

UV / VIS Spektralphotometer

Kalibrieranleitung



Allgemeine Hinweise

Allgemeine Handhabungshinweise für das Glasfilter-Set

Die vorliegenden Glasfilter sind mit Metallionen bzw. seltenen Erden dotierte Gläser, die spannungsfrei in schwarze Kunststoff-Rahmen montiert werden. Sie sind so konstruiert, dass sie in jedes Spektralphotometer mit einem Halter für Standardküvetten mit 10 mm Schichtdicke passen. Zur eindeutigen Identifizierung sind auf jedem Filterrahmen der Filtertyp und seine Seriennummer eingraviert. Die für den jeweiligen Filter ermittelten Werte der Absorption bzw. der Peaklagen können dem dazugehörigen Kalibrierschein entnommen werden. Achten Sie bitte darauf, die Glasflächen der Filter nicht zu berühren. Schmutz und Staub sowie Beschädigungen können deutliche Verfälschungen der Messergebnisse zur Folge haben. Der Kunststoffrahmen sollte nicht mit Säuren oder Laugen in Berührung kommen. Beim Einsetzen des Filters in das Spektralphotometer sollte auf den Halter keinerlei Zug, Druck oder Hebel wirken.

Lagerung

Es wird dringend empfohlen, die Filter nach Gebrauch in der Verpackung an einem trockenen, staubfreien Ort bei Raumtemperatur zu lagern.

Reinigung

Wenn nötig, können die Gläser mit einem fusselfreien Tuch oder Wattestäbchen und etwas Alkohol gereinigt werden. Achten Sie darauf, dass der Alkohol schlierenfrei verdunstet. (Vorsicht: Die Kunststoffrahmen nicht mit alkalischem Reiniger reinigen!)

Temperatur- und Luftfeuchtigkeitseinfluss auf die Messung

Der Temperatureinfluss auf die zertifizierten Messwerte ist sehr gering und liegt zwischen 20°C und 24°C innerhalb der im Kalibrierschein angegebenen Messunsicherheit. Führen Sie die Messungen in diesem Bereich durch, um einen möglichen Temperatureinfluss auf die Messung gering zu halten. Achten Sie darauf, dass die relative Luftfeuchte zwischen 30% und 65% liegt, vor allem, wenn Sie im UV-Bereich messen.

Sonstige Einflüsse auf die Messung

Schmutz (z. B. Fingerabdrücke) und Staub sowie Beschädigungen (Kratzer, Korrosion) der polierten Flächen können deutliche Verfälschungen der Messwerte zur Folge haben. Bewahren Sie die Filter immer in der mitgelieferten Verpackung auf und vermeiden Sie jede Verunreinigung der optischen Fenster. Fassen Sie die Filter immer nur am Rahmen an.

Vorbereitungen zur Kalibrierung mit Glasfiltern

- Schalten Sie das Gerät ein und lassen Sie es mindestens 20 Minuten aufwärmen.
- Verwenden Sie zur Messung der Filter ausschließlich einen stabilen Küvettenhalter für 10 mm Standardküvetten, da sonst eine optimale Positionierung des Filters im Strahlengang nicht gewährleistet ist. Achten Sie darauf, dass der Halter fest und sicher im Probenraum verankert ist.
- Führen Sie vor Beginn der Messungen einen „Dark Current“ und einen „Wavelength Reset“ durch.
- Führen Sie bei Spektralphotometern mit Scanfunktion eine Basislinienkorrektur „Baseline“ mit leerem Probenraum durch.
- Stellen Sie vor jeder Messung sicher, dass die Filter frei von Verunreinigungen sind. Verwenden Sie gegebenenfalls ein Mikrofaser Tuch zur Reinigung.
- Überprüfen Sie die richtige Messposition des Filters im Strahlengang, indem Sie zunächst den leeren Filterhalter N0 in den Küvettenhalter einsetzen. Die Kennzeichnung N0 muss oben sichtbar sein. Beachten Sie, dass alle Filterrahmen immer mit der gleichen Orientierung eingesetzt werden, bestenfalls mit dem kleinstmöglichen Abstand zum Detektor (hier: Ausrichtung mit Seriennummer zum Detektor).
- Wählen Sie die Spaltbreite, auf die die Filter zertifiziert sind oder eine Spaltbreite, die dieser am nächsten kommt. Lässt sich die Spaltbreite nicht auf die zertifizierte einstellen, kann es zu leichten Abweichungen von den zertifizierten Werten kommen. Faustregel: Verdopplung der Messunsicherheit bei Abweichung der Spaltbreite.
- Führen Sie die Messung der Filter genauso sorgfältig wie eine Probenmessung bei geschlossenem Probenraum durch (ein geöffneter Probenraum verfälscht die Ergebnisse).

Neutralglas-Filter zur Überprüfung der photometrischen Genauigkeit

Bei der Messung der photometrischen Genauigkeit (Absorption) wird der Lichtstrahl des Spektralphotometers durch den eingesetzten Filter geschwächt. Die durch den Filter erzeugte Lichtschwächung ergibt den Absorptionswert (Abs). Die vorliegenden Neutralglas-Filter sind aus speziell ausgewählten Materialien gefertigt. Sie weisen eine relativ konstante Transmission über den Wellenlängenbereich von 405 nm bis 800 nm auf und eignen sich daher sehr gut zur Überprüfung der photometrischen Genauigkeit im sichtbaren Wellenlängenbereich (über 405 nm).

Typ	N2, N3, N4, Neutralglas Filter
Verwendung	Überprüfung der photometrischen Genauigkeit im VIS-Bereich
Inhalt	N2: Neutralglas Filter (0,25 Abs), N3: Neutralglas Filter (0,5 Abs), N4: Neutralglas Filter (1,0 Abs),
Standard-Zertifizierung	Wellenlängen: 440, 465, 546.1, 590, 635 nm Spaltbreite: 1 nm

Vorbereitung zur Kalibrierung

Holmiumoxid Glasfilter zur Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit

Bei der Messung der Wellenlängengenauigkeit wird der Lichtstrahl des Spektralphotometers durch den eingesetzten Filter bei bestimmten Wellenlängen stärker geschwächt (Peaks). Der Holmiumoxid Glasfilter ist sehr gut geeignet zur Überprüfung der Wellenlängenanzeige von Spektralphotometern, da er über schmale, wohldefinierte Peaks bei mehreren Wellenlängen im UV- und im sichtbaren Bereich verfügt.

Typ	H1, Holmium Glas-Filter
Verwendung	Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit im UV- und VIS-Bereich
Standard-Zertifizierung	Wellenlängengenauigkeit im Bereich 279 nm bis 638 nm Spaltbreite: 1 nm

EMCLAB Instruments GmbH



Kalibriergegenstand Spectrophotometer
 Calibration object Spectrophotometer
 Kalibrierverfahren Messung der photometrischen Genauigkeit
 Calibration method Measurement of photometric accuracy
 Messtechnische Bedingungen Die in diesem Kalibrierzertifikat angegebenen Werte wurden mit dem verwendeten Spektralphotometer und den nachstehenden Einstellungen ermittelt:
 Modus der Ordinalenskala Optische Dichte (Abs.)
 Spaltbreite 4 nm
 Spaltmodus Fix
 Conditions of Calibration The following settings were used on the spectrophotometer employed to obtain the data quoted on this calibration certificate:
 Ordinate mode Optical density (Abs.)
 Slit 4 nm
 Slit mode Fix

Für die Kalibrierung dieses Kalibriergegenstandes wurden nachstehende Filter, kalibriert vom DAkkS Kalibrierlabor D-K-18752-01-00, eingesetzt:
 Holmiumoxid-Glasfilter F1, Serien-Nr. 5440, Kalibrierschein Nr. 18282
 Neutralglasfilter F2, F3, F4, Serien-Nr. 5440, Kalibrierschein Nr. 18288
 Flüssigfilter UV90, Serien-Nr. 0940, Kalibrierschein Nr. 18288
 Flüssigfilter UV900, Serien-Nr. 0585, Kalibrierschein Nr. 18288
 Referenzfilter UV14, Serien-Nr. 1190, Kalibrierschein Nr. 18288
 Die Filter werden regelmäßig auf die Einhaltung ihrer Spezifikationen überprüft. Datum der letzten Kalibrierung: 2013-12-12

This calibration object was calibrated with the following filters calibrated from DAkkS calibration laboratory D-K-18752-01-00:
 Holmium Oxide Glass Filter F1, serial no. 5440, calibration certificate 18282
 Neutral Density Glass Filters F2, F3, F4, serial no. 5440, calibration certificate 18288
 Liquid Filter UV90, serial no. 0940, calibration certificate 18288
 Liquid Filter UV900, serial no. 0585, calibration certificate 18288
 Reference Filter UV14, serial no. 1190, calibration certificate 18288
 The filters are regularly checked for the compliance with their specifications. Most recently calibration date: 2013-12-12

Umgebungsbedingungen 22 °C ± 2 °C, relative Luftfeuchte 30 % bis 85 %
 Environmental conditions 22 °C ± 2 °C, relative humidity of 30 % to 85 %
 Messergebnisse Während der Messung wurden die folgenden Werte ermittelt:
 Measurement results During the measurements, the following data were obtained:

Filter	Serial No. Serial no.	235 nm	257 nm	313 nm	350 nm	430 nm
UV90 (KCr-O ₂ 80 mg/l)	9848 Sollwert Nominal value	0.7502	0.8691	0.2941	0.6450	-
	Gemessener Wert Measured value	± 0.0050	± 0.0050	± 0.0050	± 0.0050	-
	9848 Sollwert Nominal value	-	-	-	-	0.9630
UV900 (KCr-O ₂ 800 mg/l)	Gemessener Wert Measured value	-	-	-	-	± 0.0050

Filter	Serial No. Serial no.	440 nm	465 nm	546.1 nm	590 nm	635 nm
F2 (0,25 Abs)	9548 Sollwert Nominal value	0.2626	0.2370	0.2468	0.2870	0.2910
	Gemessener Wert Measured value	± 0.0010	± 0.0010	± 0.0010	± 0.0010	± 0.0010
	9548 Sollwert Nominal value	0.5353	0.4857	0.4975	0.5477	0.5366
F3 (0,5 Abs)	Gemessener Wert Measured value	± 0.0020	± 0.0020	± 0.0020	± 0.0020	± 0.0020
	9549 Sollwert Nominal value	1.0745	0.9998	1.0038	1.0728	1.0397
	Gemessener Wert Measured value	± 0.0020	± 0.0020	± 0.0020	± 0.0020	± 0.0020

Photometrische Genauigkeit s_k , % T oder I or s_k A@1A
 Photometric Accuracy

EMCLAB Instruments GmbH
 Bismarkstraße 120
 47697 Duisburg
 Germany

Phone: + 49 203 3084042
 Fax: + 49 203 3084044
 Email: info@emclab.de
 Homepage: www.emclab.de

2

Abb. 1 Kalibrierschein (Muster) – photometrische Genauigkeit

1. Überprüfung der photometrischen Genauigkeit mit Neutralglas-Filter

Filter: 0.25 Abs, 0.5 Abs, 1.0 Abs Neutralglas-Filter N2, N3, N4
Testmodus: Photometric
Wellenlängen: 440, 465, 546.1, 590, 635 nm
Anzeigemodus: A

1. Führen Sie zunächst die „**Vorbereitungen zur Kalibrierung mit Glasfiltern**“ durch (Seite 4).
2. Stellen Sie den Anzeigemodus auf Absorption (Abs).
3. Stellen Sie die im Kalibrierschein angegebene Wellenlänge an Ihrem Spektralphotometer ein. Beachten Sie dazu die Hinweise in der zugehörigen Bedienungsanleitung.
4. Setzen Sie den Referenzfilter N0 ein und führen Sie eine Nullpunkteinstellung durch (100%T/0Abs).
5. Setzen Sie den Neutralglas-Filter in den Küvettenhalter ein. Achten Sie darauf, dass der Filter bis zum Anschlag in den Halter eingeschoben wird und dass die Kennzeichnung des Filters auf der Oberseite sichtbar ist. Der Filter muss immer in der gleichen Orientierung in den Küvettenhalter eingesetzt werden (z.B. Serien-Nummer zum Detektor).
6. Starten Sie das Programm zur Messung der Absorptionswerte bei den auf dem Kalibrierschein angegebenen Wellenlängen. Führen Sie mehrere Messungen (wir empfehlen mindestens 3) durch und mitteln Sie Ihre gemessenen Werte, um Fehler zu vermeiden.
7. Vergleichen Sie die erhaltenen Messwerte mit den zertifizierten Werten.
8. Wiederholen Sie die Schritte 1 bis 7 für jede im Kalibrierschein angegebene Wellenlänge.

Bei Verwendung der PC-Software Easy UV, PROFESSIONAL oder ANALYST können Sie die Überprüfung der photometrischen Genauigkeit mit der Anwendung „Multi-Wavelength Scan“ automatisiert durchführen und die Werte speichern.

2. Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit mit Holmiumoxid Glasfilter

Filter: Holmiumoxid Glasfilter H1 (Abb. 2)
Testmodus: Spectrum Scan
Referenz: Peak Wellenlängen* siehe Kalibrierschein
Scanintervall: 0.5 nm
Anzeigemodus: A



Abb. 2

1. Führen Sie zunächst die „Vorbereitungen zur Kalibrierung mit Glasfiltern“ durch (Seite 4).
2. Stellen Sie den Anzeigemodus auf Absorption (Abs).
3. Stellen Sie das Scanprogramm an Ihrem Spektralphotometer ein. Beachten Sie dazu die Hinweise in der zugehörigen Bedienungsanleitung. Wählen Sie die Grenzen des Scanbereichs so, dass alle im Kalibrierschein aufgelisteten Peaks erfasst werden (z.B. 640 nm - 260 nm).
4. Wählen Sie eine möglichst langsame Scangeschwindigkeit.
5. Setzen Sie den Referenzfilter N0 ein und führen Sie eine Basislinienkorrektur „Baseline“ durch (100%T/0Abs).
6. Setzen Sie den Holmiumoxid Glasfilter in den Küvettenhalter ein. Achten Sie darauf, dass der Filter bis zum Anschlag in den Halter eingeschoben wird, und dass die Kennzeichnung des Filters auf der Oberseite sichtbar ist. Der Filter muss immer in der gleichen Orientierung in den Küvettenhalter eingesetzt werden (z.B. Serien-Nummer zum Detektor).
7. Starten Sie die Messung.
8. Führen Sie mehrere Messungen (wir empfehlen mindestens 3) durch und mitteln Sie Ihre gemessenen Werte, um Fehler zu vermeiden.
9. Vergleichen Sie die Positionen der Peaks mit den zertifizierten Werten.

Ist das Scanprogramm nicht anwendbar, können Sie die Schritte manuell ausführen:

z.B. Peak 360,90 nm:

1. Stellen Sie die Wellenlänge auf 355 nm, setzen Sie den Referenzfilter N0 ein und führen Sie eine Nullpunkteinstellung durch (100%T/0Abs).
2. Setzen Sie den Holmiumoxid Glasfilter H1 ein. Achten Sie darauf, dass der Filter bis zum Anschlag in den Halter eingeschoben wird, und dass die Kennzeichnung des Filters auf der Oberseite sichtbar ist. Der Filter muss immer in der gleichen Orientierung in den Küvettenhalter eingesetzt werden (z.B. Serien-Nummer zum Detektor). Notieren Sie den Messwert.
3. Stellen Sie die Wellenlänge auf den nächsthöheren Wert (+0.5 nm) und wiederholen Sie die Schritte 1 und 2 für alle Wellenlängen von 355 nm bis 366 nm.
4. Vergleichen Sie Ihre Messwerte mit den zertifizierten.
5. Wiederholen Sie die Schritte 1 bis 4 für jede der im Kalibrierschein angegebenen Peak-Positionen.

- Option 1: Wellenlängenscan mit der On-Board-Software (nicht für alle Geräte)
- Option 2: Wellenlängenscan mit der PC-Software Easy UV, PROFESSIONAL oder ANALYST

*die Wellenlänge 279 nm liegt innerhalb des UV-Bereichs und ist daher nicht anwendbar mit VIS-Geräten

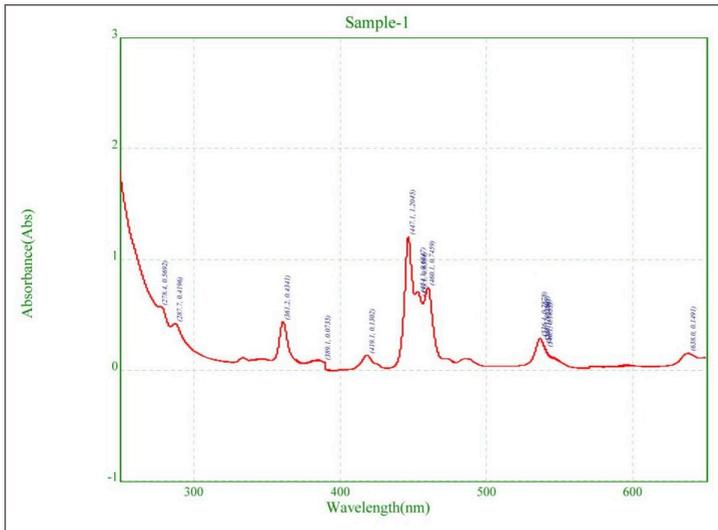


Abb. 3 Wellenlängenscan mit Holmiumoxid Glasfilter H1 (ANALYST PC Software)

3. Streulicht Überprüfung (optional erhältliche Filter**)

Filter: UV1, UV12 Referenzfilter** (Abb. 4)
 Testmodus: Spectrum Scan
 Wellenlängenbereich: 250 nm bis 200 nm
 Anzeigemodus: A

1. Führen Sie zunächst die „Vorbereitungen zur Kalibrierung mit Glasfiltern“ durch (Seite 4).
2. Stellen Sie den Anzeigemodus auf Absorption (Abs).
3. Stellen Sie das Scanprogramm an Ihrem Spektralphotometer ein. Beachten Sie dazu die Hinweise in der zugehörigen Bedienungsanleitung. Wählen Sie die Grenzen des Scanbereichs entsprechend der o.g. Einstellung (250 nm bis 200 nm).
4. Wählen Sie eine möglichst langsame Scangeschwindigkeit und ein kleines Datenintervall.

Prüfung und Kalibrierung

5. Setzen Sie den Referenzfilter UV12 ein und führen Sie eine Basislinienkorrektur „Baseline“ durch (100%T/0Abs).
6. Setzen Sie den UV1 Kaliumchlorid Filter in den Küvettenhalter ein. Achten Sie darauf, dass der Filter bis zum Anschlag in den Halter eingeschoben wird, und dass die Kennzeichnung des Filters auf der Oberseite sichtbar ist. Der Filter muss immer in der gleichen Orientierung in den Küvettenhalter eingesetzt werden (z.B. Serien-Nummer zum Detektor).
7. Starten Sie die Messung.
8. Führen Sie mehrere Messungen (wir empfehlen mindestens 3), um Fehler zu vermeiden.
9. Vergleichen Sie den Kurvenverlauf mit der charakteristischen Kurve (Abb. 5).

**Optional erhältliche DAkKS und NIST zertifizierte Referenzfilter:

UV1 (Kaliumchlorid in reinem Wasser) + UV12 (reines Wasser, Referenzfilter) .



Abb. 4 Referenzfilter UV1 (KCl) und UV12 (H₂O)

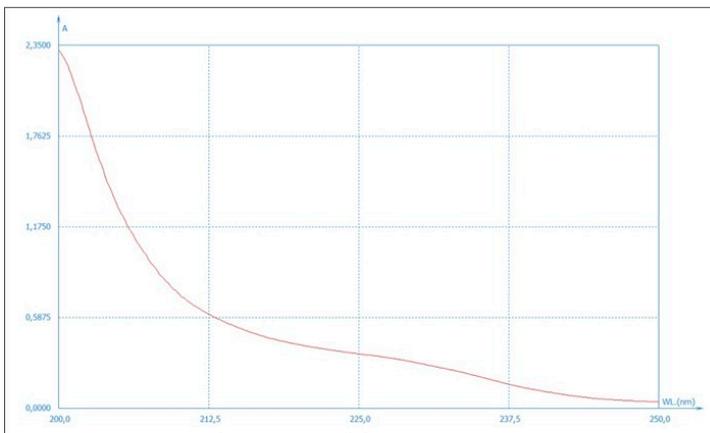


Abb. 5 Charakteristischer Kurvenverlauf

4. Rezertifizierung

Wie jedes Messmittel müssen auch die Referenzmaterialien, welche zur Überprüfung von Spektralphotometern verwendet werden, in regelmäßigen Intervallen überprüft und rezertifiziert werden (siehe z.B. ISO 9001:2015 „Lenkung von Überwachungs- und Messmitteln“). Somit stellen Sie sicher, dass Sie Ihre internen Qualitätsanforderungen sowie die hohe Genauigkeit und Sicherheit Ihrer Messungen kontinuierlich erfüllen können.

Die Länge des Intervalls, nach dem die Referenzmaterialien neu rezertifiziert werden sollten, hängt von der Benutzungsintensität, dem damit verbundenen Verschleiß, den Ansprüchen an die Genauigkeit und von den jeweils internen Qualitäts-Audit-Anforderungen ab und kann deshalb nur vom Anwender selbst festgelegt werden.

Prüfung und Kalibrierung

5. Werkskalibrierschein und -zertifikat

Als Teil des EMC-SET-100 stellt Ihnen EMCLAB Instruments ebenfalls einen Blanko Kalibrierschein (Abb. 6) bereit. Sollten Sie noch weitere Kalibrierscheine benötigen oder die Werkskalibrierzertifikate per Druck ausstellen wollen, können Sie uns kontaktieren und wir werden Ihnen die entsprechende Datei per Email zukommen lassen.

Calibration object: Spectrophotometer Photometric Accuracy of the object: \pm _____ % T or \pm _____ A@1A					
Calibration method Measurement of Absorbance (N2 – N4)			Measurement of Wavelength (H1)		
Conditions of Calibration The following settings were used on the Spectrophotometer employed to obtain the calibration data quoted on this certificate:			Conditions of Calibration The following settings were used on the Spectrophotometer employed to obtain the calibration data quoted on this certificate:		
Ordinate mode:	Absorbance		Ordinate mode:	Absorbance	
Slit UV/VIS:	1 nm		Slit UV/VIS:	1 nm	
Slit mode UV/VIS:	Fix		Slit mode UV/VIS:	Fix	
Integration time:	3 s		Integration time:	0.2 s	
			Scan speed:	15 nm/min	
			Data interval:	0.05 nm	
This calibration object was calibrated with the following filters from the Secondary Spectrometric Calibration Standards Certificate of Calibration No. H12N2N3N4:					
Neutral Density Glass Filter N2 Neutral Density Glass Filter N3 Neutral Density Glass Filter N4 Holmium Oxide Glass Filter H1					
This calibration standard was measured using air as reference. The Spectrometric Standards were calibrated on the following Spectrophotometer:					
Varian Cary 5000 serial number UV1101M202. The Spectrophotometer is yearly checked for quality control using the quality control procedure of the manufacturer. The instrument is used solely for calibration purposes.					
Sets of NIST standard reference materials – SRM 930e and SRM 1930 – are used to regularly check the photometric accuracy of the spectrophotometer.					
The intrinsic standard reference material Helma UV5 (proved by PTB/Germany) is used to regularly check the wavelength accuracy. Measurements were performed at an ambient temperature of 22°C \pm 2°C and a relative humidity of 30% to 85%.					
During the measurements the following absorbance values were obtained:					
Filter Type Neutral Density Glass	Photometric Accuracy Optical Density (Abs) \pm MU(*)				
	440 nm	465 nm	546.1 nm	590 nm	635 nm
N2 (0.25 Abs)	0.266 \pm 0.02	0.241 \pm 0.02	0.252 \pm 0.02	0.291 \pm 0.02	0.294 \pm 0.02
N3 (0.5 Abs)	0.541 \pm 0.02	0.491 \pm 0.02	0.503 \pm 0.02	0.552 \pm 0.02	0.538 \pm 0.02
N4 (1 Abs)	1.092 \pm 0.02	1.005 \pm 0.02	1.003 \pm 0.02	1.067 \pm 0.02	1.026 \pm 0.02
(*) MU: Measurement Uncertainty					
Filter Type Holmium	Wavelength Accuracy Peak Position (nm) \pm MU(*)				
	279.32 \pm 0.50	360.85 \pm 0.50	453.58 \pm 0.50	536.42 \pm 0.50	637.67 \pm 0.50
(*) MU: Measurement Uncertainty					

Abb. 6 Blanko Kalibrierschein (Muster)



EMCLAB Instruments GmbH
Kulturstraße 55
47055 Duisburg | Deutschland
Telefon: +49 203 41 85 94 10
Telefax: +49 203 41 50 48 09
E-mail: info@emc-lab.de
Web: www.emc-lab.de