

PADRÕES DE CALIBRAÇÃO SECUNDÁRIOS PARA A REGIÃO DO ESPECTRO ULTRAVIOLETA E VISÍVEL

Certificado Número: 069089
Número do Conjunto: F 616
Número de Catálogo: UV100
Marca: Specsol
Data da Calibração: 04/03/2016
Próxima Calibração: 04/03/2018

Data de Emissão: 04/03/2016

1 – Descrição

Este conjunto de filtros sólidos compreende: 3 filtros de vidro de densidade neutra (NG) com absorvâncias nominais de 0,3/0,6/0,9 UA e destinam-se à calibração da escala de absorvância ou transmitância de espectrofotômetros; 1 filtro de vidro contendo em uma matriz de silicatos, o elemento lantanídeo holmio (Ho) e destina-se à calibração de monocromadores de espectrofotômetros.

Durante a calibração é recomendável primeiramente à utilização do filtro de holmio para verificação da escala de comprimento de onda (λ) e somente depois proceder às leituras dos filtros de vidro neutro (NG) para verificação das leituras de absorvância.

Os valores de absorvância dos filtros NG podem ser convertidos em transmitância utilizando a seguinte fórmula:

$$\%T = (10^{-A}) \times 100 \text{ onde } A \text{ é a absorvância certificada em um dado comprimento de onda.}$$

2 – Filtros de Absorvância

2.1 – Metodologia de Calibração Utilizada

As leituras de absorvâncias dos filtros de vidro neutro (NG) foram registradas em espectrofotômetro de alta resolução, número de série EL99093040, previamente calibrado com padrões NIST e usando procedimento de controle de desempenho do fabricante.

Os seguintes padrões NIST foram utilizados para calibrar o instrumento:

SRM 935a – “Crystalline Potassium Dichromate for Use as an Ultraviolet Absorbance Standard”

SRM 2065 – “UV-Visible-Near-Infrared Transmission Wavelength Vacuum Wavenumber Standard”

2.2 – Condições de Calibração e Leituras

Escala: Absorbância

Modo: Leitura simples pontual

Feixe: Duplo

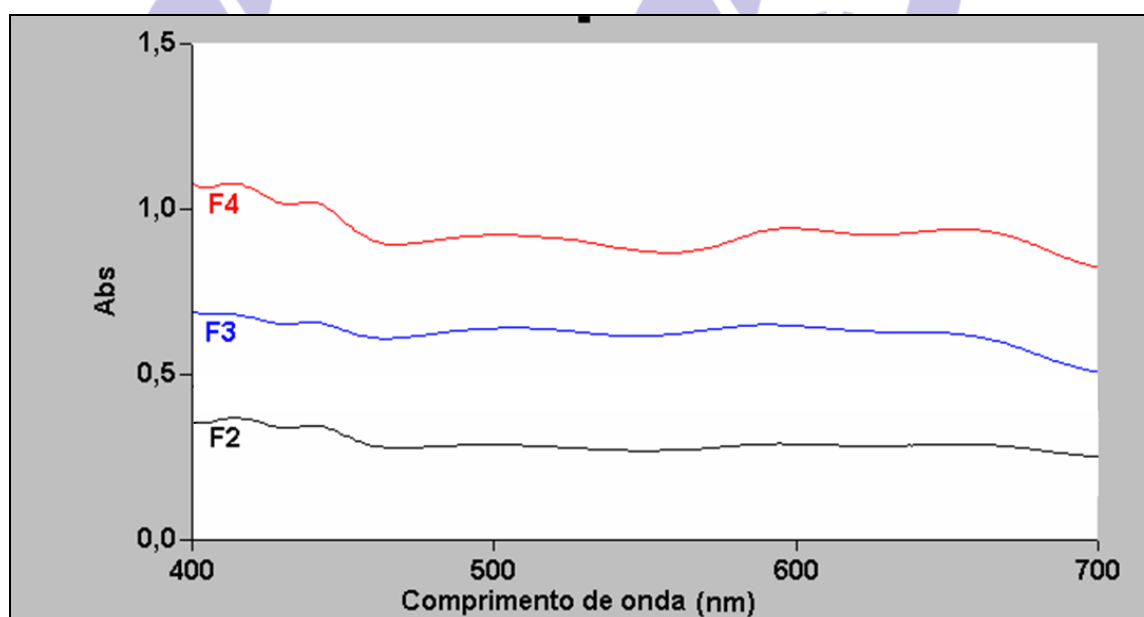
Slit: 1 nm a 2 nm

Zeragem: Ar utilizando Filtro F0

2.3 – Valores Certificados e Incertezas

Filtro	Absorbâncias nos seguintes comprimentos de onda à 25°C				
	440 nm	465 nm	546 nm	590 nm	635 nm
F2-616	0,345 +/- 0,005	0,288 +/- 0,005	0,282 +/- 0,005	0,299 +/- 0,005	0,297 +/- 0,005
F3-616	0,688 +/- 0,007	0,575 +/- 0,007	0,561 +/- 0,007	0,607 +/- 0,007	0,614 +/- 0,007
F4-616	1,027 +/- 0,009	0,882 +/- 0,009	0,864 +/- 0,009	0,929 +/- 0,009	0,913 +/- 0,009

As incertezas expandidas (U) declaradas para intervalo de confiança de 95% correspondem à soma das incertezas dos padrões primários NIST, reprodutibilidade das medidas e erros sistemáticos do instrumento.



Espectro Típico dos Filtros SpecSol para Absorbância no Visível

3 – Filtro de Comprimento de Onda

3.1 – Metodologia Calibração Utilizada

As leituras de comprimento de onda (λ) do filtro de holmio foram registradas em espectrofotômetro de alta resolução, número de série EL99093040, previamente calibrado com padrão NIST e usando procedimento de controle de desempenho do fabricante.

O seguinte padrão NIST foi utilizado para calibrar o instrumento:

SRM 2065 – “UV-Visible-Near-Infrared Transmission Wavelength Vacuum Wavenumber Standard”

3.2 – Condições de Calibração e Leituras

Escala: Transmitância

Modo: Varredura

Feixe: Duplo

Slit: 1 nm a 2 nm

Zeragem: Ar utilizando Filtro F0

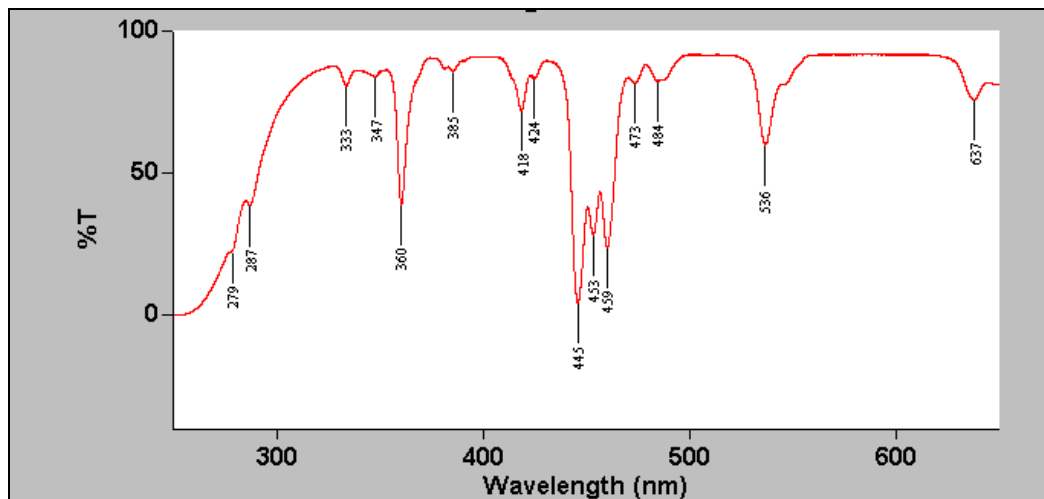
Velocidade: 30 nm/min

Intervalo: 0,02 nm

3.3 – Valores Certificados e Incertezas

Filtro de Holmio F1-616				
Comprimento de Onda (nm) à 25°C				
279 nm	287 nm	333 nm	347 nm	361 nm
278,70 \pm 0,30	286,94 \pm 0,30	333,66 \pm 0,30	347,56 \pm 0,30	360,26 \pm 0,30
Comprimento de Onda (nm) à 25°C				
385 nm	418 nm	424 nm	445 nm	454 nm
385,48 \pm 0,30	418,42 \pm 0,30	424,48 \pm 0,30	445,70 \pm 0,30	453,16 \pm 0,30
Comprimento de Onda (nm) à 25°C				
460 nm	473 nm	484 nm	536 nm	637 nm
459,94 \pm 0,30	473,52 \pm 0,30	484,34 \pm 0,30	536,38 \pm 0,30	637,10 \pm 0,30

As incertezas expandidas (U) declaradas para intervalo de confiança de 95% correspondem à soma das incertezas dos padrões primários NIST, reprodutibilidade das medidas e erros sistemáticos do instrumento.



Espectro Típico do Filtro de Holmio SpecSol®

Importante: Este relatório se refere somente ao número de lote/série identificado nos filtros

4 – Aprovação

Data de aprovação: 04/03/2016

Elaborado por: Gislaíne Rodrigues da Cruz – Técnica Assistente – CRQ 04474649 – 4ª Região

Aprovado por: Msc. Nilton Pereira Alves – Responsável Técnico - CRQ 04428809 – 4ª Região

Páginas: 4/7

RECOMENDAÇÕES: **FILTROS SECUNDÁRIOS SPECSOL PARA A REGIÃO DO ESPECTRO** **ULTRAVIOLETA E VISÍVEL**

Descrição: Para atender várias normas e padronizações como as Boas Práticas de Laboratório (GLP), ISO17025 e ISO9000-9004, o desempenho dos espectrofotômetros devem ser checados em intervalos regulares.

Este conjunto de filtros secundários permite checar a acuracidade de espectrofotômetros com respeito a:

- Ordenadas (absorbância) no intervalo do espectro visível nos comprimentos de onda 440 nm, 546 nm, 590 nm, 635 nm e 720 nm.

- Abscissa (comprimento de onda) na região do espectro visível no intervalo de comprimentos de onda de 270 nm à 640 nm.

Este conjunto se compõe de 4 filtros de vidro montados em suporte plástico. São apropriados para uso em adaptadores de células de 10 mm de espectrofotômetros. Também acompanha um suporte vazio, todos acondicionados em um estojo de nylon preto.

No conjunto, três filtros são de vidro neutro (NG) que são usados para checagem da acuracidade de absorbância e também possui um filtro de vidro contendo óxido de holmio para acuracidade de comprimento de onda. Para propósitos de identificação o número do conjunto é gravado em cada filtro. Os valores de absorbância e posições de comprimento de onda dos picos de cada filtro são informados no certificado de calibração que acompanha.

1) Filtros de Vidro Neutro (NG)

Estes filtros identificados como F2, F3 e F4 são de vidro neutro (NG). Estes vidros foram selecionados devido a suas homogeneidades e estabilidade e também por fornecerem valores de transmissão uniformes no espectro visível.

As espessuras dos filtros de vidro tem sido selecionadas para prover absorbâncias nominais de 0,3UA , 0,6 UA e 0,9UA.

A influência da temperatura nos valores de absorbância é muito pequena (-0,0003 UA/K) e a influência da largura espectral do feixe (bandwidth ou slit) é de +/-0,0005 UA no intervalo de 0,5 a 4 nm.

2) Filtro de Vidro de Óxido de Holmio

O filtro ligeiramente amarelo identificado como F1 é feito de vidro de sílica contendo óxido de holmio (Ho₂O₃).

Assim como outros elementos terras raras, o holmio exibe um grande número de picos de absorção de luz finos no espectro UV e visível.

Devido que a exata posição dos picos do filtro de holmio variam ligeiramente com os lotes, estes filtros são calibrados individualmente.

A influência da temperatura na posição dos picos é negligenciável no intervalo de 20°C a 30 °C. A influência da largura espectral do feixe (slit) também é negligenciável no intervalo de 1 nm a 2 nm.

Quando for realizada a varredura deste filtro os parâmetros do espectrofotômetro devem ser selecionados com cuidado, uma vez que se estiverem incorretos poderão ocasionar distorções na curva de absorção de luz e assim acarretar em desvios nos valores certificados das posições dos picos.

Nota referente ao filtro de vidro de óxido de holmio (F1)

Este filtro tende a formar um filme na superfície sobre condições ambientais normais. Este é um fenômeno que também ocorre na superfície de outros vidros e esta relacionado com a composição do vidro. Não há nenhuma indicação, que o filme tem alguma influência nas medidas. Neste caso com o filme sobre o vidro, o que ocorre é um espalhamento de luz, mas nenhum desvio da posição do pico é esperada.

O filme pode ser removido facilmente com um tecido macio umedecido com etanol.

3) Manuseio dos Filtros

Os filtros devem ser tratados com especial cuidado, do contrário podem perder a validade. Sujeira, riscos, etc... na superfície ótica pode facilmente introduzir erros substanciais.

Observe as seguintes regras quando manusear os filtros de calibração:

- Tomar especial cuidado em não tocar ou riscar a superfície ótica quando inserir o filtro no suporte da célula no espectrofotômetro.
- Não usar os filtros em atmosferas corrosivas e poeirentas
- Após o uso, não deixar os filtros em cima da bancada do laboratório, mas retornar imediatamente ao estojo de armazenagem.
- Sempre manter o estojo fechado e em lugar seguro, onde não ocorra o risco de acúmulo de poeira.
- Não limpar as superfícies óticas dos filtros a menos que seja absolutamente essencial. Se necessitar limpar as superfícies óticas, para remover digitais por exemplo, faça com um lenço macio, que não produza fibras, umedecido com etanol.
- Guarde o certificado de calibração em um lugar seguro.

4) Verificação da acuracidade de absorvância e comprimento de onda do espectrofotômetro.

Procedimento Preliminar (Variável de acordo com o tipo de espectrofotômetro):

- 1) Ligue o espectrofotômetro e deixe aquecê-lo por 30 minutos.
- 2) Instale o adaptador de célula de 10 mm no compartimento de amostra. Somente use adaptador padrão, para prover a melhor posição para as leituras dos filtros.
- 3) Ajuste o monocromador para 500 nm e faça o auto zero do aparelho.
- 4) Checar o posicionamento correto do feixe de luz como segue:
 - a) Inserir o filtro vazio (F0) no adaptador da célula, sempre orientado com o feixe de luz passando pela região vazada.
 - b) Se isso não ocorrer, o filtro deverá parcialmente obstruir o feixe de luz e nenhuma leitura deverá ser obtida no visor do espectrofotômetro.
 - c) Ajuste a posição vertical do adaptador de célula para que o feixe de luz passe através da abertura.
 - d) Se o feixe de luz bater no lado da abertura, use o parafuso de ajuste horizontal do adaptador de célula para posicionar corretamente o feixe.
 - e) Quando o filtro (F0) é posicionado corretamente no espectrofotômetro o visor deverá ler 0,000 de absorvância.

5) Checagem de Comprimento de Onda

Após completar o procedimento preliminar continue como segue (Variável de acordo com o tipo de espectrofotômetro):

- 1) Selecione o modo de varredura (scan) no aparelho de acordo com o manual do fabricante.
- 2) Ajuste os seguintes parâmetros para os valores indicados:

Modo: varredura
Escala: Transmitância
Slit: 1 nm ou 2 nm (para espectrofotômetros com slit variável)
Velocidade: baixa, tipicamente 30nm/min
Tempo de resposta: 0,2 s
Faixa de varredura: 250 a 650 nm
Intervalo de dados: 0,1 nm ou menor

Outros parâmetros podem permanecer nos valores padrões (default)

- 3) Faça uma corrida de correção de background com ar.

Páginas: 6/7

- 4) Insira o Filtro de Holmio (F1) no adaptador.
- 5) Inicie a varredura
- 6) Use um procedimento de detecção dos vales, de acordo com manual do equipamento, para determinar o comprimento de onda de cada vale listado no certificado de calibração
- 7) Comparar as leituras obtidas com os valores certificados. Se dois conjuntos de leituras desviarem mais que o tolerado pelo cliente, enviar o equipamento para manutenção que deverá realizar os devidos ajustes.

6) Checagem da Acuracidade Absorbância

Após completar o procedimento preliminar continue como segue (Variável de acordo com o tipo de espectrofotômetro):

- 1) Selecione um determinado comprimento de onda no espectrofotômetro, conforme identificado no certificado e de acordo com o manual do aparelho.
- 2) Ajuste os seguintes parâmetros do espectrofotômetro para indicar os valores:
Escala: Absorbância
Modo: Leitura pontual simples
Slit: 1 nm ou 2 nm
Tempo de resposta: Rápida (tipicamente 2 s)
Outros parâmetros podem permanecerem em seus valores padrões (default)
- 3) Zere o espectrofotômetro com Ar
- 4) Insira o filtro desejado no adaptador da célula com os números de identificações F2, F3 e F4.
- 5) Inicie a leitura de absorbância no comprimento de onda desejado e repita o procedimento para cada um dos comprimentos de onda certificados.
- 6) Compare as leituras obtidas com os valores certificados. Se dois conjuntos de leituras desviarem mais que os valores toleráveis pelo cliente, o aparelho deverá ser enviado para manutenção para que sejam feitos os devidos ajustes.

7) Informações Gerais

A acuracidade de comprimento de onda e absorbância de um espectrofotômetro são dois parâmetros importantes para obtenção de leituras precisas. Outros fatores importantes incluem a estabilidade de zeragem, estabilidade de linha base (baseline flatness), luz expúria (stray light) e acuracidade da largura de fenda (slit).

Estes parâmetros adicionais devem ser verificados de tempos em tempos usando procedimentos adequados (ver manual do aparelho que cobre estes tópicos). As acuracidades das leituras de comprimento de onda e absorbância dependem em parte da integridade destes parâmetros adicionais.

Como definido por padrões internacionais, o padrão de calibração é designado para inspeção, medição e teste de equipamentos e dispositivos que devem ser recalibrados em certos intervalos.

Os intervalos para recalibração dos filtros dependem da frequência de uso e os critérios de aceitação dos equipamentos que fazem uso destes filtros devem ser fixados pelo cliente.

Nós recomendamos que o conjunto de filtros sejam recalibrados após 24 meses da última calibração.

Filtros ou conjuntos enviados para nós são limpos e calibrados. Eles retornam com um novo certificado. Nós nos reservamos o direito de substituir filtros danificados, especialmente quando mostram desvios significativos dos valores nominais.