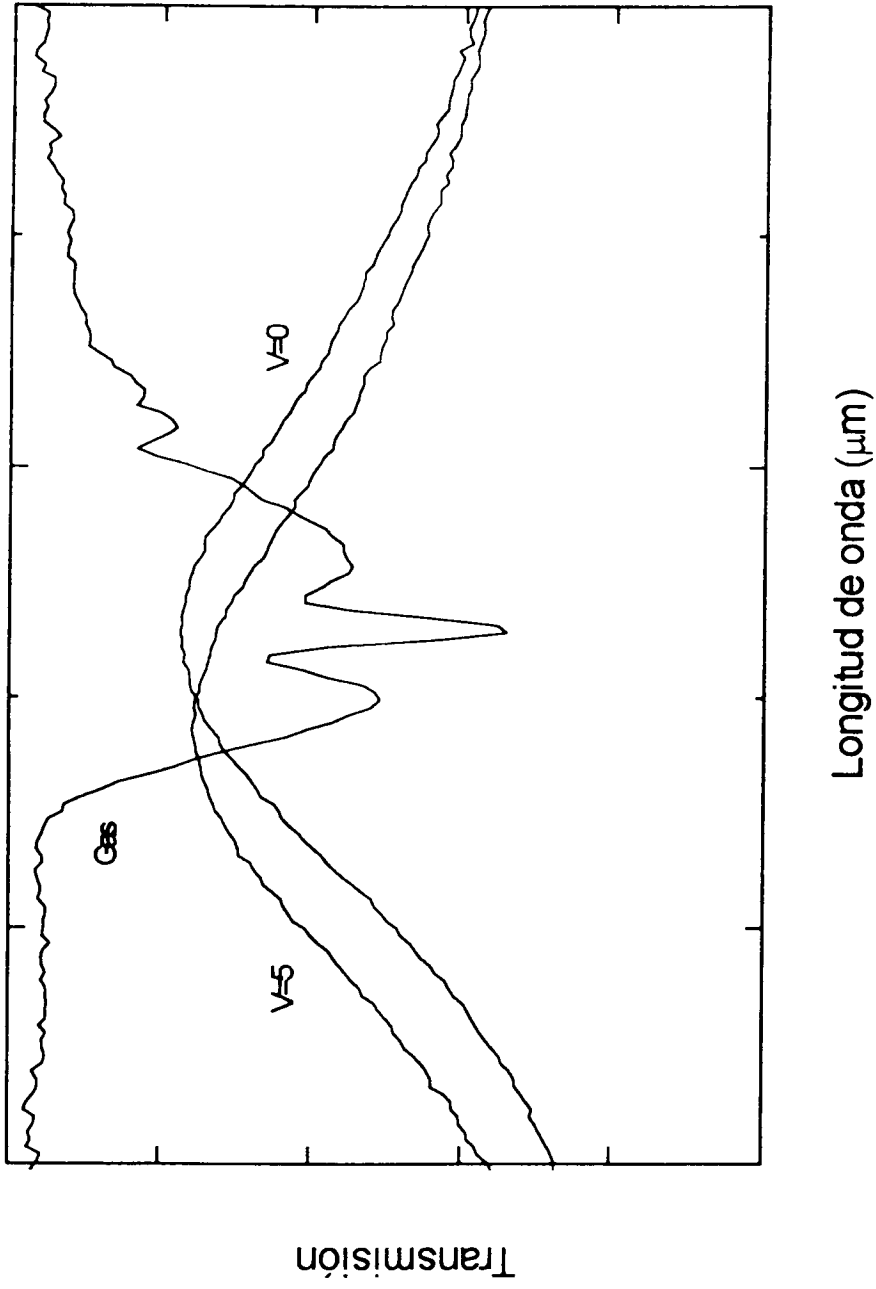


FIG.1

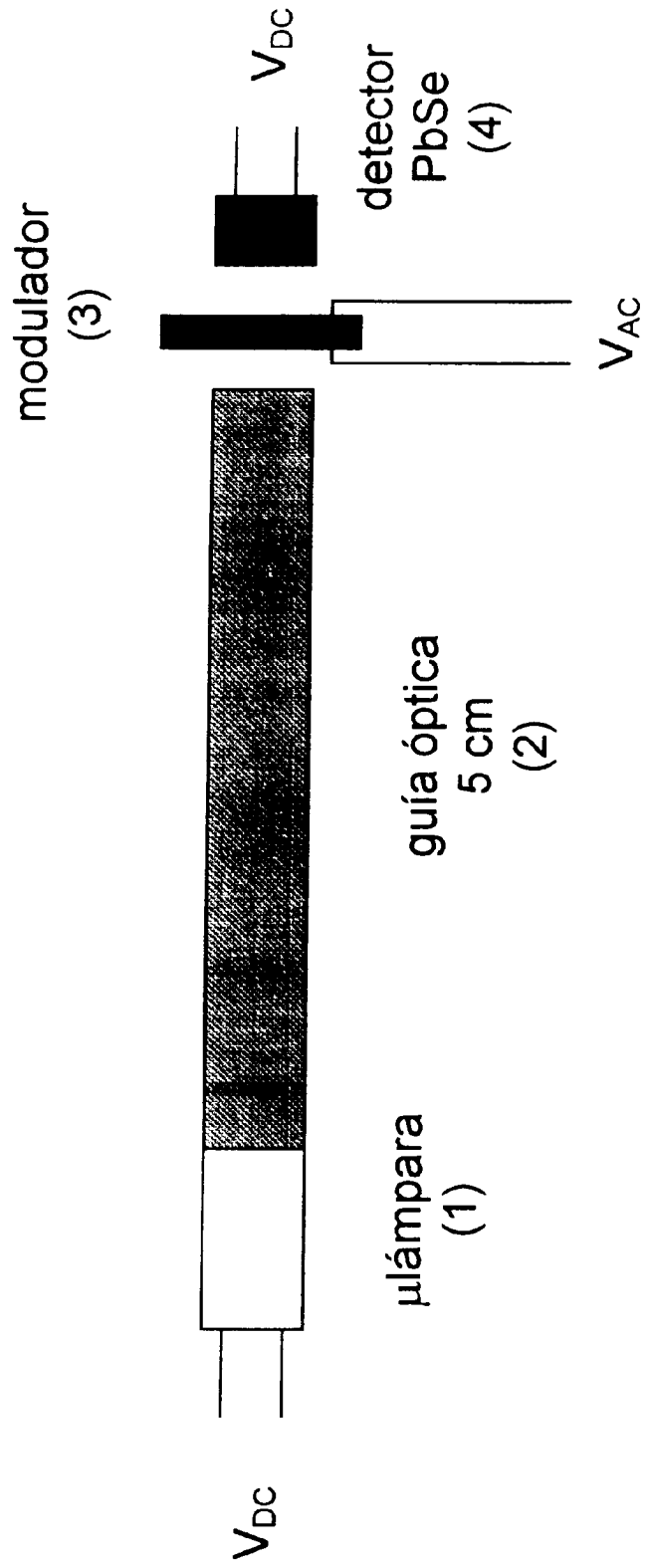


FIG. 2

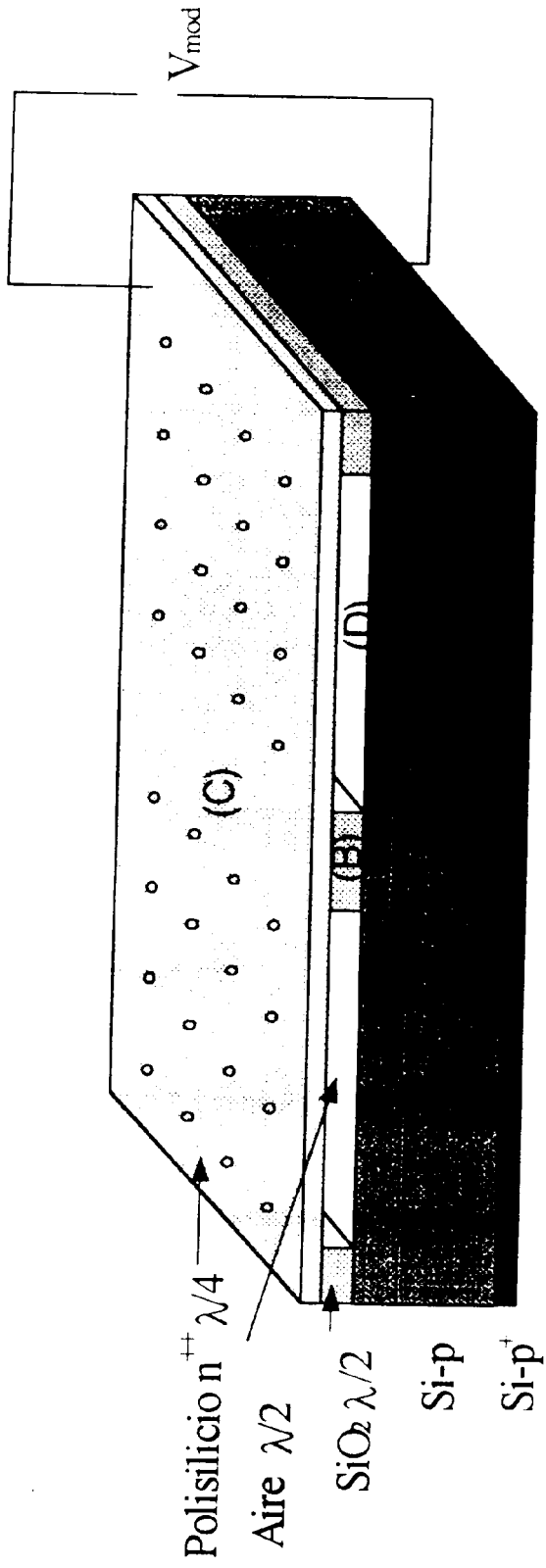


FIG. 3

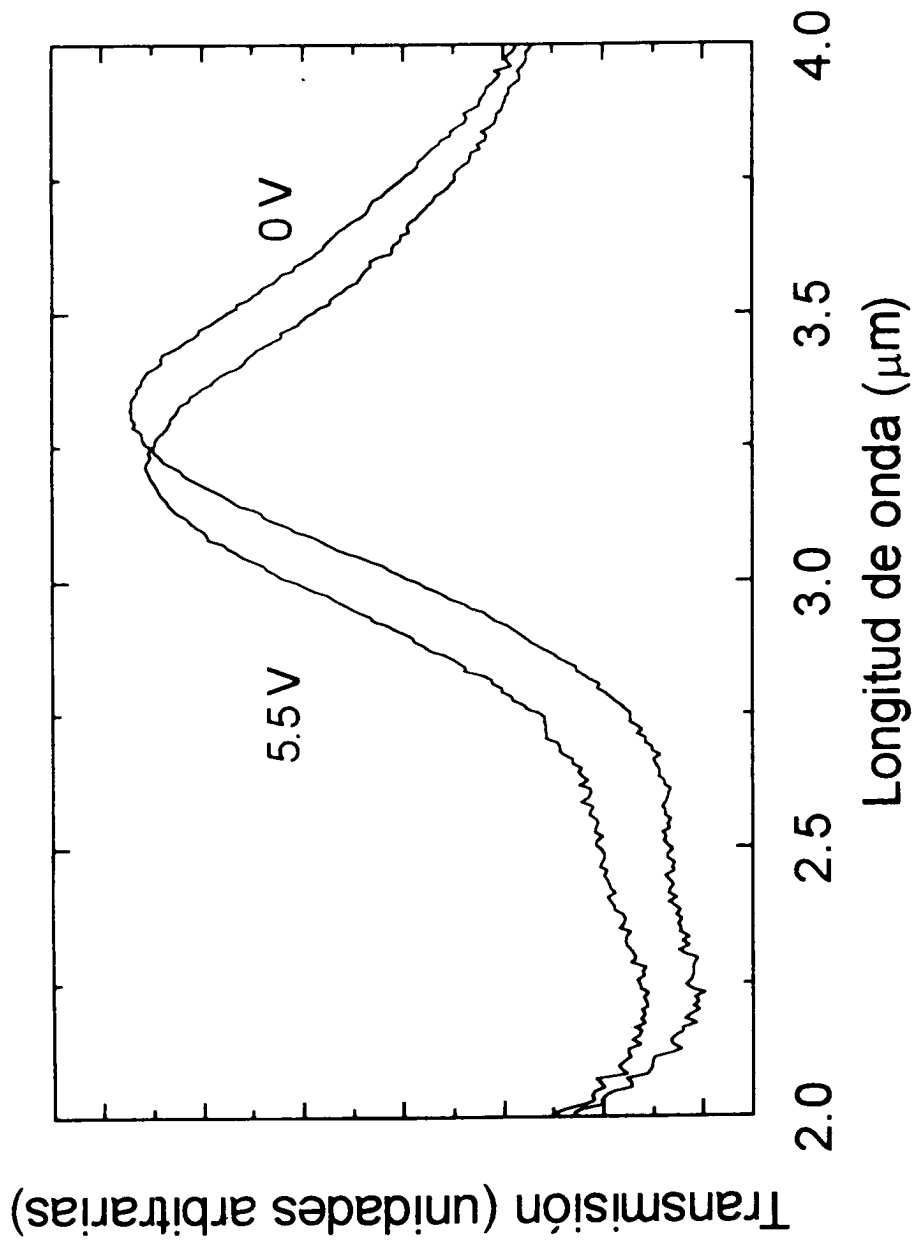


FIG.4

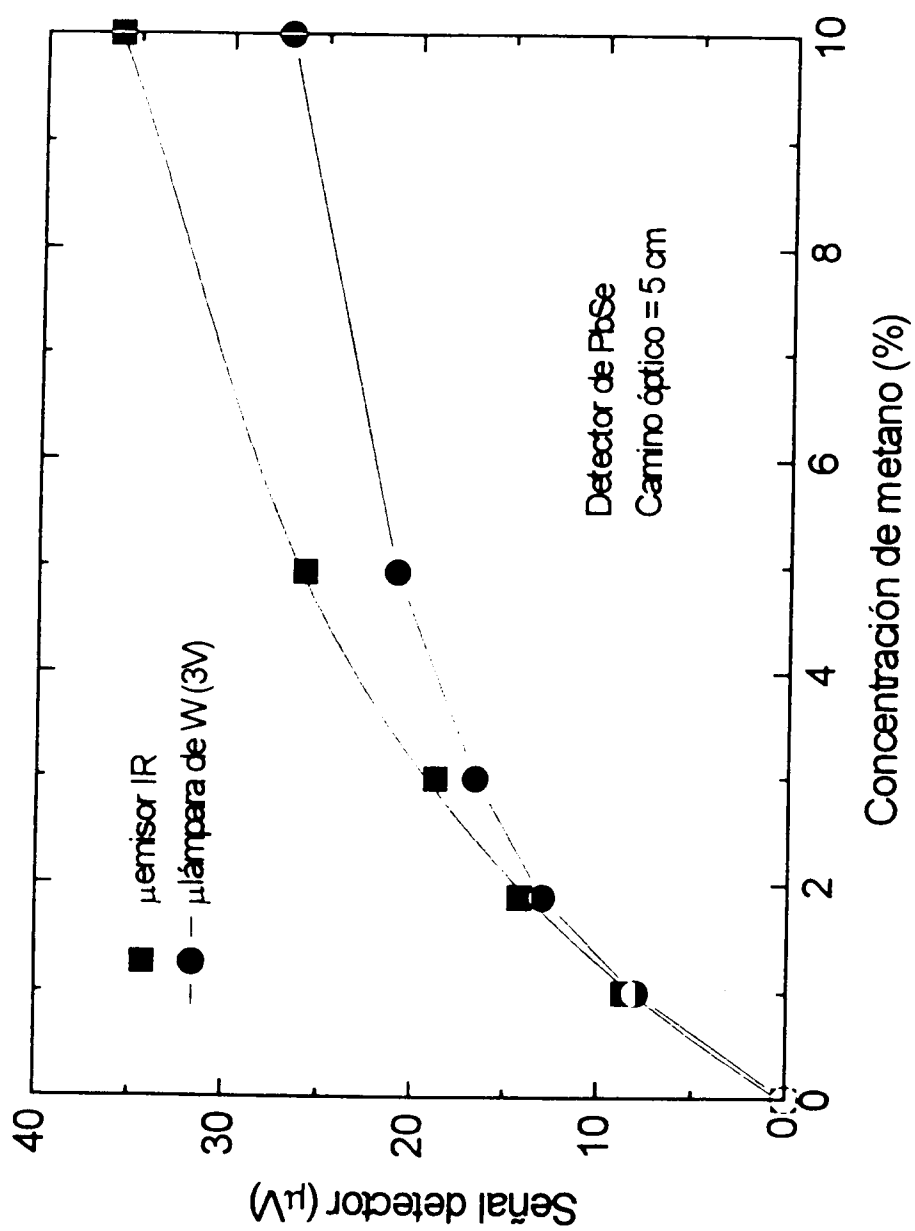
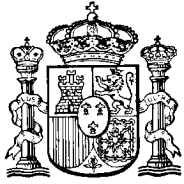


FIG. 5



INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑮ Int. Cl.⁶: G01N 21/35, G02B 5/28

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	GB-2181536-A (THE PLESSEY COMPANY plc) 23.04.1987 * Página 2, línea 75 - página 3, línea 30 *	1,2,4
X	EP-693683-A (VAISALA OY) 24.01.1996 * Columnas 4,5; figuras 1a,1b *	2-4
E	WO-9814804-A (VALTION TEKNILLINEN TUTKIMUSKESKUS) 09.04.1998 * Páginas 4-6; figuras 8,9 *	2-4
X	EP-668490-A (VAISALA OY) 23.08.1995 * Columna 6, líneas 21-57; columna 8, líneas 25-55 *	2,3
X	GB-2148492-A (STANDARD TELEPHONES & CABLES PUBLIC LIMITED) 30.05.1985	1
A	* Página 1, línea 78 - página 2, línea 20 *	2,3
X	DE-4334578-A (DIRK WINFRIED ROSSBERG) 20.04.1995	2
A	* Columnas 1,2 *	3,4
A	EP-396319-A (WESTINGHOUSE ELECTRIC CORPORATION) 07.11.1990 * Páginas 5-8 *	1-4
A	GB-2215038-A (THE PLESSEY COMPANY plc) 13.09.1989 * Páginas 4-6 *	1,4

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones n.º:

Fecha de realización del informe

18.08.98

Examinador

S. Fernández Díez-Picazo

Página

1/1