

Calibração no Laboratório Primário de Fotometria no IPQ

O. Pellegrino

Laboratório Central de Metrologia, Instituto Português da Qualidade
Rua António Gão 2, 2829 – 519 Caparica, Portugal; e-mail: opellegrino@mail.ipq.pt

Resumo

Desde Dezembro de 2005, existem no Laboratório de Fotometria do IPQ (Instituto Português da Qualidade) os meios para que este Laboratório seja um Laboratório Primário em Fotometria. Nesta comunicação, estão descritos os serviços de calibração que pensamos desenvolver a partir destes novos equipamentos. No domínio da Fotometria, existe um banco óptico com 4 metros de comprimento, cuja leitura das distâncias se efectua com um codificador digital tendo uma precisão de $\pm 5 \mu\text{m}$, uma fonte de alimentação estabilizada de classe 10^{-5} , um fotodetector da LMT, com um filtro $V(\lambda)$, calibrado no Laboratório Primário de Fotometria do BNM-LNE. Dois conjuntos de 3 lâmpadas-padrão, calibradas no Laboratório Primário de Fotometria do BNM-LNE: Wi 41 G da Osram e LIS 175 325 da Polaron são as lâmpadas-padrão do nosso laboratório. As calibrações das lâmpadas e fotodetectores podem ser efectuadas com grupos de 3 lâmpadas de trabalho da Oriel para as seguintes gamas de potências: 50 W, 250 W e 1000 W. Um colorímetro CL-200 da Minolta-Konica permite-nos determinar as condições de funcionamento de lâmpadas reguladas sobre o iluminante A. Lâmpadas com valores de intensidades luminosas no intervalo [1 cd; 2000 cd] e luxímetros de iluminâncias no intervalo [1 lx; 1500 lx] podem também ser calibrados. No domínio da Espectrofotometria, o serviço de calibração é baseado sobre um espectrofotómetro Lambda 950 da Perkin Elmer e um espectrofotómetro Cary 5E da Varian assim como padrões de factores de transmissão e de comprimento de onda. Os espectrofotómetros funcionam por iluminação monocromática, através de um monocromador duplo. Os sistemas de iluminação e de detecção permitem analisar uma gama de 8 unidades de densidade óptica no intervalo [175 nm; 3300 nm]. Os padrões de factores de transmissão são filtros de densidade neutra e os padrões de comprimentos de onda são cristais Crone, calibrados nos departamentos de espectrofotometria primária do BNM-LNE et do NPL.

Fotometria

De acordo com a lei de Bouguer-Lambert, o quociente da intensidade luminosa, I , duma fonte sobre o quadrado da distância, D , é constante e igual ao quociente do fluxo luminoso, Φ , sobre a superfície iluminada, S .

Esta constante é a iluminância, $E = \frac{\Phi}{S} = \frac{I}{D^2}$

O instrumento de medição de iluminância é, na prática, um sensor fotoeléctrico cuja resposta, J , é proporcional à iluminância, i.e. $J = s.E$, onde s é sensibilidade que é conhecida pela calibração do sensor.

Portanto, é possível deduzir a intensidade luminosa de uma lâmpada colocando um sensor fotoeléctrico calibrado, a uma dada distâncias. Também é possível calibrar um luxímetro, se o sensor fotoeléctrico fornecer directamente o valor da iluminância, colocando-o a dadas distâncias de uma lâmpada de intensidade luminosa conhecida e comparando o valor fornecido da iluminância com o valor esperado pela definição.

Portanto, a calibração de lâmpadas em intensidade luminosa e de fotodetectores necessita da realização duma direcção medição da fonte luminosa, de medição das distâncias entre fonte e sensor, das características da resposta do sensor calibrado, das características eléctricas das fontes utilizadas e medição da temperatura como grandeza de influências dos instrumentos de medição como o sensor fotoeléctrico [1].

Sobre um banco óptico de 4 metros de comprimento equipado com dois carrinhos que suportam ou a lâmpada ou o sensor, um sistema de leitura das distâncias efectua-se por meio dum codificador digital. Define-se o plano vertical como sendo o plano que inclui o filamento da lâmpada. Este plano é o plano de referência das distâncias. A direcção de definição da intensidade luminosa é a perpendicular a este plano. A afinação da posição da lâmpada pode-se efectuar através de suportes ajustáveis em altura, em translação longitudinal e transversal e em rotação em torno

dos eixos horizontal e vertical incluídos no plano vertical do filamento. Este plano é materializado por um feixe laser de posicionamento previamente regulado perpendicularmente ao eixo do banco óptico paralelo com o eixo do telescópio de alinhamento. O acerto final e mais fino do filamento da lâmpada em relação ao fotómetro efectua-se com o referido telescópio. A perpendicularidade do plano de referência e do eixo do banco óptico foi obtida opticamente e apresenta uma incerteza de $\pm 30'$. Uma dispersão dos valores sobre os valores das distâncias permitiu apresentar uma incerteza associada de $\pm 50 \mu\text{m}$.

A alimentação eléctrica é assegurada por uma fonte estabilizada de corrente da sociedade Bouhnik, de classe 10^{-5} com uma estabilidade de 10 ppm. A esta está associada a uma resistência padrão eléctrica de valor $R = 33,868 \text{ m}\Omega \pm 5 \mu\Omega$ e estabilizada em temperatura com um coeficiente de 10 ppm.

Um fotodetector P 15 F0T da LMT, com um filtro $V(\lambda)$, estabilização termoestática, foi calibrado no Laboratório Primário de Fotometria do BNM-LNE em Paris e apresenta um valor de sensibilidade $s_0 = 51,12 \text{ nA/lx}$, uma deriva no tempo de $0,1 \text{ \%}/\text{h}$ e uma deriva térmica de $0,01 \text{ \%}/\text{K}$. Um conjunto de 3 lâmpadas-padrão foi também calibrado no Laboratório Primário de Fotometria do BNM-LNE e são do tipo Wi 41 G da Osram.

Lâmpadas de trabalho da Oriel nas gamas de potências de 50 W, 250 W e 1000 W foram estudadas com um colorímetro CL-200 da Minolta-Konica com o intuito de determinar as suas condições de funcionamento. Após as ter feito envelhecer, encontram-se as condições de alimentação das lâmpadas para que emitam na temperatura de cor pretendida, aqui a do iluminante A. A incerteza associada à temperatura de cor é de $\pm 5 \text{ K}$.



Figura 1 – Banco óptico do Laboratório de Fotometria do LCM - IPQ.

Dois multímetros de $6 + \frac{1}{2}$ dígitos da Agilent permitem dirigir as tensões de alimentação da lâmpada, as tensões nos contactos eléctricos das

lâmpadas assim como os valores da resposta do fotodetector para um ficheiro Excel. Com uma macro neste ambiente de programação, consegue-se efectuar as seguintes operações constituindo uma medição de uma lâmpada. 10 aquisições sucessivas da corrente de alimentação da lâmpada, 10 aquisições sucessivas da tensão nos contactos eléctricos da lâmpada, 10 aquisições sucessivas da resposta do fotodetector (medição), 10 aquisições sucessivas da resposta do fotodetector com a lâmpada tapada (zero), 10 aquisições sucessivas da tensão nos contactos eléctricos da lâmpada, 10 aquisições sucessivas da resposta do fotodetector (medição), 10 aquisições sucessivas da resposta do fotodetector com a lâmpada tapada (zero), 10 aquisições sucessivas da resposta do fotodetector (medição) e 10 aquisições sucessivas da tensão nos contactos eléctricos da lâmpada. O tratamento estatístico destas informações dá as duas grandezas características da medição que são a tensão nos contactos eléctricos da lâmpada e a resposta do fotodetector, assim como a corrente de alimentação que é um parâmetro de controlo da experiência.

A calibração dum equipamento consiste então a efectuar as operações precedentes numa ordem determinada. Por exemplo aa calibração das lâmpadas A e B, efectua-se a *série ida*: medição de 1, A, B e 2 e, logo a seguir, a *série volta*: medição de 2, B, A e 1, onde 1 e 2 são lâmpadas padrão ou lâmpadas de trabalho do LFR. A comparação dos valores das respostas do fotodetector às diferentes lâmpadas dá os valores correspondentes da intensidade.

Quando consideramos unicamente os componentes de incertezas evocados até agora, i.e. os associados ao fotómetro e a cadeia de medição, a incerteza é da ordem de 0,2 %. No entanto, adicionando a incerteza associada à realização da candela, obtem-se uma incerteza total na ordem dos 0,4 % [2], ao nível $k = 1$.

Com os equipamentos disponíveis no Laboratório, pode-se efectuar calibrações de lâmpadas nos valores de intensidades luminosas no intervalo [1 cd; 2 000 cd] e luxímetros de iluminâncias no intervalo [1 lx; 1 500 lx] podem também ser calibrados.

Espectrofotometria

Uma maneira de caracterizar uma amostra é a submeter ao fluxo duma radiação λ , $\Phi_i(\lambda)$. A espectrofotometria consiste em medir os fluxos reflectidos e transmitidos dessa amostra, $\Phi_r(\lambda)$ e $\Phi_t(\lambda)$, respectivamente a fim de apresentar os respectivos factores de reflexão e transmissão: $R = \Phi_r(\lambda)/\Phi_i(\lambda)$ e $T = \Phi_t(\lambda)/\Phi_i(\lambda)$. O objectivo

da calibração dos espectrofotómetros é determinar a relação entre a leitura de T ou (R) e o “verdadeiro” T ou (R) e determinar a relação entre a leitura de λ e ou “verdadeiro” λ , efectuada em qualquer configuração do equipamento.

A distinção entre a transmissão regular e transmissão difusa assim como a reflexão regular (especular) e reflexão difusa salienta desde já a importância da geometria do dispositivo experimental por verificação ou não das leis da óptica geométrica. Esta distinção deve também lembrar que existem amostras que apresentam propriedades regulares e difusas. Existem também amostras transmissoras que reflectem uma fracção de irradiação. Por outro lado, os comprimentos de onda das radiações geralmente considerados são entre 200 nm e 2600 nm, por serem absorvidas pelo ar ou por serem influenciados pelas radiações dos componentes do próprio espectrofotómetro. Nota-se também que o factor de absorção, $A = 1 - R - T$, é a proporção de radiação absorvida pela amostra e que não pode ser confundido com o coeficiente de absorção

$$K = -\frac{1}{L} \ln(T), \text{ que é o quociente do logaritmo}$$

neperiano do inverso do factor de transmissão duma camada da amostra pelo comprimento atravessado pela radiação [3]. A densidade óptica por transmissão é expressa pela relação: $D = -\log_{10}(T)$.

A fim de estudar o comportamento das amostras em função do comprimento de onda da radiação, a configuração do espectrofotómetro, como os demais que existem no LFR, tem uma fonte de radiação, um sistema dispersivo da radiação, a amostra e o detector.

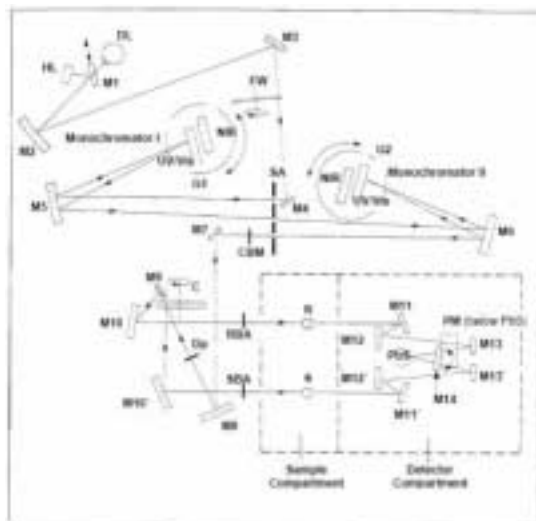


Figura 2 – Esquema do Espectrofotómetro Lambda 950 da Perkin Elmer instalado no Laboratório de Espectrofotometria do LCM - IPQ.

Os espectrofómetro do Laboratório de Espectrofotometria são um Cary 5E da Varian e um Lambda 950 da Perkin Elmer. A fonte de luz pode ser uma lâmpada de quartz tungsténio de halogénio, para emitir do parte do visível e do próximo Infravermelho. Uma lâmpada de Xe ou de deutério permite emitir radiações na parte UV do espectro. O sistema dispersivo é hoje em dia uma rede de difracção. Os espectrofotómetros do LFR utilizam um duplo monocromador a fim de reduzir as radiações parasitas dentro do equipamento. Para a análise em transmissão regular, a amostra está encerrada numa caixa compacta, o que limita as radiações parasitas e mantém uma atmosfera controlada. Para amostras difusas, uma esfera integrante permite recuperar a totalidade dos fluxos emitidos à saída da amostra. As análises de radiações ultravioletas e visíveis são efectuadas com um fotomultiplicador de multialcali – quartz enquanto as radiações do próximo infravermelho são analisadas com um fotodetector de PbS.

A configuração de duplo feixe é utilizada em cada equipamento. À saída do monocromador, o feixe é dividido numa parte para a amostra e numa outra para um outro detector, que serve de feixe de referência. Esta configuração permite reduzir os desvios da fonte de radiação e do detector. De facto, ao assumir que o factor de transmissão é igual ao quociente do fluxo à saída da amostra sobre o do feixe de referência comete-se um erro porque as eficiências das ópticas dos dois feixes nunca são rigorosamente iguais. É portanto necessário ter uma boa metodologia de medição ou efectuar uma estimativa desta aproximação. Por exemplo, a medição dos sinais nos detectores sem os feixes para serem deduzidos aos sinais com os feixes é uma prática recomendável.

No Laboratório de Espectrofotometria do LFR, determina-se a relação entre a leitura de λ e o “verdadeiro” λ através das riscas de emissão duma lâmpada de descarga ou das bandas finas de absorção dum padrão de comprimento de onda. Tendo em conta a incerteza dos próprios equipamentos e as incertezas desses padrões, as incertezas associadas totais são de 0,1 nm na gama das radiações ultravioletas-visíveis. Nota-se que esses padrões podem também ser utilizados como padrões de transferência de largura de banda espectral [4] e são calibrados no NPL e no BNM-LNE.

A determinação da relação entre a leitura do factor de transmissão (ou de reflexão) e ou valor “verdadeiro” supõe que a resposta do instrumento é linear. Esta linearidade depende da magnitude dos fluxos, das características dos

detectores com as electrónicas , das propriedades espectrais e geométricas das radiações. No Laboratório de Espectrofotometria, esta calibração é efectuada com filtros de transmissão para diferentes gamas de densidade óptica por transmissão, filtros que são também calibrados no NPL e no BNM-LNE. Os valores de incerteza totais sobre as densidades ópticas por transmissão, tendo em conta as contribuições dos equipamentos e dos padrões são de 0,5 %. Esta calibração deve ser efectuada após a calibração em comprimento de onda e a determinação do nível de luz difusa.

As transferências dos valores de calibração dum material de referência devem ser efectuadas nas mesmas condições experimentais de temperatura, iluminação experimental, geometria, largura de banda espectral, tamanho e posição do feixe na amostra.

Referências

- [1] J. Bastié, "La Photométrie photoélectrique à l'Institut National de Métrologie du Conservatoire National des Arts et Métiers", "Bulletin BNM", mai 1974.
- [2] A. Corróns, "Realizations of the Basic Unity of Photometry based on Absolute Radiometers", "CIE Symposium '99 "75 years of CIE Photometry", 1999.
- [3] Norma Portuguesa NP 2626-845, "Vocabulário Electrotécnico Internacional, Capítulo 845: Iluminação", 1994.
- [4] O. D. D. Soares, J. L. Costa
"Spectrophotometers intercomparison for spectrophotometric scale harmonization", Review of Scientific Instruments, Vol. 70, N°12, 4471, 1999.