

# CARACTERIZACIÓN Y CALIBRACIÓN DE UN ESPECTROFOTÓMETRO DE REFERENCIA

(1) V. Jesiotr, M. Fernandez

INTI Física y Metrología, UT Luminotécnica, Laboratorio de Radiometría y Fotometría Básica

(1) vjesiotr@inti.gov.ar

## Introducción

El laboratorio de Radiometría y Fotometría de INTI Física y Metrología ha adquirido recientemente un espectrofotómetro UV/Vis/NIR Perkin Elmer Lambda 1050. Este espectrofotómetro de doble haz, doble monocromador, es un instrumento de alta performance cuyas características de resolución, repetibilidad y sensibilidad, permiten utilizarlo como instrumento de referencia en la caracterización de propiedades ópticas de materiales (como transmitancia, absorbancia, reflectancia), brindando trazabilidad en las mediciones de dichas propiedades. Para este fin se realizó una caracterización completa del instrumento, tanto en su escala de longitudes de onda, como en su escala fotométrica, pudiendo determinar las principales características del equipo, como ser la exactitud en longitud de onda, bandpass function, linealidad fotométrica, entre otras.

## Objetivo

Caracterizar y calibrar el espectrofotómetro de referencia del INTI, a fin de brindar servicios de medición de propiedades ópticas de materiales trazables a patrones nacionales.

## Descripción

El espectrofotómetro Perkin Elmer Lambda 1050, de doble haz, doble monocromador, tiene un rango en longitudes de onda que abarca desde 175 nm hasta 3300 nm, con una resolución de 0,05 nm en UV/Vis y 0,2 nm en NIR.

El sistema de detección se compone de un fotomultiplicador R6872 (rango UV/Vis), un detector InGaAs Peltier-cooled cubriendo el rango desde 860 nm hasta 1800 nm, y un detector PbS Peltier-cooled hasta 3300 nm.

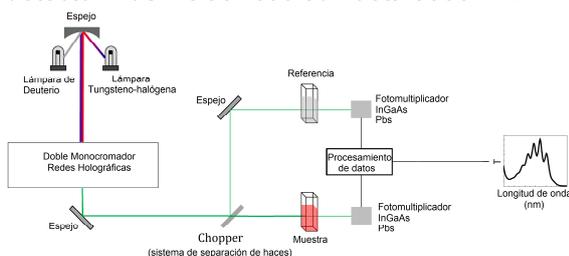


Figura 1: Esquema del espectrofotómetro de referencia

La calibración del instrumento implica la caracterización de su escala de longitudes de onda (exactitud, FWHM, bandpass function) y su escala fotométrica (linealidad, exactitud, stray light).

## Escala fotométrica

Para estudiar la linealidad de la escala fotométrica se aplicó el principio de superposición de haces. En un detector idealmente lineal debe verificarse que la señal producida por dos haces combinados es igual a la suma de las señales producidas por ambos haces individuales:  $M_{ab} = M_a + M_b$ .

En un detector real, esto no se cumple. Analizando las diferencias entre las mediciones se puede estudiar los efectos de no linealidad en los detectores y estimar su impacto en la incertidumbre de medición de transmitancia.

Para esto se utilizó un accesorio de doble apertura (DA). Además se midió la señal plena ( $M_{100}$ ) y la señal espuria ( $M_0$ ), a fin de corregir cada medición realizada con la DA, obteniendo valores de transmitancia ( $T$ ) normalizados y corregidos. Este procedimiento se repitió para distintos valores de transmitancia, atenuando el haz de muestra con diferentes filtros neutros, a fin de cubrir todo el rango fotométrico

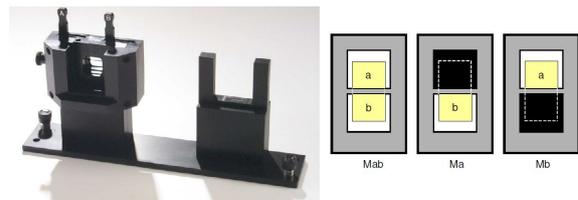


Figura 2: Sistema Doble Apertura.

## Escala de longitudes de onda

Para la caracterización de la escala de longitudes de onda se utilizaron lámparas espectrales tipo pencil lamp. Para distintos anchos de banda (0,1 nm y 1 nm) se midieron las líneas de emisión atómica de las lámparas (Hg (Ar), Kr, D) y se calculó el centro de gravedad (cg) de cada línea. Luego se comparó el valor obtenido con valores tabulados.



Figura 3: Lámpara espectrales pencil lamp.

Se midió bandpass function para distintos anchos de banda, analizándose sus características (simetría) y evaluando su aporte a la incertidumbre de medición.

También se calculó el valor efectivo de FWHM (full width half maximum) para cada ancho de banda.

En la figura 3 se observa las mediciones realizadas para la línea de emisión más intensa del mercurio, cercana a 253 nm. Los valores de energía están normalizados a fin de comparar los resultados obtenidos para distintos anchos de banda.

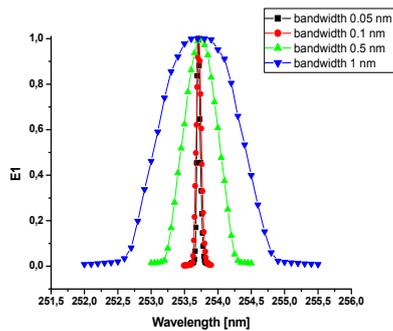


Figura 4: Bandpass function para distintos anchos de banda.

## Resultados

### Escala fotométrica

A partir de las mediciones realizadas con el accesorio de doble apertura (figura 5), se calcularon los valores de Tab-Ta-Tb. Luego se realizó la corrección de los mismos, y se estimó un intervalo de incertidumbre asociado (figura 7).

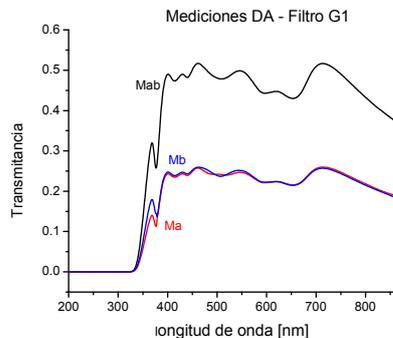


Figura 5: Mediciones DA filtro G1

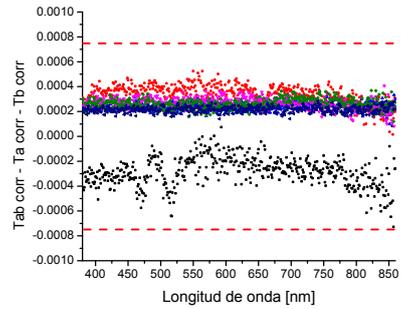


Figura 6: Tab-Ta-Tb corregidos

### Escala de longitudes de onda

Con los datos obtenidos a partir de la medición de los espectros de emisión de las pencil lamps, se realizó un ajuste lineal. Analizando los residuos de ese ajuste, se estimó un intervalo de incertidumbre.

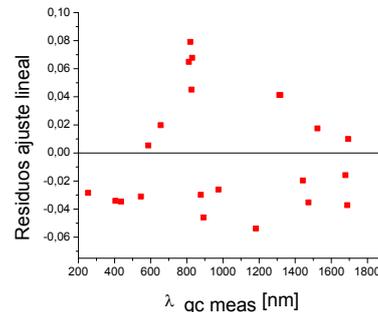


Figura 7: Residuos del ajuste. Ancho de banda 1 nm

## Conclusiones

Se caracterizó y calibró la escala de longitudes de onda logrando valores de incertidumbres entre 0,1 nm y 0,15 nm ( $k=2$ ). Se caracterizó y calibró la escala fotométrica, logrando valores de incertidumbre en Transmittancia espectral regular entre 0,0015 y 0,0024 ( $k=2$ )

### Pasos a seguir:

- Solicitar una evaluación de pares (Pair Review)
- Participar de una intercomparación en longitud de onda y transmitancia
- Declarar las nuevas capacidades de medición (CMC's) en el apéndice C del BIPM

## Bibliografía

- [1] K. D. Mielenz, "Physical Parameters in High-Accuracy Spectrophotometry", Journal of Research of the National Bureau of Standards- A. Physics and Chemistry Vol 76A, N° 5, September-October 1972.
- [2] C. J. Sansonetti, M. L. Salit, and J. Reader, "Wavelengths of spectral lines in mercury pencil lamps", Applied Optics / Vol. 35, No. 1, Jan 1996
- [3] Peter A. van Nijnatten, "Calibration of Neutral Density Glass Filters to produce Transmittance Standards", TNO Institute of Applied Physics, Netherlands.
- [4] Klaus D. Mielenz and Ken L. Eckerle, "Spectrophotometer Linearity Testing Using the Double Aperture Method", APPLIED OPTICS, Vol 11, N° 10, October 1972.
- [5] CIE Technical Report 214:2014 "Effect of Instrumental Bandpass Function and Measurement Interval on Spectral Quantities".