

Володимир Галян, Аліна Третяк, Андрій Кевшин

**ОПТИЧНА СПЕКТРОСКОПІЯ ТА
ФОТОМЕТРИЧНІ ВИМІРЮВАННЯ**

**МЕТОДИЧНІ РЕКОМЕНДАЦІЇ
ДО ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ**

Волинський національний університет імені Лесі Українки
Кафедра експериментальної фізики,
інформаційних та освітніх технологій

Володимир Галян, Аліна Третяк, Андрій Кевшин

**ОПТИЧНА СПЕКТРОСКОПІЯ ТА
ФОТОМЕТРИЧНІ ВИМІРЮВАННЯ**

**МЕТОДИЧНІ РЕКОМЕНДАЦІЇ
ДО ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ**

Луцьк – 2023

Рекомендовано до друку науково-методичною радою Волинського національного університету імені Лесі Українки (протокол № 2 від 25 жовтня 2023 р.)

Рецензент:

Г. Л. Мирончук – доктор фіз.-мат. наук, професор, директор Навчально-наукового фізико-технологічного інституту, ВНУ імені Лесі Українки.

П. П. Шигорін – канд. фіз.-мат. наук, доцент кафедри теоретичної та комп'ютерної фізики ВНУ імені Лесі Українки.

Галян В.В., Третяк А. П., Кевшин А.Г.

Оптична спектроскопія та фотометричні вимірювання : методичні рекомендації до лабораторних робіт / В.В. Галян, А.П. Третяк, А.Г. Кевшин. – Луцьк : Вежа-Друк, 2023. – 48 с.

«Оптична спектроскопія та фотометричні вимірювання» охоплює вивчення властивостей оптичних матеріалів, будову та принцип дії джерел некогерентного випромінювання, приладів когерентного випромінювання, фотоприймальних та спектральних приладів. Рекомендовано студентам фізичних та технічних спеціальностей, а також фахівцям в галузі оптичної спектроскопії.

©Галян В.В., Третяк А. П., Кевшин А.Г. 2023

©Волинський національний університет імені Лесі Українки, 2023

ЗМІСТ

Вступ	5
Лабораторна робота №1	6
Вимірювання ширини вхідної щілини приладу по дифракційній картині	
Лабораторна робота №2	13
Дослідження спектрів випромінювання світлодіодів із р-n-переходом	
Лабораторна робота №3.	23
Визначення оптичних втрат у кварцевому волокні	
Лабораторна робота №4.	29
Дослідження основних характеристик фотодіодів.	
Лабораторна робота №5.	34
Якісний та напівкількісний аналіз сплавів з допомогою стилоскопа	
Лабораторна робота №6.	40
Вимірювання ІЧ-спектрів пропускання та поглинання за допомогою Фур'є-спектрометра	

ВСТУП

«Оптична спектроскопія та фотометричні вимірювання» охоплює вивчення властивостей оптичних матеріалів, будову та принцип дії джерел некогерентного випромінювання, приладів когерентного випромінювання, фотоприймальних та спектральних приладів.

Спектроскопічні методи аналізу речовин – це найпоширеніші та найінформативніші методи, які знайшли широке застосування в різних галузях промисловості і науки. За їх допомогою проводять: ідентифікацію сполук – встановлення будови; визначення якісного і кількісного складу сумішей неорганічних і органічних речовин; визначення енергетичних і геометричних характеристик атомів і молекул; вивчення внутрішньо- і міжмолекулярних взаємодій; дослідження кінетичних параметрів і інтермедіатів хімічних реакцій тощо.

Оптична спектроскопія належить до різновиду спектроскопії електромагнітного випромінювання, яка вивчає взаємодію між світлом та речовиною. Для досліджень використовують світло видимого ультрафіолетового та інфрачервоного спектрального діапазону, що відповідає довжинам хвиль приблизно від 180 нанометрів до 100 мікрометрів.

Мета методичних рекомендацій – допомогти студентам опанувати методики оптичної спектроскопії та фотометричних вимірювань шляхом проведення циклу лабораторних занять з основних тем дисципліни та в ході самостійної роботи здобувачів освіти.

Методичні рекомендації до лабораторних робіт «Оптична спектроскопія та фотометричні вимірювання» будуть корисні для здобувачів освітнього рівня бакалавр та магістр спеціальностей «Прикладна фізика та наноматеріали», «Фізика та астрономія», «Середня освіта. Фізика», а також аспірантам, що спеціалізуються у даній галузі знань.

Вимірювання ширини вхідної щілини приладу по дифракційній картині

Мета: провести вимірювання ширини вхідної щілини приладу і перевірити показу мікрометричного пристрою щілини.

Теоретична частина

При проведенні багатьох спектроскопічних досліджень необхідно точно знати ширину щілини спектрального приладу. Для здійснення вимірювань слід отримати дифракційну картину від щілини спектрографу на об'єктиві коліматора від двох когерентних джерел світла. Цю дифракційну картину можна побачити без додаткових пристроїв оком, якщо значно відкрити щілину спектрального апарату і спостерігати зі сторони спектрального апарату.

Розглянемо дифракцію від вхідної щілини приладу (рис. 1).

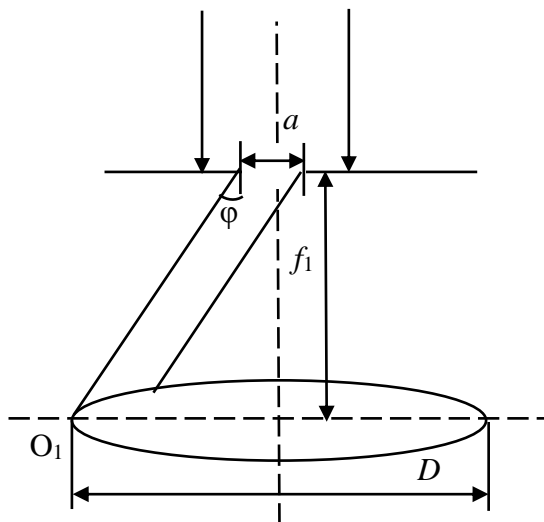


Рис. 1. Дифракція на вхідній щілині приладу

D – діаметр об'єктива коліматора; f_1 – фокусна відстань, a – ширина вхідної щілини приладу.

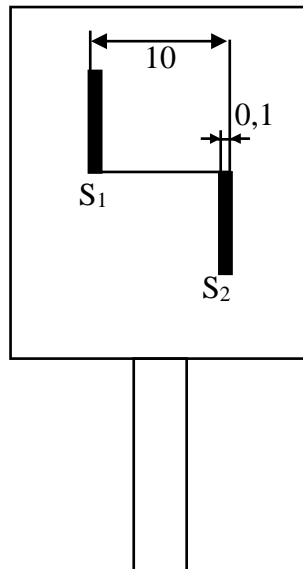


Рис. 2. Пристрій «подвійної щілини»

Розподіл інтенсивності в дифракційній картині від одної щілини може бути представлено виразом

$$I = I_0 \frac{\sin^2 u}{u^2}$$

де

$$I = \frac{\pi \alpha \sin \varphi}{\lambda}$$

φ – кут дифракцій.

Положення мінімумів інтенсивності визначається умовою $u=m\pi$ при $m=1, 2, 3, \dots$, але при $m=0$, $\sin u=0$ мінімум перетворюється в центральний максимум великої інтенсивності I_0 (нульовий максимум). Якщо використати вираз для u , тоді умова мінімумів запишеться у вигляді

$$\frac{a}{\lambda} \sin \varphi = m \quad \text{при } m = 1, 2, 3, \dots \quad (1)$$

В даному випадку кути φ малі і $\alpha = \frac{m\lambda}{\phi}$.

Розглянемо випадок, коли центральний максимум розташований в середині об'єктива O_i коліматора, а перші мінімуми з цієї і іншої сторони - по краях об'єктива діаметра D . В цьому випадку

$$m=1, \quad \varphi=D/2f_i$$

$$\alpha = 2\lambda \frac{f_1}{D} = 2\lambda k \quad (2)$$

де

$$k = \frac{f_1}{D}.$$

Величина $\alpha = \lambda k$ – «нормальна» ширина щілини. Подвоєна нормальна ширина щілини відповідає такій ширині щілини, при якій об'єктив коліматора заповнений лише центральним дифракційним максимумом.

При $\alpha > 2\lambda k$ межах об'єкту видно декілька дифракційних максимумів і мінімумів. Із формули (1) слідує, що можна визначити ширину щілини спектрографа, якщо для світла довжиною хвилі λ визначити число мінімумів, що зменшуються в межах кута φ . таке визначення легко виконати, використовуючи «подвійну щілину», яка зображена на рис. 2.

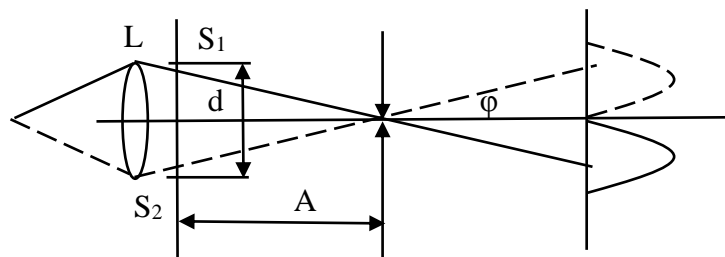


Рис.3. Оптична схема установки з подвійною щілиною.

Схема одержання дифракційної картини в цьому випадку представлена на рис. 3, де прийнято такі позначення: I – джерело світла; S_1 і S_2 – дві щілини постійної ширини на відстані d одна від одної (подвійна щілина); S – вхідна щілина спектрографа.

За допомогою лінзи L джерело світла проектується на вхідну щілину спектрографа. Через дві щілини S_1 і S_2 світло проходить в спектрограф по двох напрямках, кожному з яких відповідає дифракційна картина від вхідної щілини спектрографа S . На рис. 3 одна дифракційна картина і проходження променів світла для неї показано штриховою лінією, інша – суцільною лінією. Так як щілини S_1 і S_2 рознесені по висоті, тому при візуальному спостереженні зі сторони касетної частини спектрографа можна бачити дві дифракційні картини, розташовані одна над другою рис. 4. (Картину рекомендується спостерігати в зеленому світлі.)

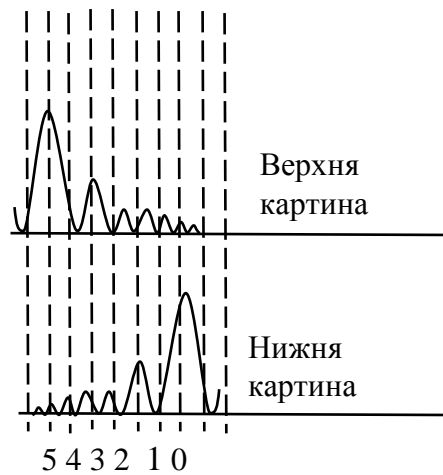


Рис. 4. Схематичне представлення дифракційної картини, що розглянута через вікно касетної частини приладу. Розташування максимумів та мінімумів двох картин.

В кожній картині ми бачимо широкий нульовий максимум і рівновіддалені один відносно одного вузькі побічні максимуми і мінімуми. В загальному випадку максимуми і мінімуми верхньої і нижньої картин не лежать один навпроти другого. Однак, переміщення подвійної щілини, тобто зміною відстані A (рис.3) можна добитись точного суміщення мінімумів і максимумів для двох дифракційних картин, що розташовані одна над одною (рис.4).

Нехай ми встановили подвійну щілину на такій відстані A , що нульовий максимум верхньої картини розташується точно навпроти максимуму нижньої картини з номером m . Рахуючи мінімуми від нульового максимуму нижньої картини, одержимо, наприклад, $m=5$ (рис.4). Тоді ширина вхідної щілини спектрографа визначається з формули

$$\alpha = \frac{m\lambda A}{d} = \frac{(z + 1)\lambda A}{d}$$

де z - число мінімумів, розташованих між центральними максимумами.

Очевидно, що якщо відомі параметри A і d і спостереження ведеться при цілком визначеній довжині хвилі λ , тобто вимірювання ширини щілини a не вимагає особливих зусиль. Таким способом можна провести калібровку барабана щілини і побудувати відповідну градувальну криву.

Необхідно відзначили що дуже вузькі щілини не можуть бут точно вимірянні описаним методом, так як число мінімумів зменшується. Крайній випадок вимірювань відповідає $z=1$ (рис. 3); цьому відповідає найменша, ще можлива для вимірювання ширина щілини. При досить широких щілинах порахувати кількість мінімумів важко, так як їх число стає великим і тому легко помилитись в рахунку.

Необхідно мати на увазі також, що відношення $\frac{d}{A}$ повинно бути трохи менше відносного отвору об'єктива коліматора $\frac{d}{f_1}$, інакше нульові максимуми попадуть на край об'єктива коліматора або вийдуть за його межі.

Експериментальна частина

Робота виконується на спектрографі середньої дисперсії. В якості джерела світла використовується ртутна лампа ПРК-2, що живиться змінним струмом.

В роботі необхідно визначити ціну поділки барабана механізму щілини, тобто провести градування щілини, встановити нуль щілини і визначити наявність або відсутність мертвого ходу. Всі наступні вимірювання проводяться при встановленні щілини розкриттям її механізму.

Перша частина роботи полягає в проведенні градування щілини. Для цього проводяться вимірювання ширини вхідної частини спектрографа по дифракційній картині при двох параметрах A . правильно розташувавши елементи оптичної схеми при деякому вибраному A , необхідно провести вимірювання для ряду значень a , наприклад від 2 до 10. Одночасно знімаються покази для ширини щілини по барабанчику. Ті ж операції, але для інших величин повторюються при іншому параметрі A (при відповідному перефокусуванні системи).

Результати вимірювань необхідно занести до таблиці:

№ вимірювання	a по барабану	z	a обчислене	Похибка вимірювання
---------------	-----------------	-----	---------------	---------------------

	a_{cp}			
--	----------	--	--	--

За даними вимірювань побудувати градувальну криву, відкладаючи по осі абсцис поділки барабана, а по осі ординат – відповідні їм виміряні значення ширини щілини.

Екстраполюючи криву до перетину з віссю абсцис, визначити помилку нуля щілини. Встановити значення нуля щілини безпосередньо при поступовому відкритті механізму щілини до появи слабкого світла (при спостереженні оком через камеру спектрографа). Таке безпосереднє визначення провести декілька раз, кожний раз записуючи значення по барабану. Середню величину одержаних результатів порівняти з визначеною по градувальній кривій. Визначити ціну поділки барабана щілини.

Друга частина роботи полягає в установці заданої ширини щілини по дифракційній картині. Ширина a щілини, яка повинна бути встановлена, задається керівником робіт. Після виконання вимірювань підраховується точність.

Третя частина полягає в перевірці мертвого ходу механізму щілини. Для цього конкретно вибране, по бажанню, кількість мінімумів встановлюється багатократним відкриттям і закриттям щілини і усередненням відліків по барабану в тому і іншому випадку окремо. Різниця відліків дає величину мертвого ходу механізму щілини.

На закінчення, потрібно точно встановити нульове положення вимірювального барабану щілини. Для цього подвійна щілина ставиться на довільній відстані від широко відкритої вхідної щілини приладу. Остання постійно закривається, і з вимірювального барабану знімаються відліки кожний раз, коли z змінюється На 2. Значить, зменшення ширини щілини кожний раз рівно

$$\alpha_z = \alpha_{z-2} = \frac{2\lambda A}{d}$$

Цей підсумок дає величину, яка повинна обчислюватись із відліку по барабані щілини, коли по дифракційній картині встановлена ширина щілини, що відповідає $z=1$. Різниця визначає положення нуля щілини.

Необхідно порівняти результат з первинним, одержаним при екстраполяції по градууювальній кривій в першій частині роботи.

Лабораторна робота № 2

Дослідження спектрів випромінювання світлодіодів із р-п-переходом

Мета: експериментальне дослідження спектрів випромінювання, залежності інтенсивності випромінювання від струму через діод, параметрів випромінювальних центрів для світлодіодів із арсеніду галію GaAs та фосфіду галію GaP.

Теоретичні відомості

Теоретичні основи люмінесценції напівпровідників

В напівпровіднику в умовах теплової рівноваги існує деяка рівноважна при даній температурі концентрація електронів чи дірок. Якщо в напівпровідник ввести нерівноважні носії, перевівши його в збуджений (нерівноважний) стан, то частина енергії нерівноважних носіїв при рекомбінації може виділитися у вигляді квантів світла. Такий процес називається випромінювальною рекомбінацією або люмінесценцією.

Перевести кристал в збуджений стан можна різними способами, в

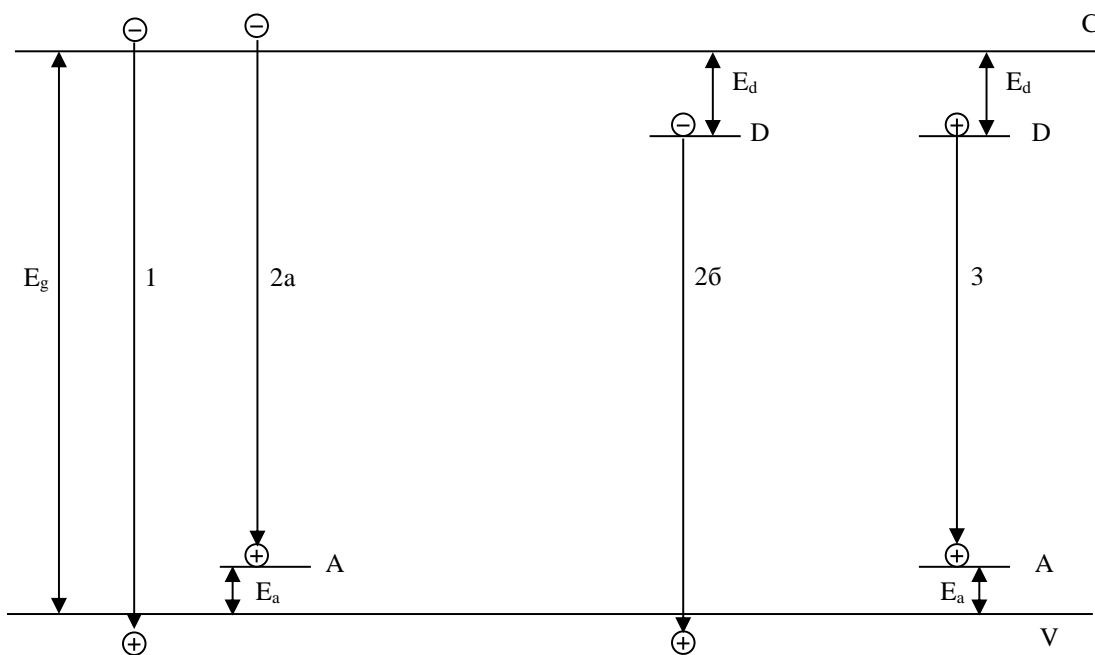


Рис. 1.

залежності від чого спостерігаються різні види люмінесценції.

При збудженні напівпровідника (створенні електронно-діркових пар) рекомбінаційне випромінювання залежить від механізмів випромінювальної рекомбінації. Основні види цих механізмів показано на рис.1.

1) Міжзонна рекомбінація електрон-дірка.

Мінімальна енергія кванта світла, що випромінюється рівна ширині забороненої зони $h\nu = E_g$.

2) Рекомбінація C-зона-акцептор (2a) і V-зона-донор (2б).

В реальних напівпровідниках є багато різних дефектів, які утворюють в забороненій зоні енергетичні рівні. В таких випадках люмінесценція іде переважно через ці дефекти, які називаються центрами випромінювальної рекомбінації. При цьому випромінюється фотон, енергія якого

$$h\nu = E_g - E_i$$

де E_i – енергія іонізації домішкового центра.

3) Якщо в кристалі є донорні і акцепторні домішки з енергіями іонізації E_d і E_a відповідно, то вони можуть утворювати зв'язані пари, які будуть діяти як нерухомі молекули, занурені в кристал (донорно-акцепторні пари). Якщо

відстань між донором і акцептором r , то кулонівська взаємодія їх зменшує енергію зв'язку пари на величину:

$$\Delta E = \frac{e^2}{4\pi\epsilon\epsilon_0 r}$$

де ϵ - діелектрична проникність кристала.

Енергія фотона, який випромінюється при переході 3 (рис. 1.) буде рівна енергетичній щілині між донорним і акцепторним рівнями:

$$h\nu = E_g - (E_d + E_a) + \frac{e^2}{4\pi\epsilon\epsilon_0 r} \quad (1)$$

Як видно із малюнка 1 ці механізми зв'язані із наявністю в кристалічній решітці різних дефектів (власних чи домішкових). Саме дефекти кристала визначають найбільш важливі з точки зору практичного використання оптичні та люмінесцентні властивості напівпровідників.

Принцип роботи світлодіода

Робота напівпровідникових джерел світла, якими є світлодіоди, ґрунтується на процесах, що відбуваються в p - n -переході – контакті напівпровідників різного типу провідності, електронного (n) і діркового (p). Тип провідності задається легуванням (введенням домішок) напівпровідника відповідно донорами або акцепторами. На контакті n - і p -областей відбувається дифузія електронів та дірок. Електрони, дифундуючи з n -області, де їх багато в p -область, де їх практично немає, заряджають p -область від'ємно. В результаті дифузії дірок з p - в n -область остання заряджається додатно. На контакті n - і p -областей (в p - n -переході) створюється електричне поле, яке протидіє процесу дифузії електронів і дірок.

Рівновазі відповідає рівність дифузійного руху носіїв заряду і їх руху під дією електричного поля (так званого дрейфу). Такому стану відповідає певна різниця потенціалів V_c ; між n - і p -областями (контактна різниця потенціалів). Існування контактної різниці потенціалів еквівалентне тому, що потенціальна енергія носія в n - і p -областях різна. Різниця енергії електрона в n - і p -областях

очевидно дорівнює eV_c , де e - заряд електрона. На енергетичній діаграмі існування V_c відповідає згину енергетичних зон (ширина забороненої зони E_g при цьому не змінюється), як це показано на рис. 2

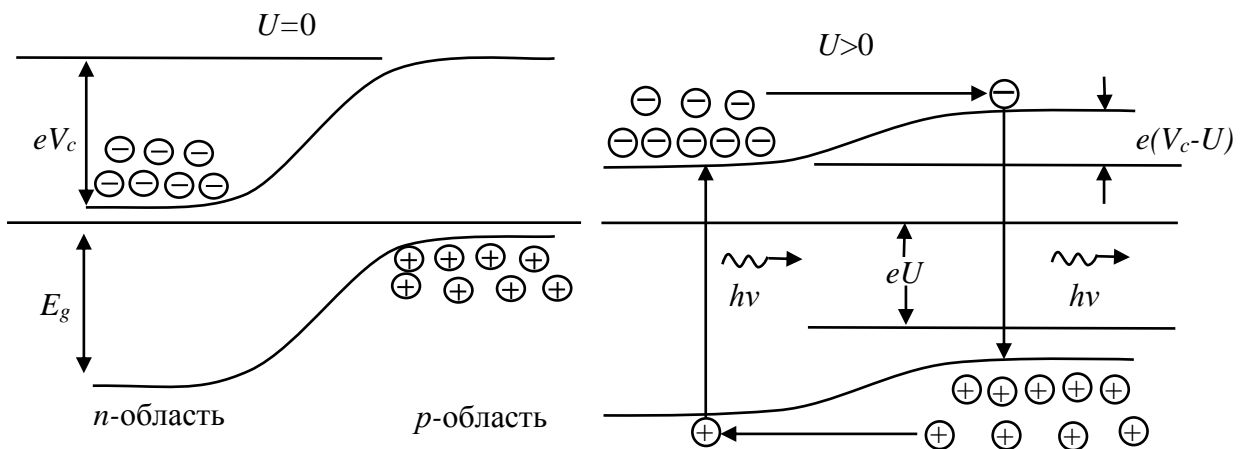


Рис. 2. Електронно-дірковий перехід у стані рівноваги ($V=0$) і при накладанні напруги у прямому напрямку ($V>0$)

Прикладання зовнішньої напруги U порушує рівновагу процесів в p - n переході, причому по-різному в залежності від полярності U . Якщо полярність U така, що «+» відповідає p -області, а «-» n -області, зовнішня напруга компенсує контактну різницю потенціалів, і потенціальний бар'єр в p - n -переході дорівнює $e(V_c-U)$ (див. рис. 1). Тепер електричне поле в p - n -переході стає малим і електрони стрімко дифундують з n - в p -область, а дірки, навпаки, - з p - в n -область.

Така полярність U відповідає проходженню через p - n -перехід *значного* струму (на відміну від процесів при протилежній полярності U) і відповідає *прямому* включенню p - n -переходу.

Проходження прямого струму через p - n -перехід супроводжується рекомбінацією (об'єднанням) вільних електронів і дірок. Адже електрон, введений (інжектований) в p -область, опиняється в області напівпровідника з великою концентрацією дірок, тобто є неосновним у цій частині структури. Це - найсприятливіші умови для рекомбінації. Такі ж умови створюються при інжекції дірок у n -область напівпровідника. При рекомбінації виділяється

енергія або у вигляді фотона, або перетворюється в тепло. В першому випадку рекомбінація називається випромінювальною, в другому безвипромінювальною. Співвідношення між інтенсивностями цих двох процесів визначається, насамперед, природою напівпровідника, з якого виготовлений діод. В германію (Ge) і кремнію (Si), зокрема, рекомбінація відбувається переважно безвипромінювальною. Тому Ge- і Si-діоди, транзистори і інші прилади з *p-n*-переходами практично не випромінюють фотонів. Інша справа - арсенід галію (GaAs), широко вживаний напівпровідник, в якому практично кожна рекомбінація супроводжується випроміненням фотона. Відношення кількості випромінювальних рекомбінацій до повної кількості рекомбінацій, які відбуваються в світлодіоді, називається *квантовою ефективністю* і є важливою характеристикою світлодіода. У відповідності зі сказаним, квантова ефективність арсенід-галієвого світлодіода близька до одиниці, а германієвого або кремнієвого діода – така низька, що навіть термін «світлодіод» не можна застосовувати.

Підсумовуючи викладене, можна сказати, що робота світлодіода ґрунтується на інжекції неосновних носіїв в *p-n*-переході та їх наступної випромінювальної рекомбінації з основними носіями. Випромінювання світлодіода – люмінесцентне явище, точніше, електролюмінесцентне, оскільки енергія електричного джерела перетворюється в оптичне випромінювання. Щоб відокремити розглянуте випромінювання світлодіода від інших видів електролюмінесценції, його часто називають інжекційною електролюмінесценцією.

Спектр випромінювання світлодіода

Спектр випромінювання, а отже, й колір свічення світлодіода визначається теж природою напівпровідника, а саме шириною його забороненої зони. Електрони розташовуються не на самому дні зони провідності, оскільки за звичайних умов їх середня кінетична енергія складає величину порядку kT (k – постійна Больцмана, T – абсолютна температура). Таку ж енергію мають дірки у

валентній зоні. Тому при рекомбінації електрона з діркою енергія випромінюваного фотона $h\nu$ дорівнює $E_g + 2kT$. Ширина забороненої зони арсеніду галію дорівнює – 1,4 eВ, а величина kT при кімнатних температурах складає 0,025 eВ. Отже, світлодіод випромінює фотони з енергією, дещо більшою E_g . Енергії фотона $h\nu = 1,45$ eВ відповідає інфрачервоне випромінювання (видимій області спектра відповідає інтервал 1,7 — 3 eВ, 1,7 eВ – червоне, 3 eВ – фіолетовий колір свічення), тому GaAs в індикаторних пристроях не може бути застосовуваним.

Перші світлодіоди видимого діапазону були створені ще в 60-х роках ХХ ст. на фосфіді галію (GaP) - напівпровіднику з шириною забороненої зони 2,25 eВ. При рекомбінації в цьому напівпровіднику випромінюються фотони, які відповідають зеленому (з жовтуватим відтінком) кольору свічення. Як згодом було з'ясовано, фотони з енергією, меншою 2,25 eВ, можна одержати, застосовуючи сплав GaAs і GaP. При зміні співвідношення цих бінарних напівпровідників ширина забороненої зони сплаву GaAs-GaP неперервно змінюється від 1,4 до 2,25 eВ, частково перекриваючи видимий діапазон 1,7- 2,25 eВ, тобто свічення червоного, оранжевого, жовтого і зеленого кольорів. Цього ж можна досягти за допомогою сплаву GaAs-AlAs.

Існує ще один спосіб регулювання спектра випромінювання напівпровідника – введення домішок. Тоді стає можливою рекомбінація через домішкові рівні, розташовані в забороненій зоні. Енергія випромінюваного фотона $h\nu$ при цьому менша E_g . Проте зазначені вище сплави не дають можливості одержати напівпровідниковий матеріал із шириною забороненої зони, більшою 2,25 eВ, тобто одержати насичений зелений, синій і фіолетовий кольори свічення. Особливо важлива відсутність синього кольору, оскільки разом із червоним і зеленим, ці три кольори дозволяють створити будь-який колір і відтінок. Це впродовж майже трьох десятиліть стримувало розвиток індикаторної техніки на світлодіодах, поки в середині 90-х років минулого століття не були розроблені світлодіоди на основі сплаву GaN-InN – напівпровідникового матеріалу, ширину забороненої зони якого можна

змінювати від 3,5 eВ (для GaN) до 2 eВ (для InN). Використання цього сплаву (на основі GaN) дозволило створити світлодіоди з, насамперед, синім кольором свічення.

Задача про теоретичний аналіз форми спектра випромінювання дуже складна. Для найпростіших випадків можна вважати, що в спектрі люмінесценції положення його максимуму дорівнює:

$$h\nu_m = E + \frac{1}{2}kT \quad (2)$$

де $E = E_g - E_a$, $E = E_g - E_d$ – коли випромінювальним центром є ізолюваний акцептор чи донор;

$$E = E_g - (E_a + E_d) + \frac{e^2}{4\pi\epsilon\epsilon_0 r} \quad \text{– коли випромінювальним центром є донорно-акцепторна пара.}$$

Ширина спектральної смуги на половині інтенсивності рівна:

$$\Delta(h\nu)_{\frac{1}{2}} \approx 1,8kT \quad (3)$$

Експериментальна установка для дослідження спектрів люмінесценції

Схема установки показана на мал.3. Якщо на світлодіод СД подати напругу від блока живлення БЖ за допомогою потенціометра R_n , то при досягненні деякої напруги буде спостерігатися люмінесценція. Світло люмінесценції фокусується на вхідну щілину монохроматора УМ-2. Реєструючим світлочутливим елементом служить фотодіод ФД-24К.

Вольтметр V_2 вимірює електрорушійну силу фотодіода. Вольтметр V_1 і амперметр А потрібні для контролю за параметрами живлення світлодіода. Резистор R обмежує струм світлодіода.

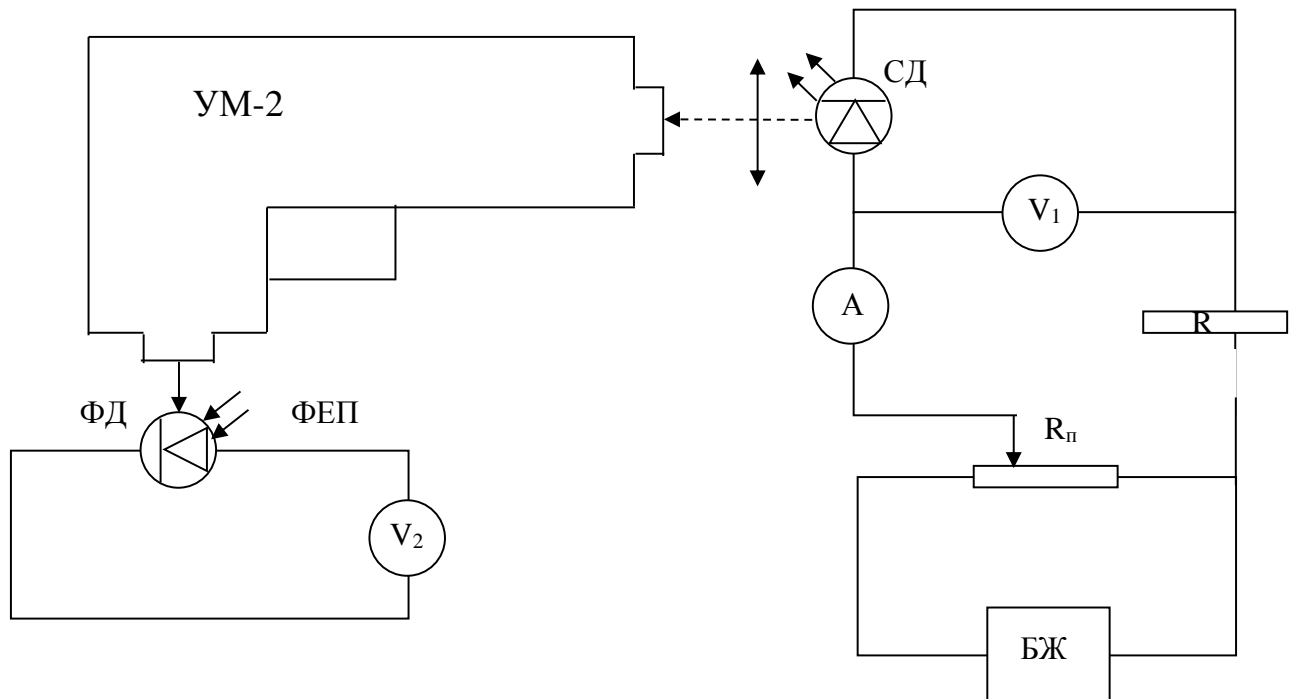


Рис. 3. Експериментальна установка для дослідження спектрів випромінювання світлодіода

Схема установки показана на рис.3. Якщо на світлодіод СД подати напругу від блока живлення БЖ за допомогою потенціометра $R_{п}$, то при досягненні деякої напруги буде спостерігатися люмінесценція. Світло люмінесценції фокусується на вхідну щілину монохроматора МХ. Реєструючим світлочутливим елементом служить фотодіод ФД-24К.

Вольтметр V_2 вимірює електрорушійну силу фотодіода. Вольтметр V_1 і амперметр А потрібні для контролю за параметрами живлення світлодіода. Резистор R обмежує струм світлодіода.

Хід роботи

1. Подати на світлодіод напругу, яка перевищує деяке мінімальне значення. Повільно (!!!) обернути ручку потенціометра до встановлення оптимального режиму роботи світлодіода. В таблиці наведені параметри світлодіодів.

Забороняється перевищувати граничні параметри світлодіода.

(граничні параметри для кожного із світлодіодів подано в лабораторній роботі)

№ пп	Тип світлодіода	Мінімальна напруга спрацювання	Максимально допустима напруга	Максимально допустимий струм	Оптимальн ий режим	
					$I,$ mA	U, V
1.						
2.						
3.						

2. Обертаючи барабан монохроматора знайти спектральну область спостереження люмінесценції.

3. Через кожні 10 поділок барабана вимірювати ЕРС фотодіода вольтметром V_2 . Очевидно, вимірювана для даної довжини хвилі напруга $U(\lambda)$ буде пропорційна інтенсивності люмінесценції $I(\lambda)$ та спектральній чутливості (або квантовому виходу) фотодіода $S(\lambda)$

$$U(\lambda) = I(\lambda)S(\lambda)$$

Звідки інтенсивність люмінесценції

$$I(\lambda) = \frac{U(\lambda)}{S(\lambda)}, \text{ або } I(h\nu) = \frac{U(h\nu)}{S(h\nu)} \quad (4)$$

4. За графіком спектральної чутливості ФД, який додається до інструкції, визначити $S(h\nu)$ для кожної довжини хвилі, що відповідає даній поділці барабана монохроматора.

5. Обчислити інтенсивність люмінесценції за формулами (4) у відносних одиницях.

6. Побудувати графік залежності інтенсивності люмінесценції $I(h\nu)$ від енергії квантів світла $h\nu$ за заданими λ зручно користуватися співвідношеннями:

$$h\nu(eV) = \frac{hc}{\lambda} = \frac{1240}{\lambda(\text{нм})}$$

7. Визначити ширину спектральної смуги на половині інтенсивності люмінесценції.

8. Знайти ширину спектральної смуги на половині інтенсивності та порівняти її з формулою (3).

9. Знайти глибину залягання випромінювального рівня, нехтуючи кулонівською поправкою.

10. Дослідити залежність інтенсивності люмінесценції від струму світлодіода для довжини хвилі, що відповідає максимуму люмінесценції. Побудувати графік залежності $I=I(i)$.

11. Дані занести до таблиць:

№ пп	№ поділки	U мВ	λ нм	h ν еВ	S (h ν), відн. од.	I (h ν), відн. од.

№ пп	Тип світлодіода	λ_{\max} , нм	ν_{\max} , еВ	$\Delta(h\nu)_{\frac{1}{2}}$, еВ	E, еВ

Граничні параметри світлодіодів.

№ 7 (червоний) – $U=1.7$ В, $I=21$ мА

№ 6 (інфрачервоний) – $U=1$ В, $I=6$ мА

№ 8 (інфрачервоний) – $U=1.2$ В, $I=2$ мА

Визначення оптичних втрат у кварцевому волокні

Мета: експериментальне дослідження спектральної залежності оптичного пропускання кварцового світловолокна, застосовуваного у волоконно-оптичних лініях зв'язку. Одержана залежність у короткохвильовій області зіставляється з формулою Релея.

Теоретичні відомості

Передача оптичного випромінювання по світловолокну має практичне значення, в зв'язку з чим утворився відносно самостійний напрямок оптоелектроніки – волоконно-оптичні лінії зв'язку (ВОЛЗ). Волоконні світловоди різної довжини використовуються для направленої передачі оптичного випромінювання і мають ряд переваг. Це перш за все широкосмуговість і велика інформаційна ємність, властива оптичним методам передачі і обробки сигналів, практично повна захищеність від зовнішніх електромагнітних впливів і міжканальних взаємонакладань, експлуатаційна безпечність, забезпечення прихованості передачі інформації. Кварцові світловоди можуть працювати при високих температурах, володіють хімічною стійкістю, малими поперечним перерізом і вагою і т.д.

У найпростішому варіанті світловолокну – це довга прозора нитка (серцевина) з показником заломлення n_c вкрита оболонкою з іншим показником заломлення n_0 (рис. 1).

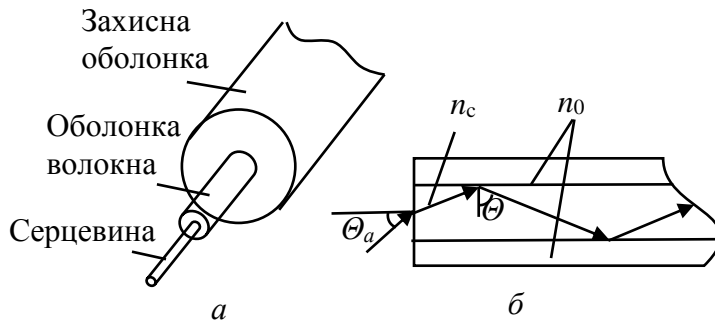


Рис. 1. Волоконно-оптичний кабель: (а) конструкція, (б) хід променів у серцевині світловолокна (повздовжній переріз).

Принципово важливе те, що завжди показник заломлення серцевини більший від показника заломлення оболонки ($n_c > n_0$). І оболонка, і серцевина сучасного світловолокна виготовляються із кварцу, а різниця n_c і n_0 всього на 1-2% досягається введенням в оболонку або серцевину домішок. Розповсюдження світла по волокну зумовлене *повним внутрішнім відбиванням*, яке можливе за умови, що кут падіння на межу поділу серцевина-оболонка Θ перевищує деякий критичний кут

$$\Theta = \arcsin(n_c/n_0), \quad (1)$$

для чого кут падіння вхідного променя на торець світловода не повинен перевищувати деякий апертурний кут Θ_a , (рис. 1, б). При повному внутрішньому відбиванні заломлений промінь відсутній, тобто вся енергія повертається в серцевину. Однак оптичні втрати, що приводять до згасання оптичного сигналу, все ж мають місце.

Оптичні втрати у СВ зумовлені розсіюванням, поглинанням (абсорбцією) і вигинами волокна. Значні *абсорбційні втрати* у кварцовому СВ можуть бути пов'язані з наявністю домішок, головним чином, перехідних металів - заліза, міді, хрому, нікелю і т. д. Це проявляється у формі смуг поглинання, інтенсивність і спектральне положення яких залежить від концентрації, а також зарядового стану домішки (дво- і тризарядні іони заліза, одно- і двозарядні іони міді тощо) (рис. 2, а). Тому спектр поглинання кварцу в області 0.7-1.5 мкм

визначається не тільки чистотою матеріалу, але й технологічним режимом виготовлення СВ.

Сучасні спеціально розроблені методи очищення кварцу дозволяють зменшити вміст домішок металів аж до 10^{-7} - 10^{-9} . У кварці такої частоти смуги поглинання все ж таки можуть проявлятися, але в цьому випадку вони іншої природи – гідроксильні групи ОН. Якщо і від залишків води вдається позбавитися, залишається поглинання самою матрицею, тобто кварцом. При взаємодії світла не з електронами, а з іонами енергія випромінювання витрачається на збудження коливань кристалічної ґратки, або мовою квантової механіки, відбувається випромінювання *фононів*. Щоб такий процес був можливим, енергія фотона (кванта оптичного випромінювання) має перевищувати енергію фонона (кванта коливання кристалічної ґратки), а також повинен виконуватись закон збереження імпульсу. Для кварцу ці умови задовольняються в інфрачервоній області спектра, де спостерігається стрімке зменшення оптичного пропускання, коли λ перевищить $\sim 1,6$ мкм. Об'єктом *розсіювання* звичайно є недосконала межа поділу між серцевиною й оболонкою у ступінчастому СВ, прозорі вкраплення, сторонні частинки, тріщини, бульбашки та інші дефекти. Сучасна технологія дозволяє виготовляти СВ такої якості, коли втратами на розсіювання такого типу можна знехтувати. Оптичні втрати у світловолокні зумовлені фундаментальними процесами, такими як релеевське розсіювання – явище, зумовлене флуктуаціями густини і/або хімічного складу (якщо це багатоконпонентне кварцове скло) по об'єму. Характерною особливістю релеевського розсіювання є його швидке зростання при зменшенні довжини хвилі ($\sim \lambda^{-4}$).

З огляду на викладене спектральна крива оптичних втрат для СВ з найбільш чистого кварцу являє собою залежність, спадаючу із збільшенням λ , більш-менш монотонну в області $\lambda < 1,5$ - $1,6$ мкм і стрімко зростаючу при подальшому збільшенні λ (рис. 3). Мінімум втрат на рівні декількох десятих дБ/км для кварцу припадає на спектральну область 1,1-1,7 мкм. На рисунку показана область абсолютного мінімуму 1,55 мкм та два відносні мінімуми – 0,85

і 1,3 мкм. Тепер стають зрозумілими мотиви вибору довжини хвилі випромінювання застосовуваного у ВОЛЗ. В одномодовому кварцовому СВ для зв'язку на значні віддалі віддають перевагу випромінюванню з довжиною хвилі 1.3 або 1.55 мкм, а в коротких ВОЛЗ – 0,85 мкм і навіть менших (зважаючи на меншу вартість випромінювачів і приймачів для цієї області спектра).

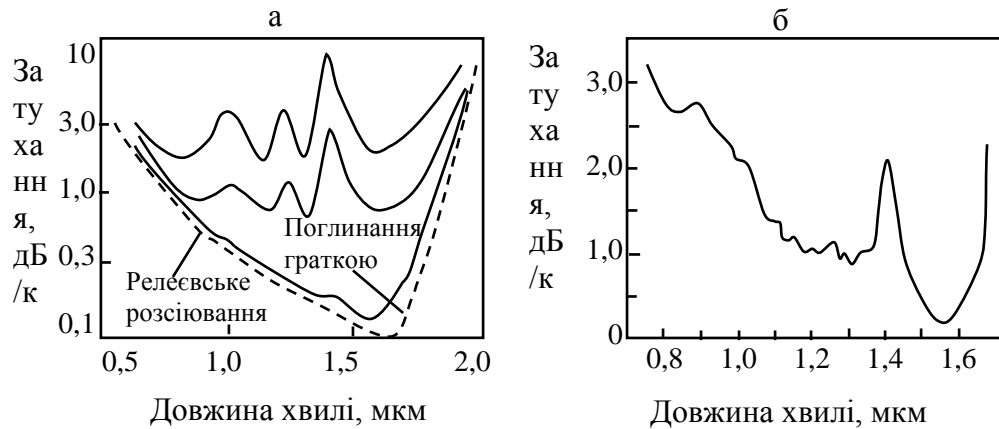


Рис. 2. Спектральні залежності втрат в кварцовому волокні, зумовлених різними механізмами (а) і сумарні втрати (б) - заштриховані смуги – «вікна прозорості», які використовуються у волоконно-оптичному зв'язку.

Експериментальна частина

У роботі досліджуються оптичні втрати у відрізку кварцового світловолокна. При знятті спектральної залежності оптичних втрат світло від лазера подається на вхідний торець світловолокна. Із вихідного торця оптоволокна світло подається на вхідну щілину спектрометра і на фотодетектор (рис. 3).

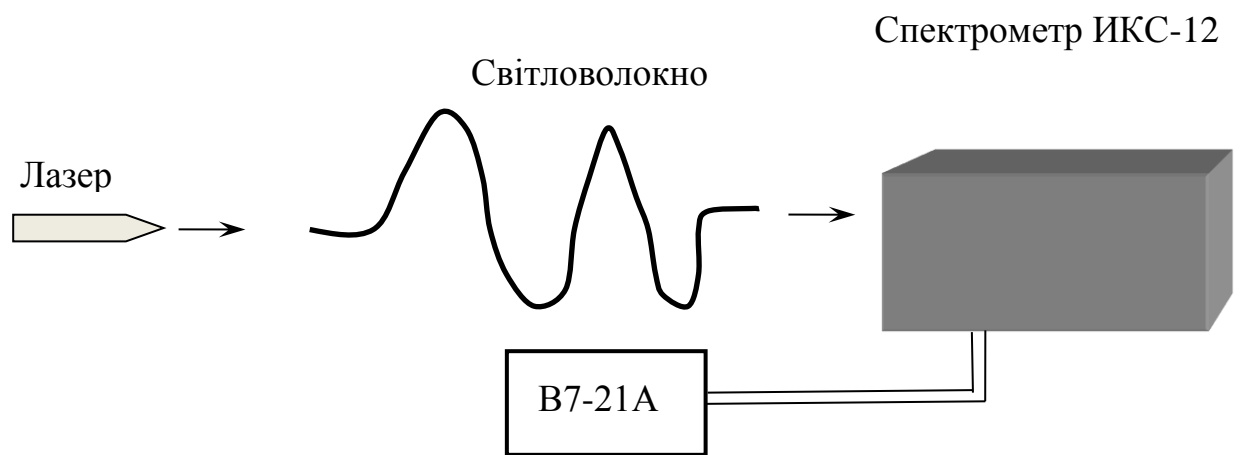


Рис. 3. Схема для вимірювання оптичних втрат у світловолокні.

Хід роботи

1. Встановити лазер (видимого діапазону світла) на одній горизонтальній площині із вхідною щілиною спектрометра.
2. Ввімкнути блок живлення лазера, встановити потужність лазерного променя, яка вказана керівником заняття.
3. Отримати спектральну залежність інтенсивності лазерного променя (I_0) від довжини хвилі λ в спектральному діапазоні 600-1500 нм з кроком 5 нм (*). Інтенсивність лазерного променя фіксувати за показами вольтметр В7-21А. Довжину хвилі одержати за графіком градування спектрометра ИКС-12.
 (*) – у вузькому інтервалі довжин хвиль, що відповідає максимуму випромінювання лазера, крок зменшити до 1-2 нм.
4. На шляху ходу променя встановити світловолокно. Отримати спектральну залежність інтенсивності лазерного променя (I) від довжини хвилі λ в спектральному діапазоні 600-1500 нм з кроком 5 нм (*).
5. Обчислити коефіцієнт пропускання $T=I/I_0$ для кожної довжини хвилі λ . Побудувати графік залежності $T(\lambda)$.

6. Встановити лазер (інфрачервоного діапазону світла) на одній горизонтальній площині із входною щілиною спектрометра. Виконати хід роботи згідно п. 2-5.

7. Для зіставлення із законом Релея побудувати графік залежності I/I_0 від λ^{-4} .

Контрольні запитання

1. Охарактеризуйте явище розповсюдження світла вздовж світловолокна.

2. В чому полягають механізми оптичних втрат у кварцовому світловолокні?

3. Яка спектральна область найбільш сприйнятлива для передачі оптичних сигналів за допомогою кварцового волокна?

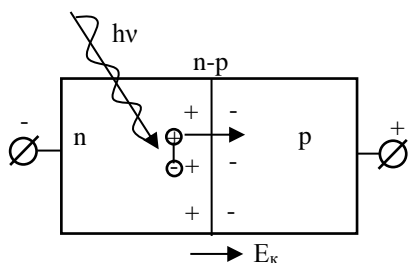
Дослідження основних характеристик фотодіодів

Мета: проградуювати оптичну лаву; у фотодіодному режимі зняти сім'ю вольтамперних характеристик; визначити фоточутливість фотодіода; зняти люксамперну характеристику.

Прилади: фотодіод типу ФД-2, джерело живлення, оптична лава, вольтметр, мікроамперметр, гальванометр, відповідні ключі.

Теоретичні відомості

Фотодіод – напівпровідниковий прилад, в якому використовується ефект розділення контактним електричним полем n-p переходу електронів і дірок, які утворюються при поглинанні світлового кванта в області цього переходу (рис. 1).



1– n-p-перехід, який утвориться в області контакту напівпровідників n- і p-типу провідності; E_k – напруженість контактного електричного поля переходу. Конструктивно, фотодіоди, або фотоелементи із запірним шаром виготовляють із напівпровідників n- і p-типу, які знаходяться в контакті. Частина напівпровідників, яка засвічується, в більшості випадків, виготовляється з слабологованого матеріалу n-типу. Ефективність роботи фотоелемента із запірним шаром залежить від величини площі n-p-переходу, яка засвічується світлом. Як правило, засвітка n-p-переходу здійснюється через напівпрозорий тонкий шар напівпровідника n-типу (рис.2),

який має великий час життя дірок τ_p і, відповідно дифузну довжину вільного пробігу дірок L_p .

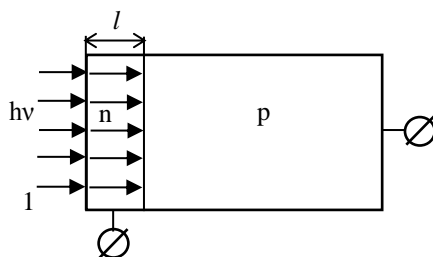
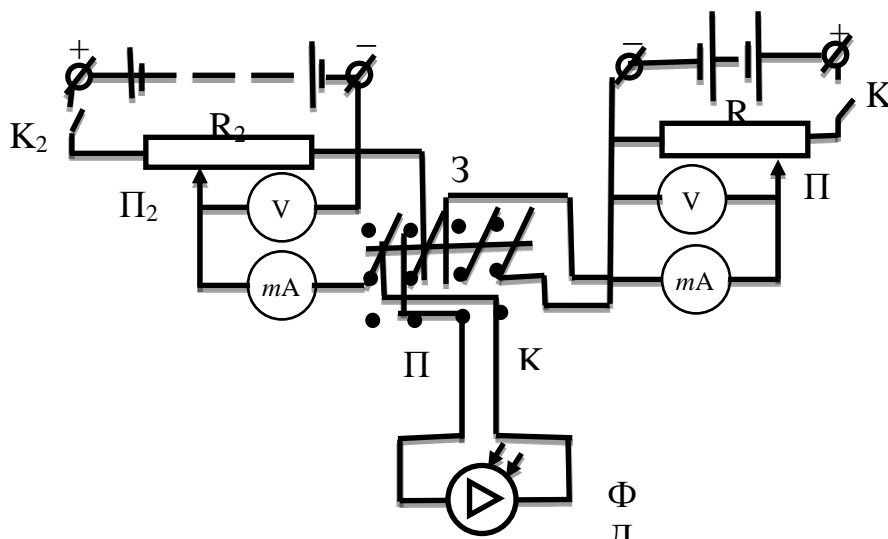


Рис.2. Для контакту з n -частиною використовують напівпрозорий напилений шар металу, наприклад, золото.

Фотоелемент виготовляють таким чином, щоб ширина n -області (l) була значно менша L_p . При даних умовах більшість дірок, які утворяться світлом в n -частині елемента не встигають рекомбінувати із вільними електронами народженими в парі із дірками і доходять до n - p -переходу, де контактним полем переходу захоплюються і передислоковуються в p -частину. При освітленості такого фотоелемента на його клеммах виникає деяка різниця потенціалів при замиканні контактів (через деякий опір) в колі протікатиме струм. Такий фотоелемент можна розглядати, як приклад, який перетворює електромагнітну енергію світла в електричну. Фотоелементи із запірним шаром знайшли широке використання в сучасній електроніці, як різноманітні фотодатчики. В енергетиці, як сонячні батареї та інше.

Опис установки

Схема установки представлена на рис. 3.



Хід роботи

1. Градування оптичної лави.

Встановлюючи активний елемент люксметра в одному із положень на оптичній лаві, наприклад на відстані 30 см або 20 см від лампи, визначають освітленість в даному місці:

$$A_0 = \frac{I_0}{r_0^2} \quad (1);$$

$$I_0 = A_0 r_0^2 \quad (2)$$

де I_0 – сила світла лампи, r_0 – відстань від лампи, A_0 – освітленість.

Освітленість в інших місцях на оптичній лаві визначатиметься по формулі:

$$A_0 = \frac{I_0}{r_0^2} \quad (3)$$

Підставляючи значення I_0 у формулу 3 одержимо:

$$A = A_0 \left(\frac{r}{r_0} \right)^2 \quad (4)$$

2. Зняття вольт-амперних характеристик.

а) Включаємо схему замикаючи ключі K_1 і K_2 переміщуємо повзунки потенціометрів в крайні ліві і праві положення відповідно.

б) Перемикаємо спарений ключ K_3 в положення П (пряма напруга фотодіодного режиму). Див. детальне пояснення в примітці 1. Знімаємо вольт-амперну характеристику в темноті.

в) Переключаємо К₃ в положення 3, зафіксуємо напругу фотодіодного режиму.

Знімаємо вольт-амперну характеристику в темноті.

г) Послідовно перемикаючи ключ К₃ в положення "П" і "З" знімаємо вольт-амперні характеристики в різних режимах освітлення фотодіода.

д) Будуємо сім'ю вольт-амперних характеристик (рис.5)

3. Визначення fotocутливості фотодіода.

Визначити fotocутливість фотодіода для декількох режимів освітлення (див. Примітку 1).

4. Зняття люкс-амперної характеристики у вентиляльному режимі.

а) Перевести схему у вентиляльний режим. Для цього необхідно розімкнути ключі К₁ і К₂, повзунок П₂ перевести в крайнє праве положення і ключ К₃ переключити в положення "З" (Див. примітку 2).

б) Змінюючи освітлення фотоелемента записати покази мікроамперметра.

в) Побудувати графік.

Примітка 1. Фотодіодним режимом називають режим, коли фотоелемент включений в коло деякої напруги (рис. 4). В темноті фотодіод нічим не відрізняється від звичайного діода. Струм, який протікає, в даному випадку, в заперному напрямку дістає назву темного струму (рис. 5). При освітленні струм в заперному напрямку фотодіода різко зростає. Чутливість фотодіода визначають як різницю повного I₃ і темного I_T струмів на одиницю світлового потоку.

$$K = \frac{I_3 - I_T}{\Phi} = \frac{I_{\Phi}}{\Phi}; \Phi - \text{світловий потік.}$$

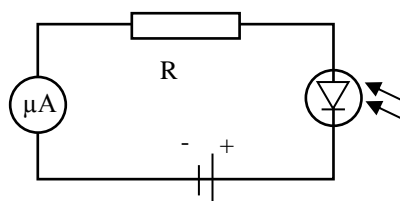


Рис.4. Схема включення фотодіода.

Світловий потік визначається:

$$\Phi = AS,$$

де A – освітленість, S – площа вікна фотодіода. $S=1,5 \text{ см}^2$

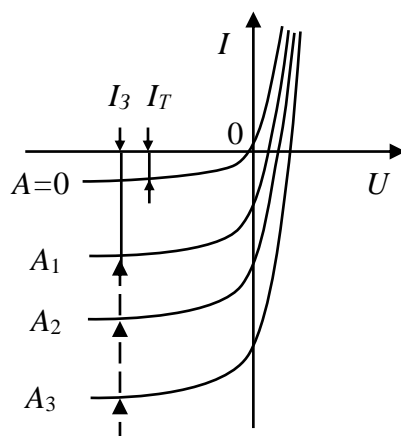


Рис. 5. Вольт-амперні характеристики фотодіода.

Примітка 2. Вентильним режимом фотоелемента називається режим при якому відсутнє зовнішнє джерело напруги. В даному режимі фотоелемент працює як генератор, що перетворює електромагнітних хвиль в енергію струму.

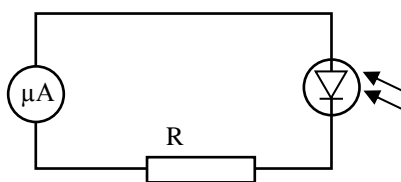


Рис.6. Схема включення фотоелемента при вентильному режимі.

Контрольні запитання

1. Чим відрізняється фотоелемент із запірним шаром від фоторезистора
2. Що таке деградації фотоелемента і з якими фізичними процесами вона пов'язана.

Література

1. Тарасевич Б.Н. Основи ІК спектроскопії з перетворенням Фур'є. Підготовка проб в ІЧ спектроскопії. М. – 2012. – 22 с.
2. Бёккер Ю. Світ хімії. Спектроскопія. Переклад з німецької Л.Н.Казанцевой. М. – 2009. – 522 с.

Якісний та напівкількісний аналіз за допомогою стилоскопа

Теоретичні відомості

Спектроскопічний метод аналізу визначає хімічний склад сплавів за характерними лініями елементів в його спектрі випромінювання і встановленні вмісту цих елементів в сплаві по інтенсивності ліній спектру.

В електричній дузі в просторі між досліджуваним зразком і іншим електродом протікають складні фізичні і хімічні процеси. Речовина електродів випаровується і потрапляє в вогонь дуги. Під дією високої температури, досягаючої 5000 – 9000 С, атоми речовини випромінюють світло; довжини хвиль випромінюваного світла різні для атомів різних елементів. Розташування, колір, яскравість і кількість ліній залежать від атомів, присутніх в полум'ї дуги.

Стилоскоп є приладом для візуального напівкількісного спектрального аналізу і досить поширений в виробничій практиці. Він застосовується при масових аналізах, які не потребують, високої точності визначення. Особливо важливе застосування стилоскопів при сортуванні сплавів на складах, підготовчих цехах, а також при необхідності проведення контролю готових виробів за хімічним складом.

Напівкількісний аналіз за допомогою стилоскопа проводиться наступним чином: між зразком і допоміжним або «постійним» електродом запалюється дуговий розряд. Його випромінювання направляються на вхідну щілину стилоскопа. Для аналізу сталей постійним електродом стержень із заліза Армко, а для аналізу сплавів на мідній основі – мідний стержень. Досліджуваний зразок може мати рівну форму і розміри. Перед встановленням електродів і проб необхідно ретельно почистити їх, щоб поверхня була чистою і гладкою. Для встановлення кількісного вмісту елементу в сплаві оцінюють відносну інтенсивність спектральної лінії, що аналізується і лінії порівняння.

Проте, можливості ока, як вимірювального приладу, обмежені. Очі не можуть достатньо точно визначити відношення інтенсивності двох спектральних ліній, але дуже чутливі до встановлення рівності або нерівності інтенсивності двох спектральних ліній. На цьому принципі ґрунтується метод кількісного аналізу з допомогою стилоскопа.

Спектр основи достатньо багатий спектральними лініями (спектр міді і заліза). Тому завжди можна в цій області спектра, в якій лежить лінія, що аналізується, знайти таку лінію основи, яка при даній концентрації буде рівна інтенсивності ліній домішки. Однакова інтенсивність ліній домішки і основи є спектроскопічною ознакою визначеної концентрації домішки в сплаві. Однак, підібрати пари ліній однакової інтенсивності при різній концентрації елемента не завжди можливо, тому застосовують оцінку «яскраво» або «темніше» в цьому випадку користуються декількома парами аналізуючих ліній і ліній порівняння в декількох областях спектра для уточнення результату аналізу. Інколи для уточнення оцінки одну лінію домішки порівнюють з декількома лініями основи.

Для здійснення аналізу необхідно з'ясувати спектр досліджуваного зразка, навчитись ототожнювати спостережену картину з зображенням її на планшетах атласу спектроскопічних ознак і дати відповідь про вміст даного елемента в сплаві.

Точність стилоскопічних вимірювань близько 25%. Стилоскопічний аналіз дає можливість встановити марку сплаву. Для проведення аналізу на стилоскопі необхідно спочатку проградувати мм. шкалу приладу в довжинах хвиль. Цю операцію виконують розглядаючи в окуляр спектр міді.

Перше уявлення про надмірну складність і заплутаність спектру пропадає при уважному розгляді труп ліній. Стає зрозумілим, що окремі групи спектральних ліній мають характерне розташування і свої особливості (ширина ліній буває різною, лінії відрізняються по інтенсивності і тд.) В спектрі міді характерними є яскраві зелені лінії 5705, 5753, 5228.

При градуванні шкали підводять до вказівника в полі зору спектральну лінію, довжина хвилі якої відома і відмічають положення на міліметровій шкалі.

Після проведення градування приладу будують на міліметровому папері градувальну криву, якою потрібно користуватися, щоб навести в поле зору необхідну групу ліній.

Тоді проводимо напівкристалічний аналіз відомого сплаву.

Визначення Zn

Для виявлення Zn і оцінки його вмісту користуються трьома групами ліній, які подано в табл. 1

Таблиця 1.

Найменування групи	Лінії	Умовне позначення	Лінії порівняння міді	Умовне позначення
Zn ₁	6362,35			
Zn ₂	4810,53	1	4704.60	4
Zn ₂	4722,16	2	4697,49*	5
Zn ₂	4680,14	3	4674,76*	6
			4651.13	7
Zn ₃	5181,99	1	5175,89	2
			5200,87	3

*- лінії розмиті.

Грубе кількісне визначення вмісту Zn проводять по спектральних лініях 4680.14, 4722.16, 4810.53 в групі Zn₂. В таблиці 2 подано співвідношення інтенсивностей спектральних ліній міді і цинку для різного вмісту останнього.

Оцінки для визначення Zn

Таблиця 2.

Найменування групи	Вміст в %	Оцінка інтенсивностей спектральних ліній
Zn ₁	0,005	1-видно погано 2-видно дуже погано 3-не видно
Zn ₁	0,1	5≥2

Zn ₁	0,5	2<4 2=5
Zn ₂	1	2<4 2=5

Рис. 3, 4, 5 дають групу ліній.

Визначення Mn

Присутність марганцю виявляють по лініях 4754.04А в Групі Mn рис. 6. Контрольні визначення можна робити по ЛІНІЯХ 45022.22А в групі Mn₂ рис. 6,7,8.

В таблицях 3, 4 подано вибрані лінії і оцінки для різного вмісту марганцю

Лінії для визначення Mn

Таблиця 3

Найменування групи	Лінії	Умовне позначення	Лінії	Умовне позначення
Mn ₁	4754,04	1	4704,60	4
Mn ₁	4709,71	2	4697,49*	5
Mn ₁	4766,43	3	4766,73*	6
Mn ₂	4502,22	1	4530,82	5
			4507,5*	2
			4513,20*	3
			4586,96*	6
			4488,36	4

Оцінка для визначення Mn

Таблиця 4

Найменування групи	Вміст в %	Оцінка інтенсивності спектра ліній	Найменування групи	Вміст в %	Оцінка інтенсивності спектра ліній
Mn ₁	0,2	1 5 3=6	Mn ₂	0,2	1 =3
Mn ₁	0,5	1=5 1 4	Mn ₂	0,5	1=3

Mn ₁	1	1=4	Mn ₂	1	1=2 1 3
Mn ₁	2	1 4 2 5	Mn ₂	2	1=4
Mn ₁	4	2=4	Mn ₂	4	1=6
Mn ₁	6	2 4	Mn ₂	6	1 6 1 5
Mn ₁	10	2 4	Mn ₂	10	1 5

Таблиця 5

Найменування групи	Вміст в %	Оцінка інтенсивності спектральних ліній	
Zn ₂	1,5	2>3	3=6
Zn ₂	5	2>4	3>6 3=4
Zn ₂	10	3>4	7≥2
Zn ₂	12	3=7	2>7
Zn ₂	15	2>7	3≥7
Zn ₃	15	2≥1	1<<3
Zn ₂	20		3≥7
Zn ₂	Більше 30 %		3≥7
Zn ₃		1>2	3>1

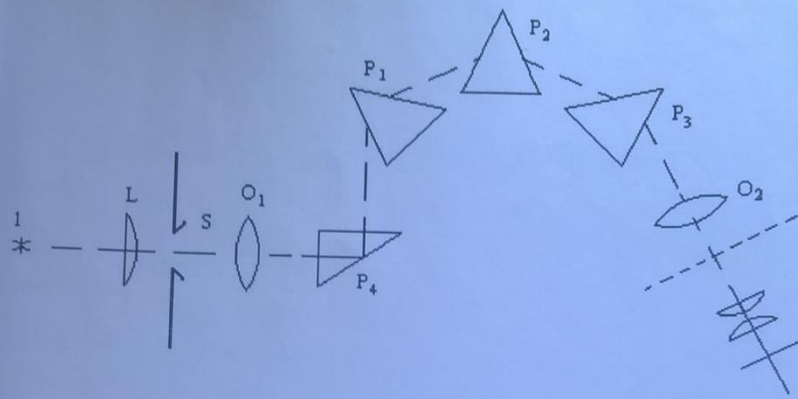


Рис. 1

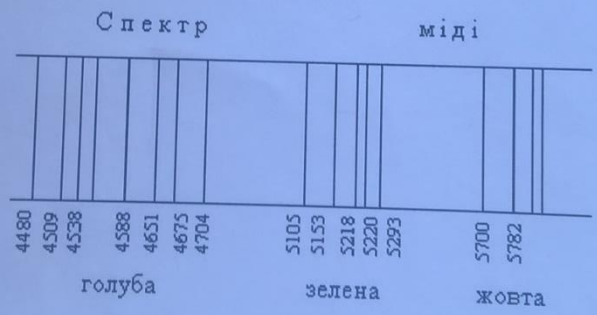
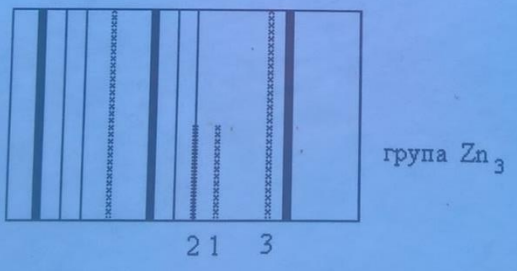
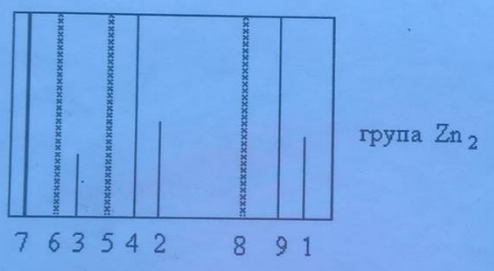
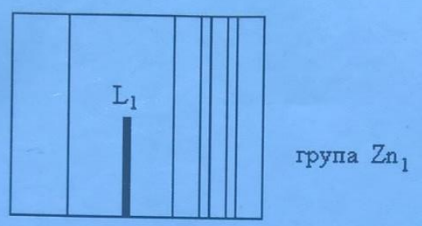


Рис. 2



Вимірювання ІЧ-спектрів пропускання та поглинання за допомогою Фур'є-спектрометра

Мета: вивчити призначення, принцип дії, конструкцію основних вузлів та технічні дані Фур'є-спектрометра, виміряти за його допомогою спектри пропускання та домішкові смуги поглинання

Прилади: ІЧ-Фур'є спектрометр SHIMADZU IRAffinity-1S, набір кювет, досліджувані рідини та твердотільні оптичні матеріали.

Теоретичні відомості

Фур'є-спектрометр – це спектральний прилад, в якому оптичний спектр одержують у два етапи: спочатку реєструється інтерферограма досліджуваного випромінювання після чого через її фур'є-перетворення обчислюють шуканий спектр (рис. 1). Сукупність спектральних методів, здійснюваних за допомогою фур'є-спектрометра, називають фур'є-спектроскопією.

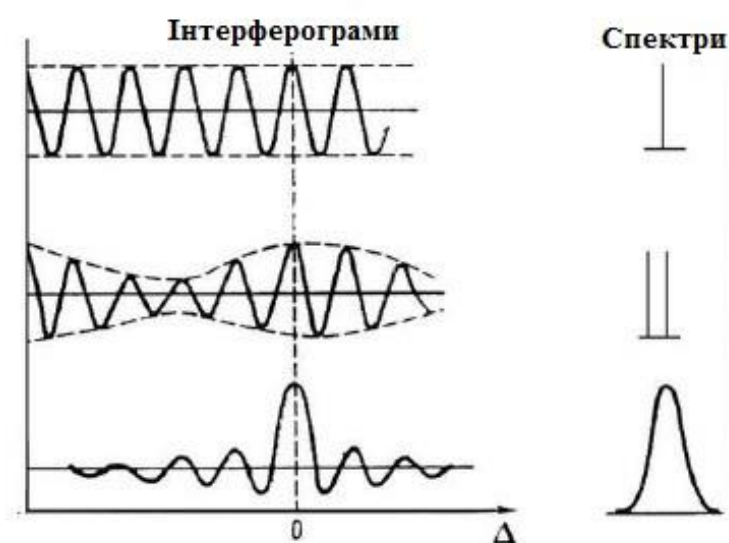


Рис. 1. Приклади спектрів та відповідних їм інтерферограм

Основна частина оптичного фур'є-спектрометра (рис. 2) – інтерферометр Майкельсона – містить взаємно перпендикулярні нерухоме 4 і рухоме 2 дзеркала і напівпрозору світлоподіляючу пластину 3, розташовану в місці перетину падаючих пучків випромінювання і пучків, відбитих від обох дзеркал. Оптичне випромінювання від джерела 1, потрапляючи на світлоділяючу пластину 3, поділяється на два пучки. Один із них прямує на нерухоме дзеркало, другий –

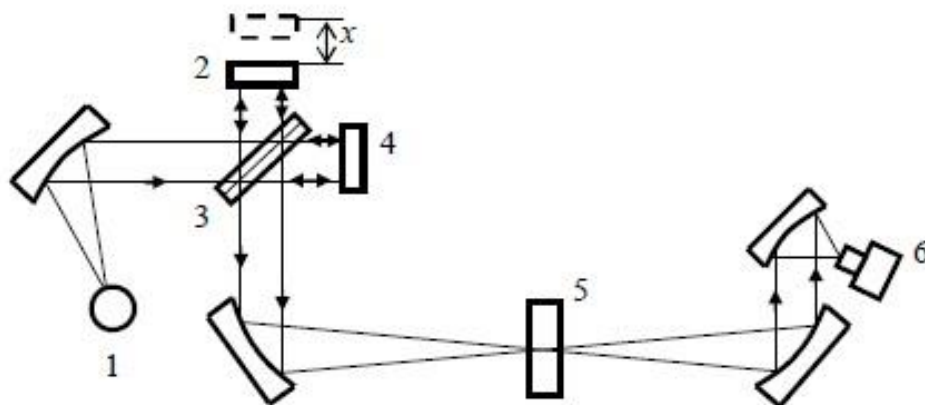


Рис. 2. Спрощена оптична схема фур'є-спектрометра

на рухоме; потім обидва пучка, відбившись від дзеркал, виходять через світлоподіляючу пластину з інтерферометра в тому самому напрямку. Далі випромінювання фокусується на зразку 5 і надходить на фотодетектор 6.

Два пучки відрізняються один від одного оптичною різницею ходу, величина якої залежить від положення рухомого дзеркала. За рахунок інтерференції пучків інтенсивність результуючого потоку періодично змінюється. Частота модуляції залежить від частоти падаючого випромінювання та від величини зміщення рухомого дзеркала. У результуючій інтерферограмі виділяється точка нульової різниці ходу (точка білого світла), у якій всім частот спостерігається максимум, тому від неї ведуть відлік зміщення рухомого дзеркала.

Якщо зразок поглинає випромінювання з частотою, то інтенсивність інтерферограми, що відповідає цій частоті, зменшується. У результаті після фур'є-перетворення, що здійснюється на комп'ютері, в отриманому діапазоні спостерігається смуга поглинання зразка.

За допомогою Фур'є аналізу просторова або часова функція розбивається на синусоїдальні складові, кожна з яких має свою частоту, амплітуду та фазу. Зрештою формується амплітудний спектр поглинання, що відповідає досліджуваному зразку.

Інтегральна інтенсивність світлового потоку $I(\delta)$, що виходить з ідеального інтерферометра, описується виразом:

$$I(\delta) = 0,5 \int B(\sigma) d\sigma + 0,5 \int B(\sigma) \cos(2\pi\sigma\delta) d\sigma, \quad (1)$$

де (σ) – спектральна щільність випромінювання, що входить в інтерферометр (від джерела S); δ – величина переміщення рухомого дзеркала інтерферометра.

Фур'є-перетворення змінної частини функції $I(\delta)$ (інтерферограми) дозволяє отримати досліджуваний спектр:

$$B(\sigma) = 2 \int I'(\delta) \cos(2\pi\sigma\delta) d\delta. \quad (2)$$

Ідеальна інтерферограма передбачається нескінченно протяжною, при цьому роздільна здатність фур'є-спектрометра була б нескінченно велика. Проте деякі чинники обмежують роздільну здатність: кінцеві межі механічного переміщення дзеркала, можливості цифрової реєстрації та обробки інтерферограми, неідеальність оптичної системи та ін.

У фур'є-спектрометрі реалізуються два основні принципи сканування інтерферограми: покрокове та безперервне (швидке). У швидкоскануючому фур'є-спектрометрі рухомий відбивач рухається постійною швидкістю v . На виході інтерферометра кожна спектральна складова досліджуваного сигналу синусоїдально модулюється з частотою $\nu = 2\nu\sigma$ і основне інтегральне співвідношення фур'є-спектроскопії набуває вигляду

$$I(t) = 1/\nu \int B(\nu) \cos 2\pi\nu t d\nu. \quad (3)$$

У цьому випадку інтерферометр модулює власний сигнал. Якщо спектральний сигнал, що досліджується, лежить в інтервалі від σ_1 до σ_2 , діапазон частот ν модуляції інтерференційного сигналу змінюється в межах $2\nu\sigma_1 < \nu < 2\nu\sigma_2$. Цей діапазон можна змінювати, варіюючи швидкість ν та підбираючи фотоприймачі з різними частотними характеристиками.

Фур'є-спектрометри, що випускаються різними виробниками, дозволяють працювати в широкому спектральному інтервалі від 5 до $5 \cdot 10^4 \text{ см}^{-1}$, тобто від субміліметрового до УФ-діапазону, хоча найбільш поширені прилади, що працюють в ІЧ-області, де переваги фур'є-спектрометрів найбільші. Спектральна роздільна здатність сучасних приладів змінюється у межах: від кількох десятків до 10^{-4} см^{-1} .

Час реєстрації інтерферограми одержуваних спектрів у більшості фур'є-спектрометрів становить від частини секунди до декількох хвилин. Прилади з високими швидкостями зміни оптичної різниці ходу мають часову роздільну здатність до 2...3 мс при спектральній роздільній здатності до $0,1 \text{ см}^{-1}$. У приладах з кроковим скануванням досягається часової роздільної здатності порядку десятків секунд при дослідженні сигналів, що періодично повторюються.

Переваги фур'є-спектрометрів

1. Виграш Жакіно. Тілесні кути джерела і приймача можуть досягати значних величин, таким чином через прилад проходить більше світлового потоку, отже, відбувається повніше використання аналізованого випромінювання.

2. Виграш Фелжетта. У кожний момент часу реєструється весь спектр, тому у фур'є-спектрометрах більш високе співвідношення сигнал/шум, ніж у дифракційних чи призмових приладах.

3. Відсутність обмежень для спектральної роздільної здатності, що обумовлено кінцевими розмірами оптичних елементів. Роздільна здатність сучасних фур'є-спектрометрів досягає $0,002 \text{ см}^{-1}$.

4. Зниження вимог до допустимих аберацій оптичних елементів приладу. З цієї причини стає можливим створення оптичних схем з великим відношенням діаметра об'єктива до його фокусу (відносним отвором), зазвичай 1:3, що робить такі фур'є-спектрометри компактнішими порівняно з щілинними дисперсійними.

5. Висока швидкість реєстрації спектрів за наявності швидкодіючих цифрових фур'є-процесорів.

6. Велике відношення сигнал/шум у порівнянні з дисперсійними приладами, що особливо помітно в ІЧ-діапазоні.

Фур'є-спектрометрія заснована на законі Бугера-Ламберта.

Експериментально було встановлено, що зменшення потоку випромінювання при його поглинанні в середовищі товщиною dl пропорційно величині пройденого шляху та потоку падаючого випромінювання:

$$d\Phi = -\beta\lambda\Phi dl, \quad (4)$$

де $\beta\lambda$ – коефіцієнт поглинання (не плутати з величиною спектрального поглинання, яка є відношенням потоку випромінювання, поглиненого тілом, до потоку випромінювання, що впав на це тіло). Розділяючи змінні та інтегруючи, приходимо до відомого закону Бугера-Ламберта. Інтенсивність паралельного монохроматичного пучка світла при поширенні його в поглинаючому середовищі зменшується згідно з виразом

$$I(l) = I_0 \exp(-\beta\lambda l), \quad (5)$$

де $I(l)$ – інтенсивність паралельного монохроматичного пучка світла, що виходить; I_0 – інтенсивність вхідного пучка; l – товщина шару речовини, якою проходить світло.

Коефіцієнт поглинання – величина, зворотна відстані, у якому паралельний монохроматичний оптичний пучок послаблюється рахунок поглинання речовині в e разів (натуральний коефіцієнт поглинання) або в 10 разів (десятковий коефіцієнт поглинання). Вимірюється см^{-1} або м^{-1} .

Опис лабораторної установки

Зовнішній вигляд лабораторної установки наведено на рис. 3. У роботі використовується фур'є-спектрометр SHIMADZU IRAffinity-1S. Досліджуваний зразок розміщують на оптичній осі між блоками випромінювача і реєстратора спектрометра. Спектрометр з'єднаний з комп'ютером, на моніторі якого спостерігають результати вимірювань.



Рис. 3. Зовнішній вигляд фур'є-спектрометра SHIMADZU IRAffinity-1S

Програмне забезпечення *Lab Solutions IR*, що додається до приладу, працює в середовищі Windows та забезпечує вимірювання спектрів, тестування спектрометра, роботу з базою даних спектрів речовин. Для обробки, аналізу та відображення спектрів передбачений широкий набір операцій та функцій. Програма має інтуїтивно зрозумілий інтерфейс англійською мовою.

Є пакети програм на вирішення прикладних завдань: багатокomпонентний кількісний аналіз, факторний аналіз, ідентифікація спектрів по заданій бібліотеці та ін.



Рис. 4. Вікно програми Lab Solutions IR

Головне меню програми містить практично всі команди управління та дозволяє задати та налаштувати роботу з файлами, взаємодію зі спектрометром, параметри графіки, обчислень та ін.

Хід роботи

1. Увімкнути Фур'є-спектрометр (кнопка в нижній частині зовнішньої панелі приладу).
2. Запустити програму Lab Solutions IR з робочого стола ПК (послідовність дій: *Lab Solutions IR* → *Ok* → *Spectrum*).
3. У діалоговому вікні програми *Lab Solutions IR* вибрати закладку *Instrument* → *Connect*. (до 1 хв триватиме з'єднання та узгодження роботи приладу з ПК).

4. Приготувати порожню кювету для вимірювання спектру. Відкривши захисний кожух відділення для вимірювання зразків, встановити кювету на шляху проходження променя. Закрити захисний кожух.

5. Увімкнути сканування опорного сигналу (кнопка *BKG Scan* → *Ok*).

Увага! Під час сканування забороняється вмикати/вимикати будь-які кнопки на приладі та в діалоговому вікні програми Lab Solutions IR.

6. У відділення для вимірювання зразків встановити кювету із досліджуваною рідиною (твердотільний зразок) на шляху проходження променя. Закрити захисний кожух.

7. У діалоговому вікні програми *Lab Solutions IR* вибрати закладку *Measurement*.

8. Увімкнути сканування сигналу з досліджуваною рідиною (твердотільним зразком) (кнопка *Sample Scan*).

Увага! Під час сканування забороняється вмикати/вимикати будь-які кнопки на приладі та в діалоговому вікні програми Lab Solutions IR.

9. Зберегти отримані результати на диску ПК: *File* → *Save as ...* Для збереження у форматі txt: *File* → *Export ...*

10. Завершення роботи з Фур'є-спектрометром проводять у такій послідовності:

а) вибрати закладку *Instrument* → *Disconnect*;

б) закрити програму *Lab Solutions IR*;

в) вимкнути прилад (кнопка в нижній частині зовнішньої панелі приладу).

Контрольні запитання та завдання

1. Перерахуйте відомі вам принципово різні методи оптичної спектроскопії?

2. Назвіть основну ідею фур'є-спектроскопії.

3. Поясніть фізичну сутність процесу отримання спектру оптичного випромінювання при перетворенні Фур'є.

4. Перерахуйте переваги фур'є-спектроскопії (вказіть не менше трьох переваг).
5. Намалюйте схему та поясніть конструкцію фур'є-спектрометра.
6. Сформулюйте закон Бугера-Ламберта і поясніть його фізичну сутність.

Література

3. Тарасевич Б.Н. Основи ІК спектроскопії з перетворенням Фур'є. Підготовка проб в ІЧ спектроскопії. М. – 2012. – 22 с.
4. Бёккер Ю. Світ хімії. Спектроскопія. Переклад з німецької Л.Н.Казанцевой. М. – 2009. – 522 с.
5. Аверко-Антонович І.Ю. , Бікмулліна Р.Т .: Методи дослідження структури і властивостей полімерів. Навчальний посібник/КДТУ. Казань. – 2002. – 604 с.
6. Кросс А.Д. Введення в практичну інфрачервону спектроскопію Пер з англ. М .: Иностранная литература, 1981. – 110 с.