

Biblioteka Prirodno-matematičkog fakulteta

D-3 ^{TCO}

(III)

Библиотека

МИТРОВИЋ МИЛОРАД

Одбране докторског рада 9-II-1968

Биљници 7 (серај)

Часник 6 (шесет)

Библиотека

D-B^{PCP}

Buligerpet

Milorad Mitrović

DISPERZIJA I MOĆ RAZLAGANJA SPEKTROGRAFA KCA-1

- Diplomski rad -

Rađeno u Zavodu za Fiziku i Matematiku -Novi Sad
Školske 1967/68

S A D R Ž A J

TEORIJSKI DEO

	Strana	
1. ELEKTROMAGNETNI SPEKTAR		1
2. VRSTE I POREKLO ATOMSKIH SPEKTARA	"	3
3. SVETLOSNI IZVORI U SPEKTROSKOPIJI	"	6
4. SPEKTROSKOPI I SPEKTROGRAFI	"	7
- Razrez	"	8
- Disperzionalni sistem	"	8
- Disperzija i moć razlaganja	"	10
- Optimalna širina razreza	"	12
5. DETEKTORI ZRAČENJA	"	14
- Fotoploče i filmovi	"	15
- Fotometrijske karakteristike emulzije	"	16
6. SPEKTROHENIJSKA ANALIZA	"	17

EKSPERIMENTALNI DEO

7. IZVOR SVETLOSTI	"	19
8. SPEKTROGRAF	"	19
9. FOTOFILM	"	22
10. FOKUSIRANJE SPEKTRA	"	23
11. PUKOTINA	"	24
12. DISPERZIJA	"	26
13. MOĆ RAZLAGANJA	"	26
14. KVALITATIVNA ANALIZA	"	27
15. ZAKLJUČAK	"	29

U V O D

Zbog mnogobrojnih značajnih rezultata, postignutih na polju nauke primenom spektroskopa, ovaj se aparat ubraja među najmoćnije do danas poznate instrumente za ispitivanje prirode.

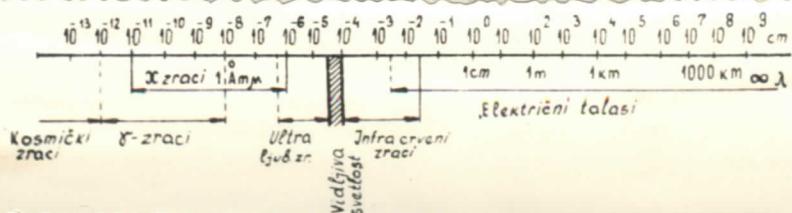
Spektroskop je neophodan tamo gde treba brzo, a uz to i precizno odrediti sastav nekog uzorka koristeći činjenicu da svaka vrsta atoma ili molekula može da se dovede u stanje da emituje karakteristični niz spektralnih linija ili traka. Ove linije ili trake pokazuju prisustvo datih atoma ili molekula u izvoru zračenja i na osnovu položaja i intenziteta linija može se odrediti prisustvo datih atoma u izvoru zračenja, kao njihov broj, jer je poznato da je količina svetlosti koju emituje izvor upravo proporcionalna broju atoma koji emituju tu svetlost. Drugim rečima pomoću spektroskopa mogu se vršiti kvalitativna i kvantitativna ispitivanja datih uzoraka. U ovom su radu dani osnovni principi rada spektrografa, opis samog aparata i njegovih sastavnih delova, a cilj rada je bio da se spektrograf pusti u pogon. Uz pomoć prospekata omogućen je potoljana raspored u podešavanju delova aparata, tako da se dobiju dobri spektri iz kojih se onda određuje dispersija i moć razlaganja kao bitne karakteristike aparata. Radi provere spektrografa izvršena je kvalitativna analiza nekih uzoraka bakra,

1. ELEKTROMAGNETNI SPECTAR

Spektar je niz zračenja uređen prema talasnim dužinama. Utvrđeno je da elektromagnetsna zračenja obuhvataju talasne dužine svih vrednosti u intervalu 10^{-12} do 10^9 cm. (Sl. 1). Potpuni elektromagnetsni spektar trebalo bi da obuhvati sva ova zračenja. Međutim, ne postoji ni jedan instrument koji bi bio u stanju da razloži u spektar celokupno zračenje. Zbog toga se elektromagnetsni spektar deli u razne "oblasti" prema načinu dobijanja i talasnim dužinama.

Dugi talasi duži od jednog metra mogu se odvojiti jedan od drugog pomoću selektivnih radiokola. Kraći talasi do nekoliko mm. dužine ispituju se uređajima mikrotalasne spektroskopije. Talasi kraći od nekoliko mm. i duži od 3×10^{-3} mm. najlakše se otkrivaju po svojim topotnim efektima i otuda se nazivaju topotnim talasima.

Oblast od nekoliko mm. do $2,5 \times 10^{-2}$ mm. poznata je kao daleka infracrvena oblast, a od $2,5 \times 10^{-2}$ mm. do $7,5 \times 10^{-4}$ mm. kao bliska infracrvena oblast. Vidljiva oblast obuhvata talase teksnih dužina od 4000 \AA do 7000 \AA . Nešto kraći talasi od 4000 \AA do 3000 \AA . (Isuviše kratki da bi bili vidljivi) leže u bliskoj ultraljubičastoj oblasti. Zatim dolaze daleka i ekstremna ultraljubičasta oblast koja obuhvata talase od 3000 \AA do 2000 \AA , odnosno od 2×10^{-2} do $2 \times 10^{-3} \text{ \AA}$. Pošto je vazduh nepropustljiv za ove kratke talase oni se proučavaju u vakuumu, oblast od 2000\AA do 200\AA , poznata je kao vakuumska ultraljubičasta oblast. Zatim dolazi oblast mekih X-zraka, a ispod 10 \AA oblast tvrdih X-zraka i γ zraka sa koje je vazduh opet propustljiv.



Sl. 1

Nas interesuje samo ono zračenje, koje može da se razloži pomoću prizama, optičkih rešetki i optičkih interferometara. Spektrima se prvi počeo baviti Hjutn (1666), ali on nije uspeo da napravi spektroskop zato što je svetlost propuštao kroz ukrugao otvor, a ne kroz uzani razrez.

Tek je Fraunhofer 1802 god. prvi put posmatrao spektralne linije. Prvi praktični spektroskop konstruisao je Bunzen (1859 god.) Njutnu dugujemo za praktičnu primenu prizme, a Fraunhoferu za primenu difrakcione rešetke. Prizme i rešetke su osnovni sastavni delevi savremenih spektroskopa i služe za razdvajanje talasnih dužina svetlosti.

Atomi i molekuli emituju zračenje karakterističnih frekvencija, a spektroskopima se to zračenje razlaže prema talasnim dužinama. U izvesnom smislu frekvencija se javlja kao bitnija karakteristika nego talasna dužina zato što frekvencija monohromatske svetlosti ostaje konstantna dok se talasna dužina menja obrnuto сразмерно brzini svetlosti u dатој средини. Frekvencija je vezana sa talasnom dužinom jednačinom $\nu = c/\lambda$. Međutim, frekvencije u vidljivoj oblasti imaju vrlo velike brojne vrednosti (4 do $7,5 \times 10^{14}$) i zbog toga je mnogo zgodnije da se upotrebi talasni broj $\tilde{\nu}$ koji određuje broj talasa po 1 cm. dužine. Kao što je rečeno infracrvena oblast spektra (Otkrio ju je Heršel) podeljena jenna blisku, koja se pruža od vidljivog dela spektra do 500.000 Å. i daleku koja se pruža od bliske infracrvene oblasti do 10^7 Å. Za rad sa talasima dužim od 500.000 Å. ne mogu se više primenjivati prizme, pa se zato razlika između bliske i daleke infracrvene oblasti može praviti na osnovu primjenjenog spektroskopa. Spektar bliske infracrvene oblasti igra veliku ulogu u hemijskim i biološkim istraživanjima zbog izvanredno specifične apsorpcije hemijskih jedinjenja u ovoj oblasti.

Vidljiva oblast se konvencionalno postavlja u granice između 4000 Å. i 7500 Å. Činjenica da su zraci u ovoj oblasti vidljivi omogućuje vizuelnu spektroskopiju i čitavu koloremetriju. Talasi vidljivog dela spektra mogu da prolaze kroz razne vrste stakla koja se lako dobijaju i dobro obrađuju u optičke prizme i sočiva.

Ultraljubičastu oblast, koja počinje pri 4000 Å. otkrio je 1801 god. Ritter. Mnogi minerali i organske supstance fluoresciraju u ultraljubičastoj svetlosti pretvarajući nevidljivo zračenje u vidljivu svetlost. Talasi ispod 2900 Å. imaju izrazito baktericidno dejstvo. U ultraljubičastoj naročito je izražen fotoefekat.

Pošto obično staklo nije dovoljno propustljivo za ultraljubičasto zračenje, za rad sa njim upotrebljavaju se optički delevi od kvarca, fluorita, natrijumhlorida itd.

Ona pretstavlja po broju spektralnih linija jednu od najbogatijih oblasti i može se reći da je to najvažnija oblast spektra.

Prizme i sočiva ne propuštaju talase kraće od 1000 Å. Za izučavanje spektra još kraćih talasnih dužina koristi se difrakciona rešetka. Za talase talasne dužine manje od 10 Å. efikasnije su metode spektroskopije X-zraka.

VRSTE I POREKLO ATOMSKIH SPEKTARA - Razlikujemo tri vrste spektara: Linijski, trakasti i kontinualni.

a) Linijski spektri potiču od atoma ili atomskih jona koji se nalaze na takvim rastojanjima od svojih suseda da izmedju sudara mogu da zrače kao pojedinci. Prema tome linijske spekture daju usijani gasovi i usijanne pare pod nižim pritiskom.

b) Trakasti spektri postaju pri zračenju ionizovanih ili neionizovanih molekula, ako su ovi dovoljno udaljeni jedni od drugih tako da su potpuno nezavisni od svojih suseda. Mnogi trakasti spektri kao napr. spektar molekula H₂ imaju izgled linijskih spektara, zato što su pojedine ličije u tih trakama jako udaljene jedna od druge, tako da ne postoji nadovezivanje susednih linija u traci.

c) Kontinualni spektri nastaju zračenjem usijanih čvrstih i tečnih tela, kao i usijanih gasova pod veoma visokim pritiskom (Sunce). Kontinualni spektar može da se smatra kao ekvivalent beskonačnom broju spektralnih linija koje obrazuju gust niz monohromatskih slika razreza, koje se uzajamno prepokrivaju.

Linijski spektri pokazuju karakteristike elementa koji ih emituju, jer svaki element daje karakterističan raspored linija u spektru.

Od teorije koja izlaže poreklo spektralnih linija zahteva se da kvantitativno objasni posmatrane spekture, koristeći modele atoma od kojih dati spektri potiču. Teorija spektara unela je mnogo novog u naše pretstave o strukturi i mehanici atoma. Zbog toga poznavanje ove teorije je vrlo korisno za shvatanje ovog procesa, koji su u vezi sa emisijom i apsorpcijom zračenja.

Poreklo atomskih spektara dobro je objasnio Bor uvodeći svoje postulate. Naime, na osnovu drugeg Borovog postulata atom može da zrači ili apsorbuje svetlost samo

pri prelazu iz jednog stacionarnog stanja u drugo stacionarne stanje. Pri tom prelazu atom emituje ili apsorbuje monohromatsku svelost određene talasne dužine, odnosno frekvencije koja je data kao funkcija energije tih dvaju nivo-a. Ako je prvo stacionarno stanje imalo energiju E_n , a drugo E_m , pri čemu je $E_n > E_m$, prema Borovom postulatu dobija se:

$$h \cdot \nu = E_n - E_m$$

gde je $-h-$ Plankova konstanta, ν - je frekvencija emitovane svetlosti, $E_n - E_m$ razlika energija, odnosno emitovana energija.

Energija elektrona u atomu data je izrazom:

$$E_n = -\frac{m \cdot z^2 \cdot e^2}{2n^2 \cdot h^2}$$

Ako atom prelazi iz stacionarnog stanja $-n-$ u stacionarne stanje $-m-$ može se izračunati frekvencija oggovarajućeg zračenja koje nastaje pri svakom prelazu. Naime biće:

$$\nu = \frac{m \cdot z^2 \cdot e^4}{4 \cdot \pi \cdot h^3} \left(\frac{1}{m^2} - \frac{1}{n^2} \right)$$

Značno pre Bora spektroskopia je postigla značajne rezultate. Razume se da spektar atoma vodonika kao najjednostavnijeg atoma pružao najbolje mogućnosti za analize strukture atoma na osnovu njegovog spektra.

Atomski spektar utoliko je složeniji ukoliko je veći broj elektrona koji neposredno učestvuju u njegovom stvaranju. Međutim, u stvaranju spektra učestvuje relativno mali broj elektrona (1 do 2) koji se još zovu svetleći elektroni čiji se kvantni brojevi menjaju, dok vrednost kvantnih brojeva drugih elektrona (pa prema tome i njihove energije) ostaje konstantna. Promena energetskih nivo-a naziva prelazom, a pri prelazu menjaju se i kvantni brojevi. Glavni kvantni broj (n) određuje energiju orbite, radijalni kvantni broj (l) određuje ekscentričnost orbite, magnetski kvantni broj (m) određuje orijentaciju orbite u prostoru, a spinski kvantni broj (s) predstavlja rotaciju elektrona oko sopstvene ose. Jasno je da frekvencija emitovanog zračenja pri datom pri datom prelazu ne zavisi od ostalih svojstava pre i posle prelaza, već samo od razlike u energiji odgovarajućih stacionarnih stanja. Nasuprot tome,

Intenzitet kojim se zračenje emituje vrlo mnogo zavisi od prarode početnog i krajnjeg stanja.

Pretpostavimo da imamo sud ispunjen sličnim atomima koji su svi u stacionarnom stanju. W_1 . Ovi bi atomi mogli da emituju energiju odredene frekvencije $\nu_{1,2}$ ako postoji niži energetski nivo W_2 tako da je:

$$\nu_{1,2} = \frac{W_1 - W_2}{h}$$

U toku svake sekunde određeni broj atoma prelazi iz stanja W_1 u stanje W_2 . Brzina kojom se emituje zračenje pri frekvenciji $\nu_{1,2}$ zavisi od tog broja. Intenzitet zračenja pri frekvenciji $\nu_{1,2}$ biće ustvari:

$$I = \text{const} \times N_{1 \rightarrow 2} \cdot h \cdot \nu_{1,2}$$

gde je $N_{1 \rightarrow 2}$ broj atoma koji u jednoj sekundi pređu iz stanja W_1 u stanje W_2 ; $h \cdot \nu_{1,2}$ je energija fotona koja se emituje pri svakom prelazu. Vrednost $N_{1 \rightarrow 2}$ zavisi od verovatnoće prelaza zapravo od toga kolikaj je verovatnoća da će jedan atom iz stanja -1- preći u stanje -2-, a ne u neko drugo stanje.

Zapaženo je da između pojedinih nivo-a nisu mogući prelazi - to su tzv. zabranjeni prelazi, dok između drugih nivo-a imamo prelaz s jedne orbite na drugu - to su tzv. dopušteni prelazi.

U pravilima izbora obično su date promene kvantnih brojeva za dopuštene prelaze. Ako koristimo kvante brojeve L, S, J onda pravila izbora izgledaju ovako:

$$\begin{aligned} L &= 0, \pm 1 & J &= \pm l, 0 & J_i && J_f \\ S &= 0 & (\text{Osim za prelaz } 0 - 0) & & & & \end{aligned}$$

Znak L označava razliku vrednosti $-L$ u početnom i krajnjem stanju. Znači, pri dobijanju spektara mi atom ili grupu atoma moramo prevesti u pobudeno stanje da bi oni vraćanjem u osnovno stanje zračili energiju.

Interesantno je još da se objasni pojava dubleta u spektru. Kod Natrijuma je prva linija u glavnoj seriji poznata D-linija, pretstavlja dublet koji se sastoji iz dveju linija sa talasnim dužinama 5890 Å. i 5896 Å. Složena linija slična ovoj koja se sastoji od nekoliko komponenata srednjog porekla, koje, obično male razmaknute, nazivamo multiplet. Pojava multipleta je kod atomske spektrala.

pre pravilo nego izuzetak. Kod složenih spektara teško je i raspoznati linije koje su u stvari komponente nekog multipleta. Multipletnost potiče od spina elektrona. Spin elektrona stvara magnetsko polje, pa između toga polja i elektrona koji se kreću po svojoj orbiti dolazi do uzajamnog elektromagnetskog dejstva koje utiče na energiju elektrona. Ovaj uticaj kvantitativno zavisi od veličine i smera magnetskog polja spina. Magnetsko polje spina ima istu vrednost ali samo dve orijentacije: paralelan i antiparalelan u odnosu na smer nekog drugog polja, čiji pravac služi kao referentan (recimo pravac spoljašnjeg magnetskog polja). Kao referentni pravac polja spina kod atoma natrijuma i drugih alkalnih metala obično služi pravac orbitalnog magnetskog polja, koji daje jedini spoljašnji elektron. Ako je polje spina paralelno orbitalnom polju onda $s = + \frac{1}{2}$; a ako je polje spina antiparalelno orbitalnom polju, onda je spin $s = - \frac{1}{2}$. Prema tome svaki energetski nivo cepta se na dva podnivo-a, jedan viši kome odgovara spin $s = + \frac{1}{2}$ i drugi niži sa spinom $s = - \frac{1}{2}$. Razlika između dva nivo-a $n=3; l=1; s= + \frac{1}{2}$ i $n=3; l=1; s= - \frac{1}{2}$ iznosi kod atoma natrijuma oko 17 cm^{-1} .

Do udvajanja nivo-a ne dolazi kod onih nivo-a za koje je $l=0$, zato što za $l=0$ ne postoji orbitalno magnetsko polje, pa prema tome ni spin ne utiče na energiju.

3. SVETLOSNI IZVORI U SPEKTROSKOPIJI

Svetlosni izvori prema metodi ekscitacije mogu se podeliti na četiri glavne vrste:

- a) Toplotni izrađivači
- b) Lučni izvori
- c) Cevi za pražnjenje
- d) Varnični izvori

Emisija zračenja toplotnih izrađivača javlja se kao rezultat zagrevanje površine koja zrači, napr. pri električnom zagrevanju metalnih vlakana do usijanja.

Emisija zračenja kod lučnih izvora rezultat je održavanja relativno niskonaponskog jonskog električnog pražnjenja između pogodnih elektroda. Pod ovim uslovima materijal elektroda isparava u lučni međuprostor snabde-

vajući ga na taj način velikom količinom atoma i jona za emisiju zračenja.

U ovu grupu spada nekoliko izvora kod kojih se bombardovanjem elektroda jonima lučne struje poveća temperatura elektroda do usijanja prouzrokujući tim emisiju zračenja. Lukovi metala kao što su: Bakar, nikal, kadmijum i volfram često se koriste kao spektroskopski izvori pri ispitivanju emisionih spektara. Pod specijalnim okolnostima pražnjenje u gasovima može se održati permanentno i pri malim naponima, za razliku od varnice za čije je proizvodnje potreban vrlo visok napon.

Kada se dva ugljena štapića spoje i priključe na napon od 60 V. na mestu spoja javiće se znatan otpor usled čega će se to mesto zagrejati. Razmicanjem štapića zadržaje se intenzivno pražnjenje kroz vazduh. Usijani krajevi ugljenih štapića i pražnjenje među njima daju intenzivnu svetlost. Takva pojava naziva se Voltin luk. U Voltinom luku nastaje visoka temperatura koja se kreće do 4000°C . Održavanje pražnjenja kroz gas i pri tako niskim naponima tumači se ionizacijom usled visoke temperature i emisijom elektrona sa usijanih elektroda.

Kod cevi za pražnjenje emisija je takođe rezultat održavanja jonskog pražnjenja, ali ovde je izvor jona gas koji se nalazi u zatvorenom sudu pod malim pritiskom.

Varnični izvori emituju zračenje kao rezultat relativno visoskonaponskih disruptivnih pražnjenja između pogodnih elektroda.

Svetlost proizvedena jednim od ovih izvora usmerava se da pada na razrez spektroskopa, a odатle na disperzionalni sistem.

Pri izboru izvora za određenu primenu poželjno je izabrati onaj izvor kome se maksimum zračne energije nalazi u ispitivanoj oblasti.

A. S P E K T R O S K O P I I S P E K T R O G R A F I

Svaki instrument koji se upotrebljava za dobijanje spektra naziva se spektroskop. Dalja klasifikacija izvršena je prema načinu registrovanja spektra tako da imamo: Spektrograf- beleži spektar na fotografskoj ploči i spektroskop- spektar se posmatra okom.

RAZREZ - Pošto je spektralna linija monochromatska slika razreza, razrez je jedan od najvažnijih delova spektroskopa. Tačnost sa kojom je on napravljen i sa kojim može da se podešava određuje svojstvo spektralnih linija.

Da bi razmak između čeljusti razreza davao linije pravilnog oblika neophodno je da ivice čeljusti budu strogo paralelne i pravolinijske i da prednje površine čeljusti leže u istoj ravni. Najbolji razrezi su oni, koji su napravljeni tako da se zatvaraju samo do dodira ivica, kako se ivice ne bi oštetile usled nepažljivog rukovanja.

Usled čestica prašine, koje su stalno prisutne, razrez treba da se čisti jer se u spektru javljaju horizontalne linije na mestima gde se nalaze čestice prašine. Obično se razrez čisti vatom i alkoholom. Čeljusti treba da su napravljene od tvrdog i postojanog materijala koji se dobro očisti i glača.

DISPREZIONI SISTEM - je najvažniji deo spektroskopa. Da bi se dobilo maksimalno razlaganje, disperzionalni sistem mora da bude osvetljen paralelnim snopom svetlosti. Svetlost koja prođe kroz razrez spektroskopa je divergentna. Ona može da se učini paralelnom pomoću kolimatorskih sočiva (Sl. 2). Posle prolaza kroz disperzionalni sistem snop svetlosti mora da se fokusira da bi dao jasne slike razreza. Sočivo koje ispunjava ovaj zadatak zove se kamerno sočivo.

Sl. 2

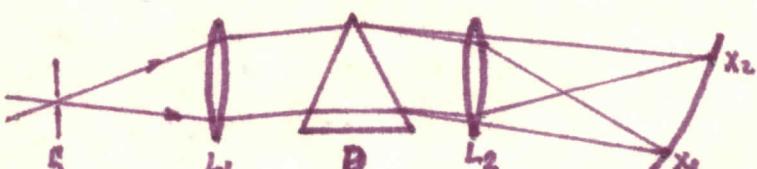
S - razrez

L_1 - kolimatorsko sočivo

L_2 - Durbinsko sočivo

D - Prizma

$X_1 - X_2$ - spektar



Sl. 2

Kadkad se sočiva mogu zamjeniti ogledalima, a naročito u infracrvenoj oblasti. Kod dobrog spektroskopa sva sočiva i ogledala su korigovana u pogledu sferne aberracije, tako da se spektar fokusira na što je moguće ravnužnu površinu. Ova površina je često malo izvijena, ali se nastoji da krivina bude što je moguće manja i ravnomernija. Žižna površina je bliža prizmi kod kraćih talasnih dužina što dolazi od većeg indeksa prelamanja sočiva.

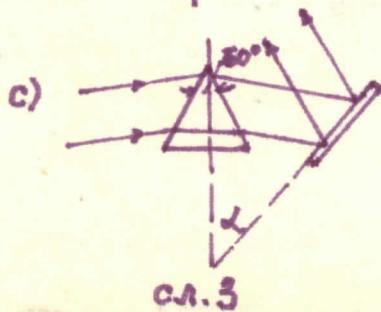
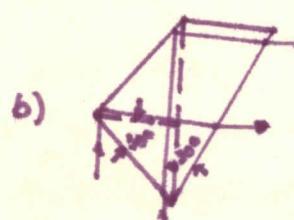
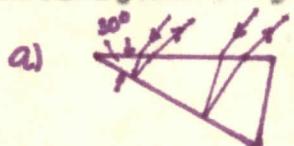
čiva za ove talase. Ova okolnost nije štetna pošto uvećana linearna disperzija može u nekim slučajevima da bude korisna. Pri postavljanju osvetljenja spektroskopskog sistema neophodno je imati u vide sledeće:

1) Da bi se iskoristila teorijska moć razlaganja optičkog sistema treba da se cela širina prizme, narezani deo rešetke ili drugi disperzionalni pribor potpuno ispuni svetlošću.

2) Za tačne spektrofotometrijske merenja, kvantitativnu emisionu analizu i druge spektroskopske radove neophodno je da razrez spektroskopskog sistema čitavom svojem dužinom bude ravno merno osvetljen.

Poстоји više sistema prizmi, no mi ćemo ovde dati kratak pregled najvažnijih.

1) Littrovijev raspored (Sl. 3a) široko se primenjuje kod spektrografa sa prizmama i ravnim rešetkama i sa kamernim sočivima velike žižne duljine, koja su namenjena za dobijanje velike disperzije. Ovde imamo jednu prizmu od 30° čija je zadnja strana metalizirana i deluje kao ogledalo. Često se ove prizme prave vrlo velike, ne toliko zbog povećanja moći razlaganja koje daje veća debljina osnovе, koliko zbog veće aperture prizme, koja omogućuje veće propuštanje svetlosti. Kod vrlo velikih prizmi ova prednost ne može da se iskoristi i zbog povećanih gubitaka i propuštanja koji nastaju usled rasipanja i apsorpcije svetlosti i u debljim slojevima materijala. Tada je poželjno da se umesto jedne velike prizme upotrebi višestruka prizma, sastavljena od prizama manje moći razlaganja.



2) Sistem Pellin-Broca je prikazan na sl. 3b. Isprekidanim linijama jednostruka prizma specijalnog oblika može da bude ekvivalentna dvema disperzionalnim prizmama od 30° spojenim sa jednom prizmom totalne refleksije od 45° . Ako se želi ispitati ceo spektar, prizma se obrće i svetlost različite talasne dužine

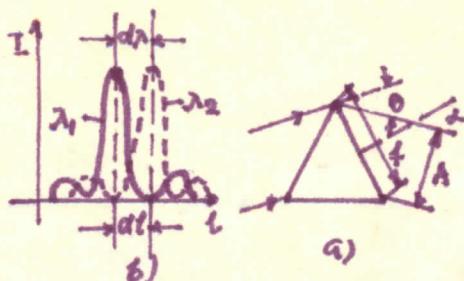
Šalje u pravcu normalnom na pravac ulazeđeg zraka. Moć razlaganja spektroskopa shabdevenog ovim tipom prizme obično je manja od 5000.

3) Za dobijanje konstantnog skretanja postoji Wadsworthov raspored (Sl.3c), kod koga ukupno skretanje zavisi od ugla α .

DISPERZIJA I MOĆ RAZLAGANJA - Disperzija spektroskopa pokazuje u kojoj meri dotočni aparat razlaže svetlost u prostoru prema talasnim dužinama. Disperzija može da se izrazi kao ugaona ili kao linearne. Osnovna je ugaona disperzija $\frac{d\theta}{d\lambda}$. Ona zavisi od upotrebljenog disperzionog sistema i meri promenu ugla skretanja (α) upadnog zraka svetlosti sa promenom talasne dužine (Sl.5a) u praksi se češće koristi linearna disperzija $\frac{df}{d\lambda}$ koja daje stvarnu razliku $d\ell$ između dveju bliskih linija u spektru čija je razlika talasnih dužina $d\lambda$. Recipročna vrednost linearne disperzije, naziva se faktor ploče ili recipročna disperzija i uvek se upotrebljava u praksi kao merilo disperzije. Tako napr. $30 \frac{\text{Å}}{\text{mm}}$ predstavlja malu disperziju dok $1 \frac{\text{Å}}{\text{mm}}$ predstavlja relativno veliku disperziju. Linearna disperzija može da se kontroliše i ne zavisi samo od ugaone disperzije već i od rastojanja između disperzionog elemenata i žižne ravni. Nagib ove ravni prema optičkoj osi izlazećeg snopa svetlosti takođe utiče na linearnu disperziju spektroskopa. Disperzija se znatno menja sa talasnom dužinom.

Moć razlaganja spektroskopa definiše se odnosom $\frac{\lambda/d\lambda}{d\lambda}$ pri čemu je $d\lambda$ razlika talasnih dužina između dve bliske linije sličnih intenziteta koje još može da razdvoji dati instrument pri talasnoj dužini λ . Svaka spektralna linija ustvari je slika razreza. Čak i kada je rezrez sasvim uzan, njegova slika je dovoljno široka da se može videti u obliku difrakcione slike koja se sastoji od jednog jasnog maksimuma u sredini i dva slabo izražena maksimuma sa obe strane. Za dve spektralne linije jednakog intenziteta smatra se da upravo razložene kada difrakcioni maksimum jedne pada na prvi difrakcioni maksimum druge. (Sl.5b). Moći razlaganja većine spektroskopa imaju vrednost između 5000 i 200000.

Disperzija i moć razlaganja često se zamenuju odnosno poistoveđuju. Međutim, disperzija određuje približno



čl. 5

mesto u spektru na koje će pasti svetlost date talasne dužine, dok moć razlaganja određuje u kojoj će mjeri ova svetlost biti razdvojena od svetlosti drugih talasnih dužina, koje padaju blizu nje. Moć razlaganja svakog dobrog spektroskopa jedna je njegovej disperziji pomnoženoj efektivnom linearном aperturom A, a zavisi od materijala, oblika i kvaliteta disperzionog lementa. Ona može biti smanjena, recimo, kod spektrografa, ako se spektar snimi na plöći čija je zrnasta struktura emulzije suviše gruba za jasno razdvajanje linija.

Do disperzionog dejstva prizme dolazi usled ugla između njene upadne i izlazne površine i usled promene indeksa prelamanja materijala od koga je prizma izrađena sa promenom talasne dužine. U oblastima normalne disperzije zraci kraćih talasa pri prolazu kroz prizmu više skreću, nego duži talasi. Disperzija prizme često je 20 puta veća pri jednom kraju spektralne oblasti u kojoj prizma može da se primeni, nego na drugom uz odgovarajuću promenu moći razlaganja. Ugaona disperzija prizme data je obrazcem:

$$\frac{d\theta}{d\lambda} = \frac{dn}{d\lambda} \cdot \frac{2t\alpha}{n}$$

gde je θ (ugao skretanja) ugao između zraka koji padaju na prizmu i zraka koji izlaze iz prizme, $-n$ indeks loma prizme, α -ugao nagiba zraka prema prizmi. Ovaj obrazac tačan je samo za slučaj kada je prizma u položaju minimalnog skretanja, pri čemu zraci prolaze kroz prizmu simetrično, tj., upadni i izlazni zrak zaklapaju jednake ugleve sa normalama na upadnu i izlaznu površinu prizme.

Moć razlaganja definisana kao $\lambda/d\lambda$ data je za prizmu obrazcem:

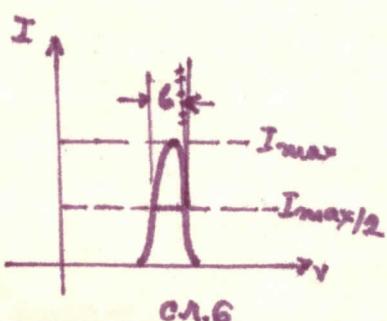
$$P_1 = T \cdot \frac{dn}{d\lambda} \cdot \frac{1.22}{n}$$

gde je T širina osnove prizme. Može se dokazati da je ova vrednost jednak disperziji pomnoženoj linearnom širinom A - svetlosnog snopa koji ulazi u prizmu. Izračunavanje teorijske moći razlaganja disperzionih elemenata, napr. prizama, obično je zasnovano na pretpostavci da je ona duž cele svoje disperzione površine osjetljena koherentnim

zračenjem. Ova pretpostavka je sasvim ispravna, jedino ako je disperzioni element osvetljen zračenjem iz tačkastog izvora ili beskonačno uskog razreza. Praktično, razrez ima uvek konačnu širinu. Kada je osvetljavanje razreza nekoherentno, osvetljenje disperzionog elementa biće koherentno akose optički put od dve ivice razreza do disperzionog elementa ne razlikuje za više od $\lambda/4$ upotrebljenog zračenja. Ako je osvetljavanje razreza koherentno, to će se sa istom približnošću postići koherentno osvetljavanje disperzionog elementa, ako je razlika optičkog puta od dve ivice razreza oko $\lambda/2$. Prema tome koherentno osvetljen razrez može da bude približno dva puta širi od nekoherentno osvetljenog, pri jednakoj maksimalnoj moći razlaganja disperzionog elementa osvetljenog razrezom.

Obrasci za teorijsku moć razlaganja spektroskopskega sistema potpuno važe ako su zasnovani na pretpostavci da je razrez ekvivalentan beskonačno uskom svetlosnom izvoru i da širenje spektralne slike razreza koji ograničava moć razlaganja, potiče jedinod od difrakcionih pojava. Međutim, kako razrez nije nikada beskonačno uzan to je neophodno da se uzme u obzir uticaj njegove širine na efektivnu moć razlaganja i čistoću spektra.

Raspodela intenziteta u spektralnoj liniji donekle je slična raspodeli prikazanoj na sl. 6. Linija takvog oblika nema određenu širinu tako da se obično definiše pomoću poluintenzitetske širine $-b$, tj. širinom pri kojoj je intenzitet za jednu polovicu manji od maksimalnog intenziteta. Posmatrana raspodela intenziteta linija



određena je sa dva faktora: Raspodelom energije u liniji kao funkciji od talasne dužine koja zavisi od izvora i raspodelom monohromatskog zračenja duž spektra, koje zavisi od spektroskopskog aparat.

Značajan uticaj na oblik linije ima širina upotreb- ljenog razreza i način na koji je on osvetljen.

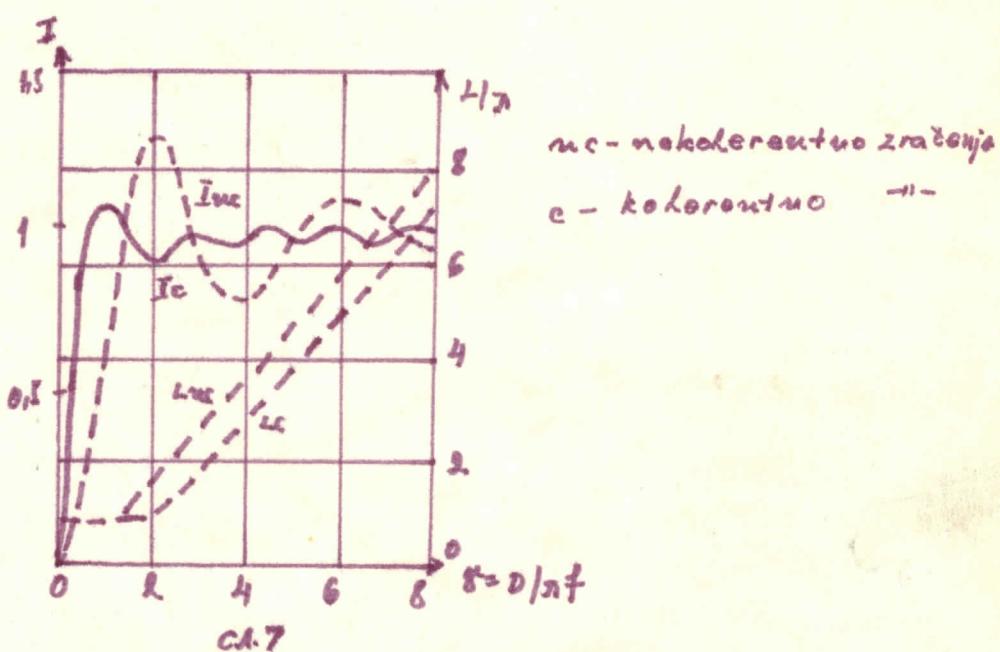
OPTIMALNA ŠIRINA RAZREZA – Posmatrajmo jednu od difrakcioneh slika razreza koja je dobijena sa jednom širinom razreza i ispitajmo kako će na nju da utiče povećanje širine razreza. Uzmimo da je razrez simetrično otvoren do širine

koja je tri puta veća od prvobitne, tako da je njegova slika tri puta šira od prvog iznosa. Ako se razrez osvetljava nekoherenčnim zračenjem, efekat će biti isti, kao kada bi se sa obe strane prvobitnog razreza postavili mnogi razrezi iste takve širine. Možemo smatrati da svaki od ovih novih razreza daje sopstvenu difrakcionu sliku, ali pomerenu levo ili desno od prvobitne slike. Nova raspodela intenziteta može da se dobije sumiranjem vrednosti tri krive raspodele. Pri tome se nalazi da povećanje širine razreza za tri puta dovodi do povećanja intenziteta centralnog maksimuma takođe približno tri puta, bez širenja krije raspodele intenziteta i prema tome, bez stvarnog uticaja na promenu rastojanja između zraka neophodnog za fazlaganje. Ako se razrez dalje širi intenzitet centralnog maksimuma nastavlja da se povećava, ali manjom brzinom. Na kraju, kada je razrez dovoljno širok da da geometrijsku sliku veličine oko pola širine prvobitne slike kada se ova meri između dva minimuma sa obe strane centralnog maksimuma. Dalje povećanje širine razreza doprinosi zanemarljivo malo inetenzitetu centralnog maksimuma. Osnovna posledica daljeg povećanja širine razreza je porast efektivne širine difrakcione slike i odgovarajuće povećanje razlike talasnih dužina, neophodno da bi se moglo razdvojiti dve susedne linije. Na slici 7. prikazana je promena inetenziteta (I) centralnog maksimuma i poluinetenzitske širine podeljene sa talasnom dužinom (b/λ) u funkciji faktora $\chi = D/f \cdot \lambda$, gde je D - širina pukotine, f - apertura kolimatorskog sočiva, λ - talasna dužina. Krive su date za slučajeve kada se razrez osvetljava koherentnim i nekoherenčnim zračenjem. Treba naglasiti da za svaki spektrograf postoji kritična širina razreza i dalje povećanje širine razreza malo doprinosi povećanju inetenziteta linije, dok znatno doprinosi povećanju širine linije.

Kritična širina razreza - \bar{D} može se izračunati iz obrasca: $D = \beta \cdot f \cdot \lambda$, gde je f - numerička apertura sistema (koja se dobija deljenjem žižne duljine kolimatorskog sočiva sa njegovim prečnikom). Vrednost faktora β - leži između 1 i 2, pri čemu je 2 - za koherentno, a -1 za nekoherentno zračenje. Zbog toga što se radi u širokoj oblasti talasnih dužina, a zračenje pretstavlja smešu koherentnog i nekoherenčnog zračenja, u svakom datom slučaju najbolje je izračunati kritičnu širinu razreza, uzeti razrez

nešto manji od ovoga, pa zatim ga postepeno širiti, posmatrajući osvetljenje na izlazu spektroskopa. Kada se dostigne kritična širina razreza opaža se naglo povećanje sjajnosti, posle čega sjajnost raste vrlo sporo.

Vizuelno određivanje kritične širine ostvaruje se na sledeći način: U žičnoj ravni postavi se lupa, tako da se pojedine oblasti spektra dobro vide, zatim se povećava pukotina i posmatra povećanje sjajnosti linije. U jednom momentu opaža se širenje linije dok se intenzitet malo povećava, što je znak da je dostignuta kritična širina.



5. DETEKTORI ZRAČENJA

Različite oblasti spektra mogu da se posmatraju i mere uz pomoć jedne ili više od četiri glavne metode:

- 1) Fotografska metoda
- 2) Termoelektrična
- 3) Fotoelektrična
- 4) Vizuelna

Fotografska metoda je najznačajnija za snimanje spektra, koja može da se ostvari za sve talasne dužine kraće od $13 \times 10^{-5} \text{ Å}$. Čime se dobija trajni dokument koji se može mirno proučiti i omogućuje jednovremeno registrovanje svih linija koje leže u širokoj oblasti spektra. Da bismo dobili zadovoljavajuće spektrogramme (snimke), potrebno je iztešno znanje o osobinama fotomaterijala i podešene metode za rukovanje istim. Fotoemulzije koje se najčešće koriste u spektroskopiji, u trgovini su poznate kao materijali za negative, jer su mnogo osetljivije na svetlost od materijala za pozitive i imaju

mnogo povoljnije odgovarajuće karakteristike.

FOTOPLOČE I FILMOVI - Spektrogrami na kojima treba precizno da se odrede talasne dužine i od kojih se traži lakoća i trajnost rukovanja obično se snimaju na fotopločama. One se sastoje od relativno ravnih komada stakla pokrivrenih tankim slojem želatina, koji sadrži emulziju soli srebro-halogenida. Kod fotofilmova koji se sastoje iz slične emulzije ostetljivost može da bude ujednačenija preko cele površine nego kod ploča, i zato su oni pogodniji za preciznija merenja intenziteta.

Negativna fotoemulzija je suspenzija smeše srebro-bromida sa malo srebro-jodida u želatinu. Iz nje se uklanjuju rastvorene soli i ona sazревa uz brižljivu kontrolu veličine zrna kristala srebro-halogenida. Prečnik ovih kristala ili zrna varira od 5 mikrona pa do veličina suvremenih malih da bi se videli pomoću mikroskopa. Njihov je prečnik obično jedan mikron. Najveći broj korisnih osobina fotoemulzije zavisi od veličine i rasporeda ovih zrna. Uopšte, ukoliko su zrna veća utoliko je emulzija osetljivija. Kada je fotoemulzija pripremljena u mraku i izložena zračenju talasnih dužina na koje je ona osetljiva, obrazuje se latentni lik, koji može izazivanjem da postane vidljiv. Ova latentna fotografска slika sastoji se od skupova zrna srebro-halogenida koji su promenjeni na izvestan fotoelektrični način apsorpcijom upadnog zračenja.

Izazivanje se sastoji u dejstvu hemijskih supstanci na emulziju, pri čemu se ove supstance redukuju soli srebra do metalnog srebra u onim zrnima koja su bila izložena dejstvu svetlosti, a ne reaguju sa onima koja nisu bila osvetljena. Izazvana zrna javljaju se kao tamna mesta na emulziji. Da bi ove zacrnjenje ostalo trajno pri izlaganju cele ploče svetlosti, neredukovani srebro-halogenidi se rastvara posle izazivanja u Natrijum-tiosulfatu. Ovaj proces je poznat kao fiksiranje. Energija koja izaziva jednostavnu fotohemijsku promenu potiče od upadne svetlosti, dok ona koja utiče na promenu zrna fotoemulzije proizilazi iz hemijskih supstanci upotrebljenih prilikom izazivanja. Upadna svetlost dopunjava samo onu energiju koja je potrebna za otpočinjanje reakcije. Stoga se fotografска ploča ili film mogu napraviti 1000 puta osjetljivijim od hartije za pozitive ili sličnog materijala koji registru-

ja svetlost i senku kod običnih fotohemijских процеса.

Latentni lik koji se izazivanjem čini vidljivom i trajnim, sastoje se vorovatno iz sitnih čestica srebra koje nastaju promenom rasporeda elektrona u kristalnoj rešeci zrna. On je vrlo postojan, fotografije se sa uspehom izazivaju i godinama posle ozračivanja.

Pri izboru ploča ili filma na kojima će se snimiti spektar obično se prvo odlučuje da li je potrebna brza emulzija na osnovu svetlosnog intenziteta kojim se raspolaže i dozvoljenog vremena ekspozicije. Ako se problem sastoji u otkrivanju vrlo slabih spektralnih linija, potrebna je velika pri korišćenju malih svetlostnih intenziteta, a to iziskuje upotrebu brze emulzije.

Moć razlađanja fotoemulzije je naznačajnija osobina fotografskog filma odnešene ploče. Ova osobina, koja je merilo sposobnosti neke ploče da razdvaja linije koje leže jedna blizu druge, uveliko zavisi od sastava zrna. Moć razlaganja emulzije, obično merena snimanjem serija linjskih rešetki, izražena je brojem belih i crnih linija jednakog širine na 1 mm, koje negu da se razlože pod odgovarajućim uvećanjem putem vizuelnog posmatranja emulzije.

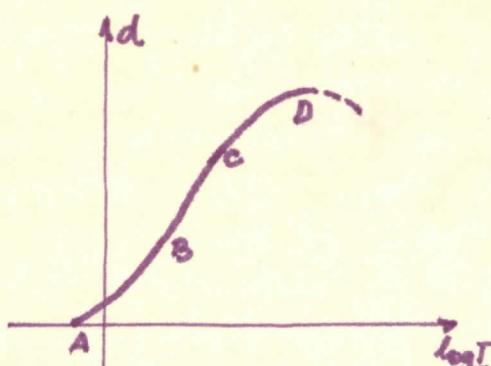
FOTOMETRIJSKE KARAKTERISTIKE FOTOEMULZIJE - Za određivanje reagovanja emulzije na zračenje obično se koriste tri metode:

- 1) Merenje denziteta denzitometrom
- 2) Određivanje najmanjeg vidljivog denziteta koji može da se vidi okom i uzajamna veza ovog denziteta sa intenzitetom.
- 3) Vizuelno ispitivanje neposredno blžkih mesta jednakog optičkog denziteta.

Denzitet je stepen zacrnjenja debijene mrlje na foto emulziji, a to je količina koja je tačno сразмерna količini metalnog srebra na jedinici površine lika. Denzitet se definiše kao:

$$d = \log \frac{1}{T}$$

gde je $-T-$ transparencija. Nađeno je da se obične emulzije poanašaju kao što je pokazano na sl. 4 koja prikazuje denzitet na datoј ploči pri različitim intenzitetima svetlosti kada se vreme eksitacije; uslovi razvijanja održavaju konstantnim. Ova kriva naziva se karakteristična kriva emulzije pod datim uslovima.



Prikazana kriva sastoji se iz subeksponirane oblasti ili 2 "praga" krive od A do B, pravolinijskog dela (koji može biti vrlo kratak), od B do C koji se naziva oblast normalne eksponicije i zakrivljenog dela ili subeksponirane oblasti od C do D. Posle D kriva može ponovo da opada, fenomen poznat kao inverzija ili solarizacija.

6. S P E K T R O H E M I J S K A A N A L I Z A

Ako je potrebno da se odredi koji su elementi prisutni u posmatranom uzorku, onda emisiona spektralna analiza predstavlja najbrži i najjednostavniji metod, iz prostog razloga što svaki element emituje neku dobro poznatu grupu linija čije su talasne dužine date u tablicama. Ako se tačno odredi položaj u spektru, onda one mogu sa sigurnošću da se identifikuju, tj. njihova pojava se vezuje sa određenim elementom. Svaka atomska vrsta emituje vrlo veliki broj linija, a za sigurnu identifikaciju dovoljne su samo dve linije. Spektrograf može da se koristi za analizu materijala koji se teško ispituju hemijskim metodama, a isto tako spektrografom se može uočiti razlika između dve hemijske vrlo srodne supstance. Ova je metoda pogodna kada imamo vrlo malu količinu uzorka.

U vezi sa vedom verovatnoćom nekih energetskih prelaza u atomu u spektru se javljaju jače i slabije linije. Obično su najjače linije u spektru nekog elementa i najosetljivije. Ultimne linije linije su one linije koje poslednje izčešavaju iz spektra kada se postepeno smanjuje količina tog elementa za vreme dok on izgara u ispitivanom uzorku. Ove su linije tabulirane. Ultimna linija u bilo kom spektru javlja se pri prestej zameni između s- i i-p stanja. Ovo pravilo obično daje mogućnost da se predskazuju najjače linije u spektru, mada odgovarajući prelaz ne mora da počne od normalnog stanja atoma, kao od najnižeg nivo-a.

Treba napomenuti da najjača linija u spektru nije uvek i ultimna.

Pri izvođenju kvalitativne analize jedna od metoda i je i metoda poređenja spektara. Na osnovu ove metode mogu da se odrede talasne dužine ultimnih linija čime je egzistencija elementa dokazana. Spektar nepoznatog materijala, ili materijala koji sadrži primese snima se na istoj ploči na kojoj je snimljen i materijal čiji je spektar vrlo dobro poznat. Linije poznatog spektra identifikuju se na pojedinim mestima duž snimka, posle toga na osnovu aproksimativne interpolacije mogu se odrediti talasne dužine nepoznatih linija, koje identifikulu pomoću tablica. Važno je da ova dva snimka spektra nisu bočno pomerena, jedan u odnosu na drugi. Pri određivanju talasnih dužina linija nekog elementa koji se ispituje treba voditi računa o disperziji koja može ako je velika da dosta pomeri linije u spektru, tako da je identifikacija linija dovedena u pitanje. Ako su potrebna vrlo precizna određivanja, onda se rade interpolaciona izračunavanja.

Pri svake kvantitativne analize treba prethodno izvršiti kvalitativnu analizu. Tek posto raspolažemo podacima kvalitativne analize, možemo odrediti podesan sastav osnove, da uočimo sastojeke koji nisu od interesa za kvantitativno određivanje, ali koji mogu da ometaju linije elemnta koje treba odrediti, i najzad pomoću kvantitativne analize možemo odrediti red veličine koncentracije elemenata koji nas interesuju.

E K S P E R I M E N T A L N I _ D E O

7. I Z V O R _ S V E T L O S T I

Kao izvor svetlosti za osvetljavanje spektrografa korišćen je luk između metalnih lektroda, napajan strujom iz generatora firme "ORION". Generator za napajanje luka ima dva strujna kola i to jedno vrlo visokog napona, do 25.000 V. koji je potreban za paljenje luka i drugo kolo koje obezbeđuje tazv. radni napon oko 40 V. Luk daje intenzivno svetlo koje služi kao izvor osvetljenja za spektrograf. Pоказало се да су најоптималнији услови за рад генератора: максимална струја 19,6 A. и frekvencija од 25 Hz. При таквим условима генератор је могао дugo да ради без бојазни да ће доћи до сметњи у njegovom radu.

Произведенje varnice među elektrodama i dobijanje varničnog spektra ostvareno je generatorom УГ -3. Напон paljenja ovog generatora kreće se do 15.000 V. Optimalni услови за рад ovog generatora su pri struji od 2,5 A.

Углавном је радено sa луком, jer on daje intenzivniju svetlost i stabilniji rad u toku vremena. За пробне elektrode korišćeno je gvožđe, jer su spektri gvožђа добро poznati i jedan veliki deo linija je sreden u tablicama i atlasima, tako da se na taj način mogla vršiti provera spektrografskog aparata.

8. S P E K T R O G R A F

Šema i izgled spektrograфа KCA-1 data je na sl.8. Kao što se vidi, svetlost izvera pada na zaštitnu kvarcnu pločicu, a zatim na kondenzor (2), pa na "revolver blendu", koja se nalazi montirana na nosaču zajedno sa kondenzorom (3), zatim na ogledalo postavljeno pod uglom od 45° odakle se reflektuje i padana kondenzor (4), zatim i na ulazni razrez štit (5).

Elektrode luka smeštene su u kućište WT-9 i mogu se pomerati gore-dole. Na strani kućišta okrenutoj prema ulaznom razresu, nalazi se otvor u koji se stavlja jedna čaura na čijem se zadnjem graju montira kvarcna pločica i i kvarcni kondenzor (2), od 75 mm. žižne daljine. "Revolver blenda" ima sedam apertura i to od: 15; 5; 3px3; 3,2; 2; 1,2; 0,8; 0,5 mm. a čija je uloga da propuštaju odre-

đenu oblast svetlosnog snopa od izvora. Kada je apertura 15 onda "revolver blenda" propušta maksimalan fluks svetlosti od izvora, a smanjivanjem apertura taj se fluks smanjuje.

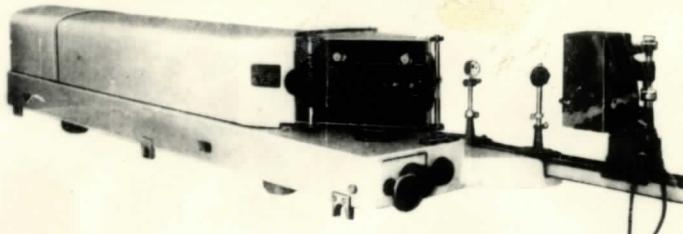


Fig. 8

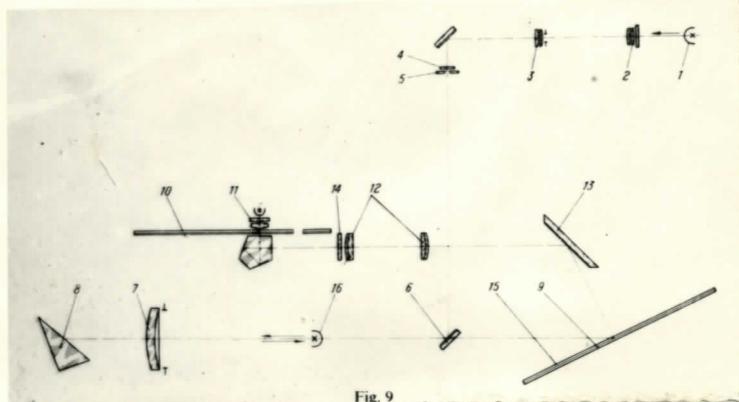


Fig. 9

Kondenzor (2) stakleni žične duljine 75mm. ili kvarcni žične duljine 150mm može se pomerati kao aksijalno tako i radijalno sa ciljem da se postigne ravnomerno osvetljavanje razreza. Iza aluminijumskog ogledala nalazi se staklene sočivo (4) žične duljine 275 mm. ili kvarcne sočivo žične duljine od 322 mm. već zavisno od prizme. Ova se sočiva uzimaju sa različitim žičnim duljinama iz razloga što je disperziona površina staklene prizme veća od disperzije površine kvarcne prizme. Raspored kondenzora (2 i 3) menja zavisno od vrste prizme.

Posle kondenzora (4) svetlost pada na ulaznu pukotinu (razrez 5). Maksimalna širina razreza kod spektrografa KSA-l iznosi 0,4 mm. Širina razreza se reguliše pomoću doboša koje izdeljen na sto jednakih podeoka i jedan pun krug ovog doboša iznosi 0,1 mm. Sto zna či da jedan podeok na dobošu ima vrednost 1-mikrona (0.001 mm.)

Posle prolaska kroz pukotinu (razrez) svetlosni snop nailazi na ogledalo (6) i odbivši se od njega pada na sočivo, a zatim na prizmu (8).

Zadnja strana prizme je metalizirana i deluje kao ogledalo
Od ogledala se razložena svetlost vraća, ali malo smaknuta
prolazi kroz sočivo (7) i pada na fotopleču (9) prolazeći
ispod ogledala (6). Stakleno sočivo (7) ima žižnu duljinu
1684,5 mm. a kvareno 1896,5 mm. za natrijumovu D-liniju.
Kao što se vidi prizma ima Littre-ovljev sistem, a spek-
trograf je autokolimacioni. Kvarena prizma ima sledeće
dimenzije:

Baza 70 mm.

Visina 50 mm.

Dimenzije staklene prizme:

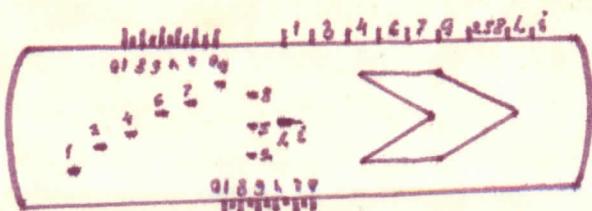
Baza 120 mm.

Visina 70 mm.

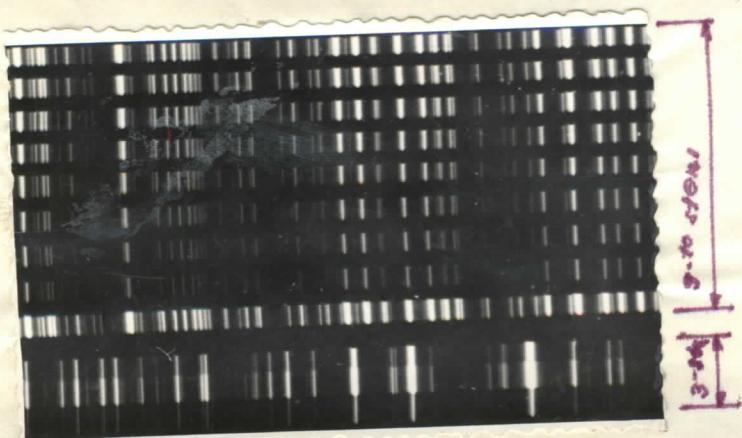
Snimanje skale talasnih dužina ostvareno je
na sledeći način: Svetlost od lampe za osvetljavanje skale
talasnih dužina pada na sočivo (11) osvetljava zatim ska-
lu(10) pada na prizmu za skretanje, prolazeći zatim kroz kon-
denzore (14 i 12) posle kojih pada na ogledalo (13) odakle
se reflektuje na ploču (9). Za snimanje razlitih oblasti
spektra izbor oblasti vrši se pomoću doboša talasnih du-
žina. Na dobošu se nalaze dve skale i to jedna skala za
kvarec, a druga za staklo. Izbor načina snimanja pomoću je-
dne ili druge optike vrši se prebacivačem (nalazi se i u
blizini prizme) koji ima dva položaja za staklo S i za
kvarec K. Ako je prizma staklna koristimo skalu talasnih du-
žina na dobošu za staklo i na isti način za ~~kvarek~~ kvarenu
optiku.

Snimanje milimetarske skale vrši se na slede-
ći način: Svetlost od lampe (16) pada direktno na milime-
tarsku skalu, koja postavlja uz samu ploču pomoću prebaci-
vača. Kaseta (15) je može pomerati gore-dole.

Ako se želi dobiti više snimaka bez pomeranja
kasete za film koristi se Hartmanova blenda, čiji je izgled
dat na sl.9. Visina jednog od sektora numerisanih rednim
brojevima od 1 do 9 iznosi oko 1,3 mm. dok je visina -h-
sektora 2mm. a -i- sektora 0,8 mm. Ukupna širina koju za-
hvata Hartmanova blenda sa sektorima od 1-9 iznosi oko
12 mm. Ako se želi veća visina spektra na filmu koristi
se klinasti deo Hartmanove blende, koji daje visinu snimka
od 1 do 10 mm.



sl. 9



sl. 10

br.	$\log T$
1	2,00
2	1,80
3	1,64
4	1,48
5	1,29
6	1,12
7	0,96
8	0,81
9	2,00

br.	T
1	10,59
2	100
3	51,2

TABELA 1

Za snimanje serije spektra različitih intenziteta koristi se devetostepeni i trostupeni oslabljivač koji se sastoji od 9 odnosno tri sektora različitih transparentacija. Kod devetostepenog oslabljivača krajnji stepeni su potpuno transparentni za svetlost. Deveto stepeni oslabljivač na filmu zauzima visinu od 7 mm, dok trostupeni zauzima visinu od 2,5 mm. Ovi oslabljivači se koriste ako se želi meriti intenzitet linije u funkciji denziteta. Na osnovu takvog merenja dobijen je dijagram

$A = f(\log I)$ koji pokazuje kako se menja apsorpcija sa intenzitetom. Transparencija pojedinih sektora za devetostepeni i trostupeni oslabljivač data je u tabeli 1a i 1b, a izgled snimka sa devetostepenim i trostupenim oslabljivačem dat je na slici 10.

2. FOTO FILM

Za snimanje spektra korišćen je film OR-WO od 27 (dvadesetsedam) dina osetljivosti. Konstatovano je da je ovaj film malo osetljiv ispod 2500 \AA i iznad 6500 \AA . Za razvijanje filma ove osetljivosti korišćeni su razvijači koji rade mekano i to: Razvijač

AGFA 44 zaveden pod rednim brojem 8 u knjizi Ž. Jeremića "ZBIRKA RECEPATA I TABLICA" Izdanje 1963 god. Vreme razvijanja iznosi 18 do 20 min. pri temperaturi razvijača od 18°C . Drugi razvijač koji je korišćen dat je u knjizi: "PRAKTIČNA SPEKTROSKOPIJA" - Harison na str. 133, a označen kao razvijač D-19. Vreme razvijanja za ovaj razvijač iznosi 5 min. pri temperaturi razvijača od 18°C .

Kaseta je pogodno adaptirana da bi se mogli koristiti rol-filmovi. Adaptacija je izvedena tako da se film nalazi u žičnoj ravni spektrografa. Žična ravan je malo izvijena na krajevima. Tako da razlika između krajeva i sredine žične ravni iznosi oko 2 mm. Kaseta se može pomjerati gore-dole, a veličina tog pomeranja se reguliše pomoću skale koja se nalazi pored kasete i prečiji jedan podek iznosi 1,5 mm.

Karakteristike dobijene su na sledeći način: Snimljen je spektar gvožđa sa devetostepenim oslabljivačem i na mikrofotometru meren je denzitet kao funkcija intenziteta linije odnosno logaritma intenziteta (sl. 11.) Podaci za intenzitet su dobijeni iz transparencije devetostepenog oslabljivača.

10. FOKUSIRANJE SPEKTRA

Pri snimanju spektra zapaženo je da linije u spektru nisu dovoljno oštare i zato se moralo pribedi podešavanju fokusiranja. Smisao fokusiranja sastoji se u tome da se razrez postavi u žihu objektiva (7). Ovo je omogućeno dobošem za fokusiranje. Doboš za fokusiranje ima podelu u mm. od 1 do 4 i okretanjem ovog doboša ulazna pukotina se pomeri aksijalno sve dotle, dok se ne dobiju oštare linije u spektru. Kada se dobiju oštare linije u spektru fokusiranje je završeno što znači da se razrez nalazi u žihu objektiva (7). Snimak iz kojeg je određeno fokusiranje dat je sl. 12. Vidi se da je najbolje fokusiranje na drugom podeku doboša za fokusiranje. Očigledno je da fokusiranje krajnjih spektara nije isto kao fokusiranje srednjeg spektra.

Pri snimanju spektara moralo se odabrati i vreme za eksponiranje zavisno od vrste upotrebljenog svetlosnog izvora kao i materijala elektroda.

Zapaženo je da je vreme eksponiranja za gvožđe najbolje između 15 i 20 sec. za bakar 5 min. za živu 40 sec. i za Natrijum ok 1 min.

-o Interesantno je objasniti pojavu širenja spektralne linije. Samu liniju ima svoju prirodnu širinu, a povećanje širine razreza povećava širinu linije. Na širinu linije utiče inklinacija ploče, jer je

-1

-2

-3

-4

ploča postavljena pod izvesnim ugлом prema snopu svetlosti koji pada na nju. U našem slučaju fotoaparata je postavljena od oko 30° prema snopu svetlosti koji pada na nju. Ako se uzme širina razreza, recimo 2 mikrona, onda će linija na fotoaparatu biti proširena oko dva puta usled inklinacije, a dalje širenja spektralne linije vrši sama emulzija na fotoaparatu usled zrnaste strukture emulzije.

11. PUKOTINA

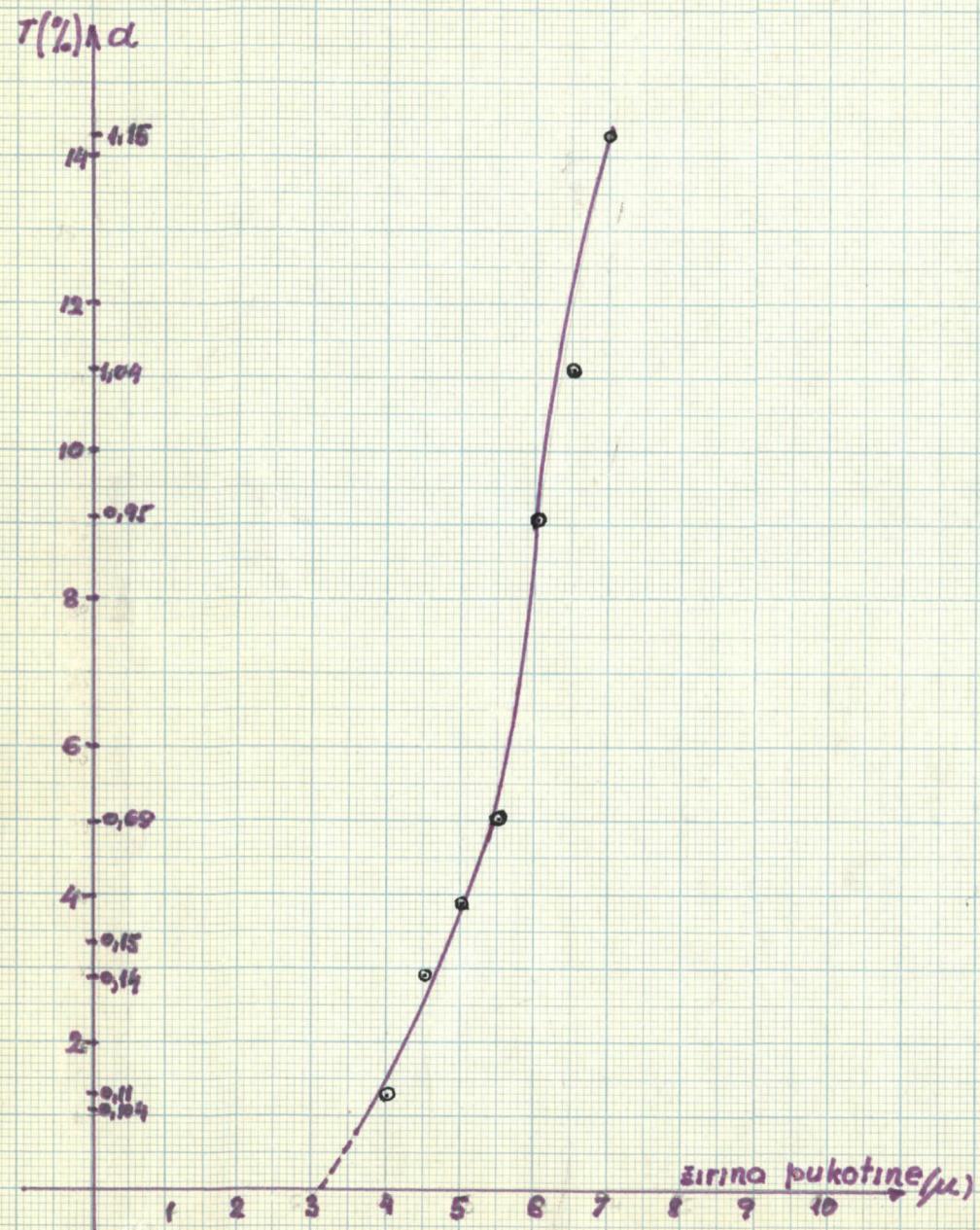
Ulažna pukotina jedan je od najvažnijih delova spektrografa i od njenog kvaliteta zavisi u dobroj meri kvalitet dobijenih snimaka.

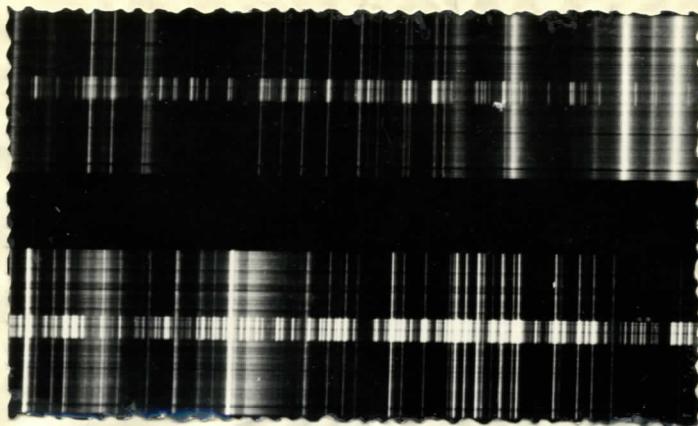
U toku rada primećeno je, da linije u spektru imaju horizontalne bele pruge, koje nastaju usled nečiste pukotine. Zbog toga pukotina mora da se čisti. Čišćenje pukotine vrši se na sledeći način: Skine se kondenzor (4), potpuno se otvori pukotina i pomoću vate zamočene uz alkohol vrši se čišćenje pukotine ali tako da se vata uvek povlači u jednom smeru. Posle čišćenja pukotine trebalo bi da bele horizontalne pruge nestanu spektru. Međutim, i posle čišćenja pukotine te su pruge ostale pa je trebalo tražiti razlog nastajanja istih. Zapaženo je da te pruge nastaju usled nečistoća koje se nahvataju na zaštitnoj kvarcnoj ploči i njenim čišćenjem te horizontalne bele pruge u spektru su nestale. Izgled spektra sa nečistom pukotinom i zaštitnim staklom dat je na sl. 13.

Pošto svaka pukotina ima svoju nulu otvaranja to je istu trebalo naći. Nula pukotine je broj na dobošu pri kome pukotina počinje da se otvara.

CA. 14

CA. 20



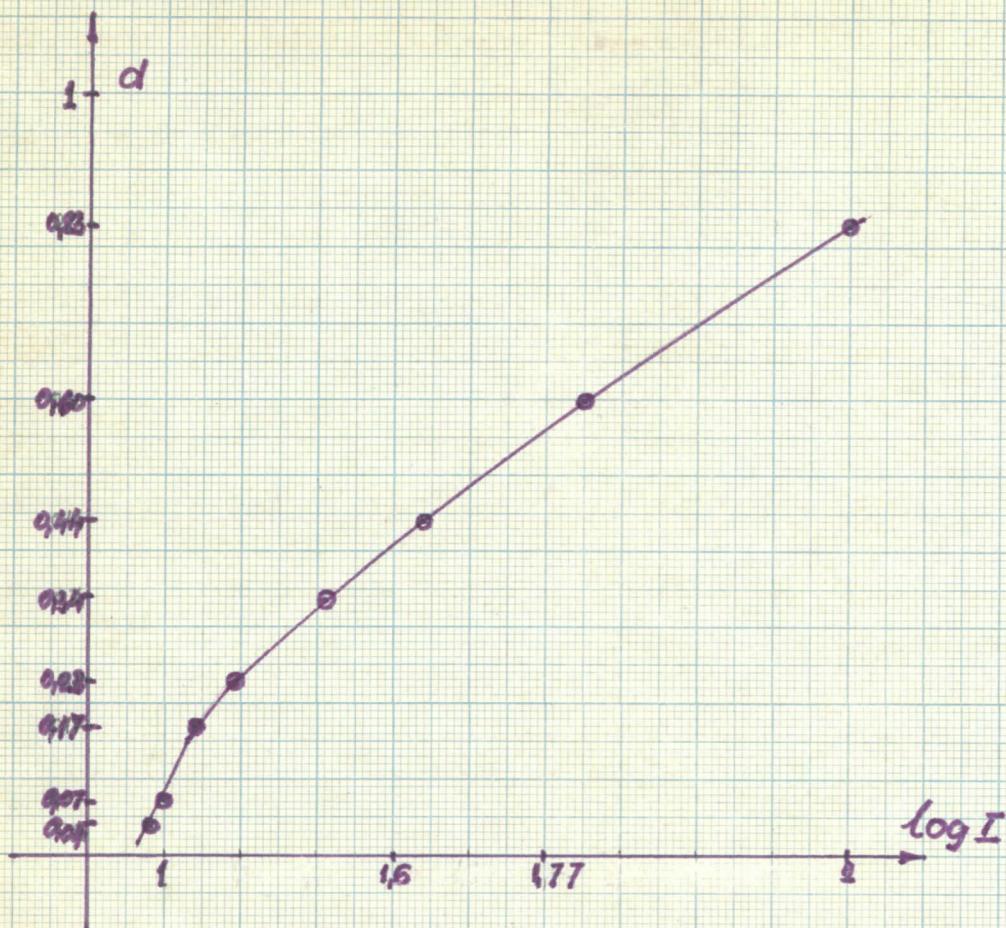


sl. 13

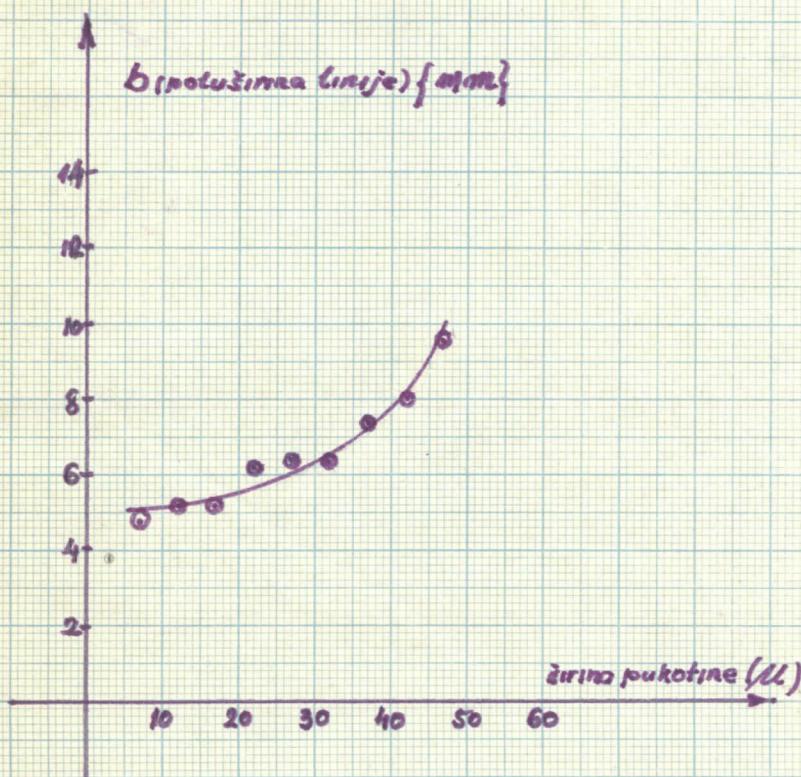
Nula pukotine može dase odredi vizuelno i snimanjem serije spektara. Vizuelno određivanje nule pukotine može da ostvari na sledeći način: Počpuno se zatvori pukotina, a zatim se polako povećava posmatrajući pojavu spektra u ţižnoj ravni. Kad se spektar pojavi, znak je

da je pukotina otvorena. Ovako određena nula pukotine iznosi tri mikrona. Određivanje nule pukotine snimanjem serije spekxtara vrši se na sledeći način: Snimi se serija snimaka, ali tako da se pukotina postepeno smanjuje sve do nule i zatim se na mikrofotometru mere denziteti linija pojedinih serija u funkciji širine pukotine. Taj grafik dat je na sl. 14. Iz tog grafika se može odrediti nula pukotine. Iz grafika 14 nađeno je da je nula pukotine 3 mikrona.

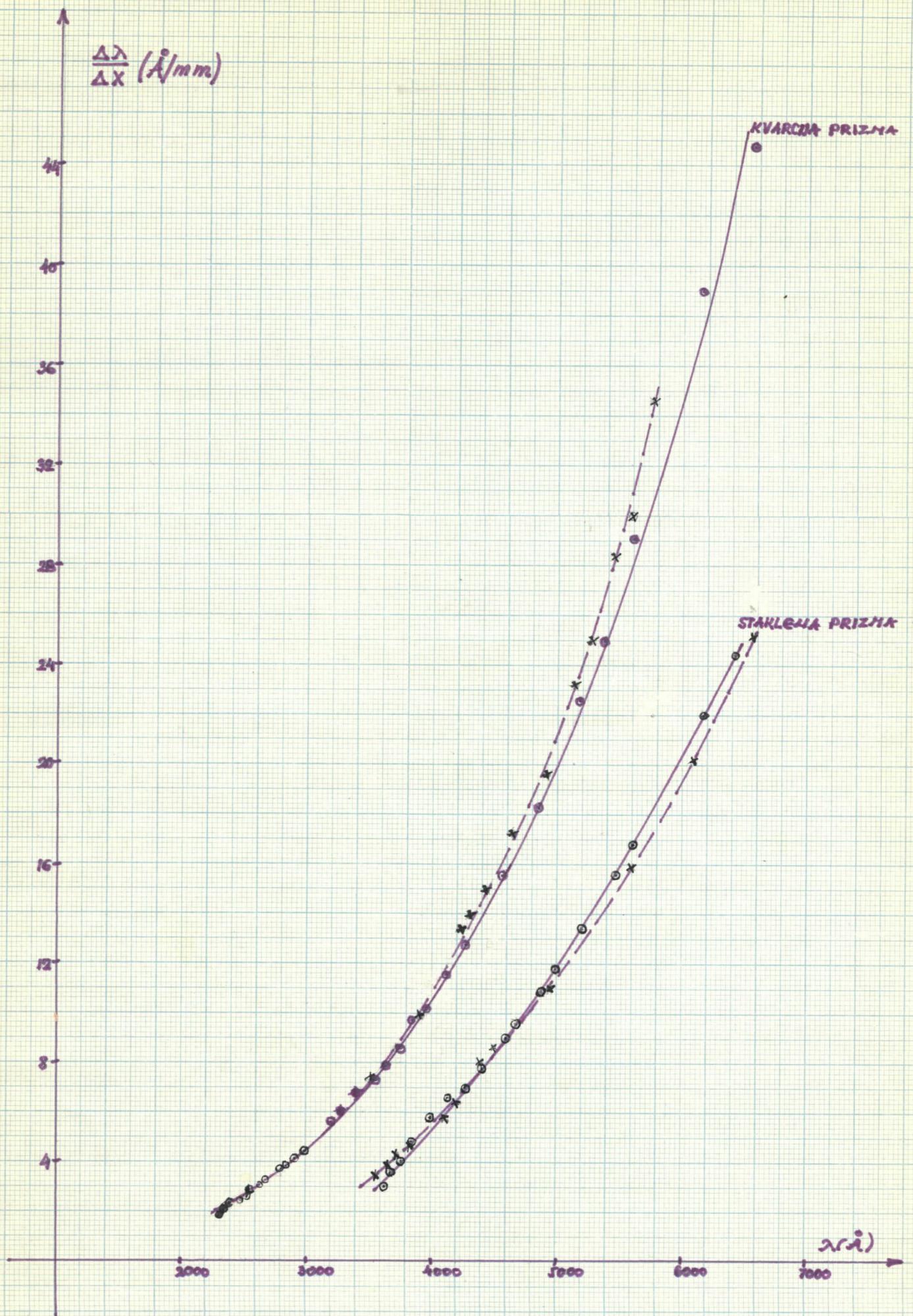
Izbor optimalne širine razreza - Prvo je izračunata teorijski kritična širina razreza po formuli $D = f \cdot B \cdot \lambda$ za koherentno zračenje pri talasnoj dužini 4500 \AA . Za koherentno zračenje $f = 2$, a apertura za naš slučaj iznosi oko $1600/67$. Zamenivši to u obrazac dobijamo za kritičnu širinu vrednost oko 22 mikrona ($D = 2 \cdot 1600/67 \cdot 0,45$) Vizuelnim putem pomoću lupe dobijena je kritična širina D - koja iznosi 37 mikrona. Sličan rezultat se dobija ako se snimi serija spektara sa različitim širinama pukotine u intervalu od 3 do 47 mikrona menjajući pukotinu po 5 podeoka i birajući eksponažu, tako da se dobiju linije približno istog intenziteta, pa se na mikrofotometru poluširine linije mere za različite širine pukotine, i nataj se način dobije dijagram na sl. 15 iz koga može da se odredi $-D$ Kritična širina pukotine je ono mesto gde horizontalni deo krive počinje da raste. To mesto daje nam kritičnu širinu razreza $-D$. Kritična širina razreza određena na ovaj način iznosi 35 mikrona.



CA. 11



CA. 15



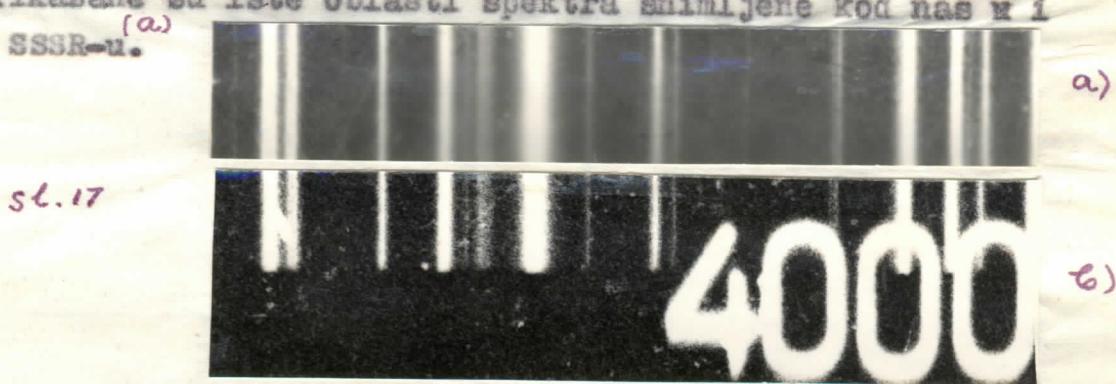
ca. 16

12. DISPERZIJA

Snimljeni su spektri sa staklenom i kvarenom prizmom, ali tako da u oba slučaja bude obuhvaćena cela moguća oblast spektra. Onda se odaberu dve linije u spektru i na mikroskopu izmeri njihovo rastojanje u mm. Zatim se izmeri rastojanje između njih na spektroprojektoru, odredi uvećanje spektroprojektora koje iznosi 20x. Kada znamo uvećanje identifikujemo dve linije napr. prva linija 4592,6 Å. a druga 4602,9 Å. Razlika talasnih dužina iznosi 10,3 Å. a rastojanje na spektroprojektoru među linijama iznosi 12 mm. Ovim se podacima izračunava stvarno rastojanje između linija na filmu 0,6 mm. Recipročna disperzija dobija se deljenjem $10,3 \text{ Å}$ sa $0,6 \text{ mm}$.

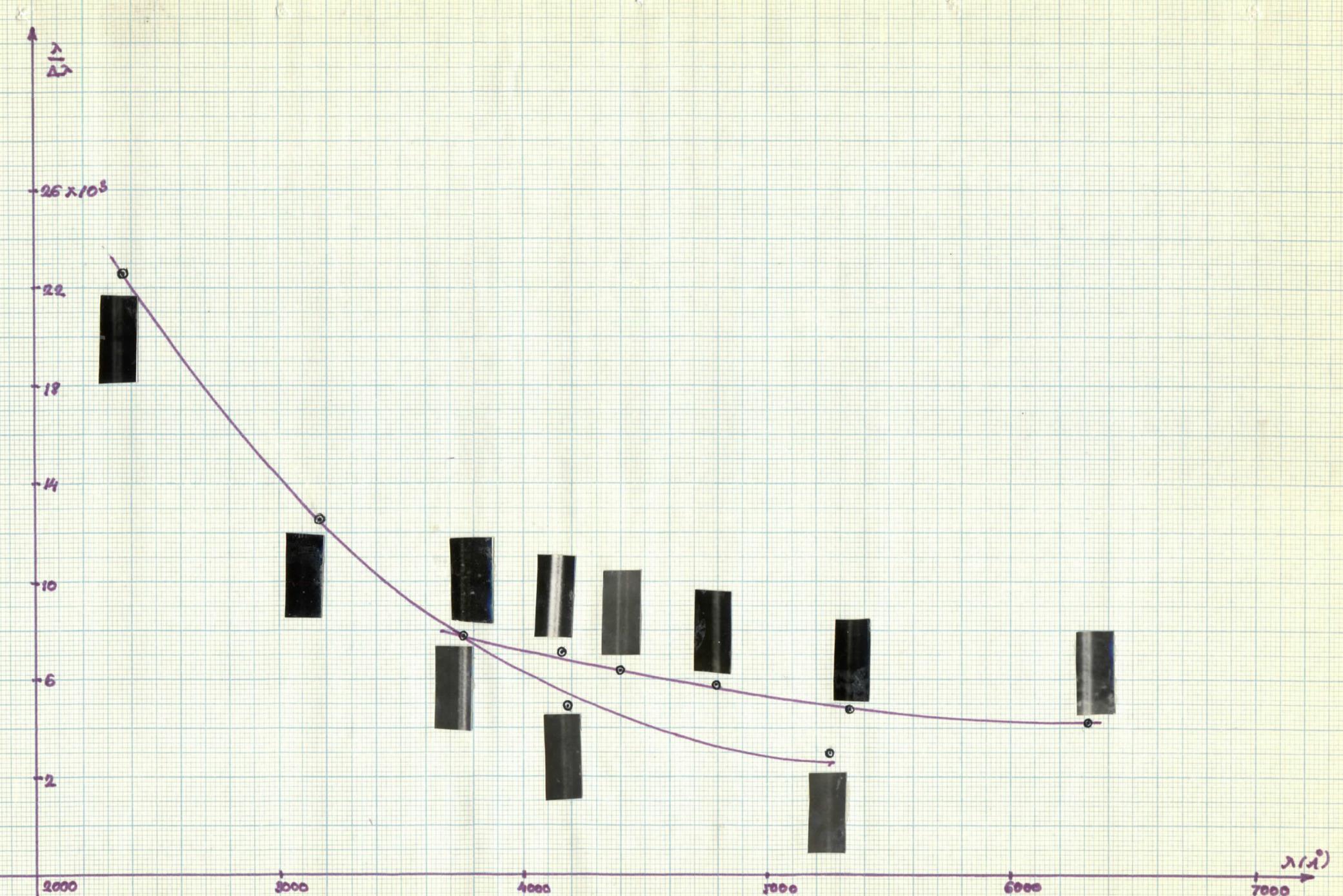
$$10,3/0,6 = 17,2 \text{ Å/mm.}$$

Postupajući na ovaj način određena je recipročna disperzija za celu spektralnu oblast, a kriva recipročne disperzije data je na dijagramu sl.16 Isprekidanim linijama na dijagramu prikazana je kriva recipročne disperzije dobijena sa ploče, koja je snimljena u SSSR-u. Na sl.17 prikazane su iste oblasti spektra snimljene kod nas u i u SSSR-u.



13. MOĆ RAZLAGANJA

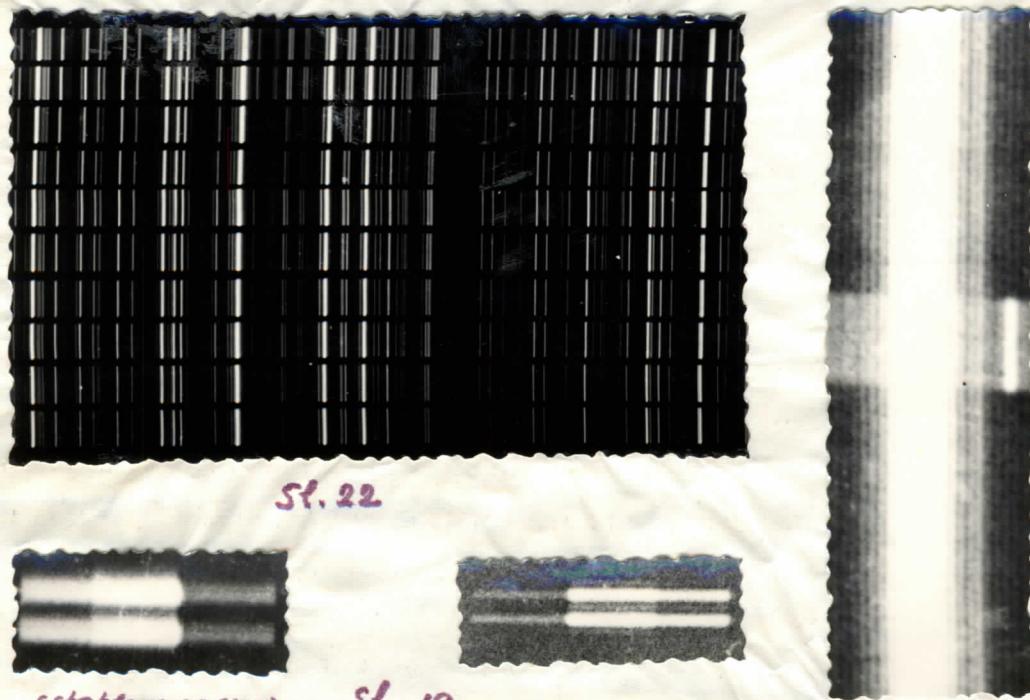
Moć razlaganja definisana kao $\lambda/d\lambda$ dobija se na ovaj način: Na mikrofotometru snimi se dublet linija i odrede se talasne dužine linija dubleta, pa se zatim iz tih podataka nađe $d\lambda$. Slično kao i kod određivanja recipročne disperzije uzimani su dubleti na svakih 500 Å, tako da se na taj način odredi moć razlaganja za celu spektralnu oblast, kako je to prikazano na dijagramu sl.18. Treba napomenuti da je moć razlaganja spektrograфа KSA-1 prilično smanjena upotrebom filma velike osetljivosti, jer emulzija takvog filma ima krupna zrna. Moć razlaganja spektrograфа može se odrediti iz snimaka dubleta natriju-



ca. 18

ma.Grafik dubleta natrijuma snimljenog na mikrofotometru dat je na dijagramu sl.20 Snimak dubleta natrijuma za kvarenu i staklenu optiku dat je na sl.19 i iz ovih slika se vidi da dublet natrijuma snimljen sa staklenom prizmom nije dobro fokusiran.

Moć razlaganja spektrograфа može da bude smanjena usled difrakcije svetlosti na ulaznoj pukotini kada umesto jedne oštре linije u spektru dobijamo čitav niz liniјa,koje se nalaze s obe strane centralnog maksimuma. Ova difrakcija prikazan je na sl.21, a na sl.22 prikazana je jedna oblast spektra kao ilustracija moći razlaganja.



14. KVALITATIVNA ANALIZA

Određivanje nečistoća u bakru odnosno kvalitativna analiza izvršena je na sledeći način: Snimljen je spektar bakra čiji sastav je trebalo odrediti, a preko ovoga spektra snimljen je spektar gvožđa koji služi za lakšu identifikaciju liniјa bakra.

Zatim su identifikovane liniјe bakra pomoću tablica, pa su nađene liniјe za ostale elemente koji se nalaze u ispitivanom uzorku, označenom kao MS-66. Na osnovu konstatovanih liniјa u spektru bakra nadeno je da su nečistoće u ovom uzorku: Fe, Sn, Pb. Za gvožđe su nađene liniјe i to:

- | | |
|---------------|----------------|
| 1. 2382,039 Å | 6. 3719,935 Å |
| 2. 2395,625 Å | 7. 3737,133 Å |
| 3. 2404,882 Å | 8. 3745,564 Å |
| 4. 2410,517 Å | 9. 3745,903 Å |
| 5. 2413,309 Å | 10. 3748,264 Å |

Da bi se dokazalo prisustvo nečistoće u ispitivnom uzorku potrebno je identifikovati najmanje dve linije tog elementa (nečistoće). Mi smo identifikovali 10 linija Fe. Što je potvrda da se u našem uzorku kao nečistoća nalazi Fe.

Za kalaj (Sn) nađene su linije i to:

- | |
|--|
| 1. 3009,147 Å koja se nalazi između Fe 3009,092 Å i 3009,570 Å |
| 2. 3034,121 Å " " 3033,445 Å i 3034,538 Å |
| 3. 3175,019 Å " " 3173,687 Å i 3175,447 Å |
| 4. 3262,328 Å " " 3264,513 Å i 3259,994 Å |

Na osnovu napred rečenog vidise da je kao nečistoća u bakru prisutan i kalaj.

Za cleva nađene su linije i to:

- | |
|--|
| 1. 2614,178 Å koja se nalazi između Fe 2612,771 Å i 2614,490 Å |
| 2. 2833,069 Å " " 2832,436 Å i 2834,755 Å |
| 3. 3639,580 Å " " 3638,298 Å i 3640,390 Å |
| 4. 4057,820 Å " " 4045,815 Å i 4058,229 Å |

Na osnovu ovih podataka vidimo da su nečistoće u bakru MS-66 Fe, Sn, i Pb.



sl. 23

Spektar iz koga su određene nečistoće (jedan deo spektra) prikazan je na fotografiji 23. gde su identifikovane linije bakra i linija Sn kao nečistoće.

15. Z A K L J U Č A K

Iz dijagrama na sl.16 vidi se da kriva disperzije spektrografa KSA-1 malo odstupa od krive disperzije koja je dobijena na osnovu snimaka snimljenih u SSSR-u. To govori da je disperzija aparata dosta dobre određena. Treba primetiti da je disperzija pri dužim talasima dosta velika (pri $6462,5 \text{ \AA}$ iznosi 24,4 za staklenu prizmu), a za kvarcnu pri 6500 \AA iznosi čak 44,8), što može da predstavlja smetnju pri određivanju pojedinih talasnih dužina linija, a naročito kod izvođenja kvalitativne analize kada veoma važno da se odredi mesto linije u spektru odnosno njena talasna dužina. Ako se o ovome ne vodi računa može da dođe do prilično velikih grešaka. Iz dijagrama se vidi da se disperzije za kvarcnu i staklenu prizmu dosta razlikuju.

Moc razlaganja određena je za obe prizme i kako se vidi iz dijagrama na sl.17 ove dve krive se dosta razlikuju. Iz dijagrama se takođe vidi da je moc razlaganja kvarcne prizme velika oblasti kratkih talasa (22400 pri 2355), dok pri 3760 moći razlaganja staklene i kvarcne prizme su približno iste (za staklenu 7801, za kvarcnu 7790) Ovde se takođe može videti da moc razlaganja za kvarcnu prizmu pri dugim talasima opada brže nego kod staklene. Kao ilustracija ovoga poslužiće ovo poređenje: Staklena prizma $\lambda = 5341 \text{ \AA}$ $P_F = 4920$; Kvarcna prizma $\lambda = 5283 \text{ \AA}$ $P_F = 3258$. Budući da su podaci za obe krive dobijeni jednim merenjem ne možemo sa sigurnošću tvrditi da su potpuno tačni. Nizom merenja ustanovilo bi se verovatno: Tačan oblik ovih krivih, ali i ove koje dobijamo omogućuju da postignemo zadovoljavajuće rezultate.

LITERATURA

1. HARRISON, LORD i LOOFBOUROW -
Praktična spektroskopija
2. SEARS - Optika
3. B.Durić i Ž. Ćulum - Optika
4. S.L. MANDELJŠTAM - Vvedenije v spektralnij analiz
5. S.K. KALJINJIN, A.A. JAVNJELJ, L.E. NAJMARK -
Atlas dugovova i iskrovova spektrov željeza
6. SAIDEL, PROKOFJEW, RAISK, - Spektraltabellen
- Tables of spectrum lines
- Tables des raies spectrales
+ Wavelength tables
7. D.HARRISON
D.Ivanović V.Vučić
- Atomska i nuklearna fizika
8. TELEBAKOVIĆ D. DRAGOŠ - Fotoprizručnik