

EN OPTICA, A.C.

"DESARROLLO DE UN PROTOTIPO PARA EVALUAR LA RESPUESTA TEMPORAL EN PARTICULAS LUMINISCENTES"



Tesis que para obtener el grado de Maestro en Optomecatrónica

Presenta: Luis Grajales Román

Director de Tesis: Dr. Haggeo Desirena Enrriquez

León · Guanajuato · México Diciembre de 2020

Agradecimientos

A mis padres, Jorge Grajales Solís y Catalina Román Liévano por su incondicional apoyo a lo largo de mi vida, por haberme forjado como la persona que he llegado a ser.

Al Dr. Haggeo Desirena Enrriquez por el conocimiento emitido hacia mi persona, por los consejos y el apoyo profesional y personal, por darme la oportunidad de formar parte del proyecto.

A Adriana Ramos por su cariño, por motivarme para salir adelante, por ayudarme en los momentos complicados.

A mis amigos, amigas, compañeros de generación y al grupo de trabajo por el tiempo compartido, por su amistad brindada Abraham, Daniel, Miguel, Susana, Jaiver, Jorge, Mariana, Fernanda, Abril, gracias por el apoyo.

A mis profesores M.I. Enrique Noe, M.O. Adrián Coronel, Dr. Moisés Cywiak, Dr. Geminiano Martínez, por todos los conocimientos y enseñanzas transmitidas.

A CONACyT por el apoyo económico recibido como beca de maestría.

Al Centro de Investigaciones en Óptica (CIO) por el apoyo recibido para el desarrollo del presente trabajo.

Ι

Resumen

Los materiales luminiscentes tienen un amplio uso debido a las diferentes características que poseen. Por consiguiente, estás características son usadas en algunas aplicaciones como por ejemplo: iluminación de exteriores e interiores, biomédica, seguridad y anti falsificación, entre otros. Dentro de las diversas características de estos materiales, se encuentra la evolución temporal la cual se puede emplear para aplicaciones de seguridad, a causa de la versatilidad que se tiene para variar esta característica y la complejidad que se puede llegar a tener para poder hacer una correcta medición, así como la serie de componentes que se utilizan.

En relación a la idea anterior, en el presente trabajo se plantea la realización de una metodología que permita medir la evolución temporal en partículas luminiscentes, donde se estudiarán todos los componentes necesarios para realizar una medición confiable. El desarrollo de la metodología tendrá como objetivo a futuro implementarse en un sistema de seguridad que permita evitar las falsificaciones de productos. Se analizan las diferentes etapas necesarias para poder realizar la medición, la fuente de excitación para el material, el circuito para generar la onda de modulación de la fuente de excitación, la etapa de medición y acondicionamiento de la señal de emisión del material y el procesamiento de la señal.

Se plantearon y desarrollaron diferentes propuestas para cada etapa. Se analiza en que dominio realizar las mediciones, así como sus ventajas y desventajas de cada uno, lo que conlleva a la selección del tipo de modulación de la fuente de excitación a emplear. En base al procesamiento de la señal planteada se hará la selección de la configuración del circuito de lectura, buscando la que se adecua mejor para realizar la medición del tiempo de vida.

Π

Índice general

1 Introducción	1
1.1 Objetivos	4
1.2 Justificación	5
2 Tiempo de vida de partículas luminiscentes	5
2.1 Mediciones en el dominio del tiempo	7
2.2 Mediciones en el dominio de la frecuencia	9
2.3 Comparativa dominio del tiempo y dominio de la frecuencia1	1
2.4 Instrumentación12	2
2.4.1 Fotodetector	2
2.4.2 Acoplamiento para fotodiodo1	3
2.4.3 Fuentes de luz14	4
3 Metodología	5
3.1 Material utilizado para las mediciones10	6
3.2 Fotodetector	7
3.3 Circuito de transimpedancia18	8
3.4 Circuito de amplificación2	3

3.5 Circuito de láser	26
3.6 Circuito generador de onda sinusoidal2	27
3.7 Procesamiento de la señal	36
4 Análisis de resultados obtenidos4	1 1
4.1 Montajes realizados para mediciones4	1 1
4.2 Comparativas de las diferentes configuraciones realizadas4	1 5
4.3 Consideraciones para circuito de transimpedancia	50
4.4 Consideraciones para circuito de láser5	51
4.5 Señal del circuito generador de onda sinusoidal5	54
4.6 Mediciones realizadas5	56
4.7 Propuestas de diseño6	55
5 Conclusiones	58
5.1 Trabajos a futuro	70
Bibliografía7	72

Índice de figuras

Figura 1. Variación del tiempo de vida en función de la concentración [5]3
Figura 2. Ejemplo ángulo de desfase generado por el tiempo de vida, utilizado para
cifrar códigos [6]4
Figura 3. Medición del tiempo de vida en el dominio del tiempo
Figura 4. Medición del tiempo de vida en el dominio de la frecuencia9
Figura 5. Diagrama eléctrico del modo fotovoltaico para operación del fotodiodo. 13
Figura 6. Diagrama de bloques para el proceso de medición de la evolución temporal.
Figura 7. Espectro de emisión de material utilizado17
Figura 8. Espectro de absorción del fotodiodo y emisión de material utilizado 18
Figura 9. Diseño implementado para LMH6629 [15]19
Figura 10. Diseño implementado para OPA320 [16]20
Figura 11. Diseño implementado para LTC6246 [18]21
Figura 12. Diseño implementado para LT6200 [19]22
Figura 13. Diagrama de referencia para etapa de amplificación [20]25
Figura 14. Diagrama etapas de amplificación26
Figura 15. Diagrama de circuito diseñado para control de láser
Figura 16. Configuración NE555 con salida sinusoidal
Figura 17. Señales obtenidas por el circuito NE555 con salida sinusoidal
Figura 18. Configuración con integrado LMC567

Figura 19. Configuración utilizando amplificadores operaciones para modular señal.
Figura 20. Configuración para convertir señal triangular en sinusoidal
Figura 21. Configuración para el integrado AD9833 [26]34
Figura 22. Diagrama de flujo diseñado para el procesamiento de la señal
Figura 23. Diagrama de flujo diseñado para el proceso 2 del procesamiento de la
señal
Figura 24. Esquema a partir del cual se diseñó el programa para la medición del
desfase
Figura 25. Esquema del arreglo para medir espectros de luminiscencia. Despliegue
de espectro obtenido (1), sistema de adquisición de datos (2), tubo fotomultiplicador
(3), fotodiodo (4), diagrama interno de monocromador (5), cámara de muestra (6)
y láser de excitación (7)42
Figura 26. Esquema para la medición del tiempo de vida utilizando como detector
un tubo fotomultiplicador. Osciloscopio (1), tubo fotomultiplicador (2),
monocromador (3), cámara de muestra (4), láser modulado (5) y generador de
funciones (6)
Figura 27. Esquema para mediciones de tiempo de vida utilizando placa diseñada y
monocromador. Osciloscopio (1), tubo fotomultiplicador (2), monocromador (3),
cámara de muestra (4), láser modulado (5), generador de funciones (6), circuito
diseñado (7) y fuente de alimentación (8)44

VI

Figura 28. Esquema de montaje para mediciones de tiempo de vida con circuito de
lectura y láser diseñado. Osciloscopio (1), circuito de lectura diseñado (2), muestra
(3), circuito de láser diseñado (4), fuente de alimentación (5) y generador de
funciones (6)
Figura 29. Fotografía de PCBs fabricados para las diferentes configuraciones
utilizadas
Figura 30. Comparativa de señales obtenidas por diferentes configuraciones
realizadas
Figura 31. Comparativa LMH6629 vs LT620048
Figura 32. Diagrama para filtro pasa bajas con circuito RC
Figura 33. Comparativas entre señal de lectura con filtro, sin filtro y promediada.49
Figura 34. Variación en el tiempo de vida con el cambio del voltaje configurado 50
Figura 35. Fotografías del circuito de láser y carcasa de diodo láser utilizados 51
Figura 36. Saturación en la señal de lectura debido a una incorrecta configuración
en la señal del láser 53
Figura 37. Comparativa señal obtenida por el circuito realizado contra generador de
funciones
Figura 38. Señales de referencia y lectura con configuraciones realizadas
Figura 39. Fotografía montaje contenedor de cuarzo
Figura 40. Fotografía de montaje completo realizado para mediciones 59
Figura 41. Comparativa del ajuste para cada una de las señales
Figura 42. Comparativa señales de PMT y placa en el dominio de la frecuencia62

Figura 43. Fotografía de montaje realizado para mediciones en impresión se	obre
papel	63
Figura 44. Primera propuesta de circuito completo	66
Figura 45. Segunda propuesta para configuración completa	67

Índice de tablas

Tabla 1. Características de amplificadores de transimpedancia utilizados. 23
Tabla 2. Valores configurados y medidos de láser utilizado. 53
Tabla 3. Tiempos de vida obtenidos en el dominio del tiempo para muestra en
contenedor de cuarzo
Tabla 4. Tiempos de vida obtenidos en el dominio de la frecuencia para muestra en
contenedor de cuarzo
Tabla 5. Tiempo obtenido por medio del microcontrolador para muestra en
contenedor de cuarzo
Tabla 6. Tiempos de vida obtenidos en el dominio del tiempo y frecuencia para la
impresión sobre papel64
Tabla 7. Tiempo de vida medido por el microcontrolador para impresión sobre papel.

Capítulo 1

Introducción

La falsificación y venta de bienes fraudulentos durante los últimos años se ha convertido en un problema grande debido a las consecuencias que esto genera tanto para las empresas como para los consumidores. Debido a que está en riesgo el valor de productos y documentos que pueden llegar a comprometer la seguridad e identidad de los mismos, por lo tanto esto provoca una pérdida financiera.

A lo largo de los años se han desarrollado diversos métodos y tecnologías para evitar la falsificación, por lo que hoy en día se encuentra una amplía cantidad de productos en el mercado, sin embargo algunos de estos métodos como el código de barras y la marca de agua ya no son tan efectivas debido a que son fácilmente duplicables. Por tal motivo se han desarrollado nuevos métodos, los cuáles dan mayor fiabilidad y son mayormente difícil de duplicar, uno de estos métodos es el uso de materiales con diversas características luminiscente, estos se han convertido en una técnica que cada vez se emplea más debido a que se considera un método avanzado anti falsificación.^{1, 2}

Los materiales luminiscentes poseen diversas características que pueden ser empleadas para desarrollar métodos o productos anti falsificación. Al conocer los espectros de excitación y emisión se pueden crear algunos métodos, como el uso de tintas activadas por nanopartículas, estás tintas se colocan en diferentes materiales como pueden ser el papel, una recina epoxi o incluso una placa de circuito. Las nanopartículas están dopadas con materiales que responden a la excitación de una cierta longitud de onda y emiten en una diferente. Para agregar un grado de complejidad mayor al método se utilizan materiales que se excitan y emiten en infrarrojo, por lo tanto debido a que el ojo de un humano no puede ver estas longitudes de onda, hace imperceptible la observación, se necesita un instrumento adicional para poder visualizar la emisión.^{1, 3}

Se puede crear una serie de materiales que tienen diferentes longitudes de onda tanto de excitación como de emisión. Se analizan estos materiales en orden consecutivo buscando generar un patrón de excitación y emisión, es decir, seguir un orden de excitación para cada material, con ello la respuesta en la emisión de igual manera debe seguir cierto orden. Entendiendo que al tener una emisión diferente en alguno de los materiales el patrón será erróneo.^{2, 4}

Otra característica de los materiales luminiscentes es el tiempo de vida o tiempo de decaimiento. Esta característica se puede usar como un código de seguridad, que aunado a otras características puede ser un candado más, que permitirá tener un sistema de seguridad complicado para su falsificación y confiable al usuario. Un ejemplo de esta característica aplicada, es el generar materiales los cuales aumentando la concentración del dopante, el tiempo de vida puede variar en un rango amplío, como se puede observar en la figura 1, este tiempo va desde los 51.9 µs hasta los 454.6 µs. Los colores mostrados en la figura 1 son representaciones para hacer notar los diferentes tiempos de vida que tiene cada material, sin

2

embargo, tienen la misma longitud de onda de emisión, debido a esto la forma en cómo se decodifica la información es por medio del tiempo de vida. ⁵



Figura 1. Variación del tiempo de vida en función de la concentración [5].

El tiempo de vida está relacionado a otra característica que se denomina ángulo de fase. Para realizar mediciones de esta característica se utilizan fuentes de excitación que están pulsadas de forma sinusoidal, la emisión de la muestra será de la misma forma a la misma frecuencia con un desfase entre ambas señales, dicho desfase es ángulo de fase. Esta característica puede ser utilizada como un método para codificar información, generando códigos que para ser decodificados no se realiza por medio de la longitud de onda de emisión sino del ángulo de fase.⁶



Figura 2. Ejemplo ángulo de desfase generado por el tiempo de vida, utilizado para cifrar códigos [6].

1.1 Objetivos

En relación a trabajos previos y actuales realizados en el laboratorio de Nanofotónica y materiales avanzados (NAFOMA) se busca utilizar las características de materiales fabricados en este laboratorio para aplicaciones de seguridad. **Objetivos:**

- Desarrollo de una metodología para medir la respuesta temporal en materiales luminiscentes.
- Diseñar un prototipo a partir de la metodología desarrollada.

1.2 Justificación

Buscando nuevos métodos para hacerle frente a la problemática de la falsificación de productos, se plantea utilizar materiales luminiscentes aprovechando las diferentes características que estos poseen, las cuales pueden ser enfocadas para aplicaciones de seguridad. La implementación de un dispositivo anti falsificación en función a estas cualidades lleva consigo un reto tecnológico, debido a que se requiere el desarrollo de toda la instrumentación que asegure una correcta medición, por ello se analizan las diferentes etapas necesarias en busca de una metodología que conlleve a la fabricación de un prototipo.

Capítulo 2

Tiempo de vida de partículas luminiscentes.

La luminiscencia es la emisión de luz proveniente de un material cuyo origen no radica exclusivamente en las altas temperaturas sino que puede ser causada por reacciones químicas, energía eléctrica, movimientos subatómicos, o el estrés en un cristal. Ocurre por la recombinación desde los estados electrónicos excitados.

El proceso de emisión de luz sucede en dos pasos: la energía que incide en el material provoca que los electrones se promuevan a niveles más energéticos, posteriormente cuando los electrones regresan a su estado base emiten fotones.⁷ Existen diferentes clasificaciones para este proceso, se definen dependiendo de la fuente que genera la excitación: Quimioluminiscencia, Bioluminiscencia, Cátodoluminiscencia, Fotoluminiscencia, entre otros.

La fotoluminiscencia se da cuando un material absorbe energía en forma de luz por el proceso de foto-excitación.⁷ A los materiales que presentan está propiedad poseen diversas características como son: el espectro de emisión y absorción, rendimiento cuántico, tiempo de vida, entre otros.

El tiempo de vida, también conocido como evolución temporal o tiempo de decaimiento se define como el tiempo promedio que una molécula está en un estado excitado antes de decaer a su estado base. Esto se define por:

6

$$\tau = \frac{1}{\Gamma + K_{nr}},\tag{1}$$

donde Γ es la tasa de decaimiento radiativo, K_{nr} la tasa de decaimiento no radiativo y τ es el tiempo de vida.

La medición de las características de luminiscencia se puede realizar en dos maneras, mediciones en estado estacionario y mediciones resueltas en el tiempo. Para el caso de estado estacionario se realiza bajo una iluminación de haz continuo, que excita a la muestra para posteriormente medir el espectro de emisión. En las mediciones resueltas en el tiempo, la muestra se expone a un haz pulsado, que comúnmente tiene un ancho de pulso más corto que el tiempo de decaimiento de la muestra. Para realizar las mediciones bajo este tipo de medición se debe tener un sistema de detección de mayor velocidad al que se utilizaría para el estado estacionario.

2.1 Mediciones en el dominio del tiempo

Las mediciones resueltas en el tiempo se pueden realizar en dos dominios, en el dominio del tiempo y en el dominio de la frecuencia. En el dominio del tiempo la muestra es excitada con un pulso de luz, este se hace lo más corto posible y preferentemente de menor duración que el tiempo de decaimiento τ . También se puede pulsar el haz con una onda cuadrada en la cual el tiempo en que la onda permanece en estado apagado debe ser varias veces mayor al tiempo de decaimiento. Para medir dicho tiempo se puede realizar de dos formas:

- Graficando la intensidad contra el tiempo, en el momento en que la intensidad disminuye a 1/e es la evolución temporal, el tiempo se toma posterior al pulso de excitación, para obtener el tiempo de una manera más precisa se utiliza ayuda computacional, mediante un software se realiza un ajuste exponencial decayente.
- 2. Graficando el logaritmo de la intensidad contra el tiempo, el tiempo de vida se calcula como el inverso negativo de la pendiente.



Figura 3. Medición del tiempo de vida en el dominio del tiempo.

2.2 Mediciones en el dominio de la frecuencia

La muestra es excitada por un haz de luz modulado por una onda sinusoidal, lo que obliga a la muestra a emitir con la misma frecuencia de modulación pero con una menor amplitud. El tiempo de vida provoca un retraso en la señal de emisión con respecto a la de excitación, este retraso se puede medir como un desfase (ϕ), que se utiliza para medir el tiempo de vida. La evolución temporal de la muestra causa una disminución en la amplitud de la señal (valor pico a pico), a este efecto se lo conoce como demodulación y de igual manera se puede utilizar para medir el tiempo de vida.



Figura 4. Medición del tiempo de vida en el dominio de la frecuencia.

El cálculo del tiempo de vida a partir del factor de demodulación que se calcula a partir de la siguiente expresión:

$$m = \frac{B/A}{b/a},\tag{2}$$

donde *a* es la intensidad promedio y *b* es la altura pico a pico de la onda de excitación. De manera similar los valores de *A* y *B* son los mismos pero en relación a la onda de emisión. Teniendo este factor de demodulación (*m*), el cálculo del tiempo de vida es:

$$\tau_m = \frac{1}{\omega} \sqrt{\frac{1}{m^2} - 1}, \qquad (3)$$

donde ω es la frecuencia angular ($\omega = 2\pi f$). Para el cálculo de tiempo de vida a partir del ángulo de desfase (ϕ) se utiliza la siguiente expresión:

$$\tau_{\phi} = \omega^{-1} \tan \phi \tag{4}$$

Los tiempos de vida calculados a partir de la fase (τ_{ϕ}) y de la modulación (τ_m) serán los tiempos correctos cuando la intensidad disminuya de manera exponencial simple, cuando esta sea una disminución múltiple o no exponencial, los tiempos calculados serán vidas aparentes que representarán un promedio ponderado.

A pesar de que el tiempo de vida depende de las características intrínsecas del compuesto, las condiciones del ambiente en que se encuentra y con las cuales se realiza la medición, pueden llegar a afectar los tiempo de decaimiento.⁸

2.3 Comparativa dominio del tiempo y dominio de la frecuencia

Se han realizado pocos estudios para comparar ambos métodos, en uno de estos se compararon mediciones experimentales de tiempos de vida para imágenes en ambos dominios. En este estudio⁹, indicaron que en términos computacionales resulta en una mayor complejidad el realizar un ajuste cuando se poseen una gran cantidad de puntos o si se poseen pocos puntos, debido a que el ajuste no se hará del todo correcto y no se tendrá un tiempo acertado para el dominio del tiempo. Por otra parte para el dominio de la frecuencia esto no representa un gran problema debido a que si se conoce el desfase (ϕ) o la modulación (m) y la frecuencia angular (ω) es muy sencillo obtener el tiempo de vida a partir de simples formulas. También indican que las mediciones en el dominio del tiempo eran más adecuadas cuando se tenía una muestra con baja intensidad mientras que las mediciones en el dominio de la frecuencia eran mejores cuando se tenía una intensidad alta, sin embargo, estas mediciones tenían un problema de saturación por el tipo de medición y no se utilizó el mismo detector para ambos métodos, por lo que la relación señal/ruido no estaba medida bajo las mismas características y no se podía comprar de manera directa.

En otro estudio¹⁰, realizan una comparación para ambos métodos bajo las mismas condiciones, fuente de excitación, muestra y detectores. La teoría indica que las mediciones del tiempo de vida en el dominio del tiempo y de la frecuencia deben ser iguales en un entorno libre de ruido. En función a esto se realizaron mediciones tanto simuladas como experimentales. Para el dominio del tiempo realizaron

11

mediciones bajo diferentes tipos de onda de excitación de las cuales la que tenía una menor incertidumbre era una onda cuadrada con un ciclo de trabajo del 10%. La razón de tener un mejor resultado era que la fuente de excitación permanecía un mayor tiempo apagado en comparación a las otras. Por este motivo era de esperar que las mediciones en el dominio de la frecuencia tuvieran una mayor incertidumbre, debido a que la modulación de la fuente de excitación nunca se apaga. Esta incertidumbre se podría reducir utilizando otro tipo de ondas de modulación como un tren de funciones delta u ondas cuadradas de frecuencia alta. ¹¹

2.4 Instrumentación

2.4.1 Fotodetector

Son dispositivo que detectan señales ópticas a través de procesos electrónicos. Existen dos categorías de fotodotectores, los térmicos y los fotoeléctricos, estos últimos se basan el principio de absorción de fotones, lo que genera una transición de electrones del estado base hacia niveles de energía superiores, en donde son sensibles a ser desplazados por un campo eléctrico, lo que genera una corriente eléctrica. ^{12,13}

2.4.2 Acoplamiento para fotodiodo

Cuando un amplificador operacional tiene una retroalimentación de corriente se le adjudica el término amplificador de transimpedancia (TIA), aunque este término también se utiliza para denotar circuitos conversores de corriente a voltaje, cuya retroalimentación en vez de ser corriente es un voltaje. Los conversores de I-V son una etapa fundamental en los sistemas de medición de luz, debido a que se genera un voltaje que es proporcional a la corriente que genera el fotodiodo, y a su vez es proporcional a la luz que incide en este.

En la literatura se pueden encontrar diversas configuraciones de los circuitos TIA utilizados en los fotodiodos, el modo fotovoltaico es utilizado en algunas aplicaciones de espectroscopia óptica, en las que se requieren precisión, debido a que tiene una baja dependencia a la temperatura y baja corriente de oscuridad.¹⁴



Figura 5. Diagrama eléctrico del modo fotovoltaico para operación del fotodiodo.

2.4.3 Fuentes de luz

Para poder realizar mediciones del tiempo de vida en partículas luminiscentes se requiere que la fuente de excitación sea pulsada. Antes de los años 2000 era común el uso de un tubo de flash o también llamado lámpara de flash, que es una lámpara de arco eléctrico que produce luz blanca incoherente durante períodos muy breves. Con el desarrollo de los diodos láser (LD) y los diodos emisores de luz (LED) se convirtieron en una de las principales fuentes de luz debido a la facilidad para ser operados, el poco consumo energético y que no requieren tanto mantenimiento.⁸ Además para ambas fuentes de luz LD y LED se puede encontrar una gran variedad de longitudes de onda de emisión y estos pueden ser pulsados a frecuencias altas.

Capítulo 3

Metodología

Para realizar las mediciones de la evolución temporal de partículas luminiscentes en el presente trabajo se siguió el diagrama de bloques que se observa en la figura 6. La fuente de excitación utilizada es un diodo láser que está pulsado, este excita al material lo que genera una emisión a una longitud de onda diferente a la de excitación, la emisión se detecta mediante un fotodiodo, posteriormente se realiza un tratamiento a esta señal, para finalmente procesar la señal de lectura y obtener el valor de la respuesta temporal.



Figura 6. Diagrama de bloques para el proceso de medición de la evolución temporal.

El circuito de control del diodo láser espera a la entrada una señal pulsada, subsecuente se encuentra una etapa de potencia. Esta señal de entrada es una onda sinusoidal a cierta frecuencia, el circuito se desarrolló de tal forma que la señal de salida del diodo láser sea igual a la señal de entrada.

El circuito de lectura cuenta con un fotodiodo, una etapa de conversión de corriente a voltaje y dos etapas de amplificación. Posterior a estas etapas, la señal será enviada a un microcontrolador para ser procesada y de esta manera obtener la evolución temporal.

3.1 Material utilizado para las mediciones

Las partículas luminiscentes se fabricaron por medio del método de síntesis de reacción de estado sólido. Los precursores fueron colocados en un crisol de alúmina para ser sometidos a un tratamiento térmico en un horno de alta temperatura (KSL-1200X; MTI XTL). El producto fue un bulto cerámico, el cual fue molido en un molino de bolas planetario (MSK-SFM-1; MTI XTL) para obtener partículas micrométricas.

El material fue caracterizado y se indexó con la fase cristalina $Ba_4Y_3F_{17}$: Tm^{3+} . Su espectro de emisión se muestra en la figura 7.



Figura 7. Espectro de emisión de material utilizado.

3.2 Fotodetector

El sensor utilizado es un fotodiodo que posee un filtro espectral para limitar el ancho de banda. La detección del fotodiodo utilizado está centrada en 790 nm y tiene un ancho de banda de 20 nm.

Como se puede observar en el espectro de emisión del material (ver figura 7), el rango de longitudes de onda que va entre los 775 nm y 810 nm corresponde a la

emisión con mayor intensidad, por lo tanto, el fotodiodo seleccionado es adecuado para el material utilizado.



Figura 8. Espectro de absorción del fotodiodo y emisión de material utilizado.

3.3 Circuito de transimpedancia

El fotodiodo genera una corriente pequeña, unas decenas de nano amperes (nA). Se pretende convertir esta corriente en voltaje y posteriormente amplificarlo. La corriente del fotodiodo entra a un amplificador de transimpedancia y a la salida de este se obtiene un voltaje que es proporcional a la corriente que entra al amplificador operacional (AO), cabe aclarar que la señal que se obtiene del fotodiodo esta invertida, por lo que la señal en el AO de transimpedancia se invierte. Para esta etapa se diseñaron y realizaron pruebas con 4 configuraciones diferentes, en cada una de ellas varía el AO utilizado.

LMH6629



Figura 9. Diseño implementado para LMH6629 [15]

La primera configuración realizada es utilizando el AO LMH6629, se utiliza un JFET para generar un buffer de corriente. Para esta configuración, el voltaje proveniente del divisor de voltaje dado por R2 y R3 (ver figura 9) se debe configura de manera correcta, debido a que existe un rango de voltaje en el cuál la señal esperada es visible, si el voltaje es mayor o menor en la salida solo se observa ruido. De manera similar la configuración no funciona sin la resistencia R5 que va de la salida del AO a tierra. La alimentación fue de 3.3 volts.

OPA320



Figura 10. Diseño implementado para OPA320 [16]

Para la segunda configuración se utilizó el AO OPA320, este a diferencia del utilizado en la anterior propuesta, contiene un JFET integrado. Para esta configuración el divisor de voltaje dado por R1 y R2 controla un ligero offset en la señal de salida, esta configuración se alimentó con 3.3 volts.

LTC6246



Figura 11. Diseño implementado para LTC6246 [18].

La tercera configuración fue utilizando el AO LTC6246, este al igual que la primera configuración utiliza un JFET, y al igual que la segunda, el divisor de voltaje dado por R2 y R3 genera un pequeño offset variable en la señal de salida. Este AO posee un terminal de shutdown, en dicha terminal se debe de colocar un voltaje de activación, para esta configuración se alimentó el circuito con 5 volts.

LT6200



Figura 12. Diseño implementado para LT6200 [19]

Para la cuarta y última configuración se utilizó el AO LT6200, de manera similar a las anteriores configuraciones se utiliza un JFET para generar el buffer de corriente. Posee una entrada de activación que se debe alimentar dentro de un rango de voltaje. La alimentación fue de 5 volts.

Esta configuración y las anteriores a excepción del OPA320 provienen de los respectivos datasheet de los amplificadores operacionales.

En la siguiente tabla se puede observar algunas de las características y diferencias entre cada uno de los amplificadores operacionales utilizados, las especificaciones se encuentran en las hojas de datos de cada uno.^{15,17,18,19}

Parámetro	LMH6629	OPA320	LTC6246	LT6200
Rango de voltaje	2.7 V –	1.8 V - 5.5	2.5 V –	2.5 V –
de alimentación	5.5 V	V	5.25 V	12.6 V
Voltaje de ruido	0.69 nV/√Hz	7 nV/√Hz	4.2 nV/√Hz	0.95 nV/√Hz
Rango de	-40°C –	-40°C –	-40°C –	-40°C –
temperatura	125°C	125°C	125°C	85°C
Terminal de			V_{Sh} > 1.1 V,	<i>V_{Sh}</i> > 3.3 V,
apagado	No posee	No posee	para activar	para activar
Fabricante	Texas	Texas	Analog	Analog
	Instruments	Instruments	Devices	Devices

Tabla 1. Características de amplificadores de transimpedancia utilizados.

3.4 Circuito de amplificación

Para amplificar la señal de salida del AO de transimpedancia se diseñó un circuito amplificador no inversor, que desplaza la señal a la mitad del voltaje de alimentación¹⁹. Debido al pequeño voltaje de salida del amplificador de transimpedancia se decidió implementar dos etapas de amplificación, las cuales tienen la misma ganancia.

Del divisor de voltaje se obtiene una señal continua, cuyo valor es la mitad del voltaje de alimentación, este se suma con señal de salida de la etapa de transimpedancia. Para el cálculo de la ganancia del circuito se utilizan los valores de la resistencia de retroalimentación, Rf y de la resistencia R1 (ver figura 13), dicho cálculo se obtiene como:

$$G_c = \frac{Rf}{R1} \tag{5}$$

Para filtrar la señal se utiliza el capacitor que está en serie a la resistencia R1, es por este motivo que el capacitor utilizado es de tantalio, ya que este tipo de capacitores funcionan mejor para este tipo de aplicación.



Figura 13. Diagrama de referencia para etapa de amplificación [20]

La segunda etapa de amplificación consta con las mismas especificaciones que la primera, mismos valores de resistencias y capacitores.

La señal de salida está centrada a la mitad del voltaje de alimentación, se decidió esto debido a que la señal será procesada con un controlador, este no acepta voltajes negativos. El diagrama completo de la etapa de amplificación se puede observar en la siguiente figura.



Figura 14. Diagrama etapas de amplificación.

3.5 Circuito de láser

Para caracterizar los materiales utilizados en el laboratorio se cuenta con un láser comercial que posee su propio controlador, a este se le realizó ingeniería inversa, para posteriormente diseñar el circuito de control del diodo láser a utilizar.

El circuito consta de un AO, un mosfet, el diodo láser y una resistencia. En la entrada se espera una señal modulada, ya sea cuadrada, sinusoidal u otra, para el caso de este proyecto se optó por una señal sinusoidal. La salida del AO va a la compuerta del mosfet, que es el componente de potencia con el cual se controlará la activación del diodo láser. Para que la señal que emita el diodo láser sea completamente sinusoidal y no se sature, se debe de tener en cuenta el voltaje de
umbral del mosfet, comúnmente conocido como $V_{GS(th)}$ por sus siglas en inglés, Gate-Threshold Voltage.



Figura 15. Diagrama de circuito diseñado para control de láser.

Con la resistencia R2 que se observa en la figura 15 se regula la corriente que consumirá el diodo láser que a su vez afecta directamente la potencia óptica que el láser emitirá.

3.6 Circuito generador de onda sinusoidal

Inicialmente se planteó la idea de realizar las mediciones en el dominio del tiempo, por lo que se necesitaría un circuito que generará una onda cuadrada, esto se puede realizar de manera relativamente sencilla con un NE555 o un LM567. Posteriormente cuando se comenzó a planear la parte del procesamiento de la señal por medio de un microcontrolador, se consideró una mayor complicación en calcular el tiempo de vida en el dominio del tiempo en comparación al dominio de la frecuencia, ya que para el dominio del tiempo se necesitaría realizar un ajuste de decaimiento exponencial, por lo tanto el circuito de lectura requiere tener una tasa de muestreo alta para asegurar un mejor ajuste, además todas las muestras realizadas deberán ser almacenas y se puede saturar la memoria del microcontrolador. Bajo estas consideraciones se decidió realizar las mediciones en el dominio de la frecuencia, puesto que para realizar la medición se requiere medir únicamente un desfase entre la señal de referencia y la señal de lectura.

Para poder medir la evolución temporal en el dominio de las frecuencias se requiere que la modulación de la fuente de excitación sea sinusoidal. Al principio se utilizaba una señal de 120 Hz, pero para estar un poco alejado a un múltiplo de la frecuencia de la señal de corriente alterna, 60 Hz, considerando que podría llegar a introducir ruido, se optó por utilizar una frecuencia de 150 Hz.

Circuito modulador LC

Se crearon diversos circuitos para generar la onda sinusoidal, uno de ellos es utilizando el integrado NE555 para generar una onda cuadrada y en la salida de este conectar un circuito LC para generar la onda sinusoidal.

28



Figura 16. Configuración NE555 con salida sinusoidal.

La teoría indica que la frecuencia de salida del integrado NE555 debe ser la frecuencia de resonancia del circuito LC. La frecuencia de la señal de salida del NE555 se obtiene por medio de la siguiente expresión:

$$f = \frac{1}{2\pi RC},\tag{6}$$

donde R es la resistencia R2 y C el capacitor C1 que se observan en la figura 16. Para el circuito LC la frecuencia de resonancia se obtiene a partir de:

$$f_{resonancia} = \frac{1}{2\pi\sqrt{LC}}$$
(7)

De donde se obtuvo esta información, daba un ejemplo para una señal para una frecuencia de 1.5 KHz, que como se puede observar en la figura 17-a la señal en comparación con una obtenida por un generador de funciones comercial es bastante similar. El problema de este circuito fue que al cambiar los valores del circuito LC para obtener una señal a la frecuencia deseada, la obtenida no era completamente sinusoidal, que como se puede observar en la figura 17-b esta deformada. Se probaron diferentes configuraciones con frecuencias cercanas a la deseada pero en ninguna de ellas se pudo obtener una señal completamente sinusoidal.



Figura 17. Señales obtenidas por el circuito NE555 con salida sinusoidal.

Circuito integrado LMC567

Se realizó el circuito mostrado en la figura 17 que utiliza el integrado LMC567, sin embargo, al medir la señal con un osciloscopio la señal estaba deformada. La configuración investigada recomendaba el utilizar diodos de conmutación rápida, en el laboratorio no se contaba con este tipo de diodos, se utilizaron unos diodos comunes, aunque se intuye que este no era el problema por el cual no se obtenía la señal, porque la requerida de esta no es una frecuencia alta.



Figura 18. Configuración con integrado LMC567.

Circuito modulado por amplificadores operacionales

Para la tercera propuesta se investigó un documento de la compañía Texas Instruments²¹, donde utilizan dos amplificadores operacionales, uno para generar una onda cuadrada y otro para moldear esta onda a una sinusoidal. Para tener una mayor exactitud en cuánto a la frecuencia de la onda cuadrada, se sustituyó el primero por un integrado NE555 con un ciclo de trabajo 50/50.

La señal de salida en el segundo AO tenía un ligero ruido por lo que se utilizó un circuito RC como filtro pasa bajas. La amplitud de la señal era menor a la deseada y un tenía offset mayor al requerido, se realizaron dos etapas para estos inconvenientes, una amplificador y un restador.



Figura 19. Configuración utilizando amplificadores operaciones para modular señal.

Circuito modulación de triangular a sinusoidal

Se planteó la idea de modular una señal triangular a sinusoidal, debido a que se consideró que sería más sencillo que pasar de una onda cuadrada a sinusoidal. Siguiendo circuitos investigados^{22,23}, se construyó uno, el cual para que funcione necesita una onda triangular centrada en 0 volts, para ello se utilizaron AOs con alimentación simétrica, primero se genera una onda cuadrada, posteriormente se modula a una triangular con un circuito integrador. Para generar la onda sinusoidal se utilizan resistencias, diodos y un JFET, la señal está centrada en 0 volts y tiene una amplitud de 1 V. Se utiliza un circuito sumador para aumentar el offset y adecuarlo al requerido.



Figura 20. Configuración para convertir señal triangular en sinusoidal.

Circuito integrado AD9833

Se investigó el uso de un integrado que generará la onda deseada, se encontraron varios pero están obsoletos o son módulos para ciertos microcontroladores no genéricos, como por ejemplo Arduino. Por otra parte, se halló el integrado AD9833, un generador de funciones programable de bajo consumo²⁴. Para su funcionamiento únicamente requiere una serie de capacitores para el desacople y una señal de reloj. La programación se puede realizar mediante el protocolo SPI, el cual es una comunicación simple, que requiere de una señal de clock (SCLK). Para la activación de la comunicación se utiliza un segundo canal (FYSNC) y el último canal donde se envían los datos que deben ser paquetes de 16 bits (Data).



Figura 21. Configuración para el integrado AD9833 [26].

Para el funcionamiento del AD9833 se necesita un oscilador externo, este se conecta en el pin MCLK. Para generar esta señal se propone el uso de un oscilador de cristal.

El funcionamiento para la transferencia de datos es el siguiente: cuando al pin FYSNC se envía un 0 lógico (0 volts) se comienza la comunicación, por lo que los siguientes 16 flancos descendentes del SCLK pasaran 16 datos por medio del pin Data²⁵.

Para la selección de la frecuencia deseada, el AD9833 cuenta con dos registros de frecuencia, cada uno de estos es de un tamaño de 28 Bits, para la modificación de estos registros se haría de la siguiente manera:

- Se envía una palabra de 16 bits, con el bit 13 en 1, el bit 13 corresponde al registro B28, el cual le indica al integrado que las siguientes dos palabras se utilizaran para modificar los registros de frecuencia.
- Se envía la segunda palabra de 16 bits, con los bits 14 y 15 se selecciona que registro de frecuencia se va a modificar, 01 y 10 para el registro 0 y el registro 1 respectivamente, los siguientes bits restantes serían los 14 menos significativos (LSBs) del registro.
- Se envía la tercer y última palabra, de igual manera que en el paso anterior con los bits 14 y 15 se selecciona el registro de frecuencia a modificar (0 o 1) y los bits restantes sería los 14 bits más significativos (MSBs).
- Por último se envía un 0 lógico al bit Reset, para indicarle al integrado que se terminó de realizar las configuraciones, posterior a ocho ciclos de MLCK se

tendrá la señal a la frecuencia configurada. Cabe aclarar que el bit Reset no resetea la fase, frecuencia o los registros de control.²⁶

Con esto se modifica/configura el registro de 28 bits, el valor del registro que se debe enviar para seleccionar una frecuencia, se calcula de la siguiente manera:

$$f_{salida} = \frac{f_{MCLK}}{2^{28}} x \, Valor \, del \, registro \, de \, frencuecia \tag{8}$$

Como se mencionó anteriormente la señal entrará al circuito de control del diodo láser por lo que debe ser de una amplitud y offset específicos. La señal obtenida por el AD9833 es de 600 mV aproximadamente, esta señal se amplificará posteriormente y se le añadirá el offset requerido.

3.7 Procesamiento de la señal

Como se mencionó previamente un punto importante por el cuál se decidió realizar la medición de la evolución temporal en el dominio de la frecuencia es la tasa de muestreo y el almacenamiento. Para esta medición el mayor problema es el ruido que tengan las señales de referencia y de lectura.

Para realizar el cálculo de la evolución temporal se calculará el desfase entre la señal de referencia y la de lectura. La primera es la señal del circuito generador de onda sinusoidal, que es la que entra al circuito de control del láser. La segunda es la obtenida por el circuito de lectura posterior a las dos amplificaciones. Para realizar

el cálculo se utilizó el microcontrolador, utilizando dos entradas analógicas. La programación de este se hizo acorde al siguiente diagrama de flujo:



Figura 22. Diagrama de flujo diseñado para el procesamiento de la señal.

El microcontrolador se encuentra en modo de bajo consumo, cuando el usuario acciona un botón, comienza la lectura. El microcontrolador al leer esta acción reinicializa las variables de ayuda, inicia un contador, habilita el ADC e inicia las conversiones del mismo y regresa al modo bajo consumo.

Una vez se inicializó el proceso, el ADC comienza con las conversiones y cuando termina de hacerlas, puesto que se están usando dos canales, se sale del modo bajo consumo para realizar el proceso 2, el cual sigue el siguiente diagrama de flujo:



Figura 23. Diagrama de flujo diseñado para el proceso 2 del procesamiento de la señal.

El proceso consiste en esperar a que la señal de referencia sea mayor a **x** valor, que será el punto medio de la señal, con esto se reinicializa la medición, después de esta acción incrementa la variable "Ayuda" y regresa al modo de bajo consumo. La variable ayuda se utiliza para forzar al programa a que siga un orden, que debe ser el que se observa en la figura 24. Después de que la señal de referencia es mayor a **x** valor, el programa está a la espera de que dicha señal sea menor a **x** valor, cuando esto sucede limpia el contador, incrementa la variable "Ayuda" y regresa al modo de bajo consumo. La acción siguiente es esperar a que la señal de lectura sea menor a **x** valor, cuando esto sucede se detiene el contador, el valor del contador se guarda en la posición **m** de un vector, se incrementa la variable **m**, que es utilizada para saber cuántas mediciones se han realizado, se reinicializa la variable "Ayuda" y regresa al modo bajo consumo, para así reinicializar el proceso esperando a que la señal de referencia sea mayor a **x** valor.



Figura 24. Esquema a partir del cual se diseñó el programa para la medición del desfase.

Este proceso se realiza cierta cantidad de veces que se definió para poder realizar un promedio, posterior a esto se procede a obtener el valor del desfase. Para esto se debe conocer la frecuencia de operación del contador y la frecuencia de las señales que se están leyendo. El valor del contador en tiempo se obtiene como:

$$Tiempo \ contador = \frac{Valor \ del \ contador}{Frecuencia \ de \ trabajo \ del \ timer},$$
(9)

donde el valor del contador es el promedio calculado. Para pasar el tiempo del contador a desfase se realiza el siguiente cálculo:

$$\phi = \frac{360 * Tiempo \ contador}{F_s^{-1}},\tag{10}$$

donde ϕ es el desfase y F_s es la frecuencia de la señal de referencia que es la misma que la frecuencia de la señal de lectura.

Si se desea conocer el valor de la evolución temporal se utiliza la ecuación (4) para el cálculo del tiempo de vida a partir del desfase.

Capítulo 4

Análisis de resultados obtenidos

4.1 Montajes realizados para mediciones

El laboratorio NAFOMA para medir tiempos de vida y espectros de excitación y emisión de materiales solo se cuenta con un fluorímetro. Como se puede observar en la figura 25, este cuenta con una cámara para colocar la muestra a medir, el monocromador SP-2300i de la marca Acton Instruments dentro del cual la luz pasa un par de reflexiones, posteriormente pasa por una rejilla de difracción, que es movible, donde la luz es descompuesta en distintas longitudes de onda, por último la luz es reflejada de forma selectiva para salir en cualquiera de las dos salidas que posee, en cada una de ellas se encuentran los detectores, un tubo fotomultiplicador (PMT) Hamamatsu R955 y un fotodiodo DET10C de la marca ThorLabs. Dependiendo del tipo de detector a usar, que corresponden al rango de longitudes de onda que se desee medir, el detector se conecta por medio de un cable coaxial a un sistema de adquisición de datos Spectra Hub 210187 y posteriormente a una computadora con el software Spectra Sense para el despliegue de los datos.



Figura 25. Esquema del arreglo para medir espectros de luminiscencia. Despliegue de espectro obtenido (1), sistema de adquisición de datos (2), tubo fotomultiplicador (3), fotodiodo (4), diagrama interno de monocromador (5), cámara de muestra (6) y láser de excitación (7).

Para realizar las mediciones de tiempo de vida en el laboratorio se utiliza el mismo fluorímetro mencionado junto a otros componentes necesarios, el generador de funciones B&K PRECISION 4052 para pulsar la fuente de excitación, para este caso es un láser de 975 nm de la marca Roithner Laser, que se coloca en la parte exterior cerca de la cámara de muestra. El detector se conecta al osciloscopio Teledyne LeCroy HDO4054 donde se visualiza la señal, se realiza un promediado para limpiar la señal, finalmente con ayuda de un software se realiza un ajuste de exponencial decayente y obtener el tiempo de vida.



Figura 26. Esquema para la medición del tiempo de vida utilizando como detector un tubo fotomultiplicador. Osciloscopio (1), tubo fotomultiplicador (2), monocromador (3), cámara de muestra (4), láser modulado (5) y generador de funciones (6).

Para hacer mediciones con el circuito diseñado, se quitó el fotodiodo del monocromador, y en su lugar se colocó el circuito, se empleó una fuente de alimentación Keysight U8002A para el circuito. Esta configuración se usó para corroborar los tiempos de vida obtenidos por el circuito y por el PMT, siendo la medición de este último la referencia.



Figura 27. Esquema para mediciones de tiempo de vida utilizando placa diseñada y monocromador. Osciloscopio (1), tubo fotomultiplicador (2), monocromador (3), cámara de muestra (4), láser modulado (5), generador de funciones (6), circuito diseñado (7) y fuente de alimentación (8).

Se realizó un montaje por separado para hacer mediciones sin utilizar el fluorímetro, el montaje se colocó sobre una mesa óptica. Para esto se utilizó el circuito de lectura diseñado y ambos láseres (láser comercial y láser diseñado), la muestra, dos fuente de alimentación Keysight 8002A y B&K PRECISION 1672, el osciloscopio Teledyne LeCroy HDO4054 y el generador de funciones B&K PRECISION 4052. Las mediciones se realizaron tanto en dominio del tiempo como en el dominio de la frecuencia, ambas a una frecuencia de 150 Hz.



Figura 28. Esquema de montaje para mediciones de tiempo de vida con circuito de lectura y láser diseñado. Osciloscopio (1), circuito de lectura diseñado (2), muestra (3), circuito de láser diseñado (4), fuente de alimentación (5) y generador de funciones (6).

Mediante esta configuración se comparó las señales obtenidas con todas las configuraciones de amplificadores de transimpedacia que se mostraron en secciones previas.

4.2 Comparativas de las diferentes configuraciones realizadas.

Para cada una de las configuraciones descritas en secciones previas se realizó el diseño PCB, que a su vez se mandó a fabricar y posteriormente en el laboratorio se soldaron los componentes para realizar las pruebas. En total se diseñaron 3 PCB diferentes debido a que los amplificadores LHM6629 y OPA320 poseen la misma

cantidad de pines con la diferencia que uno trae integrado un JFET mientras al otro se coloca en el PCB, por lo que se diseñó la placa con puntos de conexión para poder conectar ambos amplificadores en un mismo diseño de PCB. Para el caso del LTC6246 y LT6200 se diseñaron diferentes PCBs para cada uno, debido a la cantidad de pines que son 6 y 8 respectivamente.



Figura 29. Fotografía de PCBs fabricados para las diferentes configuraciones utilizadas.



Figura 30. Comparativa de señales obtenidas por diferentes configuraciones realizadas.

En la figura 30, se puede observar la comparativa entre los 4 amplificadores operacionales utilizados. Como se puede observar la señal obtenida por la configuración del LT6200 es la que nos da una señal con una amplitud mayor.

Cabe aclarar que las señales observadas en la figura 30 están promediadas por medio del osciloscopio utilizado, por lo tanto, aunque la señal con mayor amplificación se tenía con el LT6200 se comparó con la señal del LHM6629, esto porque en las especificaciones del último mencionado tiene un menor ruido del voltaje en las terminales de entradas. Se calculó la desviación estándar para ambas señales, se observa en la figura 31, como se esperaba la señal obtenida por el LMH6629 tiene una menor dispersión de los datos. Por la forma en cómo se planteó el procesamiento de la señal es de mayor importancia el ruido de la señal que la amplitud de la misma, por esto se decidió quedarse con esta configuración para realizar las mediciones.



Figura 31. Comparativa LMH6629 vs LT6200.

Como se observa en la figura 31, las señales tienen un ruido considerable, por tanto se realizó la propuesta de utilizar un filtro pasa bajas pasivo, utilizando un circuito RC, con esto el ruido se reduce considerablemente aunque no del todo. Se comparó la señal sin filtro, con filtro y la promediada por el osciloscopio, se normalizaron todas para poder realizar una mejor comparación.



Figura 32. Diagrama para filtro pasa bajas con circuito RC.



Figura 33. Comparativas entre señal de lectura con filtro, sin filtro y promediada.

4.3 Consideraciones para circuito de transimpedancia

Con las resistencias R2 y R3 (ver figura 34), se crea un divisor de voltaje, este se debe de configurar de una manera correcta, primero porque existe un rango de voltaje en el cuál funciona, por debajo o por encima de este rango se pierde la señal. Dentro de dicho rango se debe configurar el voltaje a cierto nivel porque altera la señal, provoca un cambio en el tiempo de vida, como se puede ver en la figura 33 este tiempo tiene una variación grande que va desde los 390 μ s hasta los 540 μ s.



Figura 34. Variación en el tiempo de vida con el cambio del voltaje configurado.

4.4 Consideraciones para circuito de láser

El circuito de control del diodo se colocó sobre un contenedor de plástico, al que se le agregó por un lateral un conector BNC para la señal de entrada, dicha señal proviene del generador de funciones B&K PRECISION 4052 para las mediciones que se realizaron.



Figura 35. Fotografías del circuito de láser y carcasa de diodo láser utilizados.

Para la carcasa del diodo laser se utilizó la mostrada en la figura 35, no posee ningún tipo de refrigeración debido a que se realizaron mediciones de temperatura durante un tiempo de 30 minutos de operación continua del láser y este no sobrepasó los 25 °C. La medición se realizó utilizando la cámara termográfica Keysight U5855A. Como se mencionó en secciones pasadas para que la señal que emita el diodo láser sea una sinusoidal correcta, es decir, no se sature se debe de conocer el valor del voltaje de umbral del mosfet a utilizar, por debajo de este voltaje el mosfet se apagará. De manera similar, la señal se puede llegar a saturar en la parte superior de la señal, si se llega a tener una amplitud muy grande en la señal de entrada. Por lo tanto, se debe de configurar de manera correcta la amplitud y el offset de la señal de entrada.

En la figura 36, se observa la señal de referencia, que es la de entrada para el circuito del láser. En la configuración 1 el offset es muy pequeño por lo que la señal, en este caso de lectura, se satura en la parte inferior. Para la configuración 2 al ser la amplitud es más grande de lo permitido la señal se satura en la parte superior. La configuración 3 tiene una amplitud y offset permitido.

El diseño contempla la alimentación del circuito de láser con un valor de voltaje de 3.3 V, el mosfet utilizado es el SI4838BDY, como se puede ver en su hoja de datos técnicos²⁷ el valor del voltaje de umbral ($V_{GS(th)}$) es de 0.4 V, considerando que se tendrá una amplitud en la señal de entrada de 1.5 V, el offset mínimo permitido tendría que ser 1.1 V. Para facilitar el procesamiento de la señal se optó por tener un offset de 1.65 V, ya que corresponde al valor medio de la señal de salida del circuito de lectura y de esta manera ambas señales tendrían el mismo valor medio.

52



Figura 36. Saturación en la señal de lectura debido a una incorrecta configuración en la señal del láser.

Se realizaron mediciones para conocer el consumo de corriente del láser bajo la configuración mencionada y a su vez se midió la potencia óptica del láser.

0.014
3.3 V
1.5 V
1.65 V

		<i>a i</i>					
Tabla 2. V	/alores	configurados	y	medidos	de	làser	utilizado.

Consumo de corriente promedio	0.13 A
Potencia óptica	32 mW

Debido a que el consumo de corriente del circuito del láser en comparación con el circuito de lectura es mayor, si se conectarán a la misma alimentación puede llegar a afectar la señal proveniente del circuito de lectura, se implementó una alimentación y/o un regulador para cada circuito para evitar este problema.

4.5 Señal del circuito generador de onda sinusoidal

Se utilizó un osciloscopio para comparar la señal obtenida por medio del circuito que se observa en la figura 19 y la señal del generador de funciones. La comparativa que se puede observar en la figura 37, nos indica que la señal que se obtiene es muy semejante a la obtenida por medio del generador de funciones, con unas pequeñas partes de ruido.



Figura 37. Comparativa señal obtenida por el circuito realizado contra generador de funciones.

Posteriormente esta señal se conectó al circuito de control del láser, para de esta manera realizar una medición de todo el sistema, ambas señales se observan en la figura 38. Para esta medición se estaba utilizando la configuración del circuito de lectura con el AO LT6200 como amplificador de transimpedancia, por lo que este circuito esta alimentado con 5 volts al igual que los demás circuitos (generación de onda y circuito de láser).



Figura 38. Señales de referencia y lectura con configuraciones realizadas.

4.6 Mediciones realizadas

En las pruebas realizadas para la parte del procesamiento de la señal se reemplazó el osciloscopio por un microcontrolador, se utilizó el MSP430F5529 LaunchPad, algunas de las características del dispositivo empleado se muestran a continuación:

- Rango de voltaje de alimentación: de 1.8 V a 3.6 V.
- Modos de operación de ultra bajo consumo de energía.
- Cuatro temporizadores de 16 bits.

- ADC de 12 bits.
- 63 pines de E/S
- Arquitectura RISC de 16 bits, sistema de hasta 25 MHz

Para el procesamiento de la señal se utilizaron dos entradas analógicas, la señal de referencia y la de lectura, una entrada digital para un pulsador que sirve para activar el procesamiento, un temporizador para el cálculo del desfase de la señales.

A lo largo del desarrollo del proyecto se realizaron diferentes mediciones en las configuraciones mostradas anteriormente con el objetivo de comparar los valores obtenidos por medio de los circuitos diseñados comparados con un dispositivo comercial que en este caso sería el PMT Hamamatsu R955. Cabe aclarar que no se puede comparar directamente las mediciones debido a que están bajo diferentes condiciones, en el caso del PMT se utiliza el monocromador con lo cual se restringe en ancho de banda de medición a 1 nm, que el usuario selecciona por medio de un software en una computadora, por el contrario la medición del fotodiodo está centrada en 790 nm y tiene un ancho de banda de 20 nm.

Se implementó el uso de un filtro espectral en la cámara de muestra que se observa en la figura 26, con el objetivo de tener en condiciones similares el PTM y el fotodiodo. El filtro colocado está centrado en 800 nm y cuenta con un ancho de banda de 40 nm, se configuró al monocromador para que permitiera el paso de todas las longitudes de onda.

57



Figura 39. Fotografía montaje contenedor de cuarzo.

Para las primeras mediciones realizadas el material se colocó en un contenedor de cuarzo. Se utilizó el láser comercial de la marca Roithner Laser y el diodo láser con el circuito de control. Al realizar las mediciones con ambos láseres se observó que el tiempo de vida variaba dependiendo del láser utilizado, este tiempo diferente se adjudica a diferentes situaciones, una de ellas es las diferentes potencias ópticas que se tienen en cada uno de los láseres.



Figura 40. Fotografía de montaje completo realizado para mediciones.

Los tiempos obtenidos en los dos dispositivos de medición y con ambos láseres se observan en las tablas 3 y 4. En la tabla 5 se puede observar el tiempo promedio obtenido por medio del sistema diseñado para el procesamiento señal. Como se puede notar el tiempo obtenido varía entre el adquirido en el dominio del tiempo y en el dominio de la frecuencia, esto concuerda con lo que se encuentra en la literatura⁹, sin embargo se ha reportado²⁸ que sin importar el dominio las mediciones de tiempo de vida por ambos métodos están correlacionados, donde el coeficiente de correlación es de 0.978.

Si se compara el tiempo obtenido por medio del PMT analizando la señal con un software contra el tiempo obtenido por medio de programa realizado este es relativamente cercano a ambos tiempo.

Tabla 3. Tiempos de vida obtenidos en el dominio del tiempo para muestra en contenedor de cuarzo.

Detector	Láser utilizado	Tiempo de vida
PMT	Comercial	500 µs
PMT	Diseñado	460 μs
Placa	Comercial	503 μs
Placa	Diseñado	450 μs

Tabla 4. Tiempos de vida obtenidos en el dominio de la frecuencia para muestra en contenedor de cuarzo.

Detector	Desfase	Tiempo de vida calculado con el Desfase
PMT	28.1	566 µs
Placa	27.39°	549 μs

Tabla 5. Tiempo obtenido por medio del microcontrolador para muestra en contenedor de cuarzo.

Detector	Desfase	Tiempo de vida calculado con el Desfase
Placa	27.1° ± 0.52°	542.95 μs ± 9.62 μs

La diferencia de tiempos obtenidos en el dominio del tiempo se debe a que el ajuste se realiza mejor para la señal del PMT, como se puede observar en la figura 41, tanto al inicio como al final no se ajusta correctamente a la señal de la placa de lectura.



Figura 41. Comparativa del ajuste para cada una de las señales.

Para el caso del dominio de la frecuencia, el cálculo del desfase se realiza manualmente, es decir, graficando las señales en un software, se analiza el punto en el eje x, que corresponde al tiempo, en el cual la señal es menor al punto medio, tanto para la señal de referencia como para la de lectura, posteriormente se calcula el desfase. Para este cálculo afecta en gran medida el ruido de la señal, el cruce por el punto medio suele ser antes de lo que debería ser, esto es lo que causa la diferencia entre los tiempos obtenidos por la placa de lectura y del PMT y a su vez con el tiempo obtenido por el microcontrolador.



Figura 42. Comparativa señales de PMT y placa en el dominio de la frecuencia.

Se cambió la muestra del contenedor de cuarzo por una impresión del material sobre un papel. Para esto las partículas micrométricas fueron mezcladas con una pintura blanca. Posteriormente con la tinta obtenida, se realizó una impresión
utilizando una varilla de arrastre. Esto se hizo considerando que esta sería una forma en cómo serían los materiales a medir en un ambiente fuera del laboratorio.



Figura 43. Fotografía de montaje realizado para mediciones en impresión sobre papel.

Al igual que con la muestra de cuarzo se realizaron mediciones en el dominio del tiempo y de la frecuencia, tanto con el PMT como con el circuito de lectura con la diferencia que en este solo se utilizó el láser diseñado. Para esta muestra se realizaron pocas mediciones en comparación a la otra, por lo que es de esperarse que el error sea mayor para este caso. Resultados se observan en las tablas 6-7.

Tabla 6. Tiempos de vida obtenidos en el dominio del tiempo y frecuencia para la impresión sobre papel.

Detector	Dominio	Tiempo de vida/Desfase
PMT	Tiempo	420 μs
PMT	Frecuencia	417.95 μs / 21.5°
Placa	Tiempo	390 μs
Placa	Frecuencia	403.12 μs / 20.8°

Tabla 7. Tiempo de vida medido por el microcontrolador para impresión sobre papel.

Detector	Desfase	Tiempo de vida/Desfase
Placa	19.5° ± 1.02°	375.73 μs ± 18.89 μs

Como se mencionó previamente y se observa en la figura 42, el factor que provoca una mayor incertidumbre en las mediciones realizadas es el ruido de las señales, aquí la importancia de tener un sistema para limpiar la señal. De manera comercial se puede encontrar dispositivos que podrían ser utilizados como el amplificador de amarre de fase (lock-in amplifier), que extrae señales en una banda de frecuencias alrededor de una frecuencia de referencia, rechazando de manera eficiente las demás componentes de frecuencia²⁹, a su vez también puede determinar el desfase entre la señal de referencia y la señal de entrada. Comparando este tipo de dispositivos con el circuito desarrollado en este trabajo donde se tiene por separado una etapa de filtrado y posterior una etapa para la detección del desfase podría ser una consideración para un trabajo a futuro, sin embargo, comúnmente estos instrumentos son utilizados en laboratorios por lo que son de un valor monetario alto, aunque se podría llegar a encontrar algunos con un costo menor o estudiar los componentes necesarios para desarrollar un circuito de este tipo.

La parte económica es un punto que se debe considerar, aunque a lo largo de este trabajo no se ha mencionado la parte de costos de los componentes utilizados, planeando que esta metodología se pueda llegar a implementar en un dispositivo comercial, durante el desarrollo de los diversos circuitos realizados se utilizaron componentes de bajo costo.

4.7 Propuestas de diseño

Debido a circunstancias externas no se pudo continuar con el trabajo, por lo que a continuación se presentan dos propuestas de diseño para el circuito completo, que contiene el circuito generador de onda, el circuito de control de láser y el circuito de lectura. Por las circunstancias no se pudieron realizar pruebas con el integrado AD9833, ya que este se encontraba en proceso de compra, sin embargo bajo las referencias encontradas se deduce que es un circuito bastante estable del cual se podría obtener la señal deseada a la frecuencia que se requiere.

Se realizaron dos propuestas, en ambas se plantea el uso de un filtro pasa bajas activo en la salida de la etapa de amplificación esperando que con este se logre disminuir el ruido que se tenía en las últimas mediciones realizadas. En la primera propuesta, se contempla el uso del integrado AD9833 para generar la onda sinusoidal, como se mencionó anteriormente la amplitud de salida de este integrado

es de 600 mV aproximadamente, por lo tanto, se diseñó para amplificar y sumarle el offset requerido.



Figura 44. Primera propuesta de circuito completo

En la segunda propuesta lo que cambia es el circuito generador de onda, en el cual se utiliza el que mejor resultados generó de los circuitos que se probaron, siendo este el que genera una onda cuadrada con un NE555 y modulado después mediante un amplificador operacional.



Figura 45. Segunda propuesta para configuración completa.

Capítulo 5

Conclusiones

Se planteó el desarrollo de una metodología que haga frente a la problemática de falsificación de productos, para esto se aprovecharán las características de partículas luminiscentes que pueden ser utilizadas en dispositivos anti falsificación. El sistema tiene como objetivo medir la evolución temporal de estas partículas, para ello se debe analizar la instrumentación necesaria, así como conocer las longitudes de onda de excitación y emisión del material que se utilizará. Con esto se pretende tener un sistema anti falsificación que cuente con diversos candados, siendo estos cada una de las características mencionadas.

Para el desarrollo de la metodología se estudiaron diversas propuestas para las diferentes etapas que se necesitan para poder realizar la medición del tiempo de vida. Estas propuestas se fueron desarrollando a partir de decisiones sobre en qué dominio realizar las mediciones, posteriormente se fabricaron para realizar mediciones y comparaciones entre ellas, con el objetivo de estudiar en cuál de ellas se obtuviera la mejor señal en base a lo que se busca. Debido a que el procesamiento de la señal se realizó mediante un microcontrolador se tomó la decisión de realizar las mediciones en el dominio de la frecuencia, porque en el dominio del tiempo se requiere tener un sistema con una tasa de muestreo alta para realizar un ajuste exponencial decayente eficiente, para el dispositivo podría resultar complicado de

realizar, por este motivo se optó por medir el tiempo de vida a partir del desfase entre la señal de emisión y excitación.

Uno de los principales problemas a los que se enfrentó fue el ruido externo, considerando que la señal que se obtiene del fotodiodo es muy pequeña, por lo que es muy susceptible a ser perturbado de una manera sencilla, y esto provocaría que el ruido sea considerablemente grande. Por lo tanto, se buscaron diferentes configuraciones que contaran con etapas de filtrado para reducir el ruido lo mayor posible. Se plantea el utilizar un filtro pasa bajas en la parte final del circuito de lectura y con esto tener una señal más limpia. Con las señales obtenidas se concluye que este filtro reduce en gran parte el ruido que se tiene en el circuito de lectura pero la señal aún tiene un ligero ruido. Este ruido afecta al procesamiento de la señal, debido a que por los picos de oscilaciones que se aprecian provocará que la lectura en base a como se planteó la medición del desfase se realice antes del verdadero valor. Esto se ve reflejado en los desfases y tiempos obtenidos por el microcontrolador que son menores a los cálculos utilizando el osciloscopio.

A pesar de esto, los tiempos obtenidos por el sistema completo, en la muestra que se colocó en el contenedor de cuarzo tienen un resultado comparable con los obtenidos por el PMT y por la placa sin el microcontrolador. Para las mediciones con la muestra impresa sobre el papel no se realizaron tantas mediciones como con la otra muestra por lo que esto genera un error mayor.

Como se mencionó anteriormente debido a circunstancias externas no se pudo continuar con el trabajo, por lo que no se pudieron cumplir todos los objetivos, si

bien se realizaron las diferentes etapas por separado, no se pudo desarrollar un prototipo que contuviera todas ellas. A su vez no se pudieron realizar mediciones con diferentes materiales y de esta forma conocer el poder resolutor del dispositivo.

En trabajos a futuro se podrían implementar otros componentes para tener un mejor resultado, como fibras ópticas para mejor la lectura de la señal y un amplificador de amarre de fase con el que se podría tener una señal más limpia y mejorar el cálculo del desfase, sin embargo, estos componentes podrían llegar a tener un costo elevado por lo que habría de realizar un estudio para saber si es conveniente utilizarlos, debido a que con los componentes usados el costo del prototipo sería bajo.

5.1 Trabajos a futuro.

- Implementación de filtro pasa baja activo y/o un filtro pasa banda centrado en la frecuencia de las señales para corroborar si de esta forma el ruido disminuye aún más.
- Diseño del circuito completo, añadiendo las partes faltantes: el circuito para alimentación y el circuito para microcontrolador.
- Diseño y fabricación del prototipo de la estructura, de la cual se debería investigar el tipo de material a utilizar y la posición en la que estarían colocados tanto el diodo láser como el fotodiodo buscando tener la mayor intensidad posible en la señal de lectura.

- Implementación y estudio del circuito integrado AD9833 para generar una señal sinusoidal que se espera, se más estable y con menor ruido.
- Estudio del uso de un amplificador de amarre de fase y de fibra óptica buscando un mejor resultado, así como el impacto económico que tendrían para el desarrollo de un dispositivo anti falsificación.

Bibliografía

[1] Baride, A., Meruga, J. M., Douma, C., Langerman, D., Crawford, G., Kellar, J. J., ... & May, P. S. (2015). A NIR-to-NIR upconversion luminescence system for security printing applications. *RSC advances*, *5*(123), 101338-101346.

[2] Sun, T., Xu, B., Chen, B., Chen, X., Li, M., Shi, P., & Wang, F. (2017). Anticounterfeiting patterns encrypted with multi-mode luminescent nanotaggants. Nanoscale, 9(8), 2701-2705.

[3] Liu, X., Wang, Y., Li, X., Yi, Z., Deng, R., Liang, L., ... & All, A. H. (2017). Binary temporal upconversion codes of Mn 2+-activated nanoparticles for multilevel anti-counterfeiting. Nature Communications, 8(1), 899.

[4] Deng, R., Qin, F., Chen, R., Huang, W., Hong, M., & Liu, X. (2015). Temporal full-colour tuning through non-steady-state upconversion. Nature nanotechnology, 10(3), 237.

[5] Lu, Y., Zhao, J., Zhang, R., Liu, Y., Liu, D., Goldys, E. M., ... & Shi, Y. (2014). Tunable lifetime multiplexing using luminescent nanocrystals. Nature Photonics, 8(1), 32.

[6] Liu, H., Jayakumar, M. K., Huang, K., Wang, Z., Zheng, X., Ågren, H., & Zhang, Y. (2017). Phase angle encoded upconversion luminescent nanocrystals for multiplexing applications. Nanoscale, 9(4), 1676-1686.

[7] Panohaya-García, F., et al., (2004). Conceptos y bibliografía sobre la fotoluminiscencia y procesos similares, Reporte Técnico, Instituto Nacional de Astrofísica, Óptica y Electrónica

[8] Lakowicz, J. R. (Ed.). (2013). Principles of fluorescence spectroscopy. Springer science & business media.

[9] Gratton, E., Breusegem, S., Sutin, J. D., Ruan, Q., & Barry, N. P. (2003). Fluorescence lifetime imaging for the two-photon microscope: time-domain and frequency-domain methods. Journal of biomedical optics, 8(3), 381-391.

[10] McGraw, C. M., Khalil, G., & Callis, J. B. (2008). Comparison of time and frequency domain methods for luminescence lifetime measurements. The Journal of Physical Chemistry C, 112(21), 8079-8084.

[11] Rowe, H. M., Chan, S. P., Demas, J. N., & DeGraff, B. A. (2002). Elimination of fluorescence and scattering backgrounds in luminescence lifetime measurements using gated-phase fluorometry. Analytical chemistry, 74(18), 4821-4827.

[12] Boquera, M. C. E. (2005). Comunicaciones ópticas: conceptos esenciales y resolución de ejercicios. Ediciones Díaz de Santos.

[13] Sze, S. M., & Ng, K. K. (2006). Physics of semiconductor devices. John wiley & sons.

[14] Hernández Collado, A., Iglesias Benítez, A., Rodríguez Pérez, Á., & Val, O. (2017). Amplificador de transimpedancia con ganancia programable para un lector de placas multimodal. Ingeniería Electrónica, Automática y Comunicaciones, 38(1), 17-32.

[15] Instruments, T. (2010). LMH6629 Ultra-Low Noise, High-Speed Operational Amplifier with Shutdown. Texas Instruments, Post Office Box, 655303.

[16] Caldwell, J. (2014). 1 MHz, Single-Supply, Photodiode Amplifier Reference Design. TI Application Note TIDU535, 1-19.

[17] Texas Instruments. OPAx320x Precision, 20-MHz, 0.9-pA, Low-Noise, RRIO, CMOS Operational Amplifier with Shutdown. https://www.ti.com/lit/ds/symlink/opa320.pdf?ts=1593794496638&ref_url=https% 253A%252F%252Fwww.google.com%252F

[18] Analog Devices. LTC6246/LTC6247/LTC6248, 180MHz, 1mA Power Efficient Rail-to-Rail I/O Op Amps. <u>https://www.analog.com/media/en/technical-</u> <u>documentation/data-sheets/LTC6246-6247-6248.pdf</u>

[19] Linear Technology Corporation. LT6200/LT6200-5/LT6200-10/LT6201, 165MHz, Rail-to-Rail Input and Output, 0.95nV/√Hz Low Noise, Op Amp Family. www.analog.com/media/en/technical-documentation/datasheets/62001ff.pdf

[20] Kay, A. (2015). AC Coupled, Single-Supply, Inverting and Non-inverting Amplifier Reference Design. TI Application Note TIDU871, 1-20.

[21] Bacharowsk, W. (2011). A Quick Sine Wave Generator. TI Application Note SNOA839, Texas Instruments.

[22] Manchini, R., & Palmer, R. (2001). Sine-Wave Oscillators. Application Report, SLOA060, Texas Instruments.

[23] Stinchcombe, T. (2015). Triangle wave to sine wave conversion. Personal web pages of Tim Stinchcombe. http://www.timstinchcombe.co.uk/index.php?pge=trisin

[24] Gelvez Duenas, A., & Herrera Celis, J. L. (2009). Diseno e Implementacion De Un Impedanciometro Portatil (Doctoral dissertation, Universidad Industrial de Santander, Escuela de Ingeniería Eléctrica, Electrónica y Telecomunicaciones). [25] Analog Devices. AD9833, Low Power, 12.65 mW, 2.3 V to 5.5 V, Programmable Waveform Generator. <u>https://www.analog.com/media/en/technical-</u> <u>documentation/data-sheets/AD9833.pdf</u>

[26] Martinez Rivera, A. M., & Arenas Rangel, E. L. (2007). Generador De Senales Para Mediciones De Impedancia Electroquimica Basado En Dsp (Doctoral dissertation, Universidad Industrial de Santander, Escuela de Ingeniería Eléctrica, Electrónica y Telecomunicaciones).

[27] Vishay Intertechnology. Si4838BDY, N-Channel 12-V (D-S) MOSFET. https://www.vishay.com/docs/68964/si4838bd.pdf

[28] Boens, N., Qin, W., Basarić, N., Hofkens, J., Ameloot, M., Pouget, J., ... & Silva, N. D. (2007). Fluorescence lifetime standards for time and frequency domain fluorescence spectroscopy. Analytical chemistry, 79(5), 2137-2149.

[29] Instruments, Z. (2016). Principles of lock-in detection and the state of the art. CH-8005 Zurich, Switzerland, Accessed.