

## PLIEGO DE PRESCRIPCIONES TÉCNICAS

### DENOMINACIÓN

Sistema Espectrómetro Raman dispersivo y FTIR

### DESTINO

Servicios de Apoyo a la Investigación de la Uex: Unidad de Espectroscopía Molecular dentro del Servicio de Análisis Elemental y Molecular

### PRESCRIPCIONES TÉCNICAS

#### Especificaciones Técnicas del Equipo Raman:

\* **Bancada óptica:** De aleación de aluminio, moldeada bajo presión, para minimizar las variaciones térmicas, que disponga de localizaciones fijas y prealineadas para los componentes ópticos, láser, fuente, detectores, espejos y accesorios de muestreo.

\* **Redes de difracción:** El sistema debe poder tener cuatro redes de difracción, permanentemente instaladas, e internas al espectrómetro. Dos de ellas optimizadas para cada láser, una de alta resolución y otra de baja resolución. La de alta resolución para cada láser debe ser capaz de conseguir las máximas especificaciones del instrumento con ese láser en cuanto a resolución. La red de baja resolución para cada láser debe poder permitir adquirir todo el rango de 0 a 3.500  $\text{cm}^{-1}$  en una única exposición de la cámara.

\* **Selección de las redes:** Debe ser automática y completamente dirigida por el software.

\* **Redes Infrarrojas:** El juego de redes para el láser de 780 nm o 785 nm debe consistir en una pareja de redes: una de alta y otra de baja resolución. La de alta resolución debe tener 1.200 líneas / mm, eficiencia del 73% o mayor sobre un rango de 750nm - 950nm, y eficiencia de 63% o mayor sobre un rango de 950nm – 1.150nm. La red de baja resolución debe tener 360 líneas / mm, y eficiencia de 77% o mayor sobre un rango de 800nm – 1.000nm, y eficiencia de 68% o mayor sobre un rango de 750nm – 1.150nm.

\* **Redes visibles:** El juego de redes para el láser de 633 nm debe consistir en una pareja de redes: una de alta y otra de baja resolución. La de alta resolución debe tener 1.800 líneas / mm, eficiencia del 61% o mayor sobre un rango de 600nm - 700nm, y eficiencia de 56% o mayor sobre un rango de 700nm – 800nm. La red de baja resolución debe tener 500 líneas / mm, y eficiencia de 64% o mayor sobre un rango de 600nm – 700nm, y eficiencia de 54% o mayor sobre un rango de 700nm – 800nm.

\* **Aperturas:** El sistema debe incluir al menos 3 diferentes aperturas puntuales para medidas confocales y otras dos 3 aperturas de rendija diferentes para su utilización en medidas no confocales.

\* **Filtros de rechazo Rayleigh:** El sistema incluirá dos filtros de rechazo de la radiación Rayleigh de alta eficacia, por cada sistema láser de diferente longitud de onda que utilice. Los filtros deben ser rígidos y con recubrimiento. Los filtros holográficos no son aceptables debido a su menor eficacia. Deben permitir la adquisición de la radiación Raman Stokes hasta 100  $\text{cm}^{-1}$  de la línea Rayleigh.

- \* **Microscopio:** Debe estar basado en un Olimpos BX51 de alta investigación o equivalente. Incluirá un visor integrado trinocular que permita simultáneamente la visión binocular y la adquisición de imágenes de video. El láser debe eliminarse completamente de la óptica visual para garantizar la seguridad de protección de la vista. El cambio entre el modo visual (p.e. mirando por el binocular o por el video) y la mediciones Raman debe ser automático y controlado por software. El posicionamiento manual de los filtros de bloqueo y óptica de direccionamiento del haz no es aceptable.
- \* **Sistema de objetivos:** Debe ser capaz de trabajar en Campo Claro / Oscuro y debe incorporar objetivo de 10x y 50x.
- \* **Sistema iluminador:** Debe tener una lámpara con potencia mínima de trabajo de 100W.
- \* **Sistema de video:** La imagen de video de la cámara CCD debe poderse integrar en el programa de adquisición de datos y, con pletina motorizada opcional, debe permitir la navegación a través de apuntar y pulsar con el ratón en la imagen de video. El programa, debe ser capaz de adquirir un mosaico de video de tamaño mayor que el del campo de visión del objetivo adjuntando las imágenes para formar una mayor de modo que pueda usarse para la navegación.
- \* **Sistema óptico:** El sistema debe incluir autoalineamiento. El proceso de alineamiento debe llevar el recorrido visual (Retículas del ocular), el recorrido del rayo láser y las emisiones Raman a un único punto centrado en la muestra. El proceso completo debe realizarse totalmente por la programación del equipo sin que sean necesarios ajustes manuales de ningún tipo.
- \* **Láser 1:** Deberá llevar un láser de diodo NIR de 780 nm o 785 nm. Éste trabajará en modo simple y transversal, será de alto brillo y estabilizado en frecuencia, con una potencia de salida de, al menos, 35 mW. Es importante que el láser no tenga, virtualmente, ninguna divergencia con un valor de M2 menor de 1.1. (Preferentemente 1.0). Debe incluir un filtro de línea para eliminar cualquier emisión extraña en el intervalo de adquisición. Deberá tener una vida útil mayor de 10,000 horas.
- \* **Láser 2:** Deberá llevar un segundo láser de gas He:Ne rojo de 633 nm. Éste será de alto brillo y estabilizado en frecuencia, con una potencia de salida de, al menos, 20 mW. Es importante que el láser no tenga, virtualmente, ninguna divergencia con un valor de M2 menor de 1.1. (Preferentemente 1.0). Debe incluir un filtro de línea para eliminar cualquier emisión extraña en el intervalo de adquisición. Deberá tener una vida útil mayor de 20,000 horas.
- \* **Sistema de Filtros:** El sistema incluirá filtros específicos de longitud de onda para rechazo de la radiación Rayleigh para cada láser. Estos filtros deben ofrecer un rango espectral Stokes de, al menos  $100 \text{ cm}^{-1}$  a  $3.100 \text{ cm}^{-1}$ . Los filtros deben cambiarse automáticamente por el software cuando se cambia el láser en el programa. El usuario no debe hacer ninguna manipulación que no sea la mera selección del láser mediante el software.
- \* **Control de los láseres:** El sistema incluirá medios para la atenuación de la potencia del láser en, al menos, 12 etapas completamente automáticas bajo el control del software, la menor de las cuales debe ser de un 1% de la potencia nominal. El usuario debe ser capaz de definir la potencia real en muestra en mW. Además, seguirá y controlará la máxima potencia del láser. El equipo debe monitorizar las horas de utilización de este elemento y las almacenará en el propio elemento a fin de que si fuese utilizado en otro equipo, se contabilice el tiempo total.
- \* **Seguridad:** El equipo completo, debe ser un Sistema FDA certificado Clase I de modo que pueda operarse en cualquier ambiente sin necesidad de cuartos cerrados y dedicados, gafas protectoras, etc. La protección debe estar diseñada para permitir el

posicionamiento de la muestra en la pletina del microscopio moviendo la pletina en las direcciones x e y con las protecciones cerradas. El punto focal debe ser accesible también sin tener que abrir las protecciones de clase 1.

\* **Calibración:** Debe incorporar una fuente de Ne para la calibración del espectrógrafo en longitud de onda y un patrón de calibración para la calibración de referencia de la frecuencia del láser de excitación. Ambos patrones de calibración deben utilizarse en un proceso completamente automatizado y controlado por software. El equipo calibrará automáticamente todos los rangos espectrales del instrumento para cada combinación de láser, filtro y red de difracción. Esta calibración debe poderse realizar en diferentes intervalos temporales de modo que no sea necesaria la intervención del usuario.

\* **Corrección a la luz blanca:** Se incluirá una fuente de luz blanca para la corrección de la intensidad de la señal. Esta calibración debe ser automática y controlada por software.

\* **Automatización:** El equipo controlará, mediante el programa, el encendido / apagado del láser, potencia del láser en muestra, horas de trabajo, etc.

\* **Resolución:** El sistema debe ser capaz de proporcionar una resolución de  $2 \text{ cm}^{-1}$  (Anchura a media altura)

\* **Corrección de fondo:** Además de los pertinentes tratamientos espectrales, El programa debe tener la capacidad de caracterizar con exactitud la corriente oscura del detector CCD de modo que se pueda conseguir una excelente corrección de fondo para cualquier combinación de exposición y barridos. Se debe realizar de modo automático.

\* **Corrección de Fluorescencia:** El programa dispondrá de una corrección de fluorescencia que sea independiente de la longitud de onda de excitación. Debe tener la flexibilidad de aplicarse durante la medida Raman o después de ésta.

\* **Autoexposición:** El programa debe incluir una función de autoexposición que permita seleccionar automáticamente el tiempo y número de barridos a promediar para cualquier muestra.

\* **Algoritmo de búsqueda:** El programa debe ser capaz de generar sus bibliotecas espectrales a la resolución deseada y con un intervalo de, al menos,  $3700$  a  $100 \text{ cm}^{-1}$  de desviación Raman. La biblioteca inicial constará de varios espectros surtidos, a fin de poder empezar a trabajar.

### Espectrómetro de Infrarrojos por Transformada de Fourier

#### Especificaciones Técnicas del Equipo:

\* **Bancada óptica:** De aleación de aluminio, moldeada bajo presión, para minimizar las variaciones térmicas, que disponga de localizaciones fijas y prealineadas para los componentes ópticos, láser, fuente, detectores, espejos y accesorios de muestreo.

\* **Espejos:** Macizos, tallados en bloques de aluminio y con pulido especial. Deben quedar fijados a la bancada en posiciones prefijadas y deben poderse desmontar y montar por el propio usuario para su limpieza, manteniendo el alineamiento original.

\* **Compartimiento de Muestras Sellado y desecado:** El sistema deberá disponer, de un compartimiento de muestras sellado con ventanas transmisoras de KBr recubiertas de  $\text{CaF}_2$  para diferentes intervalos espectrales. Su interior deberá estar desecado. Las bandejas de desecante deben ser recargables y accesibles sin necesidad de abrir el espectrómetro. Éste tendrá una ventana con indicador de humedad. El

sistema podrá ir equipado, opcionalmente, con un sistema de purga externa. El compartimiento aceptará todos los accesorios estándar del mercado.

\* **Purga:** El sistema deberá incorporar todas las conexiones de purga interiores realizadas en tubería de polímero inerte. La entrada externa, opcional, dispondrá de medidor de flujo. Deberá tener accesos de purga independientes al interior de la bancada óptica, interior del compartimiento de muestras y accesorios.

\* **Interferómetro:** Tipo Michelson, de barrido rápido con espejos planos y de desplazamiento neumático por colchón de aire generado por el propio mecanismo interferométrico. No necesitará gas comprimido para su funcionamiento

\* **Detectores:** El equipo incorporará, además del detector estándar, un segundo detector de infrarrojo próximo para el control instantáneo de las contribuciones espectrales debidas a un exceso de vapor de agua en el ambiente y un tercer detector de intervalo Visible-NIR para el control de la energía a suministrar a la muestra.

\* **Fuentes de luz:** La fuente infrarroja será cerámica y refrigerada por aire para obtener una mayor rapidez de funcionamiento al alcanzar rápidamente el estado estacionario. Opcionalmente, dispondrá de una fuente Halógena para el trabajo en el rango NIR. Ambas fuentes deben ser accesibles desde el compartimiento de muestras sin necesidad de abrir la bancada óptica.

\* **Intervalo de ordenadas:** Entre el 0 - 100% T y 0 - 4 Abs.

\* **Convertidor Analógico-Digital:** de 24 bits reales

\* **Resolución Óptica:** deberá ser mejor de  $0.4 \text{ cm}^{-1}$ . Sin apodizar (Boxcar) con apertura motorizada en fuente.

\* **Velocidades de barrido del espejo móvil:** Al menos, deben estar comprendidas entre 0,30 cm/seg. y 1,3 cm/seg. Seleccionables por el usuario para acomodarse a las condiciones de medición.

\* **Relación Señal / Ruido:** Será, al menos, de **30.000:1 pico a pico** medida a  $4 \text{ cm}^{-1}$  de resolución con 60 segundos de muestra, en la región de  $2200\text{-}2100 \text{ cm}^{-1}$ , con apodización Beer Norton fuerte y sin purga.

\* **Barrido rápido:** deberá ser mayor de 40 Barridos / seg. a  $16 \text{ cm}^{-1}$ .

\* **Alineamiento:** Deberá llevar dos tipos de alineamiento: Alineamiento automático y Alineamiento digital dinámico continuo. Este último deberá ser realizado por bobinas electromagnéticas trabajando a 100 KHz.

\* **Precisión en Longitud de Onda:** deberá ser mejor de  $0,01 \text{ cm}^{-1}$  para cada punto de dato, medida a  $2.000 \text{ cm}^{-1}$  y controlada por el láser de referencia. No será susceptible de modificación por medidas de gases en el interior del equipo o por correcciones de software.

\* **Precisión en ordenadas:** deberá ser mejor del 0,1% de desviación medida a  $4 \text{ cm}^{-1}$  con film de poliestireno de 3 milésimas de pulgada.

\* **Divisor de Haz:** Dispondrá de uno estándar de Ge/ KBr Optimizado para infrarrojo medio. El rango espectral debe ser de  **$7.800\text{-}350 \text{ cm}^{-1}$** . Opcionalmente, podrá montar un divisor de rango extendido (XT-KBr) con un rango de  $11.000\text{-}375 \text{ cm}^{-1}$ .

\* **Validación:** El espectrómetro debe incluir una rueda motorizada para verificación de las prestaciones dicha rueda debe disponer de filtros de atenuación de haz, filtro de vidrio NG-11 para la linealidad del detector y película de poliestireno trazable al NIST de 1.5 MIL (38 micras). La rueda debe estar serializada y etiquetada con la fecha de caducidad de la misma.

\* **Garantía:** Garantía mínima UN AÑO

### Accesorio de Reflectancia Total Atenuada (ATR)

- \* **Cristal de ATR de Diamante:** con un año de garantía y con un rango espectral hasta los  $650 \text{ cm}^{-1}$ .
- \* **Cristales opcionales:** Diamante con rango extendido hasta  $350 \text{ cm}^{-1}$ ; Germanio, para materiales corrosivos y con alta concentración de negro de humo; ZnSe para geles, pastas y sólidos blandos. Cristal de diamante de tres reflexiones para líquidos y geles.
- \* **Disco opcional de Reflectancia:** Disco para medida de recubrimientos sobre metales para estudios de reflectancia.
- \* **Kit Opcional** para estudios de flujo y calentamiento (Estabilización térmica o calefacción).
- \* **La torre de presión:** Debe venir estándar con un mecanismo calibrado de presión para proporcionar resultados espectrales uniformes y consistentes. La torre de presión debe tener varias puntas intercambiables para acomodarse a diferentes tipos de muestras (películas, esferas, etc.)
- \* **Los discos de los cristales deben ser fácilmente reemplazables y prealineados.** El mecanismo de bloqueo debe retenerlos en su posición sin necesidad de tornillos o herramientas.

Se incluirá cubeta de líquidos desmontable con espaciadores diversos, Kit de prensa manual con soporte pastillas de 1, 3 y 7 mm, mortero de ágata de 35 mm de diámetro con su maza y envase 100 gr de BrK grado espectroscopia.

Cada equipo estará dotado de un sistema informático con especificaciones tales como:

Intel Pentium 4 @ 2.4 Ghz o mejor; 1Gb Mb memoria SDRAM o mejor; Disco duro de 160GB o mejor; 1 puerto serie o mejor; 1 puerto paralelo ECP/EPP y un puerto PS/2 compatible para teclado; 4 USB-2; Chipset gráfico integrado o mejor; Sonido: AC97 integrado; Disquetera y CD-RW-ROM 48X o mejor; Ratón y teclado. Monitor TFT 15" o mejor.

Se incluirá un software Windows XP Professional Edition y una impresora de chorro de tinta.

**CURSO DE ENTRENAMIENTO PARA EL TÉCNICO DEL EQUIPO.** Duración del curso de entrenamiento un máximo de tres (3) días laborables de forma continuada, en el lugar de instalación del equipo, después de la finalización de la instalación del mismo.