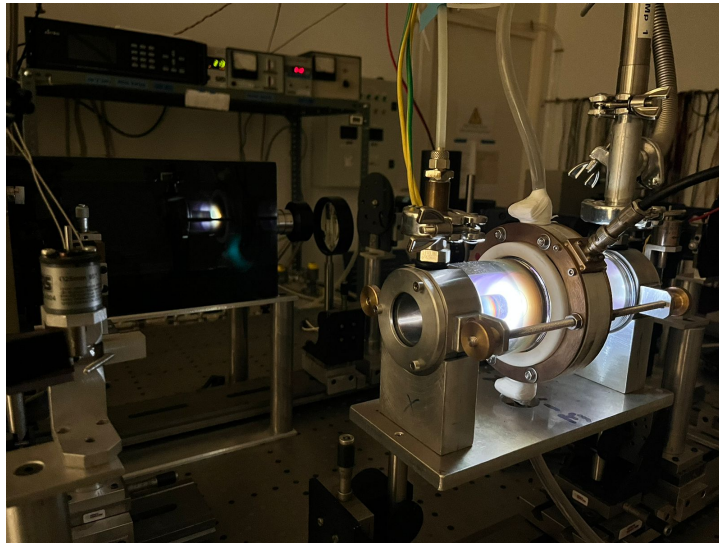




Universidad de Valladolid

TRABAJO FIN DE GRADO - CURSO 2023/2024

Análisis de un plasma de neodimio para medidas espectroscópicas de interés astrofísico



Autora: Sara Llorente Rodríguez
Tutora: María Teresa Belmonte Sainz-Ezquerria

Resumen

Este informe describe el desarrollo y la calibración de un montaje experimental para espectroscopía atómica utilizando una lámpara de descarga de cátodo hueco. El sistema consta de una fuente de luz, un monocromador equipado con una red de difracción y una cámara CMOS de alta resolución para la adquisición de datos espectrales. Debido a su importancia en astronomía y a la falta de medidas previas, el Laboratorio de Espectroscopía Atómica de la Universidad de Valladolid se ha centrado en el estudio del neodimio doblemente ionizado (Nd III). Este trabajo presenta, después de una introducción teórica, la calibración del dispositivo experimental y las curvas voltaje-corriente de la lámpara de cátodo hueco, que determinan las condiciones adecuadas para la toma de medidas.

Abstract

This report describes the development and calibration of an experimental setup for atomic spectroscopy using a hollow cathode discharge lamp. The system consists of a light source, a monochromator equipped with a diffraction grating and a high resolution CMOS camera for spectral data acquisition. Due to its importance in astronomy and the lack of previous measurements, the Atomic Spectroscopy Laboratory of the University of Valladolid has focused on the study of doubly ionized neodymium (Nd III). This work presents, after a theoretical introduction, the calibration of the experimental apparatus and the voltage-current curves of the hollow cathode lamp, which determine the appropriate conditions for taking measurements.

Palabras clave: Espectroscopía, astronomía, lámpara de cátodo hueco

Key words: Spectroscopy, astronomy, hollow cathode lamp

Índice

1	Tabla de acrónimos	4
2	Introducción	5
3	Bases de datos	6
4	Fundamentos teóricos	7
4.1	Coefficientes de Einstein	7
4.2	El plasma	7
4.3	Líneas espectrales	8
4.3.1	Anchura de líneas espectrales	8
4.4	Red de difracción	9
4.4.1	Funcionamiento de una red de difracción	9
4.4.2	Poder de resolución	11
4.5	Descargas eléctricas en gases	11
5	Dispositivo experimental	13
5.1	Lámpara de cátodo hueco	13
5.2	Monocromador	15
5.3	Cámara CMOS	16
6	Medidas experimentales y tratamiento de datos	17
6.1	Caracterización del espectrómetro	17
6.1.1	Calibración en curvatura	17
6.1.2	Calibración en dispersión	19
6.1.3	Calibración en transmitancia	23
6.2	Curvas VI de la lámpara	26
7	Siguientes pasos	27
8	Conclusiones	29

1. Tabla de acrónimos

Símbolo	Magnitud	Valor	Unidad	Descripción
λ	Longitud de onda		m	
ν	Frecuencia		s^{-1}	
E	Energía		J	
T	Temperatura		K	
M	Masa del átomo		Kg	
A_{21}	Coefficiente de emisión espontánea		s^{-1}	
B_{21}	Coefficiente de emisión estimulada		$m^3/(J \cdot s^2)$	
B_{12}	Coefficiente de absorción		$m^3/(J \cdot s^2)$	
θ_i	Ángulo de incidencia sobre una red de difracción		rad	
θ_m	Ángulo de difracción de orden m		rad	
m	Orden de difracción	1		Se trabaja en primer orden
ϵ'	Semiángulo de desviación constante	0.551	rad	Parámetro del monocromador
R	Poder de resolución			
N	Líneas iluminadas de la red			
r	Radio de un centro de circunferencia		píxeles	
(x_0, y_0)	Coordenadas de un centro de circunferencia			
(x, y)	Coordenadas de un píxel en la pantalla			
d	Periodo espacial de la red	1/2400	mm^{-1}	Parámetro del monocromador
f'	Focal efectiva	1500	mm	Parámetro del monocromador
t	Anchura del píxel	6.5	μm	Parámetro de la cámara CMOS
px	Píxel			
$disp$	Dispersión	nm/píxel		
V	Voltaje		V	
I	Intensidad		A	
\mathbb{Z}	Números enteros			
\mathbb{R}	Números reales			
\mathbb{N}	Números naturales			

Tabla 1: Tabla de acrónimos

Símbolo	Constante	Valor	Unidad
c	Velocidad de la luz	$3 \cdot 10^8$	m/s
h	Planck	$6,62607015 \cdot 10^{-34}$	$J \cdot s$
k	Constante de Boltzmann	$1,380649 \cdot 10^{-23}$	J/K

Tabla 2: Constantes universales

2. Introducción

Diversas misiones espaciales como los telescopios James Webb y Hubble, o el observatorio Chandra nos proporcionan información sobre el espacio que nos rodea. Recogen la luz que llega de estrellas y fenómenos estelares, cada uno cubriendo distintas zonas del espectro electromagnético, para su posterior análisis. En la Tierra, para analizar estos datos, se sigue el proceso inverso. Se estudia la luz que emiten los distintos elementos químicos, es decir, su espectro, y con ello se crea un ‘catálogo’ al que pueden acudir los astrónomos para identificar, por ejemplo, de que están compuestas las estrellas.

Además, el estudio de fenómenos estelares específicos, como la fusión de dos estrellas de neutrones, puede ayudar a responder una de las preguntas fundamentales de la astrofísica: el origen de los elementos químicos pesados. Los núcleos de los átomos más simples, como el hidrógeno y el helio, se formaron minutos después del Big Bang a partir de protones y neutrones libres. Otros elementos ligeros, como el oxígeno, se generan a través de reacciones nucleares en el interior de algunas estrellas. Sin embargo, el proceso de formación de elementos más pesados que el hierro no está del todo claro. Las teorías de los procesos-s y procesos-r (procesos lentos y rápidos de captura de neutrones) [1] explican la formación de estos elementos en ciertos eventos, como supernovas o colisiones de estrellas de neutrones. Para verificar estas teorías, es necesario analizar la luz emitida durante estos fenómenos estelares y determinar si efectivamente se han producido los elementos químicos correspondientes.

En 2017 se observó por primera vez la fusión de dos estrellas de neutrones mediante la detección de dos señales distintas: ondas gravitacionales y radiación electromagnética en el rango ultravioleta-infrarrojo [2][3][4]. La emisión de radiación tras la fusión de dos estrellas de neutrones se conoce con el nombre de kilonova. El estudio del espectro de una kilonova está restringido por la falta de datos atómicos, en concreto sobre los lantánidos [5], de los cuales apenas se dispone de información.

En el Laboratorio de Espectroscopía Atómica de la Universidad de Valladolid se está estudiando un elemento de este grupo, el Nd III o neodimio dos veces ionizado¹, siguiendo el trabajo de Milan Ding en el Imperial College [6]. Con $Z=60$, este elemento está muy poco estudiado, como se observa en algunas de las principales bases de datos astronómicas: NIST [7], Kurucz [8] y VALD [9].

En este trabajo se desarrollará la puesta en marcha del laboratorio para la toma de medidas del neodimio. En primer lugar se explicarán las nociones teóricas necesarias para comprender el experimento. Después se dará una descripción del dispositivo experimental, siguiendo el camino que recorre la luz desde que se produce en el plasma hasta que llega al detector. Por último, se expondrá el trabajo realizado en el laboratorio en el transcurso de estos últimos meses, y el tratamiento de los datos seguido.

¹En espectroscopía, se designa como Nd I al átomo de neodimio neutro, Nd II al átomo una vez ionizado, Nd III dos veces ionizado, y así sucesivamente.

3. Bases de datos

En la figura 1 se muestran los espectros normalizados de dos estrellas, en los que es posible apreciar la identificación de distintos elementos químicos.

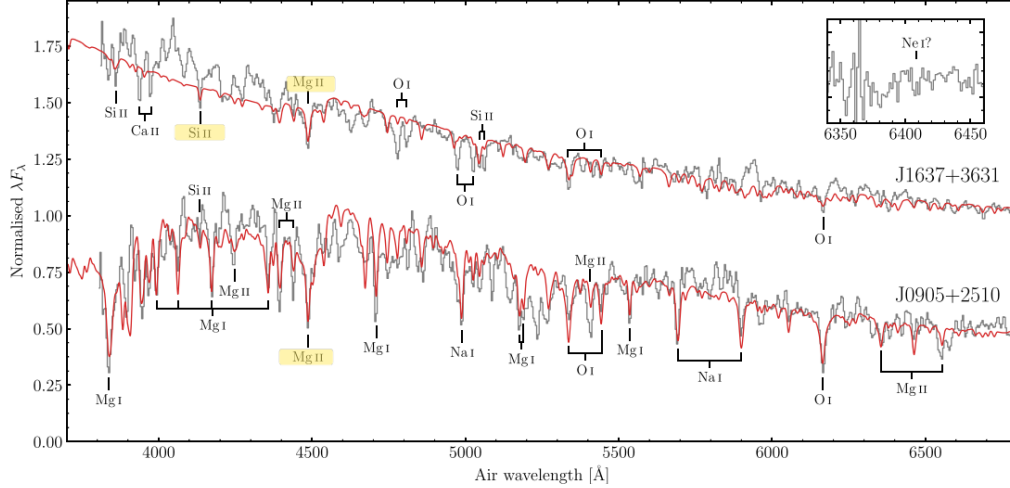


Figura 1: Espectro normalizado de las estrellas J0905+2510 (abajo) y J1637+3631 (arriba), con un offset de +0.75. El modelo de estrella LP 40-365 que se está usando para estudiarlas se muestra en rojo. [10]

Estos elementos químicos están presentes en la atmósfera de la estrella, no en su núcleo. De manera simplificada, una estrella puede entenderse como un core caliente que emite radiación como un cuerpo negro, con una intensidad máxima dependiente de su temperatura superficial según la ley de Wien. La radiación que percibimos presenta picos de absorción superpuestos con el continuo de radiación emitido por el core, ya que parte de la luz es absorbida al atravesar la atmósfera estelar por los elementos presentes en ella. En astronomía, esto resulta en la obtención de **espectros de absorción**.

Una forma de estudiar modelos estelares se muestra en el paper de la imagen anterior [10]. Se generaron más de mil modelos en los que se hizo variar parámetros como la temperatura, o las abundancias químicas, hasta encontrar aquel que presentaba mejores coincidencias con las observaciones experimentales. Para ello, se emplearon principalmente las bases de datos de NIST [7] y VALD [9]. La primera, *National Institute of Standards and Technology*, recoge tanto datos teóricos como experimentales, y añade líneas nuevas según se realizan publicaciones en este campo. En el caso de VALD, *Vienna Atomic Line Database*, proporciona una extensa base de datos teóricos relevantes para la astronomía, así como experimentales, especialmente para las variaciones isotópicas y los efectos de desdoblamiento hiperfino [11]. Como se concluye en el estudio original, es necesario ampliar la investigación sobre datos atómicos para estudiar correctamente los modelos estelares, pues no se pudieron identificar todas las características espectrales.

Además de su importancia en el estudio de kilonovas, el neodimio aparece en espectros de las estrellas químicamente peculiares tipo HgMn [12]. Sin embargo, la cantidad de datos atómicos para el neodimio es insuficiente para analizar estas estrellas. En el NIST, solo se registran unas pocas líneas de Nd I, principalmente de una recopilación de 1975 [13], y sin datos sobre probabilidades de transición. El Nd II tiene más líneas disponibles, generalmente con una incertidumbre en las probabilidades de transición menor del 7%. En cuanto al Nd III, no hay datos disponibles. De manera similar, la base de datos de Kurucz [8], que utiliza una aproximación inicial experimental para su modelo teórico, tampoco contiene información sobre el Nd III.

4. Fundamentos teóricos

4.1. Coeficientes de Einstein

Para estudiar cómo un átomo absorbe y emite luz, podemos recurrir al modelo de Bohr. Las órbitas que describen los electrones en torno al núcleo están cuantizadas, con energías bien definidas. Hay tres tipos de procesos que se pueden dar entre dos niveles de energía del átomo:

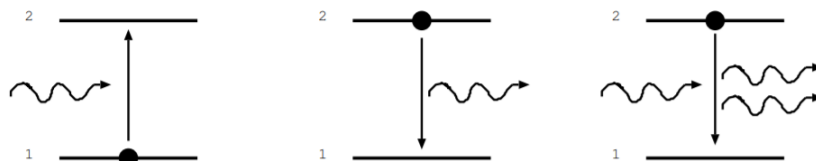


Figura 2: (a) Absorción, (b) Emisión espontánea y (c) Emisión estimulada

Supongamos dos niveles de energía de un átomo, E_1 y E_2 con $E_1 < E_2$. En caso de que llegue un fotón con energía igual a la diferencia de energías entre los niveles $E_2 - E_1 = h\nu_{21}$, puede ser absorbido por un átomo del nivel E_1 y pasar al nivel E_2 . Este es el proceso de **absorción** que ocurre en la atmósfera de las estrellas.

Por otro lado, un átomo en el nivel E_2 puede decaer de manera espontánea al nivel E_1 , emitiendo un fotón de frecuencia ν_{21} . Este proceso se conoce como **emisión espontánea**, y es el que se busca medir en el laboratorio. En contraste con un espectro de absorción, un espectro de emisión muestra picos por encima del nivel de continuo de la radiación. Dado que los fotones absorbidos y emitidos tienen la misma longitud de onda, es posible establecer una correlación entre un espectro de absorción y uno de emisión.

Un último proceso es el de **emisión estimulada**, por el que un átomo en el nivel E_2 , al recibir un fotón de frecuencia ν_{21} , se desexcita al nivel inferior E_1 emitiendo otro fotón idéntico, con la misma fase y frecuencia. Éste es el principio sobre el que funciona un láser.

Cada uno de estos procesos tiene asociado un coeficiente, denominado coeficiente de Einstein, que se calcula a partir de la teoría perturbativa y permite deducir la ley de Planck. Los coeficientes de Einstein son B_{12} para el proceso de absorción, A_{21} para el de emisión espontánea y B_{21} para la emisión estimulada. Su desarrollo teórico no es objeto de este trabajo.

4.2. El plasma

Un plasma está considerado un cuarto estado de la materia, y puede ser descrito como un gas ionizado macroscópicamente neutro, compuesto por partículas cargadas y neutras que interactúan entre sí y con el campo eléctrico en el que se encuentran inmersas. En este entorno, los efectos colectivos predominan sobre las colisiones.

Dentro del plasma tienen lugar varios procesos, que vamos a particularizar para nuestro caso de estudio, el átomo de neodimio [14]. Es importante recordar que el átomo debe estar excitado para que haya emisión espontánea de radiación.

Como se explicará en más detalle en 5.1, en este trabajo se emplea una lámpara de descarga de cátodo hueco para generar el plasma. Su principio de funcionamiento es sencillo: consta de dos ánodos positivos y un cátodo negativo entre los que se establece una diferencia de potencial. El cátodo está hecho de neodimio en estado sólido, y se introduce un gas inerte, argón, para generar el plasma dentro de la lámpara.

Todos los procesos empiezan con un electrón libre dentro de la lámpara, que es acelerado por la diferencia de potencial entre ánodo y cátodo, y adquiere energía cinética. Viaja por la lámpara hasta encontrarse con un átomo de argón, y dependiendo de la energía que tenga, podrá excitarlo (ecuación 1), ionizarlo

(2) o desexcitar un átomo ya excitado de argon (3).



donde Ar^* es un átomo neutro excitado y γ un fotón. Los electrones producidos en (2) pueden provocar una reacción en cadena, colisionando e ionizando más átomos de argon. Estos iones, al estar cargados positivamente, serán atraídos por el cátodo negativo, donde impactarán con el cátodo de neodimio arrancando átomos, en un proceso conocido como *sputtering* (4). El *sputtering* se refiere al fenómeno físico en el cual átomos o moléculas son expulsadas de una superficie sólida debido al bombardeo por partículas energéticas. De forma simple, se busca que el argon ‘arranque’ átomos de neodimio del cátodo, ya que los electrones no tienen suficiente masa como para conseguir tal efecto.



El electrón que se libera lo absorbe un ion de argon, que libera una energía de recombinación en un proceso llamado *radiative recombination* (5). Con esta energía se consigue excitar el átomo de neodimio a un nivel superior (6).



con ΔE la diferencia entre la energía de recombinación del ion de argon y la energía del nivel excitado del neodimio. Los átomos de neodimio que se liberen al plasma interactuarán con el resto de electrones e iones de argon provocando más reacciones.

El neodimio excitado decaerá mediante el proceso de emisión espontánea, emitiendo un fotón igual a la diferencia entre niveles, y dando lugar a un espectro de emisión. Ciertos procesos, como la recombinación radiativa, emiten radiación continua porque los electrones pueden tener cualquier valor de energía cinética, lo que permite que los fotones resultantes abarquen un amplio espectro de energías. La aceleración o deceleración de los electrones en presencia del campo de un ion dará lugar a la radiación *Bremsstrahlung* o radiación de frenado, también continua. Es necesario tenerla en cuenta a la hora de analizar las medidas, pero solo nos interesa la parte discreta.

4.3. Líneas espectrales

Un espectro representa la distribución de la radiación electromagnética que un átomo emite o absorbe en función de su longitud de onda. Dentro de un espectro, una línea espectral es cualquier región destacada que se encuentra dentro de un estrecho rango de longitudes de onda. Cada línea viene caracterizada por su longitud de onda central, y por su anchura a altura mitad. Como para producir el plasma de neodimio se utiliza argon, el espectro emitido por la lámpara de cátodo hueco utilizada en este trabajo tendrá líneas espectrales de neodimio y de argon.

Definiremos la intensidad de una línea espectral como al área encerrada bajo el perfil de esa línea. Medir radiación en unidades absolutas es muy complicado, por lo que se suele trabajar en unidades relativas, (lo que se expresa como a.u., *arbitrary units*) porque normalmente se busca calcular cocientes de áreas de líneas.

4.3.1. Anchura de líneas espectrales

Existen diversos fenómenos por los cuales una línea espectral no es una delta de Dirac, sino que tiene una cierta anchura espectral [15][16].

- **Anchura natural:** tiene su origen en el principio de incertidumbre $\Delta E \Delta t \sim \frac{\hbar}{2}$. Las energías de los niveles no están perfectamente definidas, hay una incertidumbre asociada a la vida media del

nivel. Una incertidumbre en la energía se traduce a una incertidumbre en frecuencias, y por tanto en longitudes de onda, que es lo que medimos en el experimento. La distribución de frecuencias de este fenómeno sigue un perfil lorentziano.

- **Ensanchamiento Doppler:** el efecto Doppler es un cambio aparente en la longitud de onda emitida por una fuente que se desplaza respecto de un observador, disminuyendo si se acerca a éste y aumentando si se aleja. Pese a que no nos interesa la expresión analítica de este efecto, si es de utilidad la expresión de la anchura a altura mitad de la línea debido al ensanchamiento Doppler:

$$\Delta\lambda_D = \left(\frac{8 \ln 2 kT}{Mc^2} \right)^{\frac{1}{2}} \lambda_0 = 7,162 \cdot 10^{-7} \lambda_0 \left(\frac{T}{M} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (7)$$

siendo $\Delta\lambda_D$ la anchura Doppler, k la constante de Boltzman, T la temperatura, M la masa del átomo, c la velocidad de la luz y λ_0 la longitud de onda central de la línea espectral cuando no hay ensanchamiento. Esta expresión es de utilidad a la hora de identificar líneas de forma cualitativa. Como la anchura a altura mitad de una línea es inversamente proporcional a la masa, las líneas de neodimio ($Z=60$) son considerablemente más estrechas que las del argon ($Z=18$). Las líneas de un mismo elemento tienden a mantener una anchura más o menos constante. El ensanchamiento Doppler da lugar a una distribución en frecuencias con un perfil gaussiano.

- **Ensanchamiento por presión:** la radiación emitida por un átomo puede verse modificada por los átomos circundantes debido a varios factores, como el campo eléctrico al que se somete el átomo emisor (efecto Stark). También contribuyen el ensanchamiento de resonancia, y la interacción entre partículas neutras dada por el potencial de Van der Waals. En estos casos, la distribución en frecuencias sigue un perfil lorentziano. El ensanchamiento por presión, al igual que el ensanchamiento Doppler, en general produce anchuras mucho mayores que la natural [16].
- **Anchura instrumental:** es aquella introducida por el dispositivo experimental. Sigue un perfil gaussiano, como se pudo observar en [17].

A partir de las expresiones analíticas de estos factores se encuentra que una línea espectral se ajusta a un perfil de Voigt, que resulta de la convolución de las funciones lorentzianas y gaussianas. Se puede calcular mediante métodos computacionales para hallar la intensidad de la línea, e incluso para extraer la anchura de cada componente del perfil [18][19].

4.4. Red de difracción

Para analizar la luz emitida por el plasma se utiliza un monocromador, cuyo elemento principal es una red de difracción.

4.4.1. Funcionamiento de una red de difracción

Analizando el patrón de difracción de Fraunhofer formado al iluminar dos rendijas muy cercanas se observa la aparición de franjas brillantes y oscuras debido a las interferencias de la luz. Según se aumenta el número de rendijas, las franjas adquieren mayor definición [20], como se puede ver en la figura 5.

En una red de difracción se tienen del orden de cientos de rendijas, todas equiespaciadas, y las franjas estarán perfectamente definidas. Analicemos por qué.

Para ello, vamos a servirnos de dos diagramas que ilustran las interferencias constructivas y destructivas que tienen lugar en una red.

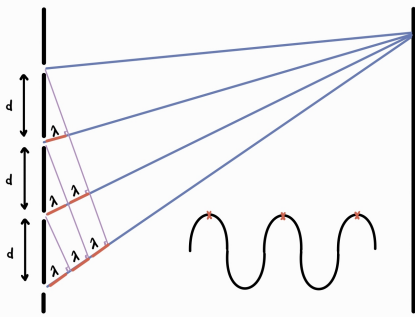


Figura 3: Difracción, interferencia constructiva con $\Delta x = 1\lambda$

Imaginemos que incide luz de una longitud de onda λ . Fijémosnos por un momento solo en las dos primeras rendijas. Considerando el caso en el que la diferencia de camino óptico que recorre la luz desde que pasa por las rendijas hasta que incide en la pantalla es de una longitud de onda, la interferencia será constructiva. Ahora bien, como la tercera rendija está situada a la misma distancia d que la segunda de la primera, la onda que pasa por la tercera rendija recorrerá dos longitudes de onda más que la primera, y también interferirá constructivamente. Así, todas las rendijas contribuyen a un máximo de interferencia de alta intensidad en la pantalla.

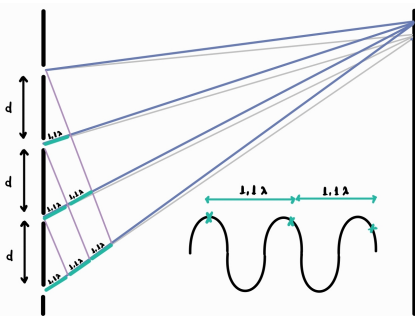


Figura 4: Difracción, interferencia destructiva con $\Delta x = 1,1\lambda$

En contraste, si observamos un punto cercano en la pantalla, donde la diferencia de camino óptico no es un múltiplo exacto de la longitud de onda, se produce una interferencia destructiva. Supongamos que la luz que atraviesa la segunda rendija recorre 1.1 veces la longitud de onda más que la que pasa por la primera rendija. En este caso, la luz de la primera y la segunda rendija interferirán parcialmente de manera constructiva. Sin embargo, la luz de la tercera rendija tendrá un camino adicional de 2.2 veces la longitud de onda respecto a la primera, y la de la cuarta rendija recorrerá 3.3 veces más. Con tantas rendijas en la red, estas diferencias provocan que las ondas se cancelen mutuamente en ese punto, resultando en la anulación de la luz.

Y de esta forma, algo visual, se explica el patrón de interferencia nítido que se obtiene al usar una red de difracción.

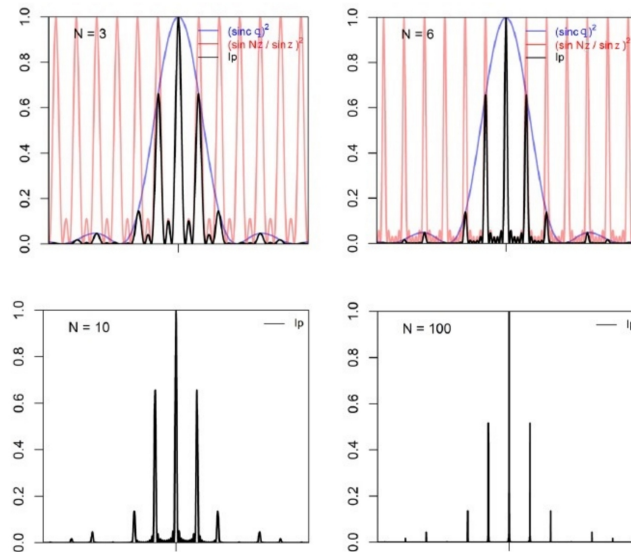


Figura 5: Evolución del patrón de difracción en función del número de rendijas [21]

4.4.2. Poder de resolución

Al pasar a través de la red de difracción, cada longitud de onda se difracta en ángulos específicos θ_m determinados por la ecuación [20]:

$$d|\sin(\theta_m) - \sin(\theta_i)| = m\lambda \quad (8)$$

siendo d la distancia entre las líneas de la red, θ_i el ángulo de incidencia de la luz sobre la red y $m \in \mathbb{Z}$, el orden de difracción.

Cuando se utiliza un orden de difracción más alto, los ángulos a los que se difracta la luz aumentan para una longitud de onda específica. Como resultado, hay una mayor distancia angular entre las diferentes longitudes de onda en el espectro, lo que mejora la resolución espectral. No obstante, un aumento en la resolución espectral lleva aparejada una disminución en la cantidad de luz. Por este motivo, especialmente si la cantidad de luz emitida por la fuente es limitada, se suele trabajar en primer orden.

El poder de resolución de una red de difracción viene dado por:

$$R = \frac{\lambda}{\Delta\lambda} = mN \quad (9)$$

con N el número de líneas iluminadas en la red. Se aplicará después al caso concreto del monocromador del laboratorio.

Al analizar espectros, se puede dar el fenómeno de solapamiento entre líneas espectrales cuando dos líneas muy cercanas se superponen parcial o completamente, y no es posible diferenciar sus perfiles individuales. Se suele usar el criterio de Rayleigh para determinar si dos líneas están resueltas, el cual establece que esto ocurre cuando el máximo en intensidad de una de las líneas coincide con el mínimo de la otra.

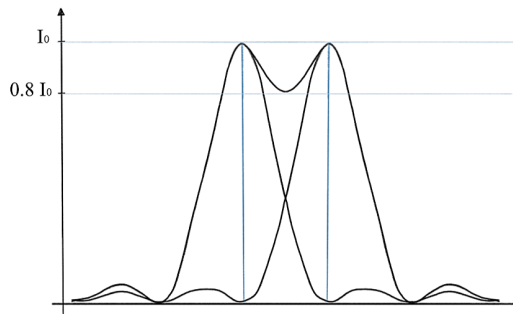


Figura 6: Criterio de Rayleigh

4.5. Descargas eléctricas en gases

En este apartado se quiere introducir el concepto de descarga eléctrica, que es el principio en el que se basan las curvas voltaje-corriente de la lámpara.

La descarga eléctrica en gases se produce cuando una corriente fluye a través del medio gaseoso debido a la ionización del gas. En el caso de una lámpara de cátodo hueco, el campo eléctrico generado entre el cátodo y los ánodos provoca la ionización de las partículas de gas neutras y crea un camino conductor.

Las características de una descarga de gas se definen según la corriente aplicada en tres regiones distintas. [22][23]:

- Zona de descarga oscura: la corriente es muy pequeña ($10^{-10} - 10^{-6}$)A, la ionización del gas es mínima, y no habrá emisión de luz por parte del neodimio.

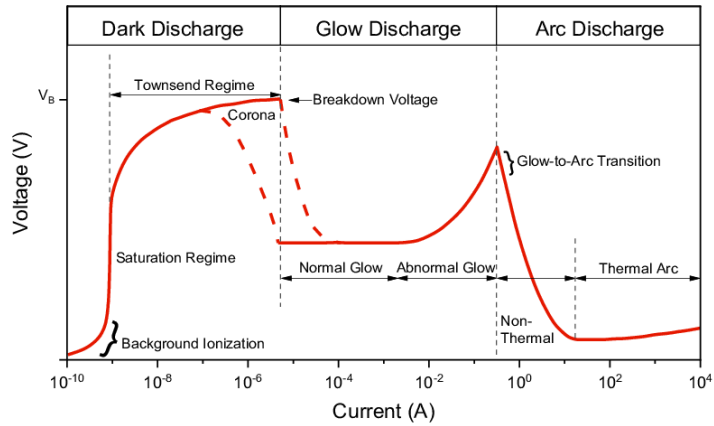


Figura 7: Ejemplo de curva VI característica [22]

- Zona de descarga, que a su vez se divide en descarga luminiscente normal ($10^{-3} - 10^{-1}$)A y descarga luminiscente anormal ($10^{-1} - 1$)A. Aún en la zona de descarga normal la corriente es demasiado baja como para conseguir sputtering de neodimio, tenemos que trabajar en la **región de descarga luminiscente anormal** [6][24]. Se caracteriza por un voltaje que sigue una recta de pendiente lineal positiva.
- Zona de descarga de arco: intensidades ($I > 10A$) muy elevadas, la fuente de alimentación de la que se dispone en el laboratorio no permite trabajar en esta región pues tiene un límite de 1 A.

Midiendo valores de voltaje e intensidad a presión constante se hallan las curvas VI de la lámpara, que son diferentes para distintos tipos de cátodo [6][25].

5. Dispositivo experimental

El experimento consta esencialmente de una lámpara de descarga donde se produce la luz, que es recibida por un monocromador con una red de difracción que la separa en sus distintas longitudes de onda. Una cámara CMOS captura la radiación para su posterior análisis.

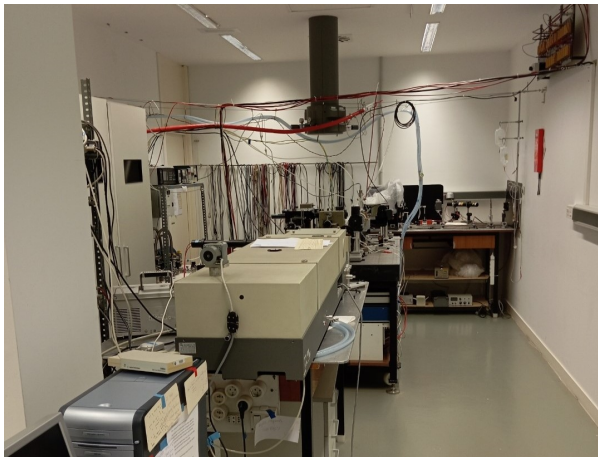


Figura 8: Laboratorio de Espectroscopía Atómica

La figura 9 muestra los principales elementos del experimento. Veamos cada uno de ellos en detalle.

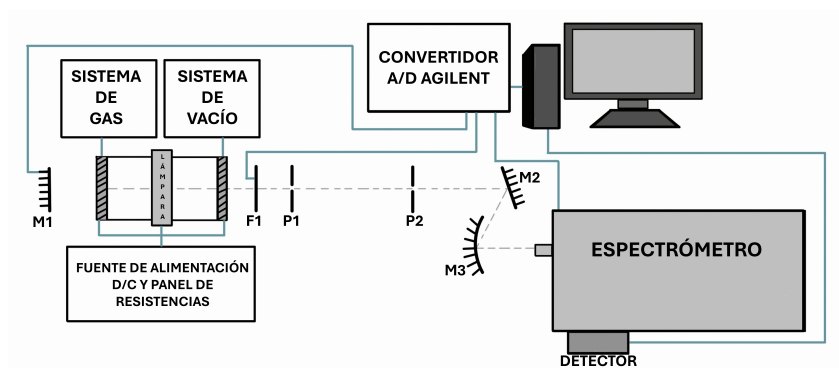


Figura 9: Esquema del experimento

5.1. Lámpara de cátodo hueco

Para generar el plasma se utiliza una lámpara de cátodo hueco, basada en un diseño del grupo de Espectroscopía de Fourier del Imperial College de Londres [26]. Las lámparas de cátodo hueco, combinadas con un monocromador, se emplean para medir parámetros atómicos de metales y elementos pesados desde el infrarrojo hasta el ultravioleta [27][28].

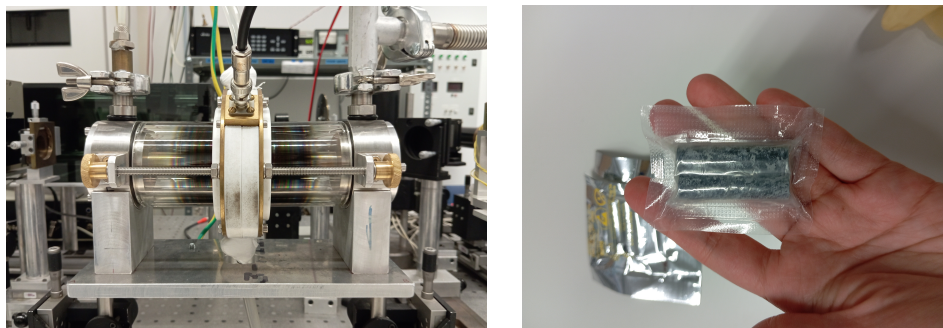


Figura 10: (a) Lámpara apagada y (b) Cátodo de neodimio

En la figura 11 se incluye un diagrama con las distintas partes de la lámpara de cátodo hueco. Está compuesta por dos ánodos de acero inoxidable, para lograr una descarga simétrica, y un cátodo que contiene un cilindro intercambiable del metal deseado. Cátodo y ánodos están separados por dos cilindros de vidrio grueso transparente para poder ver el plasma.

Un flujo de gas a baja presión, del orden de unos 100 Pa, recorre la lámpara de manera continua, del extremo anterior al posterior. De esta forma, se protege la ventana frontal (que es por la que sale la radiación a analizar) para que su transmitancia no disminuya a lo largo del experimento, evitando que se acumule suciedad por deposición de material arrancado del cátodo. Se eligió como gas el argón, que ya ha sido empleado para estudiar el neodimio con anterioridad [6]. El color de la luz emitida por el plasma da información sobre el átomo que está emitiendo (morado, en el caso del argón, blanco-azulado en el del neodimio [29]). La lámpara está conectada a un sistema eléctrico que consta de una fuente de alimentación y de un panel de resistencias, y a un sistema de refrigeración con agua para evitar el sobrecalentamiento y reducir el ensanchamiento de las líneas espectrales debido al efecto Doppler.

Durante el año pasado se analizó el comportamiento de la lámpara con un cátodo de hierro, un elemento cuya emisión es bien conocida [30]. Para cambiar del cátodo de hierro al de neodimio, hubo que abrir la lámpara y reemplazar la ventana frontal y los vidrios laterales. El neodimio se oxida rápidamente en contacto con el aire, por lo que venía inmerso en un aceite y hubo que limpiarlo en un baño de ultrasonidos antes de colocarlo en la lámpara. Tras dos semanas de pruebas, la lámpara fue lo suficientemente estable como para empezar a tomar medidas. En este contexto, se considera que la lámpara es estable cuando la emisión de radiación se mantiene constante a lo largo del tiempo en diferentes longitudes de onda.

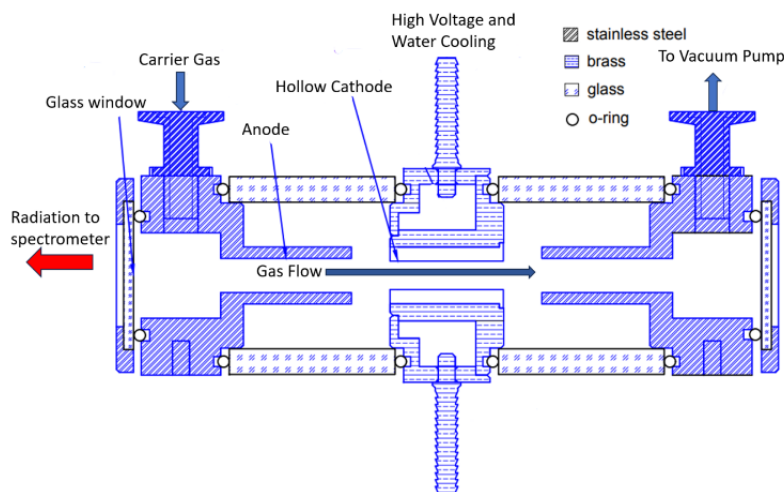


Figura 11: Diagrama de la lámpara de cátodo hueco [14]

Continuemos con el camino de la luz. A la salida de la lámpara, un obturador F1 se abre y cierra, dejando pasar o no la luz, para tomar medidas de la señal de fondo. El espejo M1, situado detrás de la lámpara, se utiliza para analizar y corregir el efecto de la autoabsorción, fenómeno por el cual el plasma absorbe parte de la radiación emitida, alterando la intensidad de las líneas. Los motores que controlan los movimientos de M1, F1 y la red de difracción del monocromador están conectados a un convertidor Agilent A/D, que a su vez está conectado a un ordenador. Los diafragmas P1 y P2 limitan la cantidad de luz que llega al monocromador, haciendo que solo llegue la luz de la parte central del plasma, que tiene una mayor concentración de iones. Estos diafragmas tienen diámetros entre 0.6 y 11 mm, se suele usar el de 3 mm. Los espejos M2 y M3 focalizan la luz en la rendija de entrada del monocromador.

5.2. Monocromador

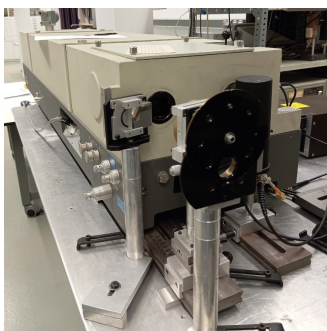


Figura 12: Monocromador Jobin-Yvon HR1500

El instrumento utilizado en este experimento para separar la radiación en sus distintas longitudes de onda es un monocromador Jobin-Yvon HR1500. Cuenta con una red de difracción holográfica de 11 x 11 cm con 2400 líneas/mm, que trabaja en el rango de los 200 a 800 nm, y con eficiencia máxima a los 400 nm. Para determinar el poder de resolución del monocromador, usamos la ecuación 9. Considerando que la red de difracción está completamente iluminada, alcanzamos la resolución máxima posible, que es $R = 264000$.

En la figura 13 se muestra un diagrama del monocromador. La luz entra por una rendija de entrada, cuya anchura y altura se pueden ajustar de forma manual. Es curva, para reducir la aberración cromática.

La rendija se encuentra en el foco del espejo cóncavo M1. Desde allí, M1 colima la luz y la dirige hacia la red de difracción RD, que la separa en sus distintas componentes. La luz difractada es reflejada por el espejo cóncavo M2, que la focaliza en el detector. Tanto M1 como M2 tienen una distancia focal de 1.5 metros.

La longitud de onda que incide en el centro del espejo M2, llamada longitud de onda de sintonía del monocromador, se puede seleccionar manualmente o mediante el control desde un ordenador. Esta longitud de onda será la que se enfoque en el centro del detector.

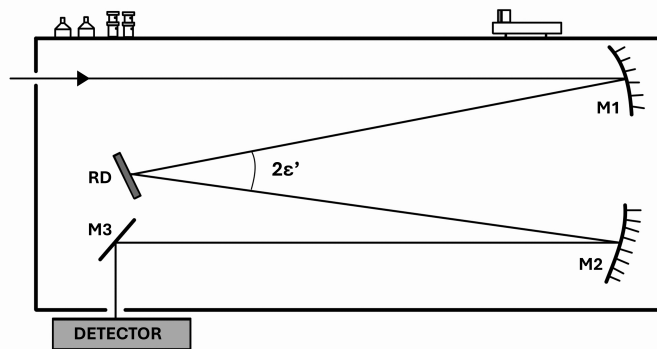


Figura 13: Esquema del monocromador

5.3. Cámara CMOS

Este año se adquirió una nueva cámara, la PCO.edge 4.2 bi UV USB sCMOS [31]. Tiene una pantalla de 2048 x 2048 píxeles activos, cada uno de ellos de 6.5 x 6.5 μm . En una cámara CMOS, los fotones arrancan electrones por efecto fotoeléctrico y la corriente de cada píxel es recogida de manera independiente, consiguiendo una imagen de gran calidad y evitando posibles problemas de *blooming*².

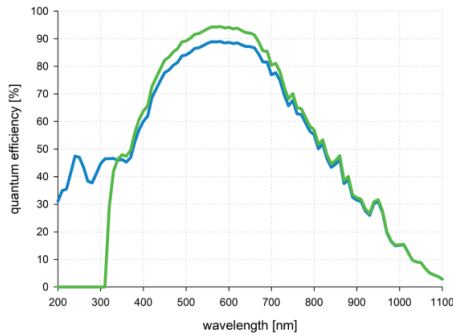


Figura 14: La curva azul representa la eficiencia cuántica de la cámara PCO. edge bi UV, y la verde la de la PCO. edge bi, otro modelo de cámara distinto [31]

La cámara cubre un rango espectral de 190 nm hasta 1100 nm, consiguiendo un máximo de sensibilidad en 600 nm. La sensibilidad de la cámara frente a las distintas longitudes de onda se conoce como eficiencia cuántica, y será importante a la hora de realizar el calibrado de la cámara.

La cámara adquirida cuenta con ‘sensor retroiluminado’, o BSI, *backside illuminated*. A diferencia de los sensores tradicionales con iluminación frontal (FSI), que tienen una parte de electrónica en la parte superior del sensor, en los BSI la luz incide directamente en la capa fotosensible, ya que los circuitos se encuentran en la parte posterior del sensor. Tienen una mayor sensibilidad a la luz, lo que se traduce en mejor rendimiento en condiciones de baja luminosidad y una relación señal-ruido más alta.

Para obtener imágenes nítidas, el sensor de la cámara debe estar alineado con el plano de salida del monocromador. Además, el ángulo que forma la cámara con el eje

óptico del sistema debe ser el más pequeño posible; si las líneas aparecen con inclinación y no rectas, puede haber problemas al calcular la intensidad.

Una vez alineada la cámara, su posición se fija y no debe moverse. De lo contrario, sería necesario repetir la calibración de la sección 6.1. Cada imagen capturada por la cámara, que tiene 2048 píxeles de largo, abarca unos 3 nm del espectro.

²El *blooming* es un efecto que ocurre cuando un píxel se satura, y el exceso de carga se ‘derrama’ a los píxeles circundantes. Es un problema en especial con las cámaras CCD, como la que había antes en el laboratorio. En ese tipo de cámaras los electrones producidos por cada píxel se recogen en columnas, y si uno de ellos está saturado, puede afectar a toda la columna.

6. Medidas experimentales y tratamiento de datos

La primera parte de las medidas se centra en la caracterización del espectrómetro, que comprende la calibración en curvatura, calibración en dispersión y función respuesta del sistema. En la segunda parte se presentan las curvas voltaje-intensidad características de la lámpara, tomadas con el cátodo de neodimio.

6.1. Caracterización del espectrómetro

El espectrómetro está formado por el monocromador y la cámara. Es necesario caracterizarlo tanto para conocer más sobre el comportamiento de los instrumentos como para corregir las medidas. El proceso seguido es el mismo que realizó Ramón Peláez en su tesis [32].

A continuación se presentan dos imágenes tomadas de la cámara. La primera muestra las conocidas líneas del doblete del sodio, que se utilizarán en la primera parte de la calibración. En la segunda, mucho más tenue, se ve una línea de Ar I.

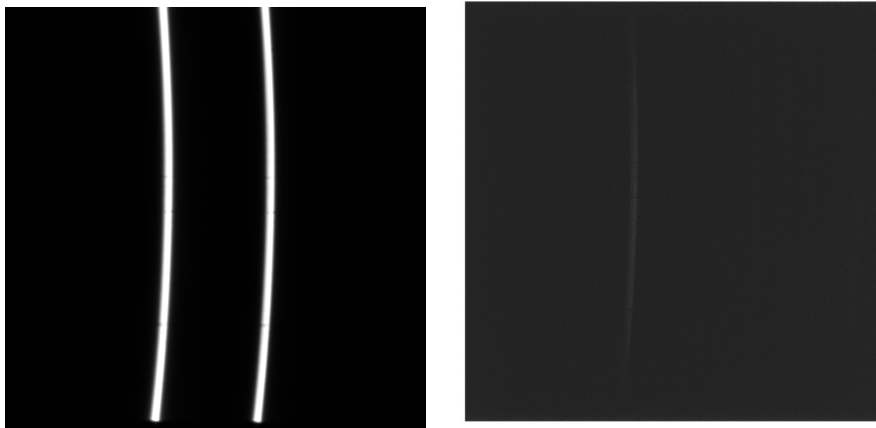


Figura 15: (a) Doblete del sodio a 589 nm y 589.6 nm y (b) Línea de Ar I a 611.3 nm

Aunque no se mencione a partir de ahora, siempre se toma una imagen del fondo luminoso, que es la señal que registra la cámara en ausencia de luz, para corregir la intensidad de los espectros medidos.

6.1.1. Calibración en curvatura

Un espectro unidimensional se obtiene típicamente sumando la intensidad de los píxeles de una misma columna. Pero podemos ver que en la imagen anterior las líneas no son rectas, tienen una ligera curvatura debido a que son imagen de la rendija de entrada, que es curva para reducir la aberración cromática.

Como se observó en [32], la forma de las líneas se puede ajustar por un círculo cuyo centro está fuera de la imagen, situado a la izquierda. El primer paso es **buscar los centros de las circunferencias**. Para la toma de medidas se utilizó el ya mencionado doblete del sodio. Se movieron las líneas del doblete a lo largo del detector de 0.15 en 0.15 nm. Se analizaron las imágenes obtenidas, estudiando las dos líneas por separado. Se buscaron los píxeles de mayor intensidad en cada fila, y se ajustaron los máximos obtenidos para cada línea a una circunferencia.

Se encontró que, como cabría esperar, todos los círculos tenían el mismo radio, de 11084 píxeles. Además, los centros siguen una recta, de pendiente negativa de 0.007505 radianes (0.430005 grados), lo que quiere decir que el alineamiento entre la cámara y el sistema es muy bueno ya que ese ángulo es muy próximo a cero.

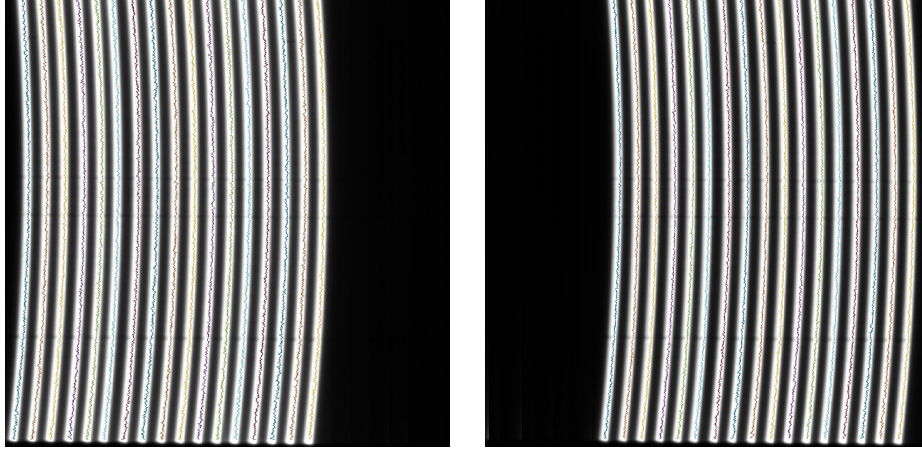


Figura 16: Líneas de sodio en (a) 589 y (b) 589.6 nanómetros para distintas posiciones en la pantalla. En color aparece el ajuste a una circunferencia.

El siguiente paso es **asociar a cada píxel un canal**. Vamos a definir un canal como la colección de píxeles en la imagen que pertenecen a un mismo arco de circunferencia. Seguirán la siguiente ecuación:

$$(x - x_o)^2 + (y - y_o)^2 = r^2 \quad (10)$$

siendo (x_o, y_o) las coordenadas del centro de la circunferencia correspondiente. Los centros siguen la ecuación de una recta:

$$y_o = ax_o + b \quad (11)$$

con $a = \tan(-0,007505)$. El valor de b se obtuvo al hallar los centros de curvatura. Combinando estas dos ecuaciones:

$$(x - x_o)^2 + (y - ax_o - b)^2 - r^2 = 0 \rightarrow x_o = \frac{-B \pm D}{2A} \quad \begin{cases} A = 1 + a^2 \\ B = 2(ba - ya - x) \\ C = x^2 + y^2 + b^2 - 2by - r^2 \\ D = \sqrt{B^2 - 4AC} \end{cases} \quad (12)$$

Llegamos a una ecuación cuadrática en x_o , de la que se tomará siempre la solución negativa porque $x_o < 0$ siempre, para cualquier circunferencia. Despejando de la ecuación de la circunferencia:

$$x = x_o + \sqrt{r^2 - (y - y_o)^2} \quad (13)$$

En este caso, la incógnita es x . Cada valor de x_o define un canal x de forma unívoca.

Las variables de las ecuaciones anteriores toman valores en los reales, y los píxeles son discretos. Una vez se tienen todos los píxeles que corresponden a un canal concreto, se ponderará la intensidad de cada píxel. Por ejemplo, si un centro x_o correspondiera al canal $x = 1,9$, la intensidad en el píxel 2 será un 90 % de la del canal, y en el píxel 1, un 10 %. La intensidad final asociada a cada canal se calcula sumando las intensidades ponderadas de todos sus píxeles.

Los resultados de la calibración en curvatura se muestran en la siguiente imagen. Las líneas tienen mayor intensidad, la anchura a altura mitad disminuye, y mejora la relación señal-ruido.

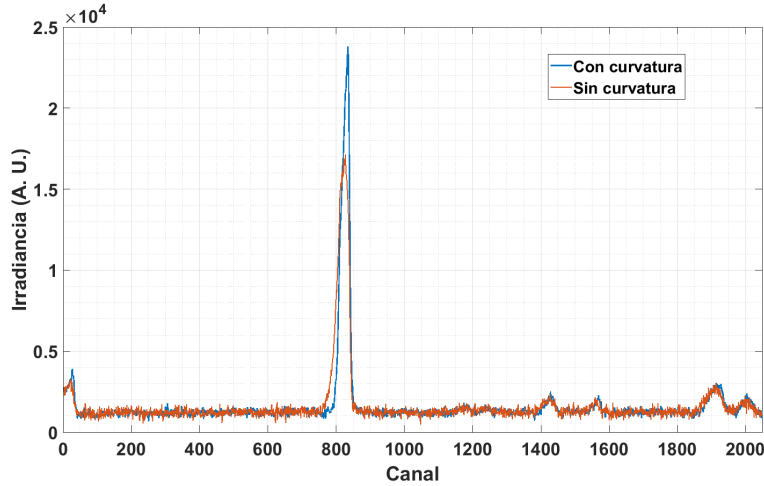


Figura 17: Línea de Ar I a 611.3 nm. La línea azul es el espectro obtenido sumando en curvatura, la roja, sumando los píxeles por columnas [33]

6.1.2. Calibración en dispersión

En esta parte, de manera simplificada, lo que se quiere es establecer una relación entre las longitudes de onda y los píxeles de la cámara. El dispositivo experimental, como se describió en 5.2, mide las características espectrales de 200 nm a 800 nm. Debido al uso de un espectrómetro con red de difracción, la relación nm/canal puede variar dentro de este rango, y requiere realizar una calibración.

Se trabaja siempre en primer orden de difracción, para medir en segundo orden las líneas no tenían la suficiente intensidad.

La dispersión lineal inversa teórica del espectrómetro para cada longitud de onda y para cada orden de difracción viene dada por:

$$\frac{d\lambda}{dCanal}(m, \lambda) = \frac{t}{f'} \frac{\lambda}{2G} \frac{-GF + \sqrt{1 + F^2 - G^2}}{1 + F^2} \quad (14)$$

con F y G:

$$F = \frac{\text{sen}(2\epsilon')}{1 + \text{cos}(2\epsilon')} \quad G = \frac{m\lambda/2d}{1 + \text{cos}(2\epsilon')}$$

Esta ecuación se utiliza para monocromadores en la configuración Czerny-Turner, como el nuestro [34]. El resto de parámetros hacen referencia a características del monocromador y de la cámara y pueden ser obtenidos a partir de las especificaciones del fabricante.

Parámetro	Valor	Descripción
ϵ'	0.551 rad	Semiángulo de desviación constante (ver figura 13)
$2d$	$1/2400 \text{ mm}^{-1}$	Periodo espacial de la red
f'	1500 mm	Focal del espejo colector M2
t	$6.5 \mu\text{m}$	Anchura del píxel

Tabla 3: Parámetros del espectrómetro

De manera práctica, para medir la dispersión se mide la distancia en píxeles entre dos líneas espectrales cuya longitud de onda es conocida con precisión:

$$\frac{d\lambda}{dCanal} \left(m, \frac{\lambda_1 + \lambda_2}{2} \right) = \frac{\lambda_2 - \lambda_1}{\Delta Canal} \quad (15)$$

Para empezar, se hizo una búsqueda en el NIST de posibles líneas que valieran para la calibración. Como la lámpara tiene argón, se seleccionaron varios multipletes de Ar I y Ar II que estuvieran separados como mucho 3 nm, el rango que cubre el detector en una imagen. Para cubrir la zona del ultravioleta, se usó una lámpara de mercurio, y también se utilizó otra de sodio para tener más medidas en el rango de 450 – 650 nm.

Se midieron en el laboratorio los espectros de los multipletes. Con un programa en Matlab, utilizando los valores del NIST, se identificaron las distintas líneas en cada espectro.

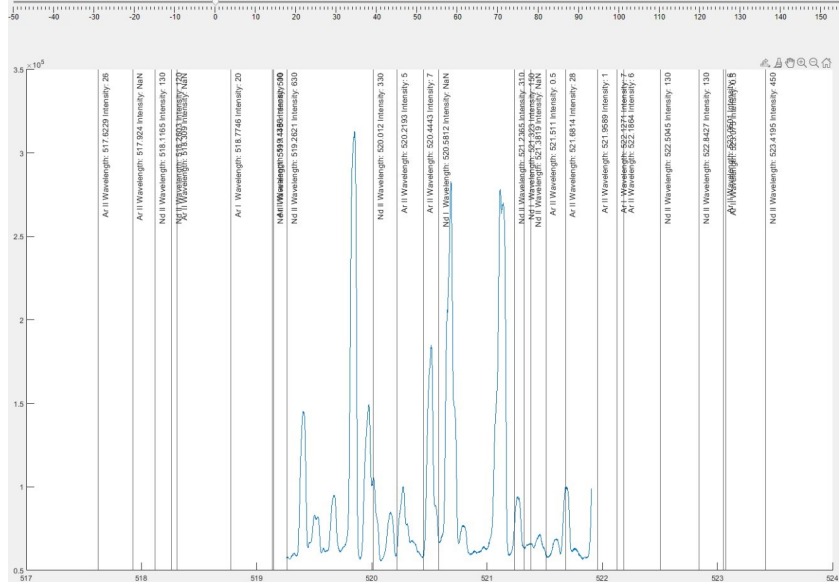


Figura 18: Captura del programa utilizado para la identificación

Para cada línea identificada del NIST, se anotó su longitud de onda (se sobreentiende que la central, pues tienen cierta anchura) y la posición del píxel en la imagen a la que correspondían. Tras analizar las medidas, solo se incluyeron en la calibración aquellas líneas que mostraban una intensidad superior a 10000 y estaban lo bastante separadas para garantizar que no hubiera solapamiento entre ellas, es decir, que estuvieran resueltas correctamente. En la Tabla 4 se recogen los datos experimentales con sus cálculos correspondientes. En cada multiplete, se calculó el promedio de las longitudes de onda (λ_{av}) dos a dos, el píxel medio (px_{av}) y se les asoció el valor de la dispersión ($disp$) siguiendo la ecuación 15.

Volviendo de nuevo a la ecuación de la dispersión 14, vemos que aparece un factor $\frac{t}{f'}$, que usando los valores de tamaño de píxel dados por el fabricante tiene un valor teórico de $4,38 \cdot 10^6$. Lo que se hizo fue hallar ese cociente para cada medida experimental, a partir de la ecuación de dispersión, y tomar un promedio, hallando que $\frac{t}{f'} = 4,33 \cdot 10^6$. La discrepancia respecto al valor teórico esperado se debe a dos factores:

- La incertidumbre asociada al tamaño del píxel $\Delta t \approx \pm 0,5 \mu m$ [31].
- El valor de f' , que vamos a entender como una ‘focal efectiva’. Idealmente debería coincidir con la focal del espejo colector M2. Sin embargo, como se puede apreciar en el diagrama del monocromador 13, también da cuenta de dónde está posicionada la cámara, más concretamente, de dónde está el sensor que capta la luz.

En la figura 19 se representan los valores experimentales y la curva (14) introduciendo el valor de t/f' obtenido experimentalmente a partir de las medidas de los dobletes. Esta curva se utilizará para la calibración en dispersión de los distintos espectros medidos.

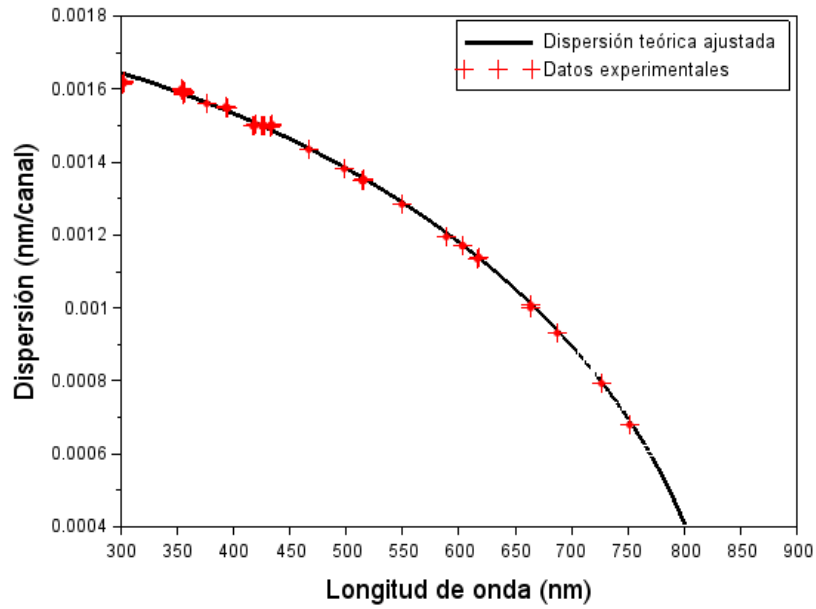


Figura 19: Resultados de la calibración en dispersión. La curva negra muestra los valores teóricos ajustados con el t/f' experimental y las cruces rojas, las medidas realizadas.

La dispersión lineal inversa disminuye según aumenta la longitud de onda, por lo que la resolución del dispositivo experimental se incrementa.

Ion	λ_{th}	px	λ_{av}	px_{av}	$disp \cdot 10^3$	Ion	λ_{th}	px	λ_{av}	px_{av}	$disp \cdot 10^3$
Hg I	302.15	1300	302.25	1361	1.6123	Ar II	433,12	946	433.24	1025	1.4948
Hg I	302.35	1422	302.55	1546	1.6206	Ar I	433,36	1104	434.11	1607.5	1.5023
Hg I	302.75	1670	302.45	1485	1.6178	Ar I	433,53	1222	433.82	1411.5	1.5004
Ar II	353.53	750	354.19	1162.5	1.5994	Ar II	433,71	1338	433.41	1142	1.4978
Ar II	354.85	1575	355.14	1756.5	1.5956	Ar I	434,52	1877	433.33	1084	1.4996
Ar I	355.43	1938	354.48	1344	1.5982				433.94	1490.5	1.5016
Ar I	355.43	42	355.56	123.5	1.5937				433.53	1221	1.4998
Ar II	355.69	205	355.82	287	1.5879				434.03	1549.5	1.5008
Ar II	355.95	369	356.03	417	1.5858	Na I	466.48	1031			
Ar II	356.10	465	356.30	590.5	1.5933	Na I	466.86	1292	466.67	1161.5	1.4352
Ar II	356.50	716	357.08	1080.5	1.5893	Na I	497.85	946			
Ar II	357.66	1445	356.55	743.5	1.5901	Na I	498.28	1255	498.07	1100.5	1.3825
			355.97	379	1.5910	Ar II	514.18	349	514.35	479.5	1.3507
			355.77	253.5	1.5897	Ar II	514.53	610	514.83	835	1.3518
			355.69	205.5	1.5908	Na I	514.88	807			
			356.68	825	1.5896	Na I	515.34	1144	515.11	975.5	1.3543
			356.10	460.5	1.5902	Ar I	515.14	1060	515.68	1463.5	1.3499
			355.90	335	1.5871	Ar I	516.23	1867	515.20	1108	1.3506
			356.81	907	1.5899				514.66	704.5	1.3514
			356.23	542.5	1.5913				515.38	1238.5	1.3506
			356.88	955	1.5903	Ar I	549.59	999			
Ar II	376.35	1068				Ar I	550.61	1795	550.10	1397	1.2863
Ar II	377.05	1517	376.70	1292.5	1.5624	Na I	589.00	684			
Ar II	393.25	200	393.84	578	1.5509	Na I	589.59	1184	589.29	934	1.1948
Ar II	394.43	956	394.52	1015	1.5472	Ar I	602.52	354	602.86	652	1.1706
Ar II	394.61	1074	394.75	1167	1.5495	Ar I	603.21	950	603.77	1424	1.1705
Ar I	394.90	1260	394.08	730	1.5503	Ar I	604.32	1898	603.42	1126	1.1705
			393.93	637	1.5504	Na I	615.42	736			
			394.66	1108	1.5486	Na I	616.07	1310	615.75	1023	1.1362
Ar I	416.42	51	417.30	641	1.5003	Ar I	617.02	727			
Ar I	418.19	1231	418.63	1525.5	1.4990	Ar II	617.23	912	617.12	819.5	1.1370
Ar I	419.07	1820	419.09	1830.5	1.5048	Ar I	617.31	984	617.16	855.5	1.1370
Ar I	419.10	1841	417.76	946	1.4999	Ar II	663.82	733			
			417.74	935.5	1.4999	Ar II	663.97	882	664.17	1079.5	1.0018
			418.65	1536	1.4992	Ar II	664.37	1277	664.10	1005	1.0068
Ar I	425.12	508	425,53	780,5	1.5004	Ar I	687.13	668			
Ar I	425.94	1053	426.28	1284	1.4987	Ar I	687.96	1557	687.54	1112.5	0.9328
Ar I	426.63	1515	426.93	1719	1.5007	Ar I	727.07	446			
Ar II	426.65	1531	426.17	1207.5	1.4999	Ar I	727.29	733	727.18	589.5	0.7916
Ar I	427.22	1907	425.89	1019.5	1.4997	Ar I	750.39	209			
			425.87	1011.5	1.4996	Ar I	751.47	1790	750.93	999.5	0.6820
			426.58	1480	1.4996						
			426.29	1292	1.4988						
			426.92	1711	1.5008						

Tabla 4: Medidas para la calibración en dispersión. Las longitudes de onda λ_{th} obtenidas del NIST [7] y λ_{av} se miden en nm, y la dispersión $disp$ en nm/píxel. No se incluyeron en el encabezado por falta de espacio.

6.1.3. Calibración en transmitancia

En este último paso de la calibración se busca la **función respuesta** del sistema, que es la respuesta relativa que tiene el equipo experimental dependiendo de la longitud de onda de la radiación incidente. Está influenciada sobre todo por el detector y el monocromador. La sensibilidad espectral del detector viene dada en gran medida por el material del que está fabricado el fotocátodo, y la eficiencia de la red de difracción del monocromador depende de la longitud de onda. Por ello, es necesario caracterizar la función respuesta del sistema completo para poder interpretar correctamente las medidas.

Se utilizaron dos lámparas calibradas: una de deuterio entre 200 nm y 380 nm, y una lámpara de luz blanca calibrada en el NIST entre 370 nm y 800 nm.

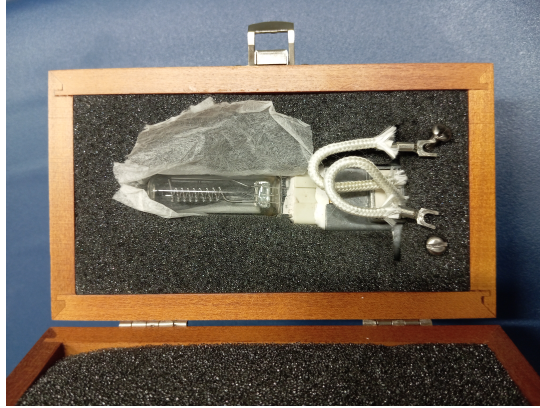


Figura 20: Lámpara de luz blanca calibrada en el NIST, modelo 63350, número de serie 7-1735

En la siguiente imagen se muestra la emisión de estas dos lámparas suministrada en sus certificados de calibración, a las cuales nos referiremos como $I_{deut}(\lambda)$, $I_{NIST}(\lambda)$.

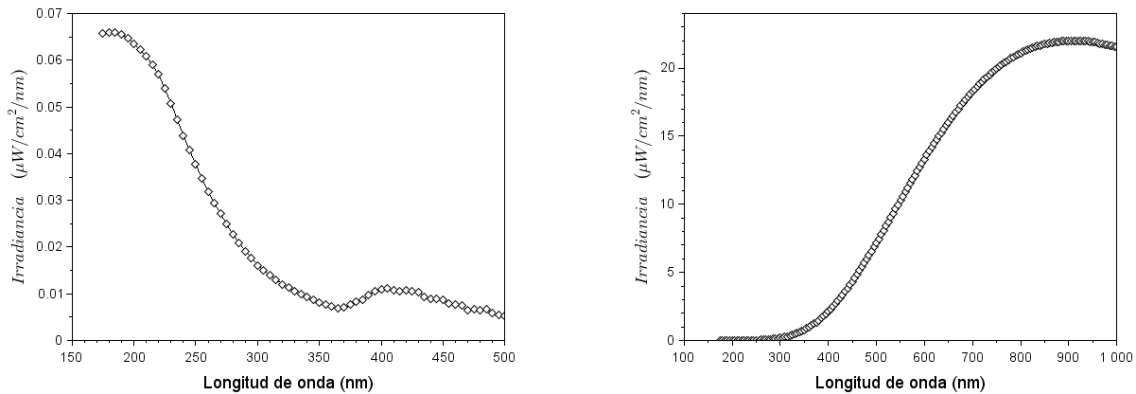


Figura 21: Irradiancia emitida de las lámparas patrón (a) deuterio y (b) NIST

Una vez que la lámpara está correctamente alineada, se capturan los espectros sintonizando el monocromador en incrementos de 5 nm para la lámpara de deuterio, y de 10 nm para la del NIST. A las intensidades detectadas se las denomina $I_{deut}^d(\lambda)$, $I_{NIST}^d(\lambda)$.

La función de transmitancia vendrá descrita por:

$$T(\lambda) = \begin{cases} T_{deut}(\lambda) = C_{deut} \frac{I_{deut}^d(\lambda)}{I_{deut}(\lambda)} & 200 < \lambda < 370 \text{ nm} \\ T_{NIST}(\lambda) = C_{NIST} \frac{I_{NIST}^d(\lambda)}{I_{NIST}(\lambda)} & 370 < \lambda < 800 \text{ nm} \end{cases} \quad (16)$$

donde C_{deut} y C_{NIST} son constantes que sirven para igualar los valores de la transmitancia en el punto de solapamiento, $\lambda = 370$ nm.

Para el procesamiento de los datos, se sigue una vez más el procedimiento de la tesis [32] y el programa desarrollado por Santiago Mar Sardaña [35], persona que contribuyó enormemente al desarrollo del laboratorio.

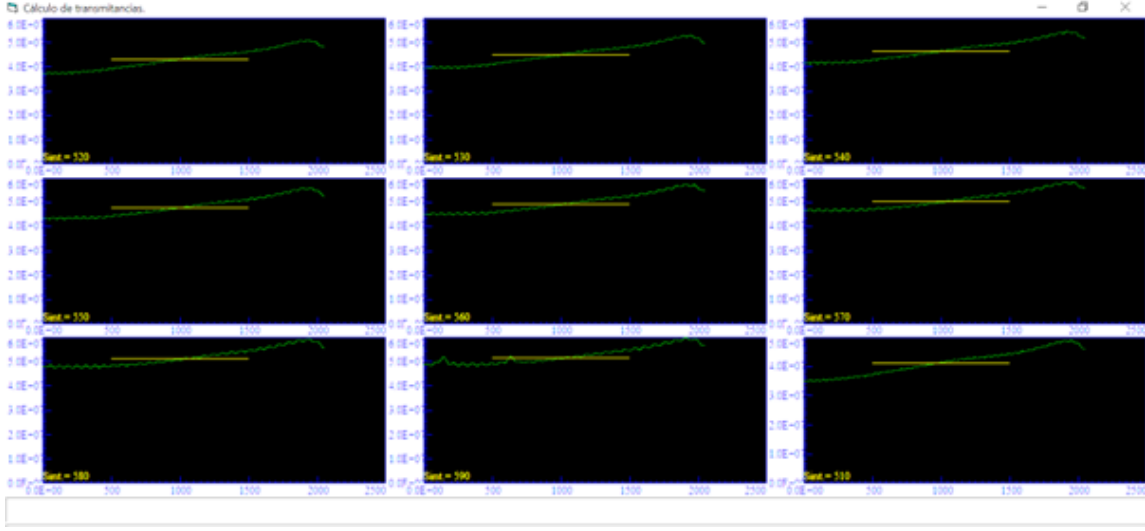


Figura 22: Captura del programa para el cálculo de la función transmitancia con la lámpara del NIST en el rango 520-600 nm.

El programa calcula la función de transmitancia con cada lámpara por separado, a partir de $I_{deut}(\lambda)$, $I_{NIST}(\lambda)$, $I_{deut}^d(\lambda)$, $I_{NIST}^d(\lambda)$. Para cada espectro, se determina la media de las intensidades entre los píxeles 500 y 1500 (recordemos que el sensor de la cámara es de 2048 x 2048 píxeles) y se la asigna a la longitud de onda central. A partir de 360 nm, la lámpara de deuterio muestra líneas espectrales que pueden afectar la precisión de la transmitancia calculada, motivo por el que se utiliza entonces la lámpara del NIST.

La función de transmitancia del sistema $T(\lambda)$, después de realizar el empalme de las funciones en 370 nm se utilizará para corregir la intensidad de los espectros medidos en el laboratorio.

Debido a la forma que presenta la función de transmitancia entre los 350 y 400 nm ($T_{deut}(\lambda)$ decrece mientras que $T_{NIST}(\lambda)$ aumenta rápidamente porque la intensidad medida $I_{NIST}^d(\lambda)$ es muy débil), el empalme se realiza solo en $\lambda = 370$ nm.

El cómo calcular la transmitancia en ese rango entre el visible y el ultravioleta es a menudo objeto de discusión. Las calibraciones tradicionales utilizan lámparas de tungsteno en el espectro visible, pero su intensidad disminuye notablemente en el ultravioleta cercano. Por otro lado, se suelen usar lámparas de deuterio en el ultravioleta, pero hay poca superposición en la región de transición, lo que dificulta la calibración continua entre estos dos rangos. En [36] se proponen alternativas a este enfoque, como el uso de lámparas de mercurio o de líneas de argón. El espectro del argón está muy bien estudiado [7][37][38], y se podrían utilizar las intensidades de las líneas para calibrar el sistema. Se usarían cocientes de áreas

de líneas, ya que no se trabaja en unidades absolutas. Este método se usará en el laboratorio para comprobar los resultados obtenidos en esta parte de la calibración.

Fenómeno de interferencia

A partir de 650 nanómetros se observaron fenómenos de interferencias que se desplazaban al sintonizar distintas longitudes de onda en el monocromador. Su análisis ha mostrado que son compatibles con las interferencias producidas por una capa delgada de caras no paralelas e índice de refracción cercano a 1.3 situada delante del sensor de la cámara CMOS. Tras consultar con el fabricante, este ha corroborado la presencia de una lámina protectora colocada delante del detector, pero no ha proporcionado los valores de espesor e índice de refracción.

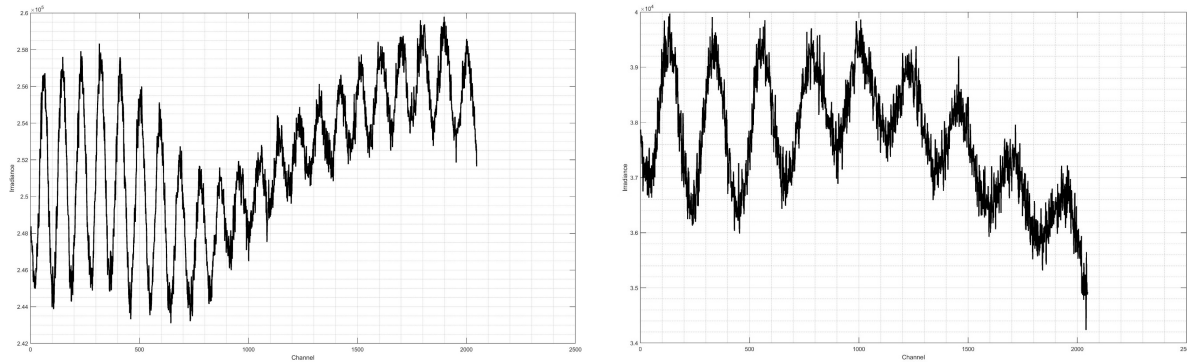


Figura 23: Imágenes de las interferencias a 650 y 800 nanómetros

Se observa como la interferfranja aumenta al incrementar la longitud de onda, y las oscilaciones en intensidad son inferiores al 4%, por lo que no se considera que vayan a afectar a las medidas de forma significativa.

6.2. Curvas VI de la lámpara

Se midieron curvas voltaje-intensidad para tres presiones distintas, que se presentan en la gráfica 24.

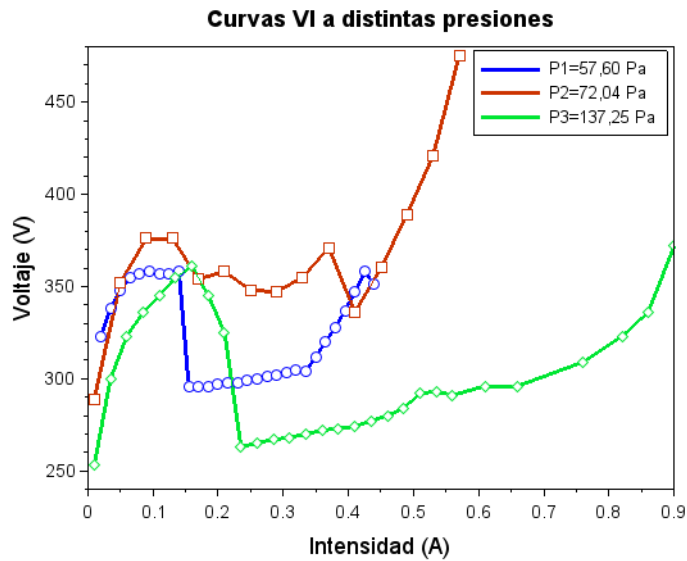


Figura 24: Medidas VI para tres presiones distintas

Se trabajó solo en la zona de descarga y en la zona de descarga oscura por seguridad. Además, a partir del último valor de cada curva, la lámpara se volvía inestable y no era posible tomar más medidas. Se comprueba que siguen la forma esperada, y que según aumenta la presión, la curva parece estirarse, abarcando un mayor rango de intensidades, como se vio también en [25]. La presión permaneció más o menos constante a lo largo del experimento, difiriendo del valor medio de presión 7 Pa como mucho.

No es suficiente con trabajar en la zona de descarga anormal para conseguir *sputtering* de neodimio. De acuerdo con [6], se ha comprobado experimentalmente que a presiones de aproximadamente 50 – 70 Pa y corrientes cercanas a 0,4 A, los espectros muestran líneas de neodimio, confirmado por la emisión de luz azul de la lámpara.

7. Sigüientes pasos

A finales de mayo, la actividad en el laboratorio se detuvo. Durante dos semanas, la lámpara permaneció apagada y el sistema de vacío no se utilizó, lo que llevó a un incremento de la presión hasta alcanzar aproximadamente 1100 Pa. A la vuelta, se encontró que había aparecido un polvo blanco, rodeando al cátodo, y en la zona de los vidrios laterales.

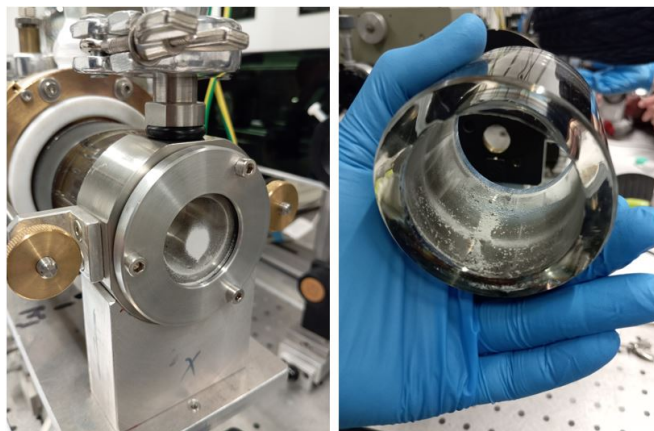


Figura 25: Polvo blanco encontrado en la lámpara

A parte del polvo blanco, también hay uno negro, que se ha ido acumulando en la lámpara cuando está encendida. Por lo que se cree, provienen de dos procesos distintos. Se llevaron ambas muestras a analizar al Laboratorio de Técnicas Instrumentales de la Universidad de Valladolid.

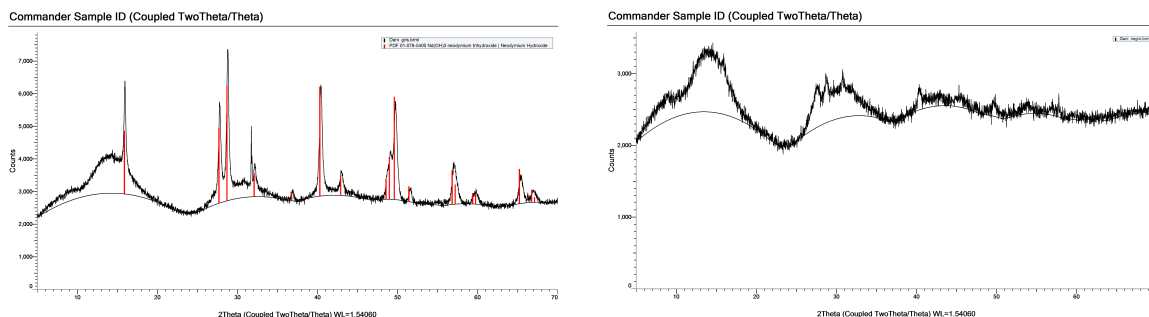


Figura 26: Resultados del análisis de rayos x al (a) polvo blanco y (b) polvo negro

Para el polvo blanco un análisis de rayos X encontró que contenía hidróxido de neodimio, $\text{Nd}(\text{OH})_3$. En la lámpara hay un medidor de presión, que mientras se usaba de forma regular, marcaba por las mañanas antes de empezar a hacer vacío entre 200 y 300 Pa. A la vuelta de esas dos semanas, el medidor indicaba unos 1000 Pa. Es posible que entrara oxígeno en la lámpara y reaccionara con el neodimio, que se oxida muy rápido, produciendo ese polvo blanco. No deja de ser curioso aun así la cantidad que se había producido.

En cuanto al polvo negro, su composición no pudo ser identificada mediante rayos X. Sin embargo, al emplear fluorescencia de rayos X se detectaron diferentes elementos: un 33% de neodimio, 1.4% de cobre, 0.9% de zinc, 0.2% de hierro, 0.1% de azufre, 0.08% de silicio y 0.08% de manganeso. Los ánodos están hechos de acero inoxidable, compuesto principalmente por hierro, con un 18% de níquel y un 16% de cromo, además de trazas de otros metales, y la parte que rodea al cátodo está hecha de latón, una aleación metálica de cobre y zinc. Es posible que debido a los altos voltajes utilizados, parte del material de los ánodos y de la zona cercana al cátodo se haya desprendido y forme parte de este polvo negro.

Por el momento, hay que limpiar bien la lámpara y volverla a cerrar para poder tomar medidas. Se está revisando la bomba de vacío, y en caso de que se vuelva a dejar sin usar durante un periodo largo de tiempo, la lámpara se rellenará con argón hasta alcanzar presión atmosférica. El oxígeno puede difundir igualmente, pero lo hará en mucha menor cantidad.

Como el laboratorio ya está puesto a punto, y el equipo calibrado, resta empezar con la toma de medidas del neodimio. La reciente instalación de un Fabry-Pérot en el laboratorio permitirá resolver con mayor claridad algunas líneas del neodimio.

8. Conclusiones

Los avances en astronomía y la falta de datos atómicos experimentales justifican y motivan el estudio de tierras raras como el neodimio. Durante este trabajo se ha llevado a cabo la puesta en marcha del Laboratorio de Espectroscopia Atómica para el estudio del neodimio dos veces ionizado.

La calibración del espectrómetro, formado por el monocromador y la cámara, es esencial para obtener espectros. La luz capturada por la cámara, que corresponde a la imagen de la rendija de entrada del monocromador, muestra una cierta curvatura que fue corregida ajustando las líneas espectrales a una circunferencia, lo que permitió medir la intensidad con precisión y mejorar la relación señal-ruido.

Asimismo, se estableció una calibración en dispersión que relaciona las longitudes de onda con los píxeles de la cámara utilizando la dispersión lineal inversa del espectrómetro. Los datos experimentales obtenidos con diversas fuentes de luz se ajustan muy bien a la expresión teórica.

La función respuesta del sistema proporciona la sensibilidad del dispositivo experimental en función de la longitud de onda. Debido a la dificultad que presenta la calibración en la zona intermedia entre el ultravioleta y el visible, es necesario tomar medidas adicionales.

Por último, se tomaron varias curvas voltaje-intensidad para encontrar el rango de presiones favorables para las medidas. La forma de las curvas concuerda con la teoría, y una presión entre 50 y 70 Pa es la adecuada para conseguir *sputtering* de neodimio en la lámpara, como se vio en [6].

De cara a futuras medidas, el laboratorio se enfocará finalmente en la toma de medidas del neodimio con el método de *branching ratio*. La reciente defensa de la tesis de Milan Ding en el Imperial College sobre el espectro del Nd III [39] será de gran ayuda para la identificación de líneas.

Referencias

- [1] Anil K Pradhan y Sultana N Nahar. *Atomic astrophysics and spectroscopy*. Cambridge University Press, 2011.
- [2] A. Jerkstrand S. J. Smartt T.-W. Chen. «A kilonova as the electromagnetic counterpart to a gravitational-wave source». En: *Nature* 551.7678 (2017), págs. 75-79.
- [3] Daniel Kasen et al. «Origin of the heavy elements in binary neutron-star mergers from a gravitational-wave event». En: *Nature* 551.7678 (2017), págs. 80-84.
- [4] Elena Pian et al. «Spectroscopic identification of r-process nucleosynthesis in a double neutron-star merger». En: *Nature* 551.7678 (2017), págs. 67-70.
- [5] D. Watson, C. J. Hansen, J. Selsing et al. «Identification of strontium in the merger of two neutron stars». En: *Nature* 574 (2019), págs. 497-500.
- [6] M. Ding et al. «Spectrum and energy levels of the low-lying configurations of Nd III». En: *Astronomy & Astrophysics* 684 (abr. de 2024). Published online 17 April 2024, A149. DOI: [10.1051/0004-6361/202348794](https://doi.org/10.1051/0004-6361/202348794).
- [7] A. Kramida et al. *NIST Atomic Spectra Database (version 5.10)*. 2022. URL: <https://www.nist.gov/pml/atomic-spectra-database>.
- [8] R. L. Kurucz. *Kurucz Atomic Spectral Line Database*. URL: <http://kurucz.harvard.edu/>.
- [9] *Vienna Atomic Line Database (VALD)*. Operated at Uppsala University, the Institute of Astronomy RAS in Moscow, and the University of Vienna. URL: <http://vald.astro.uu.se/>.
- [10] Roberto Raddi et al. «Partly burnt runaway stellar remnants from peculiar thermonuclear supernovae». En: *Monthly Notices of the Royal Astronomical Society* 489.2 (2019), págs. 1489-1508.
- [11] T. Ryabchikova Yu. Pakhomov N. Piskunov. *VALD3: current developments*. 2017. arXiv: [1710.10854](https://arxiv.org/abs/1710.10854) [astro-ph.IM].
- [12] Maria Teresa Belmonte, Pratysuh R. Sen Sarma y Santiago Mar. «Accurate new atomic data for Galactic Surveys». En: *Proceedings of the International Astronomical Union* 18 (Symposium S371: Honoring Charlotte Moore Sitterly: Astronomical Spectroscopy in the 21st Century 2024). Published online: 19 March 2024, págs. 111-122. DOI: [10.1017/S1743921323000273](https://doi.org/10.1017/S1743921323000273).
- [13] C. William F. Meggers, Charles H. Corliss y Bourdon F. Scribner. *Tables of Spectral-Line Intensities: Part I - Arranged by Elements*. Second Edition. Richard W. Roberts, Director. Washington, D.C.: U.S. Department of Commerce, National Bureau of Standards, mayo de 1975.
- [14] P. R. Sen Sarma, M. T. Belmonte y S. Mar. «Characterisation of a hollow-cathode lamp to measure accurate branching fractions of rare-earth elements». En: *Eur. Phys. J. D* 78 (2024), pág. 76. DOI: [10.1140/epjd/s10053-024-00868-w](https://doi.org/10.1140/epjd/s10053-024-00868-w).
- [15] B. H. Brandsen y C. J. Joachain. *Spectrophysics: principles and applications*. Longman Scientific and Technical, 1983.
- [16] Anne Thorne, Ulf Litzén y Sveneric Johansson. *Spectrophysics: principles and applications*. Springer Science & Business Media, 1999.
- [17] M. A. Gigosos, S. Mar e I. Pérez C. de la Rosa. «Experimental Stark widths and shifts and transition probabilities of several Xe II lines». En: *Phys. Rev. E* 49 (2 feb. de 1994), págs. 1575-1585. DOI: [10.1103/PhysRevE.49.1575](https://doi.org/10.1103/PhysRevE.49.1575).
- [18] Jian He y Qingguo Zhang. «An exact calculation of the Voigt spectral line profile in spectroscopy». En: *Journal of Optics A: Pure and Applied Optics* 9.7 (2007), págs. 565-568. DOI: [10.1088/1464-4258/9/7/003](https://doi.org/10.1088/1464-4258/9/7/003). URL: <https://doi.org/10.1088/1464-4258/9/7/003>.
- [19] G. D. Roston y F. S. Obaid. «Exact analytical formula for Voigt spectral line profile». En: *Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer* 94.3 (2005), págs. 255-263. DOI: [10.1016/j.jqsrt.2004.09.033](https://doi.org/10.1016/j.jqsrt.2004.09.033).
- [20] Justiniano Casas. *Optica*. 2nd reimp. Zaragoza: Libreria Pons, 2008.

- [21] M. Barrios y H. Briongos. *Óptica*. Apuntes no publicados. 2021.
- [22] Magaldi et al. «Desenvolvimento de um sistema de controle e aquisição de dados para estudo de ruptura dielétrica em reatores de plasma DC de baixa pressão com eletrodos paralelos». En: *Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo* (2021). Received: 9 Dec 2021, Approved: 12 Dec 2021. ISSN: 1983-4047.
- [23] PH Vidaud y A von Engel. «Enhancement of ionization in nitrogen by excited nitrogen molecules and their de-activation». En: *Proceedings of the Royal Society of London. A. Mathematical and Physical Sciences* 313.1515 (1969), págs. 531-550.
- [24] EA Den Hartog et al. «Improved laboratory transition probabilities for Nd II and application to the neodymium abundances of the sun and three metal-poor stars». En: *The Astrophysical Journal Supplement Series* 148.2 (2003), pág. 543.
- [25] E. Sozer. *Gaseous discharges and their applications as high power plasma switches for compact pulsed power systems*. 2014.
- [26] Christian Philip Clear. «The spectrum and term analysis of singly ionised nickel». Tesis doct. Imperial College London, 2018.
- [27] K Danzmann y M Kock. «Oscillator strengths of Ti II from combined hook and emission measurements». En: *Journal of Physics B: Atomic and Molecular Physics* 13.10 (1980), pág. 2051. DOI: [10.1088/0022-3700/13/10/012](https://doi.org/10.1088/0022-3700/13/10/012).
- [28] K Danzmann y M Kock. «Population densities in a titanium hollow cathode». En: *Journal of Physics B: Atomic and Molecular Physics* 14.16 (1981), pág. 2989. DOI: [10.1088/0022-3700/14/16/026](https://doi.org/10.1088/0022-3700/14/16/026).
- [29] EA Den Hartog, AJ Fittante y JE Lawler. «Radiative lifetimes of neutral neodymium». En: *Journal of Physics B: Atomic, Molecular and Optical Physics* 44.22 (2011), pág. 225001.
- [30] Gillian Nave et al. «Comprehensive atomic wavelengths, energy levels, and hyperfine structure for singly ionized iron-group elements». En: *Canadian Journal of Physics* 95.9 (2017), págs. 811-816.
- [31] Excelitas Technologies. *pco.edge 4.2 bi USB sCMOS Datasheet*. <https://www.pco.de>. 2021.
- [32] Ramón J. Pelaez. «Estudio de las regularidades en el ensanchamiento Stark de los gases nobles una vez ionizados». Universidad de Valladolid, 2008.
- [33] Santiago Mar Pratyush Ranjan Sen Sarma Maria Teresa Belmonte y Sara Llorente. «Updated Spectroscopic Measurements of Transition Probabilities of Rare-Earth Elements». En: *Sage Publications Journal* (2023).
- [34] J. Aparicio y V. R. Gonzalez. *Determinación de la dispersión lineal del monocromador Jobin-Yvon HR1500*. Comunicación privada, Universidad de Valladolid. 1995.
- [35] S. Mar et al. «Research areas of the Plasma Spectroscopy Group at the University of Valladolid». En: *Óptica Pura y Aplicada* 44.3 (2011). Recibido: 30/10/2010. Aceptado: 15/12/2010, págs. 433-445. ISSN: 0030-3917. URL: <http://www.sedoptica.es/>.
- [36] J. E. Lawler y E. A. Den Hartog. «Improving branching fraction calibration methods: The optical to ultraviolet bridge». En: *Journal of Spectroscopy and Dynamics* 43 (2019). Article history: Received 25 June 2019; Revised 29 August 2019; Accepted 29 August 2019; Available online 30 August 2019, págs. 123-135. DOI: [10.1016/j.jspecdyn.2019.08.005](https://doi.org/10.1016/j.jspecdyn.2019.08.005).
- [37] Lin-Fan Zhu et al. «Generalized oscillator strengths for some higher valence-shell excitations of argon». En: *Physical Review A* 75 (mar. de 2007), pág. 032701. DOI: [10.1103/PhysRevA.75.032701](https://doi.org/10.1103/PhysRevA.75.032701).
- [38] W. L. Wiese et al. «Unified set of atomic transition probabilities for neutral argon». En: *Physical Review A* 39 (mar. de 1989), pág. 2461. DOI: [10.1103/PhysRevA.39.2461](https://doi.org/10.1103/PhysRevA.39.2461).
- [39] Milan Ding. «The spectrum and term analysis of Nd III and hyperfine structure of energy levels in Co II». Imperial College London, 2024.