

Tento dokument je k dispozici na internetu na adrese:  
<http://www.vscht.cz/ufmt> (elektronické pomůcky)

*Celý návod k laboratorní práci včetně příloh budou mít posluchači k dispozici ve vytištěné formě v laboratoři.*

ÚSTAV FYZIKY A MĚŘICÍ TECHNIKY VŠCHT PRAHA

# MĚŘENÍ TEPLoty SPEKTROFOTOMETREM

## Návod k laboratorní práci TSP



*Laboratorní stanice pro měření teploty spektrofotometrem*

VŠCHT Praha – září 2014

## Obsah

Obsah.....	2
1. Zadání laboratorní práce: .....	3
2. Laboratorní aparatura a měřicí přístroje.....	4
2.1 Měření teploty s využitím spektrofotometru .....	4
2.1 UV/VIS/NIR spektrofotometr Ocean Optics HR2000+.....	5
2.2 Program Spectrasuite.....	6
2.3 Černé těleso PEGASUS-R .....	8
3. Pokyny k provedení práce: .....	10
3.1 Seznámení s přístrojovou technikou a programovým vybavením .....	10
3.2 Stanovení přenosové funkce spektrofotometrického systému .....	10
3.3 Změření spektrální charakteristiky wolframového vlákna žárovky .....	11
3.7 Pokyny ke zpracování protokolu:.....	12
Seznam příloh, které jsou k dispozici v laboratoři: .....	12
Odkazy na literaturu .....	12

## Laboratorní práce – TSP

# MĚŘENÍ TEPLOTY SPEKTROFOTOMETREM

Tato laboratorní úloha umožňuje demonstrovat platnost Planckova a Wienova zákona pomocí spektrometrického měření v oblasti vlnových délek 200-1100 nm. K měření se využívá UV/VIS/NIR spektrofotometr Ocean Optics HR2000+ [1] a černé těleso PEGASUS R [2].

## 1. Zadání laboratorní práce:

1. Seznámení s přístrojovou technikou a programovými prostředky.
  - a) UV/VIS/NIR spektrofotometr Ocean Optics HR2000+
  - b) Program Spectrasuite
  - c) Černé těleso PEGASUS R
2. Stanovte přenosovou funkci spektrofotometrického systému (kolimační optika + optické vlákno + spektrometr HR2000+). Pro stanovení přenosové funkce použijte vysokoteplotní černé těleso ISOTECH PEGASUS R 970. Pro výpočet použijte naměřenou spektrální charakteristiku černého tělesa při jedné z teplot 1000, 1100, 1200°C (hodnotu určí asistent).
3. Naměřte spektrální charakteristiku wolframového vlákna žárovky při těchto hodnotách příkonu: 2, 5, 8, 15, 25 W.  
Do grafu vyneste naměřené spektrální charakteristiky přepočítané pomocí stanovené přenosové funkce.  
Při využití Planckova a Wienova zákona vypočítejte teplotu vlákna při daných hodnotách příkonu.

## 2. Laboratorní aparatura a měřicí přístroje

### 2.1 Měření teploty s využitím spektrofotometru

Spektrometr HR2000+ není možné použít pro měření teploty přímo; příčinou jsou tyto důvody:

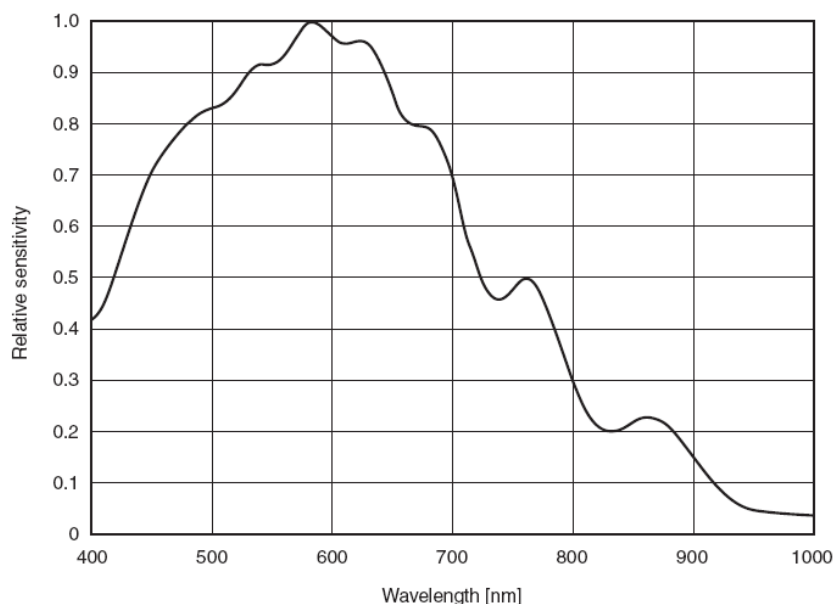
- a) Rozdílná kvantová účinnost buněk CCD detektoru pro různé vlnové délky dopadajícího záření.

Množství akumulovaného náboje – signálu na buňce CCD detektoru není pro rozsah vlnových délek stejný. Například pro změnu signálu o jednu úroveň použitého AD převodníku je nutná interakce 75 fotonů na 400 nm a 41 fotonů na 600 nm. Relativní citlivost použitého detektoru je zobrazena v grafu na obr. 1.

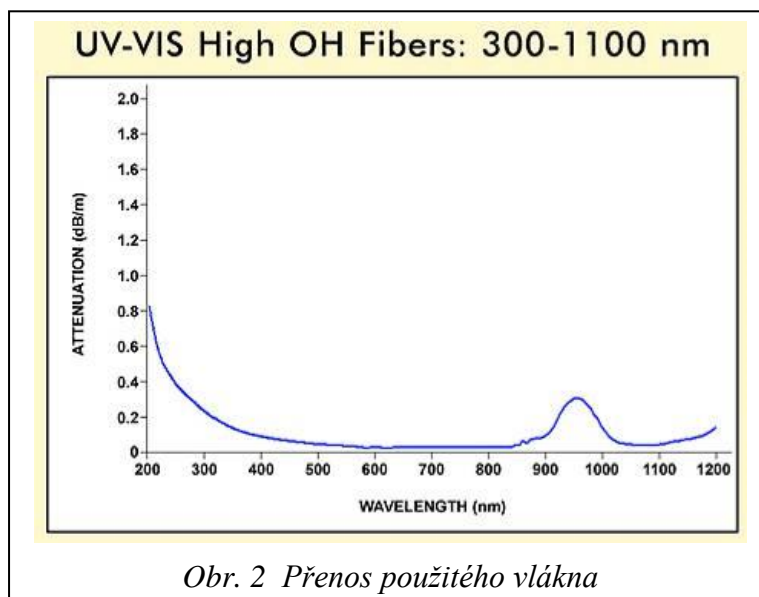
- b) Interferenční optické filtry uvnitř spektrometru.

- c) Absorpční pásy optického vlákna a optiky.

Přenos použitého optického vlákna je zobrazen v grafu na obr. 2.



Obr. 1 Relativní citlivost použitého fotodetektoru



Obr. 2 Přenos použitého vlákna

Abychom mohli výstup spektrometru použít pro měření teploty, musíme nejdříve stanovit přenosovou funkci celého měřicího řetězce.

Měřicí aparatura (obr. 3) je složena ze spektrometru HR2000+, optického vlákna, adaptéru s kolimační křemennou čočkou, měřicího PC a černého tělesa ISOTECH PEGASUS R.

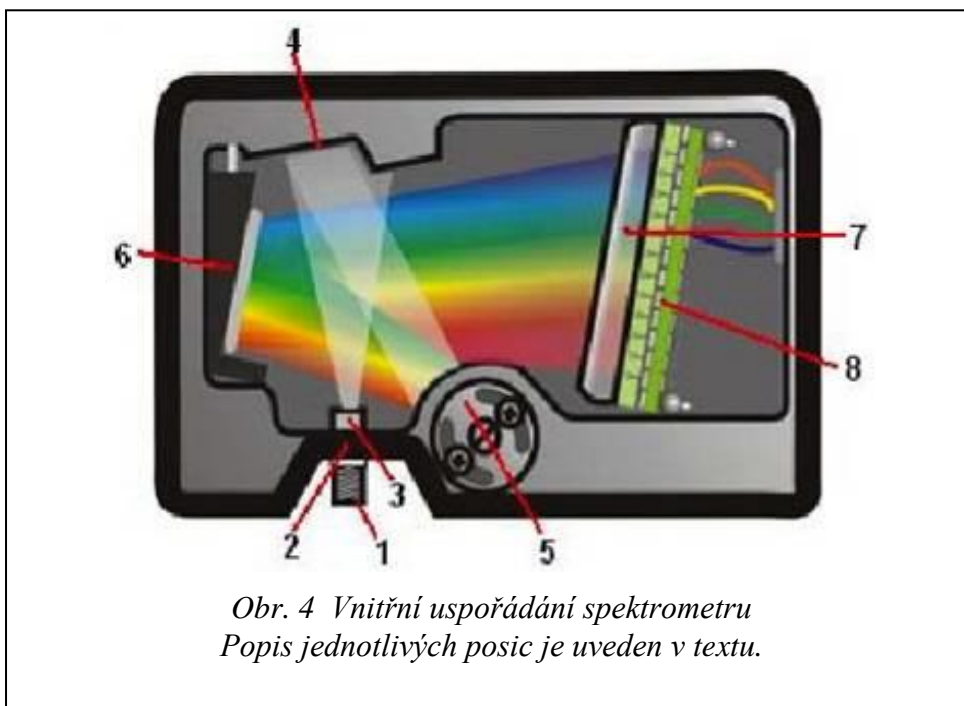
Popis jednotlivých součástí měřicí aparatury je uveden v dalším textu, případně v přílohách, které jsou k dispozici v laboratoři.



*Obr. 3 Měřicí aparatura*

## 2.1 UV/VIS/NIR spektrofotometr Ocean Optics HR2000+

Pro měření je použit spektrometr HR2000+ od firmy *Ocean Optics*. Jedná se o spektrometr připojitelný na USB port počítače. Jeho funkce je založena na rozkladu světla na optické mřížce. Jako detektor je použit nechlazený lineární CCD senzor s 2048 snímacími prvky Sony ILX511B. Vyčítání množství naakumulovaného náboje probíhá pomocí 14 bitového AD převodníku. Spektrální rozsah spektrometru je 200 až 1100 nm. Vnitřní uspořádání spektrometru je znázorněno na obr. 4 a dále jsou popsány funkce jednotlivých prvků.



### 1) SMA konektor

Slouží k fixaci optického vlákna ke spektrometru. Světlo, které je navázáno vstupní kolimační optikou do přívodního optického vlákna zde vstupuje do spektrometru.

### 2) Clona

Clona je vyrobená ze světlo absorbujícího materiálu a je umístěna hned za SMA konektorem. Její velikost určuje kolik světla projde do spektrometru.

**3) Filtr**

Vymezuje rozsah vlnových délek, které procházejí do spektrometru.

**4) Kolimační zrcátko**

Zaostřuje vstupující světlo na difrakční mřížku.

**5) Difrakční mřížka**

Rozkládá světlo na jednotlivé vlnové délky a odráží ho na zaostřovací zrcátko.

**6) Zaostřovací zrcátko**

Odráží světlo přicházející z difrakční mřížky na detekční sběrnou čočku.

**7) Detekční sběrná čočka**

Je použita, pokud používáme clonu o velkém rozměru nebo je-li hladina světla příliš nízká. Těsně přiléhá k CCD snímači.

**8) CCD snímač**

Na jednotlivých segmentech snímače se po dopadu fotonů akumuluje elektrický náboj, který je v periodickém intervalu (integrační doba) vyčítán pomocí 14bit AD převodníku. Dále je pak signál uložen do paměti spektrometru a zpracován řídicím mikroprocesorem a odeslán přes sběrnici USB do PC. Parametry použitého CCD detektoru jsou dostupné v katalogovém listu v laboratoři.

## 2.2 Program Spectrasuite

Firma Ocean Optics dodává ke svým spektrometrům software Spectrasuite, který umožňuje automatizované ovládání spektrometru a vyčítání dat. Program obsahuje funkce umožňující tento spektrometr použít také pro snadné měření absorpce, reflexe, transmise.

Software je umístěn na ploše měřicího PC. Před spuštěním musí být připojen spektrometr na USB port počítače.

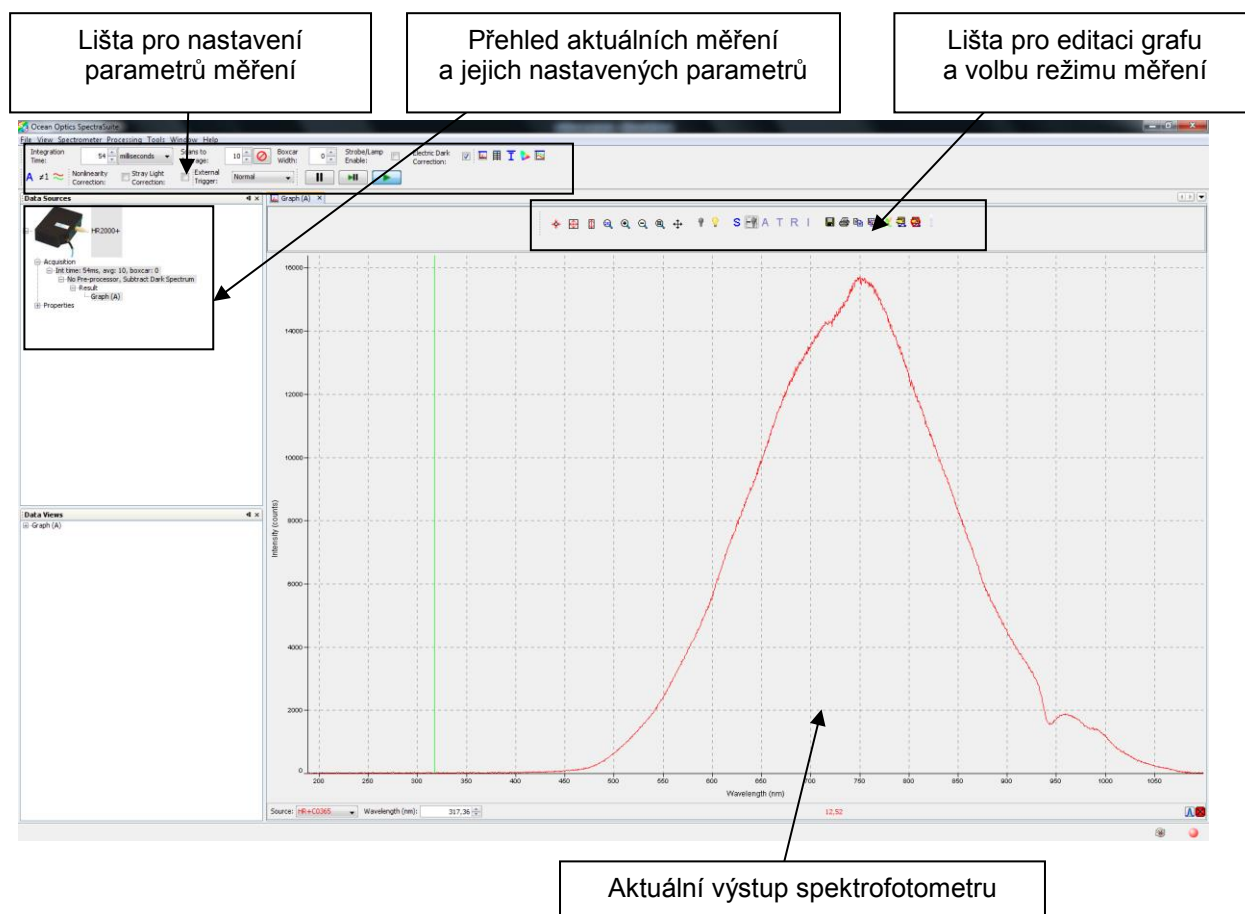
- Po spuštění je nutné definovat měření v oblasti přehledu aktuálního měření (pravé tlačítko myši na položce Acquisition).
- Následně je nutné zapnout korekci na temný proud fotodetektoru (zaškrtačkové políčko).
- Nastavit předpokládané parametry měření (integrační čas, průměrování, filtr boxcar).
- Zakrýt kolimační optiku gumovou krytkou a nasnímat temné spektrum celého systému (ikona se symbolem černé žárovky).
- Po sundání krytky se přepne režim měření na režim odečítání temného spektra z aktuálního signálu (ikona se symbolem černé žárovky se znaménkem minus).
- Po naměření dat je nutné je uložit pomocí symbolu diskety (zvolte formát souboru ASCII Tab Delimited).
- **Při jakékoliv změně parametrů měření je nutné vždy znovu nasnímat temné spektrum systému!**

Průběh měření je indikován pomocí "progress baru" v pravém dolním rohu obrazovky. Celkový čas měření je možné vypočítat jako součin integračního času a počtu průměrování.

Upozornění: Spektrometr umožňuje změnit parametry i v průběhu měřicího cyklu. Je nutné zajistit, aby nedošlo ke změně parametrů měření v průběhu měření. Toto se zajistí uložením dat za dvojnásobnou dobu, než trvá jedno měření.

Okno programu Spectrasuite je znázorněno na obr. 5.




Další podrobné instrukce k programu Spectrasuite jsou obsaženy v manuálu, který je v laboratoři k dispozici (**příloha C1**).



Obr. 5 Okno programu Spectrasuite

### Lišta pro editaci grafu

Z této lišty použijte následující funkce:

	Nasnímání temného spektra. Temné spektrum je sejmuto při zakrytí kolimační optiky světlem nepropustnou krytkou. Touto funkcí je možné eliminovat parazitní signál fotodetektoru.
	Program v tomto režimu zobrazuje aktuální signál a odečítá temné spektrum.
	Tato ikona slouží pro uložení dat do souboru. Pro uložení zvolte formát ASCII – Tab delimited.

### Lišta pro nastavení parametrů měření

Tato lišta je aktivní pouze v případě, že je definováno měření (oblast přehledu aktuálních měření). Je zde nutné nastavit parametry měření tak, aby bylo naměřené spektrum (celá křivka) zobrazena na obrazovce, a aby maximum bodů leželo v horní části grafu (ideální stav je zobrazen na obr. 5).

Parametry měření:

Integration time	Doba sběru světla CCD detektorem
Scans to average	Počet následujících měření které budou zprůměrovány.
Boxcar width	Parametr číslicového filtru Boxcar. Tento filtr potlačuje ostré peaky v signálu (šum).
Electrical dark correction	Korekce na temný proud fotodetektoru.



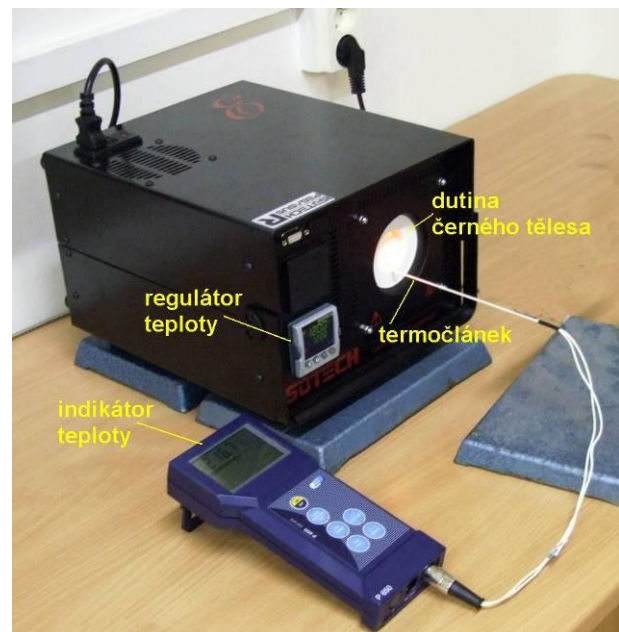
## 2.3 Černé těleso PEGASUS-R

Přístroj PEGASUS R, výrobek firmy ISOTECH, představuje zářivý zdroj s černým tělesem s nastavitelnou teplotou od 150 až do 1 200 °C (obr. 6). Přístroj je konstruován jako zdroj pro kalibraci bezdotykových teploměrů v uvedeném rozmezí teplot.

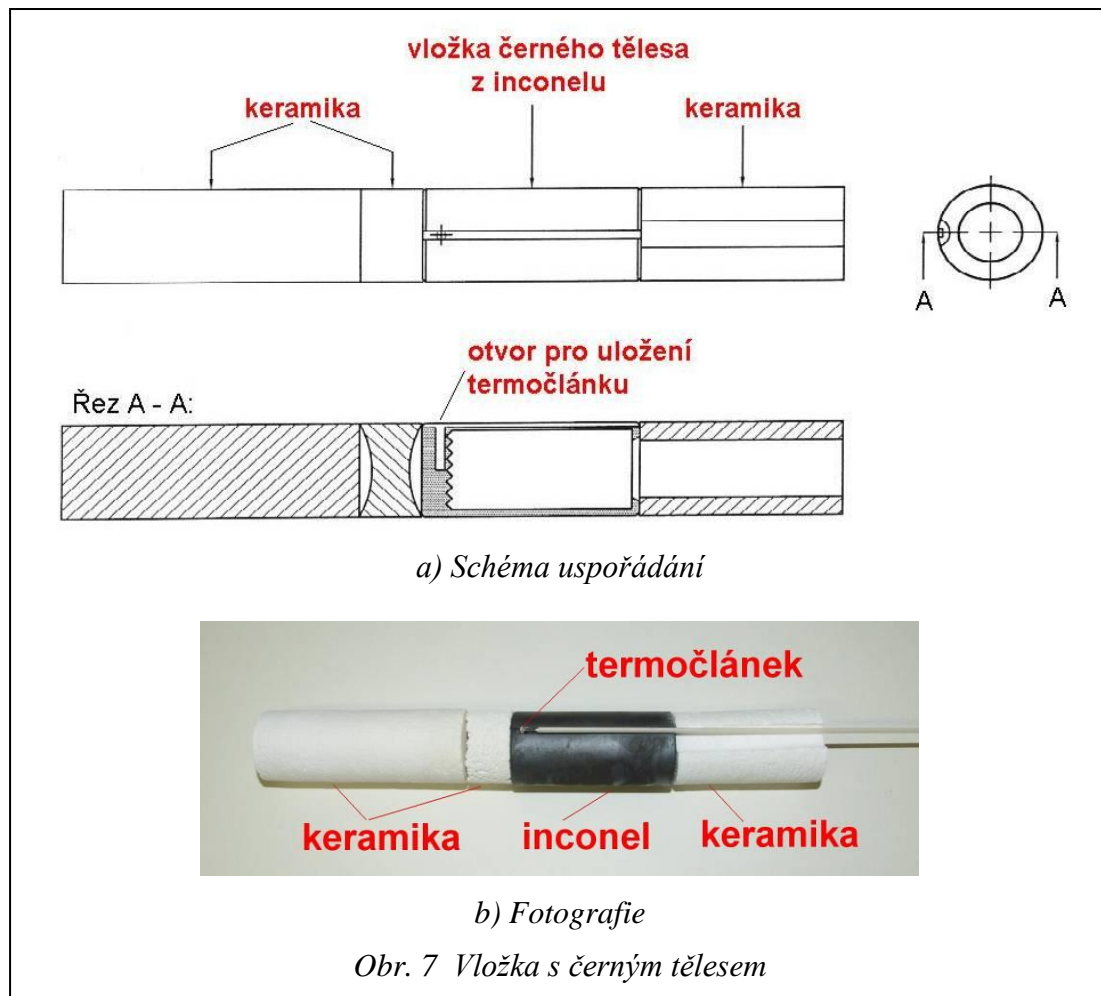
Základem zařízení je válcová dutina umístěná na čelním panelu přístroje, ve které je umístěna vložka černého tělesa, vyrobená z inconelu (Inconel je slitina niklu a chrómu s přísadou dalších kovů, která se vyznačuje žárovzdorností a odolností proti korozi). Uspořádání vložky černého tělesa je patrné z obr. 7. Vložka je uložena v trubkové peci o průměru asi 35 mm.

Píčka je opatřena stupňovitou topnou spirálou a čidlem, které je spojeno s řídicí jednotkou regulace teploty. Teplota bloku je udržována na požadované hodnotě PID-regulátorem s přesností  $\pm 0,1$  °C. V zařízení jsou elektricky řízené ventilátory, které běží bez přerušování a ochlazují elektroniku přístroje.

Emisivita dutiny černého tělesa je 0,995.



Obr. 6 Přístroj PEGASUS R s černým tělesem



Obr. 7 Vložka s černým tělesem



Požadovanou hodnotu teploty je možno nastavit v rozmezí od teploty 150 °C až do 1 200 °C. Požadovaná hodnota teploty, která se zobrazuje na spodním displeji regulátoru, se nastavuje tlačítky s šipkami NAHORU ▲ a DOLŮ ▼ na panelu regulátoru (obr. 8). Přístroj umožňuje nejenom regulaci na konstantní požadovanou hodnotu, ale i lineární ohřev.

Pro měření, která nevyžadují velikou přesnost, postačuje odečítání aktuální teploty z panelu regulátoru. K přesnému měření teploty ve vložce černého tělesa se používá termočlánek typu R, který se připojí k indikátoru teploty, jak je vidět na obr. 6. Při laboratorní práci není termočlánek použit a teplota se odečítá z údaje na displeji regulátoru.



Obr. 8 Regulátor teploty

### Upozornění:

**Aby byla životnost topných spirál co nejdelší, je třeba zvyšovat teplotu maximálně o přírůstek 200 °C. Při prvním nastavení žádané hodnoty teploty na regulátoru nastavte tedy hodnotu 200 °C. Před dalším nastavením vyšší teploty se ujistěte, že předchozí nastavená teplota již byla přibližně dosažena.**

**Do dutiny černého tělesa nekládejte žádné předměty.**

**Vzhledem k tomu, že i teplota krytu skříně přístroje může nabývat vysokých hodnot, vyvarujte se přímého dotyku rukou – nebezpečí popálení!**

Přístroj se zapíná spínačem, který je umístěn vlevo na horní stěně přístrojové skříně.

Další podrobnosti o černém tělese PEGASUS R jsou uvedeny v manuálu k přístroji (*příloha C2*).

### 3. Pokyny k provedení práce:

Pokyny k provedení práce se vztahují k jednotlivým bodům zadání, které jsou uvedeny v kapitole 1.

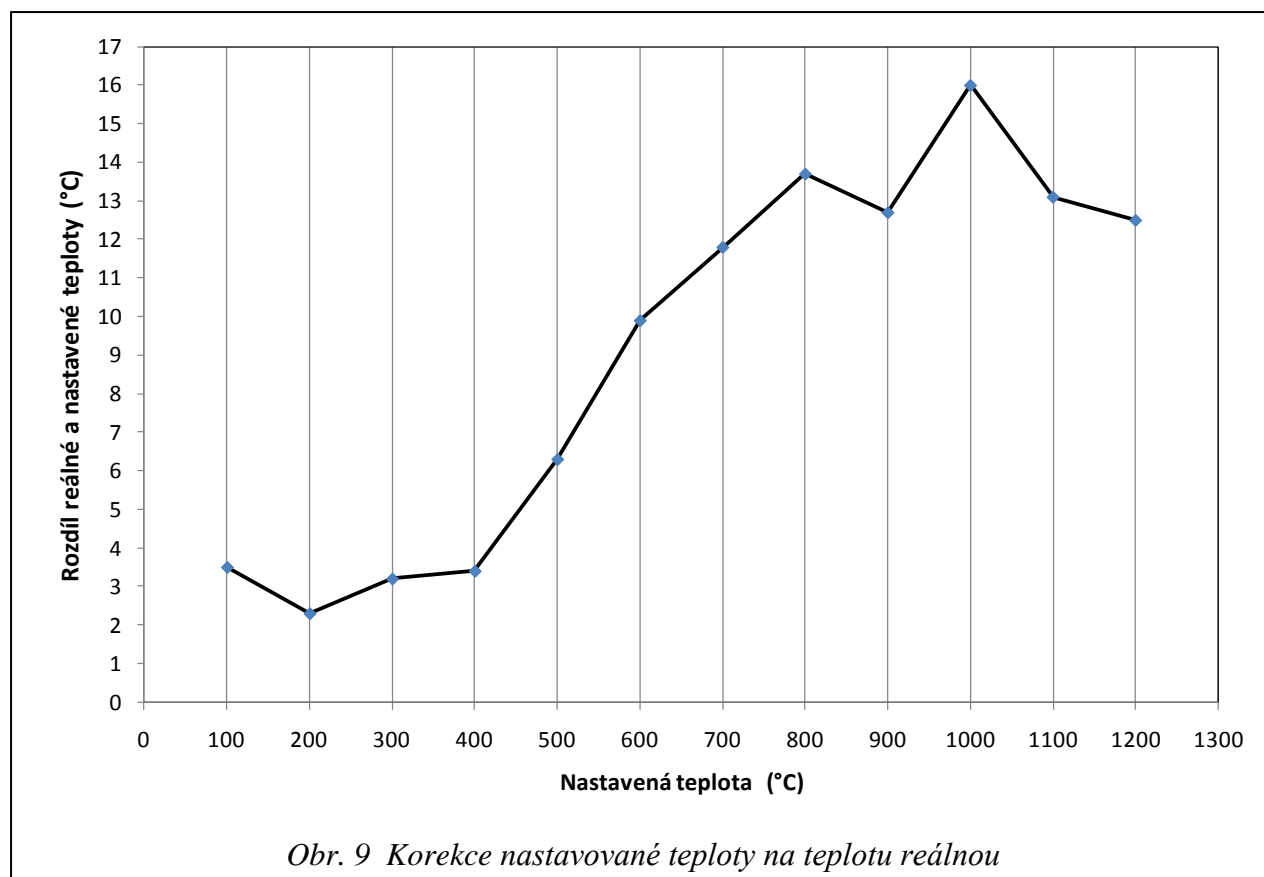
#### 3.1 Seznámení s přístrojovou technikou a programovým vybavením

V souladu s textem návodu k této laboratorní práci se postupně seznámte se všemi přístroji a odzkoušejte si jejich funkci, včetně propojení s počítačem a seznámení s programovým vybavením. Jedná se o tyto přístroje:

- a) UV/VIS/NIR spektrofotometr Ocean Optics HR2000+ a program Spectrasuite
- b) Černé těleso PEGASUS-R.  
(Na regulátoru teploty nastavte požadovanou hodnotu 200 °C. Teplotu v dutině černého tělesa můžete průběžně kontrolovat IČ-teploměrem, který vám zapůjčí vyučující.)

#### 3.2 Stanovení přenosové funkce spektrofotometrického systému

- Do upínacího držáku upněte kolimační optiku tak, aby kolimační čočka směřovala do středu černého tělesa. Pro přesné nasměrování optiky je možné použít také zdroj záření Ocean Optics HG-1 (návod k němu je dostupný v laboratoři jako příloha C1), který se připojí na sběrné vlákno místo spektrometru. Při dostatečném zatemnění pak dochází k projekci světla přes kolimační optiku do dutiny černého tělesa (tato oblast je jasně patrná). Po opětovném připojení spektrometru je z této oblasti sbírán signál pro vlastní vyhodnocení. Pro korektní měření je nutné, aby nedošlo v průběhu všech experimentů k nežádoucímu pohybu kolimační optiky.
- Zapněte černé těleso a na termostatu nastavte požadovanou teplotu. Při nastavování požadované hodnoty teploty se řiďte doporučením, které je uvedeno na str. 9 a zvyšujte požadovanou hodnotu maximálně o 200 °C.
- Počkejte, až se na termostatu černého tělesa ustálí požadovaná teplota s přesností jedné desetiny stupně. Následně počkejte ještě 5 minut. Při tomto pracovním postupu je experimentálně ověřeno, že je teplota dutiny černého tělesa dostatečně ustálena.
- Hodnota nastavená na termostatu černého tělesa se však mírně liší od teploty reálné. Diference reálné a nastavené teploty je vynesena do grafu na obr. 9. Pro všechny výpočty je nutné hodnoty teploty přepočítat pomocí tohoto grafu.
- Stanovte přenosovou funkci spektrofotometrického systému (kolimační optika + optické vlákno + spektrometr HR2000+). Pro stanovení přenosové funkce použijte vysokoteplotní černé těleso ISOTECH PEGASUS R 970.
- Pro výpočet použijte naměřenou spektrální charakteristiku černého tělesa při jedné z teplot 1000, 1100, 1200°C (hodnotu určí asistent).
- Pomocí programu Spectrasuite nasnímejte spektrum emitované černým tělesem při zadané teplotě. Nastavení parametrů volte tak, aby byl maximálně potlačen šum CCD detektoru a maximum naměřených bodů spektra leželo v horní třetině grafu zobrazovaného programem Spectrasuite.
- Z naměřeného výstupu spektrometru stanovte přenosovou funkci optického systému výpočtem. Pro výpočet přenosové funkce použijte Planckův zákon. Emisivita inconelové vložky černého tělesa je 0,995. Výpočet zrealizujte v programu Excel nebo Matlab.



## Výpočet

Cílem výpočtu je získat funkci, která po přepočtu dat měřených spektrometrem umožní získat reálnou spektrální hustotu vyzařovanou měřeným tělesem. Při výpočtu je nutné nanormovat hodnoty vypočítané z Planckova zákona tak, aby v měřené spektrální oblasti bylo maximum hodnoty získané z Planckova zákona rovno maximální hodnotě, kterou je možné měřit pomocí spektrometru. Tato hodnota je závislá na AD převodníku, který je zabudován ve spektrometru; v případě použitého spektrometru HR2000+ je převodník 14 bitový a maximální hodnota je tedy 16384.

Ve spektrální oblasti 1050-1100 nm je již citlivost použitého Si-CCD detektoru malá. V případě málo intenzivního signálu v této oblasti je lepší vypočítat a použít přenosovou funkci pouze v rozsahu 200-1050 nm.

## 3.3 Změření spektrální charakteristiky wolframového vlákna žárovky

- Na laboratorní zdroj připojte žárovku s halogenovým vláknem (obr. 10).
- Na vlákno žárovky zaměřte kolimační optiku. Za žárovku umístěte černou matnou absorpční podložku, aby došlo k maximální eliminaci vlivu okolního světla.
- Pro určené hodnoty příkonu (2, 5, 8, 15, 25 W) změřte spektrální charakteristiku zahřátého wolframového vlákna.
- Hodnotu příkonu nastavujte pomocí proudového omezení zdroje.
- Pro vyhodnocení použijte stanovenou přenosovou funkci optického systému.
- Ze spektrální charakteristiky určete teplotu vlákna pro zadané hodnoty příkonu.

- Tyto charakteristiky vykreslete do grafu.
- Pro stanovení hodnoty teploty vlákna můžete použít program umožňující v reálném čase simulovat spektrální výstup černého tělesa. Program je dostupný na počítačích v laboratoři.



*Obr. 10 Měření teploty wolframového vlákna žárovky*

### 3.7 Pokyny ke zpracování protokolu:

Protokol bude obsahovat:

- seznam a specifikaci použitých přístrojů,
- stručný popis postupu výpočtu,
- graf vypočítané přenosové funkce,
- grafy emisních spekter wolframového vlákna s odečtenou teplotou,
- zhodnocení vlivů ovlivňujících přesnost měření teploty touto metodou.

### Seznam příloh, které jsou k dispozici v laboratoři:

Příloha C1 – Manuál k UV/VIS/NIR spektrofotometru Ocean Optics HR2000+

Příloha C2 – Manuál k černému tělesu PEGASUS-R

Na počítačích v laboratoři je k dispozici program simulující spektrální výstup černého tělesa.

### Odkazy na literaturu

1. Manuál k UV/VIS/NIR spektrofotometru Ocean Optics HR2000+
2. Manuál k černému tělesu PEGASUS-R Model 970. Isothermal Technology Limited, Southport, England, Ed. 04 03/91 (2009)