

EXPERIMENTÁLNA TECHNIKA

JEDNODUCHÁ NASTAVITEĽNÁ KYVETA
PRE INFRAČERVENÚ SPEKTROSKOPIU

JÁN SUCHÝ

Oddelenie chémie prírodných látok Chemického ústavu Slovenskej akadémie vied
v Bratislave

Pokiaľ látka a rozpúšťadlo pri diferenčnom meraní absorpčných spektier na dvojlúčovom spektrometri na seba nepôsobia, môžeme kompenzáciu spektier roztokov urobiť tak dokonale, že sa spektrum rozpúšťadla na konečnom spektre látky vôbec neobjaví. Na to je potrebné voliť správny pomer hrúbky kyviet. Tento pomer síce závisí od koncentrácie, obvykle ho však nie je možné vopred určiť. Je preto výhodné, ak máme možnosť meniť plynule hrúbku jednej z kyviet; meníme ju tak dlho, pokiaľ sa spektrum rozpúšťadla celkom nevykompenzuje.

Na tento účel sa najčastejšie používajú nastaviteľné kyvety. Okrem toho sú potrebné aj na ciachovanie vlnočtu interferenčnou metódou a na ciachovanie linearity optického hrebeňa stupňovitým meraním extinkcie.

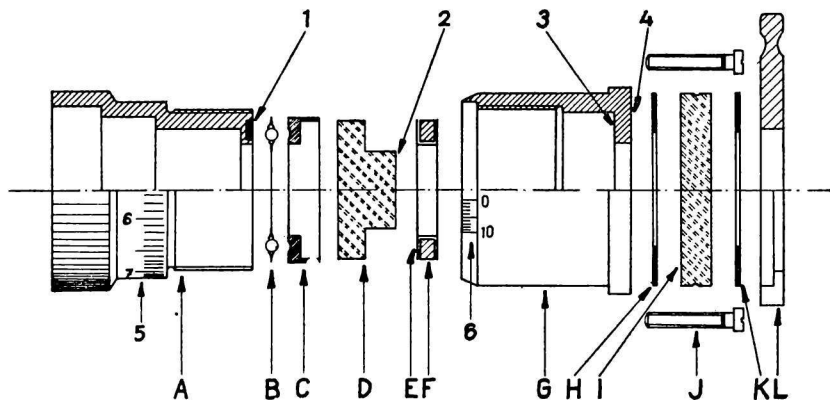
Komerčne vyrábané typy sú obvykle určené pre univerzálne použitie. Sú to mechanicky komplikované, a preto chýlostivé zariadenia, kde si i pomerne malé poruchy (zahmlenie okienok a pod.) vyžadujú komplikované opravy [1, 2]. V literatúre sa opisujú rozličné systémy nastaviteľných kyviet, určených iba pre kompenzáciu spektra rozpúšťadla, pri ktorých sa preto planparalelita okienok nevenuje osobitná pozornosť [3, 4].

Vyvinuli sme jednoduchú nastaviteľnú kyvetu, pri ktorej sa pomerne dobrá planparalelita vnútorných plôch kyvety dosahuje tým, že pohyblivé okienko sa po čiastočnom zložení kyvety prebrúsi do roviny dosadajúcej plochy. Brúsenie a leštenie okienok z alkalickej halogenidov je v infračervenom laboratóriu bežné, a preto tento spôsob dosiahnutia planparalelity je jednoduchší než použitie rektifikačných skrutiek a pod. Kyveta je určená pre infračervený spektrometer UR 10 Zeiss. Pri konštrukcii sa využila časť normálnej pevnej kyvety, používanej pri tomto prístroji, a to nosný rámik, tesniaca fólia, okienko o \varnothing 50 mm, dištančná vložka a skrutky (obr. 1, časť *L, K, I, H, J*). Zvyšok pôvodnej kyvety, t. j. ďalšie okienko a druhý rámček sa nahradili zostavou, ktorá pomocou dutej mikrometrickej skrutky M 42 \times 1 axiálne pohybuje okienkom o \varnothing 20 mm. Po zostavení tejto časti sa plocha *z* okienka *D* zbrúsila do roviny dosadacej plochy *z* časti *G*. Tým je zaistená jej planparalelita s vnútornou plochou okienka *I* v tom prípade, keď pohyb okienka bude presne axiálny. Možno to dosiahnuť pri opracovaní závitú jadra *A* a plochy *I* oceľového náboja pri jedinom upnutí; presnosť axiálneho pohybu potom závisí len od dokonalého opracovania mikrometrickej skrutky a matice.

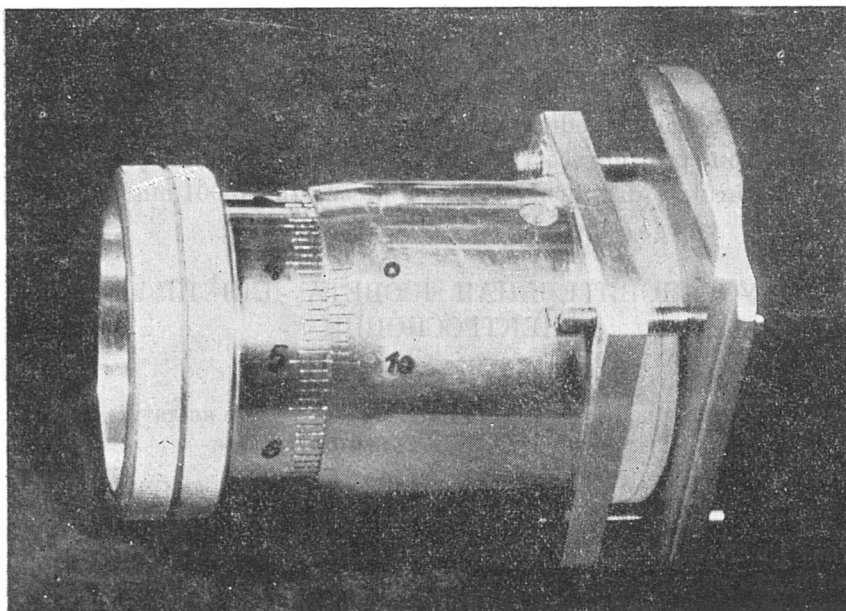
Na ploche *I* sa pohybujú tri kalibrované guľôčky v kletke *B*. Týmto sa skrutkový pohyb jadra *A* prenáša na piestový pohyb puzdra *C*, ktoré je oproti otáčaniu zaistené čapom a drážkou (nezakreslené). Medzi okienko *D* (zhotovené osústruhovaním kompen-

začného okienka o $\varnothing 36 \times 15$) a plochu 3 je vložený krúžok F z pórovitej gummy takých rozmerov, aby zložená kyveta dokonale tesnila pri axiálnom pohybe okienka D o $\pm 0,5$ mm z roviny plochy 4. Pórovitá guma je voči vplyvu rozpúšťadla chránená ca 20μ silným potahom, vyfúknutým z polyetylénovej trubičky za tepla do formy. Polyetylén pre tento účel celkom vyhovuje; okienka z alkalických halogenidov vopred vylučujú použitie látok, ktoré by polyetylén porušovali.

Pohyb okienka D o $\pm 0,5$ mm umožňoval v našom prípade pri použití 0,5 mm hrubej dištančnej vložky H nastaviť hrúbku kyvety od 0,01 mm do 1 mm. Intenzita inter-

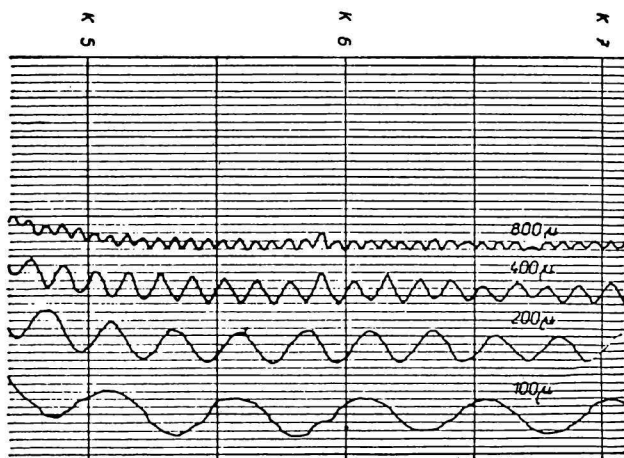


Obr. 1. Schematický náčrt kyvety.



Obr. 2. Nastaviteľná kyveta.

ferencií (obr. 3) ukazuje, že planparalelita kyvety je dobrá; maximálna chyba pri nastavení kyvety pomocou 100 dielkovej stupnice 5 a nónia 6 bola $\pm 0,0008$ mm. Presnosť kyvety preto vyhovuje aj pre stanovenie odchýlok optického hrebeňa od lineárneho priebehu.



Obr. 3. Interferencie pri nastavení hrúbky 0,8; 0,4; 0,2 a 0,1 mm.

Ďakujem J. Lainczovi z jemnomechanickej dielne nášho ústavu za presné zhotovenie kyvety.

Súhrn

Opisuje sa konštrukcia jednoduchšej a ľahko zhotoviteľnej kyvety s nastaviateľnou hrúbkou pre infračervenú spektroskopiu; kyveta je nastaviteľná $\pm 0,5$ mm od hrúbky dištančnej vložky s presnosťou 0,001 mm.

ПРОСТАЯ УСТАНОВИТЕЛЬНАЯ КЮВЕТА ДЛЯ ИНФРАКРАСНОЙ СПЕКТРОСКОПИИ

ЯН СУХИ

Отдел химии естественных веществ Химического института
Словацкой академии наук в Братиславе

Выводы

Описана конструкция простой и легко изготовительной кюветы с установительной толщиной для инфракрасной спектроскопии; кювета установительная на $\pm 0,5$ мм от толщины дистанционной подкладки с точностью 0,001 мм.

Поступило в редакцию 20. 4. 1960 г.

EINFACHE EINSTELLBARE KÜVETTE FÜR DIE ULTRAROTSPEKTROSKOPIE

JÁN SUCHÝ

Abteilung für Chemie von Naturstoffen des Chemischen Instituts
an der Slowakischen Akademie der Wissenschaften in Bratislava

Zusammenfassung

Es wird die Konstruktion einer einfachen und leicht anzufertigenden Küvette mit einstellbarer Dicke für die Ultrarotspektroskopie beschrieben; diese Küvette ist $\pm 0,5$ mm von der Dicke der Distanzeinlage mit einer Genauigkeit von 0,001 mm einstellbar.

In die Redaktion eingelangt den 20. 4. 1960

LITERATÚRA

1. Prospekty a periodiká firmen Zeiss, Beckmann, Unicam, Perkin-Elmer. — 2. Coates V., Rev. Sci. Instr. 22, 853 (1951). — 3. Stuart A. V., J. Opt. Soc. Am. 43, 212 (1953). — 4. Adams R. M., Katz J. J., J. Opt. Soc. Am. 46, 895 (1956).

Do redakcie došlo 20. 4. 1960

Adresa autora:

Inž. Ján Suchý, Bratislava, Mlynské nivy 37, Chemický ústav SAV.