

PRÀCTICA IV

4. MESURA DE PROPIETATS ÒPTIQUES DE MATERIALS

L'espectrofotometria de transmitància òptica és una de les tècniques més utilitzades en l'anàlisi del comportament òptic dels materials. En el rang ultraviolat (UV), de 185 a 380 nm, i en el visible (VIS), d'uns 380 a 800 nm, proporciona informació de les transicions electròniques entre els diferents nivells electrònics.

En aquest treball s'estudiarà el principi de funcionament de l'espectrofotòmetre de xarxa de difracció i s'obtingran els espectres de transmissió de diferents materials. A partir d'aquests espectres es pot determinar la dependència espectral de l'absorció i de l'índex de refracció.

4.1. Fonament

4.1.1. Espectrofotòmetre de xarxa de difracció

Els espectrofotòmetres són instruments que, en general, proporcionen espectres de transmissió o reflexió de la mostra que es caracteritza. Bàsicament aquests instruments estan constituïts per una font de llum policromàtica, un element dispersiu (prisma o xarxa de difracció) i un detector.

Una xarxa de difracció està constituïda per una làmina a la qual s'ha fet un gran nombre (entre 100 i 600 per mil·límetre) de ratlles paral·leles i equidistants. Quan s'il·lumina una xarxa de difracció, cada ratlla esdevé un centre emissor de llum en virtut del fenomen de la difracció. El fenomen d'interferència fa que, a la sortida, solament s'obtingui llum en aquelles direccions per a les quals hi ha *interferència constructiva*. Aquestes direccions (α) compleixen l'equació:

$$d \cdot \sin \alpha = m \cdot \lambda, \quad (1)$$

on d és la separació entre dues escletxes veïnes, λ és la longitud d'ona de la llum utilitzada i m és un enter anomenat *ordre de la interferència*.

A conseqüència de la dependència de α respecte de la longitud d'ona, quan s'il·lumina la xarxa amb llum policromàtica (per exemple amb la llum blanca), aquesta llum se separa en els diferents colors que la componen.

4.1.2. Propietats òptiques dels materials

Quan un feix de llum arriba a un objecte una part de la llum és reflectida, una altra és transmesa i, finalment, una part és absorbida. L'absorció de la llum (o radiació electromagnètica en general) pot ser deguda a diferents mecanismes que fan que els àtoms oscil·lin de manera ressonant entorn de la seva posició d'equilibri (regió de l'infraroig o IR) o que els electrons siguin excitats a un nivell energètic superior dins una mateixa banda (transicions intrabanda) o entre dues o més bandes (transicions interbanda).

Aquests dos últims casos correspondrien a energies en el rang UV-VIS on les transicions electròniques van acompanyades de transicions de vibració entre els nivells electrònics, i donen als pics l'aparença de bandes. Cal afegir que es poden observar altres processos d'absorció (p. ex. els que impliquen excitons, solitons, plasmons, etc.).

Quan es fa incidir llum blanca (policromàtica) sobre un objecte, l'absorció de la llum serà diferent segons la longitud d'ona i donarà lloc al color de la llum transmesa. Si es fa incidir llum monocromàtica, la mesura de la transmitància, T , permet caracteritzar el comportament del material. La transmitància ens dona la proporció de llum transmesa:

$$T = \frac{I}{I_0}, \quad (2)$$

on I_0 és la intensitat de la llum incident i I és la intensitat de la llum transmesa.

La proporció de la llum incident absorbida per un medi transparent és independent de la intensitat de la llum (Llei de Lambert) sempre que no hi hagi altres canvis físics o químics dins el medi. La mesura generalment utilitzada per a l'absorció de la llum és l'absorbància, A :

$$A = -\log\left(\frac{I}{I_0}\right) = -\log T. \quad (3)$$

Els sistemes en estudi consisteixen en diferents mostres en uns portasubstrats que permeten dur a terme l'anàlisi òptica fonamentalment en el domini visible.

En condicions d'absorció feble, la transmitància òptica es relaciona amb l'índex de refracció, n , com:

$$T = \frac{2n}{n^2 + 1}. \quad (4)$$

4.2. Material

- Equip òptic de mesura (vegeu la figura 1):
 1. Monocromador de xarxa de difracció (350-800 nm).
 2. Detector fotovoltàic i amplificador amb font d'alimentació simètrica (± 12 V).
 3. Portamostres.
 4. Sistema motoritzat per a l'escombratge espectral.
 5. Font de llum amb font d'alimentació (30 W).
- Equip d'adquisició dades (vegeu la figura 1):
 1. PC amb port paral·lel (sortides TTL).
 2. Multímetre digital TTi-1604 (RS232).
 3. Programari d'automatització (TR).

- Dues mostres transparents en gairebé tot el rang de mesura:
 1. M1: quars.
 2. M2: vidre blanc.
- Dues mostres de vidre de color (vidre blanc de la mostra M2 amb inclusions metàl·liques).
 1. M3: vidre blau.
 2. M4: vidre vermell.
- Tres mostres de color similar (groc) però amb diferent mecanisme d'absorció.
 1. M5: vidre groc.
 2. M6: filtre Schott 04515.
 3. M7: filtre Supergel #11.

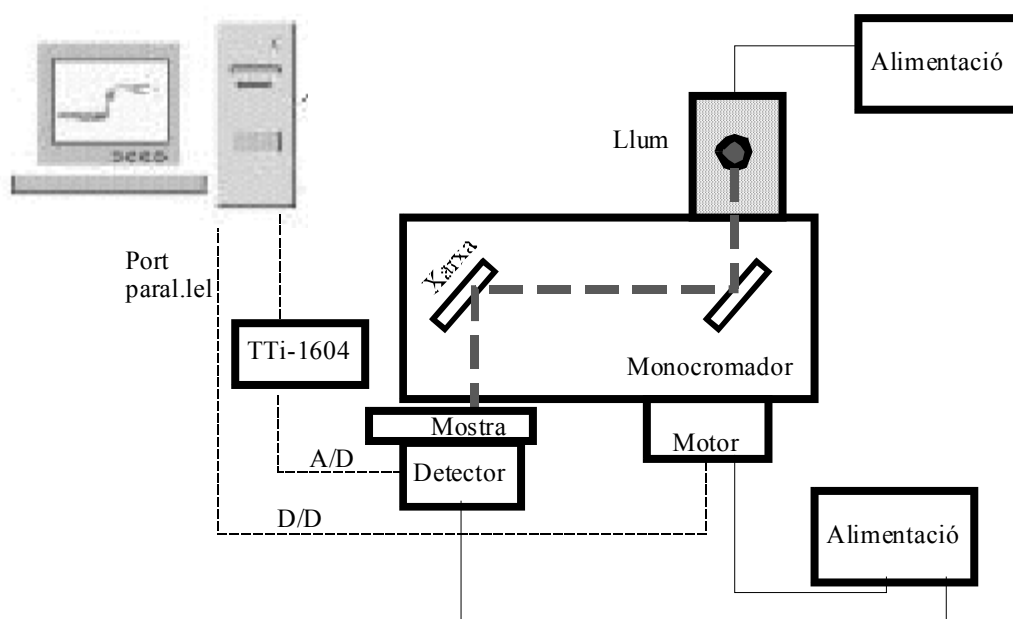


Figura 1. Esquema del sistema òptic i d'adquisició de dades de l'espectrofotòmetre de transmitància òptica.

4.3. Procediment experimental

Measureu els espectres de transmissió $T(\lambda)$ en la regió del visible de cadascuna de les mostres executant el programa TR:

- Introduïu el nom de la mostra (*sample name*).
- Measureu el *background* (obturador tancat).
- Introduïu el valor de la longitud d'ona en què està el monocromador (*current wavelength*).
- Interval de mesura (*wavelength range*): 360-800 nm.
- Increment (*wavelength step*): 10 nm.
- Measureu la referència (obturador obert sense mostra).
- Col·loqueu la mostra en l'espectrofotòmetre fixant-vos en el sentit indicat per les fletxes.
- Measureu la mostra (*measure sample*).
- Guardeu el fitxer (*save transmittance*).

4.4. Elaboració de l'informe

1. Escriviu una introducció d'aproximadament mitja pàgina en què s'expliqui l'objectiu de la pràctica i es descrigui el mètode emprat.
2. Presenteu les gràfiques $T(\lambda)$ i $n(\lambda)$ de les mostres de quars i de vidre (M1 i M2). Aquestes mostres comencen a presentar absorció a la regió de longituds d'ona més curtes. Comenteu com s'observa aquest fenomen en les mesures. **Tingueu cura d'utilitzar els mateixos rangs per als eixos de totes les gràfiques per tal que siguin comparables.**
3. Representeu les gràfiques $T(\lambda)$ i $A(\lambda)$ de les mostres de vidre M2, M3 i M4. Indiqueu les diferències que observeu en les gràfiques.
4. Representeu les gràfiques $T(\lambda)$ i $A(\lambda)$ de les mostres grogues M5, M6 i M7. Tot i presentar un color semblant, quines diferències s'observen entre els espectres del vidre groc (mostra M5) i els dels filtres M6 i M7.
5. Presenteu una llista de mecanismes d'absorció de llum (amb una breu explicació) i relacioneu-los, si escau, amb els comportaments observats en les diferents mostres caracteritzades.

4.5. Qüestions

- 4.1. Per què el vidre és transparent a la llum visible, però és opac a les radiacions UV i IR?
- 4.2. Digueu alguns exemples de materials transparents a l'IR, però opacs a la llum visible.