

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ
ГОСУДАРСТВЕННОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО
ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ
«САРАТОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ им. Н.Г. ЧЕРНЫШЕВСКОГО»

В.И. Кочубей

СПЕКТРОФЛУОРИМЕТР

Руководство по работе на приборе

Саратов - 2008

Используемый в специальном практикуме по спектроскопии флуориметр собран на основе монохроматора УМ-2. Установка позволяет измерение спектров люминесценции жидких и твердых образцов, а также кинетики затухания люминесценции. Принципиальная схема установки приведена на **рис.1**.

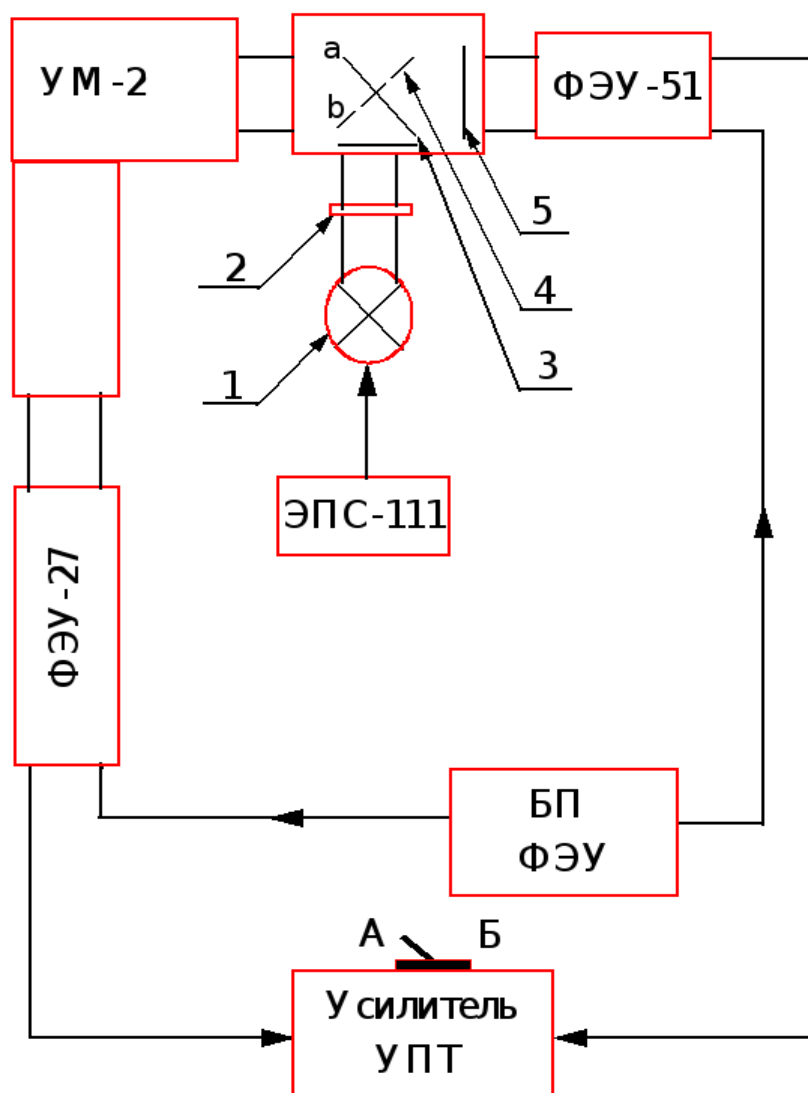


Рис.1. Принципиальная схема установки для измерения спектров люминесценции и кинетики затухания люминофоров.

1 - ртутная лампа; 2 - светофильтр; 3 - люминофор; 4,5 - светонепроницаемые шторки; ФЭУ - фотоэлектронный умножитель; УМ-2 — монохроматор.

Источником возбуждающего света служит ртутная лампа **СВДШ-250**, перед которой могут устанавливаться сменные светофильтры. При помощи светофильтров выделяется необходимая спектральная область возбуждения люминесценции. Выбор

фильтра производится при помощи ГОСТ 9411-81 «Стекло оптическое цветное». Например, для возбуждения межзонных переходов при исследовании люминесценции узкозонных полупроводников, необходимо применение фильтра **УФС-2**, выделяющего ультрафиолетовое излучение в области **270-380**нм. Исследуемый образец помещается в кюветную камеру, в которой он может фиксироваться в двух взаимно перпендикулярных положениях «**а**» и «**в**».

1. В положении «**а**» излучение образца направляется на входную щель монохроматора без использования дополнительных оптических элементов. Такое освещение входной щели позволяет полностью заполнить апертуру спектрального прибора вследствие значительных размеров освещаемой возбуждаемым излучением области люминофора (1,5 см). Затем люминесценция проходит через монохроматор **УМ-2** и попадает на фотоумножитель **ФЭУ-27**. Высокое напряжение на делитель фотоумножителя подается со стабилизированного источника питания, имеющего три степени регулирования напряжения: два переключателя (грубая и точная установка) и потенциометр для плавного регулирования. Установка напряжения питания необходима для получения достаточно высокого значения усиливаемого сигнала. Электрический сигнал с ФЭУ поступает на высокочувствительный усилитель постоянного тока **УПТ**. Для регистрации спектров и временных зависимостей люминесценции используются различные фотоумножители, поэтому **УПТ** имеет два входа усиливаемого сигнала, переключаемые тумблером, находящимся на верхней панели. Для усиления сигнала люминесценции тумблер необходимо установить в левом положении. Усиленный сигнал регистрируется микроамперметром.

Снимая показания микроамперметра при различных положениях измерительного барабана **УМ-2**, чему соответствует попадание на **ФЭУ** излучения люминофора в различных спектральных областях, получают данные для построения спектра люминесценции.

2. Для изучения закона затухания люминофор устанавливают в камере в положение «**в**» и короткое время засвечивают (возбуждают). Излучение люминофора, регистрируемое одновременно во всем спектральном диапазоне, минуя **УМ-2**,

попадает на **ФЭУ-51**, сигнал с которого поступает на усилитель **УПТ** (тумблер в правом положении). По показанию микроамперметра, изменяющемуся по мере затухания люминесценции, фиксируют изменение фототока с течением времени.

Световые потоки, исходящие из кюветной камеры, могут перекрываться специальными шторками. Шторка **3** используется для перекрывания возбуждающего излучения, шторка **5** — перекрывания люминесценции при регистрации временных зависимостей.

Измерение спектра люминесценции

1. Перед началом работы необходимо убедиться, что тумблеры на всех блоках находятся в положении **«Выключено»**, переключатели регулировки выходного напряжения на блоке питания ФЭУ выведены в крайнее левое положение, шторки **4** и **5**, а также рукоятка затвора монохроматора **УМ-2** находятся в положении **«Закрото»**.

2. Поместить в кюветную камеру образец. Если образцом является кристаллофосфор в виде пластины, он ставится в положение **«а»** (под углом 30° к возбуждающему свету). В том случае, когда используется прямоугольная 1×1 см кювета с раствором малой оптической плотности, она устанавливается гранью по нормали к возбуждающему свету. Если оптическая плотность раствора больше 1, или кювета имеет прямоугольный вид (например, $0,3 \times 2$ мм), то она также устанавливается в положение **«а»**.

3. Подключить к сети 220В и включить: блок питания ртутной лампы **ЭПС-111**, блок питания **ФЭУ** и усилитель постоянного тока (**УПТ**).

4. Тумблер на верхней панели **УПТ** поставить в левое положение **«а»**. Чувствительность усилителя установить минимальной (**1** положение переключателя). Потенциометром установки нуля вывести стрелку прибора на **«0»**.

5. На блоке питания **ФЭУ** установить напряжение **800В**.
6. Входную и выходную щели **УМ-2** раскрыть на **0.55мм**. В случае недостаточной величины сигнала в максимуме люминесценции увеличить ширину щели до достижения сигнала примерно 50 делений.
7. Поднять шторку **4**. Открыть затвор **УМ-2**. Вращая измерительный барабан, найти такое его положение, при котором отклонение стрелки прибора **УПТ** будет максимальным. Регулируя в необходимых пределах величину напряжения на **ФЭУ** (**900В**), установить на приборе **УПТ** показание в **100мкА**.
8. Поворачивая барабан подавать на **ФЭУ** излучение ртутной лампы различных длин волн (20 точек, от 1000° до 3000° измерительного барабана).
Используя градуировочный график (Приложение 1), снять зависимость силы фототока от длины волны. Такие измерения провести для каждого люминофора.
Смену образцов проводить при опущенных шторках.
Полученные данные записать в виде таблицы (см. образец).

Нахождение закона затухания

1. Довернуть образец в кюветной камере в положение «**в**».
2. Тумблер на верхней панели **УПТ** перевести в правое положение («**в**»).
Чувствительность усилителя установить минимальной (положение **1**).
Потенциометром установки нуля выставить стрелку прибора на «**0**».
3. На блоке питания **ФЭУ** установить **800В**.
4. Засветить люминофор путем открытия на **0,5** сек и закрытия шторки **4**.

5. Через **15** сек открыть шторку **5**. Измерять и записывать показания микроамперметра в течение **1** минуты через каждые **5** сек, затем еще **4** мин через каждые **10** сек.

Полученные данные занести в таблицу.

6. Закрывать шторку **5**. Понизить напряжение на **ФЭУ** до нуля. Выключить все приборы и отсоединить от сети **220В**.

7.

Обработка результатов эксперимента

а). Построение спектра люминесценции образца с учетом дисперсии монохроматора и селективности приемника излучения.

Регистрируемая таким образом зависимость отличается от истинного спектра излучения кристаллофосфора, измеряемого в относительных единицах сигнала. Это происходит вследствие того, что свет данной длины волны ослабляется при прохождении через монохроматор, причем коэффициент ослабления зависит от длины волны. Кроме того, спектральная чувствительность фотоумножителя, т. е. величина фототока на выходе **ФЭУ** под действием излучения одинаковой интенсивности но разного спектрального состава, также непостоянна. Следовательно, дисперсия монохроматора и селективность приемника излучения приводят к искажению вида спектра. Учет дисперсии монохроматора и селективной чувствительности **ФЭУ** можно провести с помощью стандартного источника света с известным распределением энергии по спектру $\varepsilon(\lambda)$. Таким источником света может служить, например, ленточная лампа накаливания с известной цветовой температурой. Зная $\varepsilon(\lambda)$ для данной ленточной лампы и измеряя величину фототока **ФЭУ**, возникающего под действием ее света, проходящего через монохроматор при различных положениях его призмы, т.е. для различных спектральных областей, можно найти функцию $E_0(\lambda) = \varepsilon(\lambda) / n_\lambda$, т.е. отношение спектральной светимости ленточной лампы $\varepsilon(\lambda)$ к числу делений микроамперметра n_λ , на которое отклонится его стрелка при установке монохроматора на данную длину волны λ . Данная функция характеризует

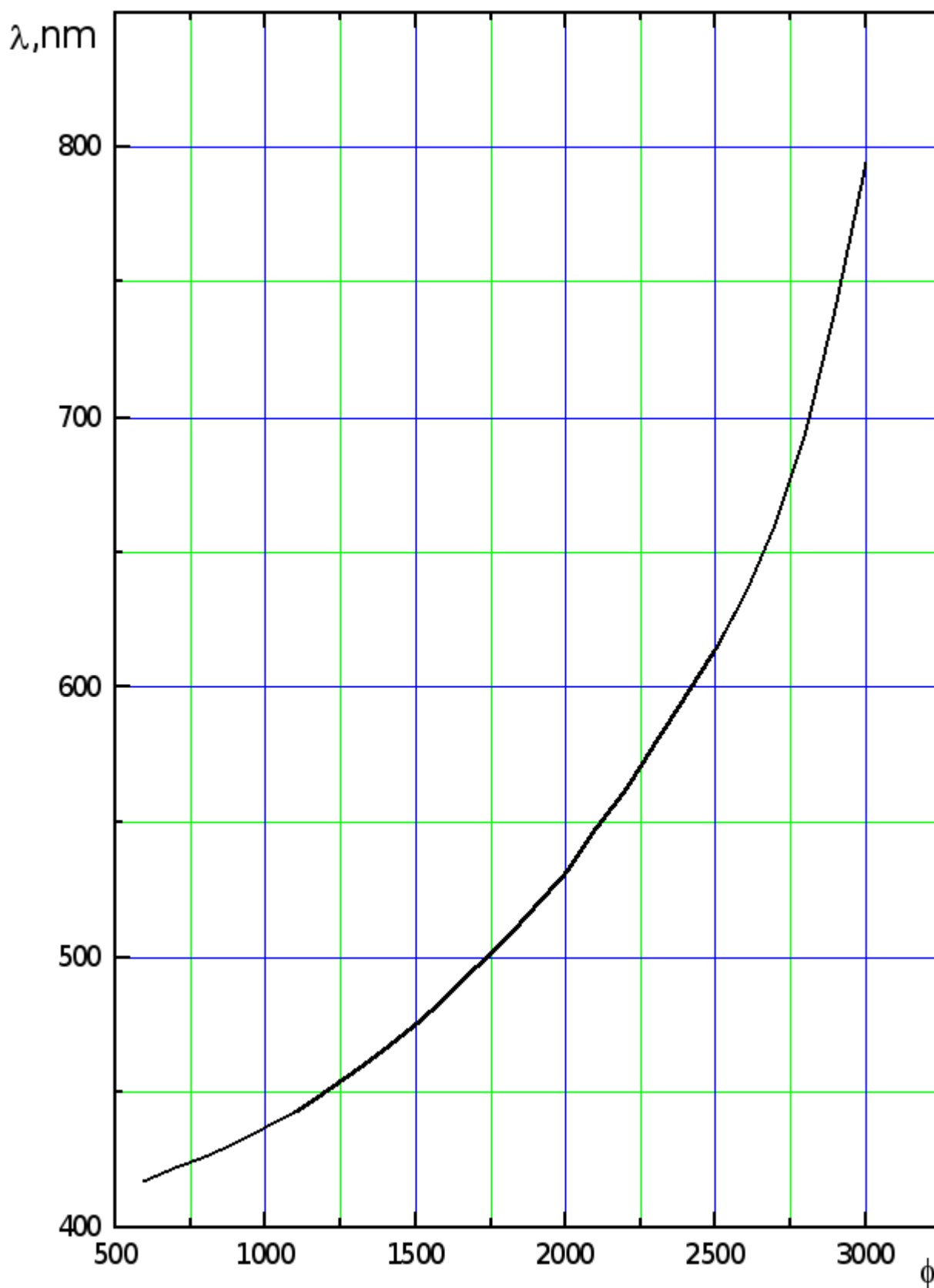
количество лучистой энергии определенного спектрального состава (от λ до $\lambda+d\lambda$), которое при использовании данного монохроматора и ФЭУ вызывает отклонение стрелки гальванометра на одно деление. График зависимости $E_0(\lambda)$ для данной установки помещен в приложении 2.

Предположим, что для некоторой фиксированной длины волны λ , под действием излучения ленточной лампы $\epsilon(\lambda)$ стрелка гальванометра отклонилась на n_λ , а под действием люминесценции кристалла $E_{\text{люм}}$ на N_λ делений. Очевидно, что единица энергии одинакового спектрального состава вызовет в любом случае одинаковое отклонение стрелки микроамперметра, то есть имеет место равенство $n_\lambda/\epsilon(\lambda)=N_\lambda/E_{\text{люм}}$, следовательно $E_{\text{люм}}=N_\lambda\epsilon(\lambda)/n(\lambda)$.

Из последнего соотношения следует, что для построения спектра люминесценции (зависимости $E_{\text{люм}}$ от λ), нужно показания гальванометра N_λ , полученные для каждой длины волны, умножить на соответствующее значение $E_0(\lambda)$, найденное по графику в приложении 2.

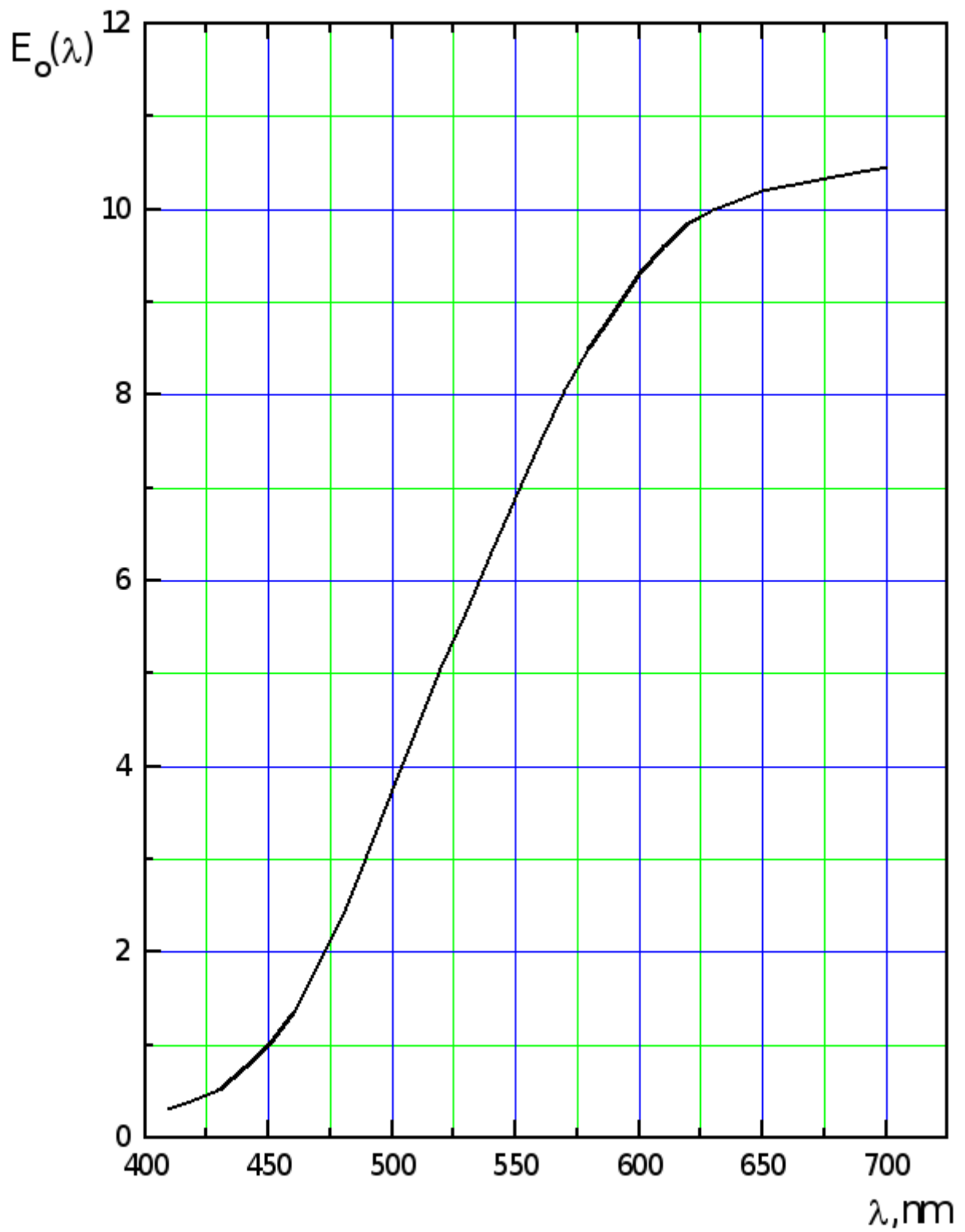
Графически построенная зависимость $E_{\text{люм}}(\lambda)$ дает искомый спектр люминесценции. Такие графики следует построить для всех исследуемых кристаллофосфоров.

Приложение 1.



Градуировочный график монохроматора УМ-2

Приложение 2



Спектральная зависимость коэффициента поправки
(для учета спектральной чувствительности установки)

ТРЕБОВАНИЯ ПО ТЕХНИКЕ БЕЗОПАСНОСТИ

К работе с установкой допускаются преподаватели и лаборанты кафедры оптики, а также студенты физического факультета, знакомые со схемой установки и прошедшие инструктаж по технике безопасности.

ПЕРЕД НАЧАЛОМ РАБОТЫ

Проверить:

- отсутствие токоведущих частей, доступных случайному прикосновению
- правильность заземления установки
- наличие защитных средств (защитные очки).

ВО ВРЕМЯ РАБОТЫ

Запрещается:

- открывать блоки питания
- оставлять установку без присмотра
- работать на установке одному человеку.

ПОСЛЕ ОКОНЧАНИЯ РАБОТЫ

выключить установку в соответствии с описанием лабораторной работы и техническим описанием прибора.

В СЛУЧАЕ АВАРИИ

1. Отключить силовой рубильник и прекратить работу до устранения неисправности.
2. В случае поражения током обесточить установку, освободить пострадавшего от действия тока, оказать первую медицинскую помощь и вызвать врача.