

SOBRE LA CALIBRACION DE EMULSIONES FOTOGRAFICAS. ESTUDIO DE UN METODO (*)

por DORA G. DE KOWALEWSKI y VALDEMAR J. KOWALEWSKI

Universidad de Buenos Aires

(Recibido el 2 Nov. 1949)

ABSTRACT. — The self-consistency test and the inverse square law method are established as the necessary and sufficient conditions for obtaining a calibration curve of photographic emulsions independently of the spectrographic equipment and technique employed. Results are given which were obtained using the relation between the light intensity of an incandescent lamp and its voltage, as a means to obtain variable exposures. The curves obtained fulfill the above mentioned conditions using an adequate illumination system for the spectrograph and a carefully designed microdensitometer, in such a way as to minimize the influence of the instruments.

El problema de la determinación de la curva característica de una emulsión fotográfica con precisión y sin errores sistemáticos ha sido tema de muchos estudios, siendo uno de los factores que limitan la precisión del análisis espectrográfico cuantitativo. Existen diversas técnicas para este fin y se han publicado trabajos analizando los errores inherentes a cada una. Con todas estas técnicas se obtiene, en general, para una misma emulsión, diferentes curvas de calibración. Esto puede atribuirse a la omisión de uno o varios de los siguientes hechos: a) La existencia y aún la variación del coeficiente p de Schwarzschild⁽¹⁾; b) La diferencia entre las respuestas de una emulsión a una iluminación continua y una intermitente⁽²⁾⁽³⁾; c) La evaluación errónea de la intensidad de la energía radiante incidente sobre la emulsión, debido al uso de diferentes partes de la óptica del espectrógrafo.

(*) Este trabajo constituye partes de las Tesis Doctorales de los autores, que fueron comunicadas en la 12ª Reunión de la Asociación Física Argentina. Septiembre 19, 1948.

para cada espectro marca de calibración, y a las reflexiones internas ⁽²⁾⁽⁴⁾; (lo primero ocurre en los métodos que dan simultáneamente toda una serie de marcas de calibración); d) El error cometido en la determinación de densidades debido a la presencia del efecto Schwarzschild-Villiger en el microfotómetro, y al grano de la emulsión. (Este último importante cuando la marca de calibración es de dimensiones pequeñas).

Los métodos de calibración en los que se varía la intensidad, constan, generalmente, de algún medio para disminuir el flujo luminoso de una fuente de intensidad constante I_0 en un factor k conocido (p. ej. factor de filtro) y la curva de calibración se traza con este factor como variable independiente. De modo que podemos poner en general: $I = k \cdot I_0$; ($0 \leq k \leq 1$).

Dos criterios han sido propuestos para probar una técnica dada de calibración y como medio de evidenciar errores sistemáticos: El ensayo de la auto-concordancia y el método de la inversa de los cuadrados de las distancias ⁽⁴⁾⁽⁶⁾. El ensayo de la auto-concordancia consiste en determinar, mediante el método bajo ensayo, dos curvas de calibración con diferentes valores de I_0 . Las dos curvas obtenidas tienen una porción común y deben superponerse una sobre otra. El segundo método, basado en la ley fundamental de la fotometría, es un método patrón.

El ensayo de la auto-concordancia puede ser analizado como sigue: La primera curva de calibración se efectúa con un valor I_0 de la intensidad de la fuente. La segunda con un valor $I'_0 = A \cdot I_0$. En el primer caso la relación entre la densidad de ennegrecimiento y la exposición es de la forma:

$$d = f(I \cdot t^p) = \varphi(\log I + p \cdot \log t)$$

y como t se mantiene constante $= t_0$, es:

$$d = \varphi(\log k + \log I_0 + p \cdot \log t_0) = \varphi(\log k + C)$$

siendo C una constante; y en el segundo caso:

$$d' = \varphi(\log k + \log I'_0 + p \cdot \log t_0) = \varphi(\log k + \log A + C).$$

Las dos curvas obtenidas son iguales y están desplazadas horizontalmente en $\log A$.

Si, por alguna razón (errores introducidos por el instrumento o inherentes a la determinación de los valores de k) la intensidad relativa de la energía radiante incidente sobre la emulsión no está dada por k (o sea no es proporcional a k), no puede afirmarse que en el segundo caso se ha sumado una constante al $\log k$ y, en consecuencia, las dos curvas obtenidas no son paralelas.

El ensayo de la auto-concordancia da una indicación de la bondad de la técnica empleada, pero no pone en evidencia errores debidos al principio mismo de la técnica empleada, ya que este ensayo se cumple tanto cuando se usa I como cuando se usa t como variable independiente. Los métodos de calibración en los que se varía t no cumplen, habitualmente, el ensayo de la auto-concordancia, debido a que p no es constante.

El ensayo de la auto-concordancia tampoco pone en evidencia los errores inherentes al microfotómetro, debido a que en el mismo se comparan dos puntos de las curvas correspondientes al mismo ennegrecimiento. Los errores posibles afectan de igual modo ambos valores de la densidad.

Para tener la seguridad de que un método dado de calibración implica efectivamente una variación de I , es necesario compararlo con un método patrón. El método de la inversa de los cuadrados de las distancias puede ser considerado como tal si se lo utiliza bajo condiciones en que cumpla el ensayo de auto-concordancia. No es suficiente efectuar sólo un ensayo de comparación, ya que podrían obtenerse idénticos resultados en forma casual, lo que se evita realizando una nueva comparación bajo condiciones distintas de iluminación. Esto equivale a un ensayo de auto-concordancia.

En resumen: Los ensayos de auto-concordancia y la comparación con el método de las inversas de los cuadrados de las distancias son las dos condiciones necesarias y suficientes que debe llenar toda técnica correcta de calibración de emulsiones fotográficas.

Entre los diversos métodos existentes (sector rotatorio, ranura de Hansen, diafragmas y mallas metálicas, cuña neutra, etc.), el único que parece cumplir con las condiciones indicadas, además del ya mencionado de $1/d^2$, es el método de los filtros neutros⁽²⁾.

En el presente trabajo se describe un método para la calibración de emulsiones fotográficas, en el que sólo varía la intensidad luminosa, manteniéndose constante el tiempo, el que se elige

igual al tiempo de exposición de la placa en consideración (con ello se evita errores debidos a la falla de la ley de reciprocidad). Las marcas de calibración se obtienen una por una, siendo por consiguiente de dimensiones adecuadas para una medición precisa de las densidades (altura = 5 mm.). El método requiere una calibración previa para cada una de las longitudes de onda de interés, pero no es necesaria una estabilidad de la fuente tan grande como la requerida para el método de $1/d^2$ y el de los filtros neutros. En estos últimos, la intensidad de la fuente luminosa debe permanecer constante durante toda la serie de exposiciones de calibración, mientras que en el presente método, la intensidad de la fuente luminosa debe permanecer constante sólo durante cada una de las exposiciones.

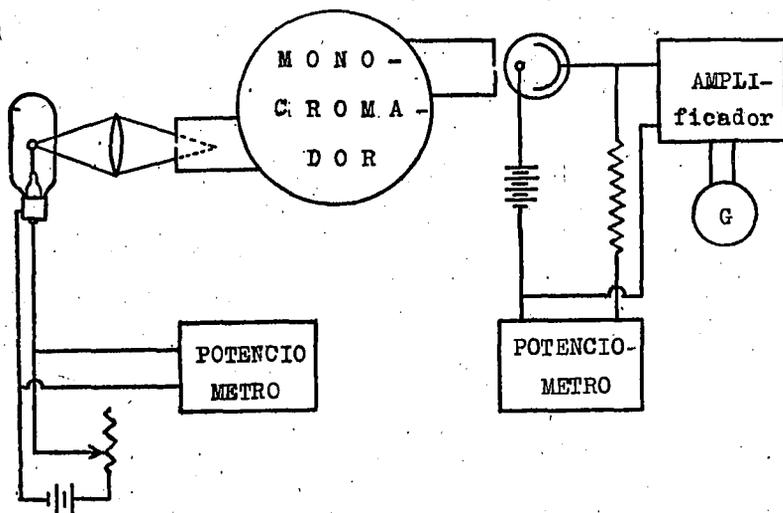


Fig. 1

Esquema de la instalación utilizada para la determinación de la relación entre la intensidad luminosa y el voltaje de una lámpara incandescente, para una dada longitud de onda (6000Å).

Las marcas de calibración obtenidas son las de un espectro continuo, lo que no constituye un inconveniente para la medición de intensidades de líneas espectrales ⁽⁵⁾(⁷), si se tiene cuidado de evitar la luz difusa ⁽²⁾ y la influencia del efecto Eberhard ⁽¹⁾(⁷).

El método propuesto se basa en la dependencia existente en-

tre la intensidad luminosa de una lámpara eléctrica de incandescencia y su voltaje, para obtener exposiciones de intensidad relativa conocida. Este método fué sugerido, pero no ensayado, por Sawyer (8).

La calibración de la lámpara se efectúa mediante el dispositivo de la fig. 1. La lámpara empleada para este fin es de filamento helicoidal, del tipo «excitadora de cine sonoro» que trabaja normalmente con una tensión de 10 voltios y una corriente de 7,5 amperios. Al calibrar la lámpara, se determina el voltaje de la misma con un error menor que 0,1 % mediante un potenciómetro. La intensidad luminosa es medida mediante una célula fotoeléctrica. La corriente fotoeléctrica produce una caída de potencial sobre una resistencia de alto valor (10^{11} ohms) que se mide por comparación mediante otro potenciómetro, utilizando además un amplificador electrométrico como «instrumento de cero». De este modo la intensidad luminosa es medida en unidades arbitrarias con una precisión que varía entre 0,1 y 1 % (el mejor valor para las altas intensidades).

En la fig. 2 puede verse una curva de calibración de la lámpara, obtenida para la longitud de onda de 6000 Å. Difiere muy poco de una recta de ecuación: $\log I = K \cdot (\log V)^{3,5}$. Puede verse que basta conocer el voltaje de la lámpara con una precisión del 0,1 % durante cada una de las exposiciones de calibración de la emulsión, para obtener una precisión más que suficiente en la exposición.

Se ha determinado la ecuación de dicha curva de calibración de la lámpara por el método de los cuadrados mínimos. Puede utilizarse, para los fines prácticos, dicha ecuación en lugar del gráfico, pero el uso de ésta y en especial su determinación resultan engorrosos, puesto que se trata de una ecuación de segundo grado en la variable $\log_{10} V$. Es posible que en el caso de utilizar una lámpara de filamento en forma de cinta la curva característica de la misma sea una recta, debido a la uniformidad de la temperatura del emisor. En ese caso la determinación de la ecuación de la curva sería de valor práctico.

Puede asegurarse la constancia de la calibración de una lámpara de incandescencia cuidando de no usarla bajo un régimen mayor que el establecido (9). Siendo éste de 10 voltios para la lámpara utilizada, ésta fué calibrada y utilizada con tensiones comprendidas entre los 3 y 9 V. Se obtiene con ello una

variación total de la intensidad luminosa de 1 a 65. El intervalo de variación de la tensión que se puede utilizar es menor si se calibra la lámpara para una longitud de onda más corta, pero dada la precisión con que se puede medir el voltaje, puede verse que no queda con ello afectada la precisión del método. De estas consideraciones acerca del intervalo de variación, también se deduce que es preferible tomar el voltaje y no la corriente de la lámpara como variable independiente porque, debido al efecto de la temperatura sobre la conductividad del tungsteno, para la misma variación de intensidad luminosa, la variación de la tensión es casi el doble de la variación de corriente.

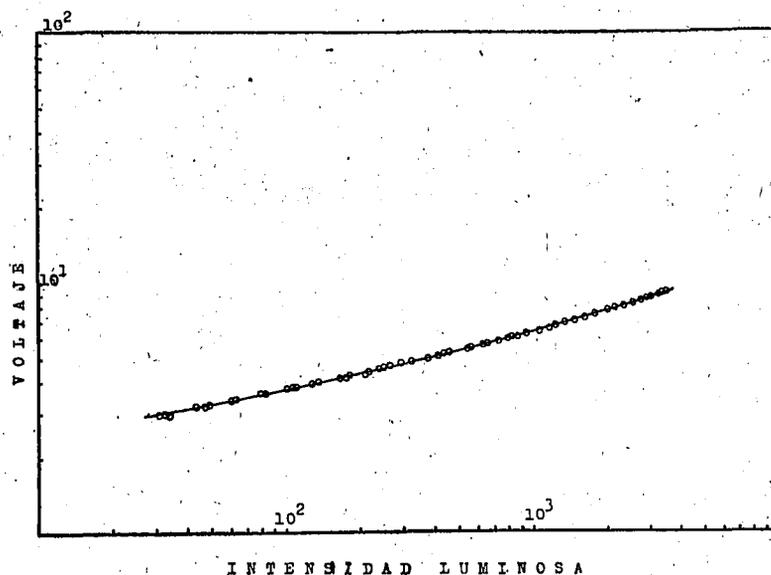


Fig. 2

Curva de calibración de la lámpara, obtenida con la instalación indicada en la Fig. 1.

La longitud de onda elegida para estas experiencias (6000 A) estuvo condicionada por las características de la célula fotoeléctrica disponible (modelo 868, sensible al rojo) y al amplificador electrométrico utilizado (dos lámparas 38 en un circuito puente)⁽¹⁰⁾⁽¹¹⁾. Posteriormente se empleó una célula fotoeléctrica al vacío sensible principalmente al azul, para lo cual fué necesario construir un nuevo amplificador. Este fué hecho con

un circuito similar, pero utilizando un par de lámparas 959 (11). De acuerdo con los resultados obtenidos, la no linealidad de la célula gaseosa no parece afectar la curva de calibración de la lámpara. Esto, que era de esperar, se debe a que las corrientes fotoeléctricas medidas son muy débiles (a lo sumo 10^{-8} Amp.), permaneciendo dentro de la parte lineal de la característica de la fotocélula.

Una vez determinada la curva de calibración de la lámpara, se efectuó un ensayo de calibración de la emulsión aplicando las consideraciones anteriores. Para ello se utilizó la lámpara calibrada como fuente de intensidad variable iluminando con ella un difusor (vidrio despulido) colocado frente a la ranura del espectrógrafo. Efectuando dos series de exposiciones con dos valores distintos de la distancia lámpara-difusor, (o con un segundo difusor frente a la lámpara) se obtienen las dos series de marcas de calibración necesarias para el ensayo de auto-concordancia. Para evitar errores debidos a la inhomogeneidad de la sensibilidad de la emulsión, es conveniente realizar las dos series de exposiciones alternativamente.

Con el mismo dispositivo puede calibrarse la emulsión con el método de $1/d^2$, dejando constante el voltaje de la lámpara y efectuando varias exposiciones con una serie de valores de la distancia fuente-difusor (2).

El primer ensayo de auto-concordancia no dió los resultados esperados. Las diferencias entre las dos curvas eran mayores que los errores experimentales, aproximándose mucho, sin embargo, una de ellas a la curva obtenida con el método de $1/d^2$.

Como el método de calibración considerado implica una variación directa de la intensidad y , para una longitud de onda determinada, es equivalente alterar la iluminación del difusor variando la distancia de la lámpara o el voltaje de la misma, su falta de auto-concordancia se debería a una incorrecta aplicación del mismo en alguna de sus partes. Aunque en condiciones ideales el espectrógrafo no debería afectar la calibración de la emulsión, la presencia de reflexiones en su interior puede influenciar la distribución de la luz sobre la emulsión, resultando así exposiciones erróneas.

A fin de disminuir al mínimo las causas mencionadas, se modificó el sistema de iluminación del espectrógrafo, sustituyéndolo por el de la fig. 3. Su finalidad es:

1º) Evitar las reflexiones en las paredes del espectrógrafo haciendo que el haz luminoso que penetra en el colimador sea de sección menor que el diámetro de la lente del mismo.

2º) Utilizar siempre el mismo ángulo sólido de entrada al colimador para todos los ensayos, con lo cual el error introducido por reflexiones inevitables en la óptica del aparato es constante para las diversas series de exposiciones.

En la fig. 3 L es la lámpara calibrada; C una lente condensadora; D_1 es un diafragma circular de unos 5 mm. de diámetro; Diff. son dos vidrios depulidos que actúan de difusor; L_1 es una lente condensadora que permite aprovechar mejor la luz proveniente del difusor. (Debe cuidarse que esta lente no produzca una imagen del difusor sobre la ranura del espectró-

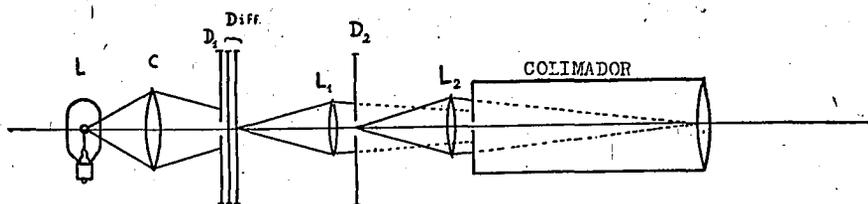


Fig. 3

Sistema óptico empleado para la iluminación del espectrógrafo, que asegura la constancia del ángulo sólido de entrada y evita reflexiones internas.

grafo, pues de otro modo aparecería sobre la placa fotográfica una imagen del grano del difusor); D_2 es un diafragma iris; L_2 es una lente adosada a la ranura del espectrógrafo que forma una imagen del diafragma iris sobre la lente colimadora. La abertura del diafragma se ajusta de modo que dicha imagen sea menor que el diámetro de la lente colimadora del espectrógrafo.

Evidentemente, en estas condiciones (sin considerar las reflexiones en la óptica del espectrógrafo) no interesa la forma o los medios mediante los cuales se varía la iluminación del difusor. Por consiguiente, cualquier método que permita variar esta iluminación sin intermitencias, debe dar resultados auto-concordantes, siempre que la intensidad de la luz incidente esté correctamente evaluada.

Utilizando este sistema de iluminación montado sobre un banco óptico, no hay dificultades especiales para utilizar el mé-

todo de $1/d^2$ excepto la de mantener constante la intensidad de la fuente luminosa. En contra de lo que afirman muchos autores⁽²⁾, no es necesario utilizar distancias muy grandes. En estas experiencias, las distancias estaban comprendidas entre 100 y 600 mm, y dadas las pequeñas dimensiones del filamento de la lámpara de iluminación, la precisión con que se determinan dichas distancias, nunca es menor que el 1 %.

Puede asegurarse la constancia de la tensión aplicada a la lámpara o, lo que es lo mismo, de la intensidad de la luz emitida, compensando el efecto de la continua caída de potencial de la batería de alimentación introduciendo otra caída continua de potencial en oposición con la primera, proveniente de una batería auxiliar en serie en el circuito. Esta disposición puede verse en la fig. 4. Si la caída de potencial de la batería es pequeña, y

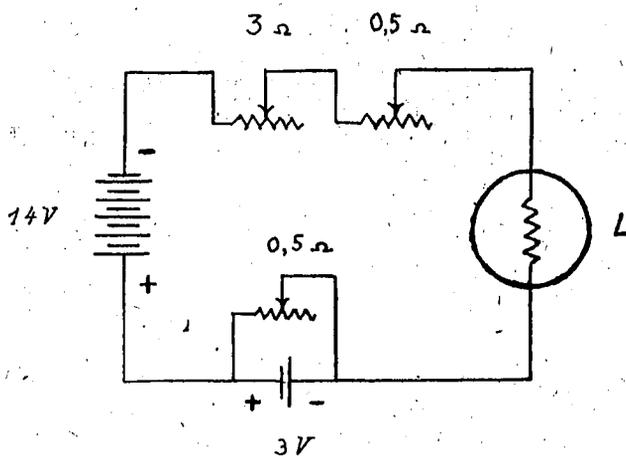


Fig. 4

Instalación utilizada para mantener constante el voltaje aplicado a la lámpara durante la exposición de la emulsión; y el de la fuente luminosa del microdensímetro.

si se utiliza para el método de $1/d^2$ una lámpara gemela de la calibrada, puede calcularse la disminución relativa que ha sufrido la intensidad luminosa de la lámpara durante la serie de exposiciones mediante la ecuación aproximada de la curva de calibración: $\log I = K \cdot (\log V)^{3.5}$ y controlando el voltaje de la misma durante todo el tiempo de las experiencias.

Utilizando el sistema de iluminación anteriormente mencio-

nado, los resultados obtenidos fueron satisfactorios, como puede apreciarse en la fig. 5. La curva I fué obtenida con el método de $1/d^2$; las curvas II y III fueron obtenidas con la lámpara calibrada. Los círculos representan los puntos experimentalmente obtenidos; las cruces representan los puntos experimentales de

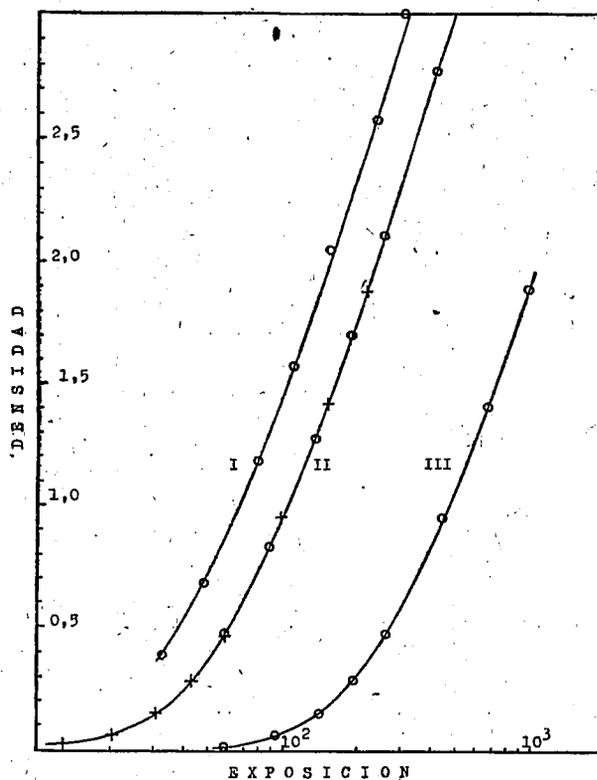


Fig. 5

Curvas de calibración obtenidas con la emulsión Eastman III-F. I es la curva patrón obtenida mediante el método de $1/d^2$. Las Curvas II y III se obtuvieron con la lámpara calibrada para dos distancias diferentes de lámpara-difusor. Los círculos son los puntos experimentales. Las cruces indican los puntos de la curva III trasladados hacia la curva II por un desplazamiento horizontal, observándose auto-concordancia.

la curva III trasladados sobre la curva II mediante un desplazamiento horizontal (igual a 0,65) o por división de las exposiciones respectivas por la constante $K=4,47$ ($\log K=0,65$).

El microdensímetro utilizado en estas experiencias fué mon-

tado con los elementos disponibles en el laboratorio, junto con un microscopio monocular provisto de una platina con movimiento micrométrico. El sistema óptico utilizado en un principio presentaba un apreciable efecto Schwarzschild-Villiger. Fué posteriormente modificado utilizando un sistema de doble ranura, con lo que dicho efecto se disminuye al mínimo. (Se ilumina la placa con la imagen de una ranura, colocándose una segunda ranura en frente de la fotocélula).

Una condición muy importante que debe llenar el microfotómetro es la linealidad. Esta se aseguró, utilizando una fotocélula de selenio del tipo fotovoltaico, conectada a un galvanómetro de baja resistencia interna (Hartmann & Braun, 5 ohms). Debido a que las desviaciones del galvanómetro, que se leen mediante un índice luminoso sobre una escala translúcida son relativamente grandes (40 cm.), es necesario verificar la linealidad de las lecturas respecto de la intensidad de la corriente del galvanómetro. Los resultados obtenidos indicaron una respuesta perfectamente lineal.

Los autores desean expresar su agradecimiento al Prof. Teófilo Isnardi y al Dr. Ricardo Platzek por las útiles discusiones y sugerencias relativas al presente trabajo.

B I B L I O G R A F I A

- (1) C. E. K. MEES, "The Theory of the Photographic Process", The McMillan Co., New York, 1942.
- (2) R. A. SAWYER y H. B. VINCENT, J. O. S. A., 33, 247 (1943).
- (3) H. KIENLE, Naturwiss, 23, 759, 762 (1935).
- (4) H. H. GROSSMAN, R. A. SAWYER y H. B. VINCENT, J. O. S. A., 33, 185 (1943).
- (5) R. BRECKPOT, Spect. Acta, 1, 137 (1939).
- (6) G. R. HARRISON, J. O. S. A., 18, 492 (1929).
- (7) W. C. PIERCE y N. NACHTRIEB, Ind. and Eng. Chem., An. Ed. 13, 774 (1941).
- (8) R. A. SAWYER, "Experimental Spectroscopy", Prentice Hall, New York, pág. 258 (1944).
- (9) W. E. FORSYTHE y E. Q. ADAMS, J. O. S. A., 35, 108, (1945).
- (10) L. A. DU BRIDGE, Phys. Rev. 37, 392 (1931).
- (11) C. E. NIELSEN, R. S. I., 18, 18 (1947).