

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

Certificado Número: 125392
Número do Conjunto: F4-1097
Número de Catálogo: UVABS108
Marca: Specsol
Data da Calibração: 13/07/2022
Próxima Calibração: 13/07/2024

Data de Emissão: 13/07/2022

1 - Descrição

Este padrão ótico contém um filtro de sílica metalizado, com absorvância nominal de 0,9 UA e destina-se à calibração da escala de absorvância ou transmitância de espectrofotômetros na faixa do espectro ultravioleta.

2 - Informações de Calibração

As leituras de absorvância do filtro de sílica metalizado foram registradas em espectrofotômetro de alta resolução Varian Cary 100, número de série EL99093040, certificado de calibração RBC LV04910-08347-19-RO, calibrado com padrões NIST e usando procedimento de controle de desempenho do fabricante.

Os valores certificados deste conjunto de filtro são rastreados aos padrões do National Institute of Standards and Technology (NIST-USA).

SRM 931h – “Liquid Absorbance Standard for Ultraviolet and Visible Spectrophotometry”
SRM 2034 – “Holmium Oxide Solution Wavelength Standard from 240 nm to 650 nm”

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 para verificação da absorvância.

Os valores de absorvância do filtro de vidro neutro podem ser convertidos em transmitância utilizando a seguinte fórmula:

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

3 – Filtro de Absorbância

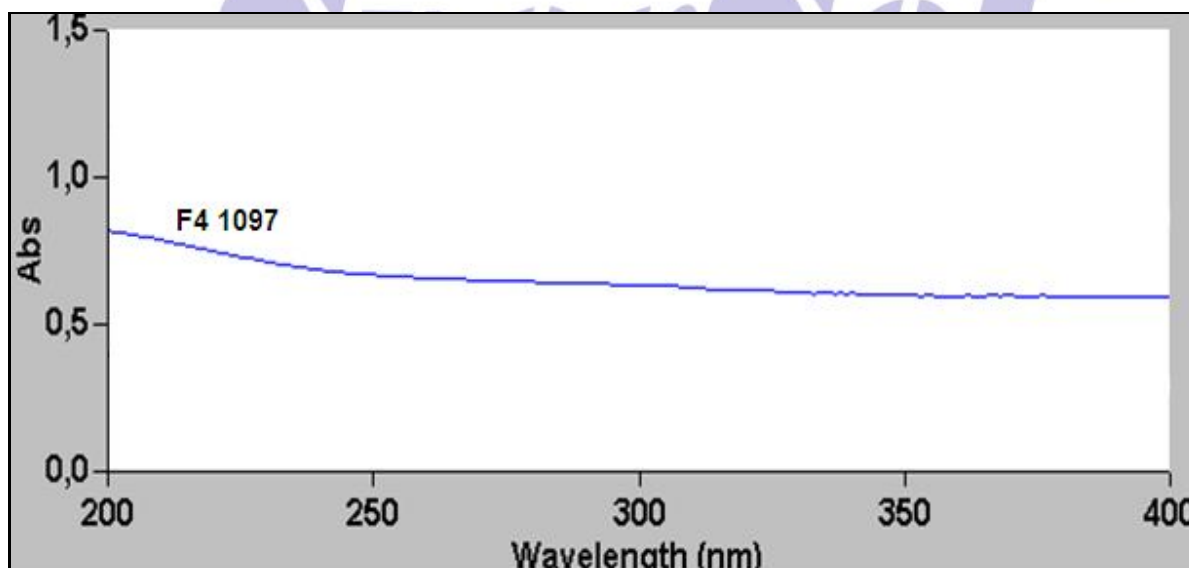
3.1 – Condições de Calibração e Leituras

Escala: Absorbância
Feixe: Duplo
Slit: 1 nm a 2 nm
Zeragem: Ar
Modo: Leitura simples pontual

3.2 – Valores Certificados e Incertezas

| Filtro | Absorbâncias nos seguintes comprimentos de onda à 25°C | | | | |
|---------|--|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|
| | 200 nm | 250 nm | 300 nm | 350 nm | 400 nm |
| F4-1097 | 1,164 \pm 0,009 | 0,975 \pm 0,009 | 0,883 \pm 0,009 | 0,842 \pm 0,009 | 0,841 \pm 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 do filtro SpecSol UVABS108 para absorbância no ultravioleta

Importante: Este relatório se refere somente ao número de lote/série identificado no filtro

4 – Aprovação

Data de aprovação: 13/07/2022

Elaborado por: Samara Minussi Rodrigues – Técnica Assistente
CRQ 044102063 – 4ª Região

Samara Minussi Rodrigues

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

Nilton P. A. Granado

FILTROS SECUNDÁRIOS SPECSOL PARA A REGIÃO DO ESPECTRO UV-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 filtro secundário permite checar a acuracidade de espectrofotômetros com respeito a:

- Absorbância no intervalo do espectro ultravioleta nos comprimentos de onda 200 nm, 250 nm, 300 nm, 350 nm e 400 nm.

É constituído de 1 filtro montado em um suporte de plástico. É apropriado para uso em adaptadores de células de 10 mm de espectrofotômetros.

Foi produzido com filtro de sílica com deposição de filme metálico, apresentando densidade neutra, sendo utilizado para checagem da acuracidade de absorbância. Para propósitos de identificação o número do lote é gravado no filtro. Os valores de absorbância e posições de comprimento de onda são informados no certificado de calibração que o acompanha.

1) Filtros de Sílica Metalizado

Este filtro foi produzido pela deposição de um filme metálico sobre um substrato de sílica, que é transparente a luz ultravioleta.

A espessura do filme metálico foi selecionada para prover absorbâncias nominais de 0,9 UA.

A influência da temperatura nas absorbâncias 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.

2) 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 adaptador da célula do 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.
- Se for esfregado o filtro de sílica metalizado pode soltar o metal depositado.
- Guardar o certificado de calibração em um lugar seguro.

3) Verificação da acuracidade de absorbância 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 adaptadores padrões, 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 absorbância.

4) 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:
Modo: Leitura simples pontual
Escala: Absorbância
Slit: 1 nm ou 2 nm
Tempo de resposta: Rápida (tipicamente 2 s)
Outros parâmetros podem permanecer em seus valores padrões (default)
- 3) Zere o espectrofotômetro com Ar
- 4) Insira o filtro desejado no adaptador da célula.
- 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.

5) 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.