

**МЕТОДИКА РЕГИСТРАЦИИ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫХ СПЕКТРОВ
КОМБИНАЦИОННОГО РАССЕЯНИЯ СВЕТА С ПОМОЩЬЮ
ОПТОВОЛОКОННОГО СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОГО КОМПЛЕКСА
AVA-RAMAN**

© И. Д. Закирьянова, 2013

Институт высокотемпературной электрохимии УрО РАН,
Екатеринбург, Россия, optica96@ihite.uran.ru

Спектроскопия комбинационного рассеяния света (КРС) является одним из наиболее успешных методов исследования строения вещества в различных агрегатных состояниях.

В отличие от методов рентгеноструктурного анализа, нейтронографии, определяющих тип симметрии, межатомные расстояния, координационные числа, метод КРС спектроскопии позволяет дополнительно получить гораздо больший объем информации: регистрируемые колебательные частоты отвечают за положение колебательных уровней молекулы, определяемые ширины колебательных полос несут информацию о ее вращательном движении, а интенсивность спектров КРС напрямую определяет степень ионности или ковалентности химической связи. Сравнение аналогичных параметров молекул в различных агрегатных состояниях позволяет судить о межчастичном взаимодействии и его влиянии на физико-химические свойства системы [1].

Регистрация спектров КРС при повышенных температурах представляет собой задачу чрезвычайной трудности. Это связано со слабой интенсивностью спектров рассеяния, а также отсутствием универсальных промышленно изготавливаемых высокотемпературных оптических приставок.

В настоящее время появились новые классы спектральных приборов, использующих современные технологические решения, которые позволили значительно облегчить регистрацию спектров КРС при повышенных температурах. На базе современного высокотехнологичного оптоволоконного спектрометрического комплекса Ava-Raman (Avantes, Нидерланды) нами разработана и апробирована методика регистрации спектров комбинационного рассеяния света кристаллических и расплавленных веществ в широком интервале температур – от комнатной до 900 °С.

Существенными преимуществами данного спектрометрического комплекса являются использование в качестве детектора термоохлаждаемой фотодиодной CCD – матрицы, позволяющей сократить время регистрации до нескольких десятков секунд, что может играть определяющую роль при исследовании кинетики процессов; использование в качестве канала луча лазера и рассеянного света гибких оптоволоконных кабелей, позволившее минимизировать оптические потери и подобрать оптимальное пространственное расположение объекта исследования.

Принципиальным преимуществом комплекса Ava-Raman при проведении высокотемпературного эксперимента является наличие специального

оптического зонда, способного выдерживать нагрев до 200 °С и дополнительных насадок, выполненных из нержавеющей стали, которые для более успешной регистрации спектра КРС могут быть размещены в непосредственной близости от исследуемого объекта.

На рис. 1 приведена схема сконструированной нами высокотемпературной приставки к спектрометрическому комплексу Ava-Raman, позволяющая проводить регистрацию спектров КРС кристаллических и расплавленных веществ в широком интервале температур – от комнатной до 900 °С. При регистрации спектров при повышенных температурах в качестве контейнеров образцов возможно использование различных материалов – кварца, керамики, инертных металлов.

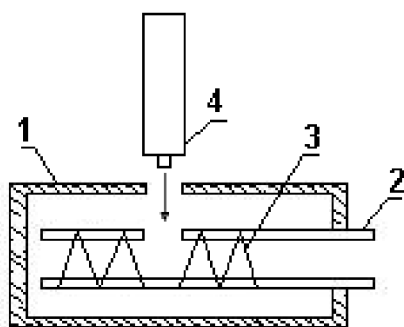


Рис. 1. Высокотемпературная приставка для регистрации спектров КРС (1 – алюминиевый корпус, 2 – кварцевая трубка с нагревателем из нихромовой проволоки (3), 4 – оптический зонд спектрометра)

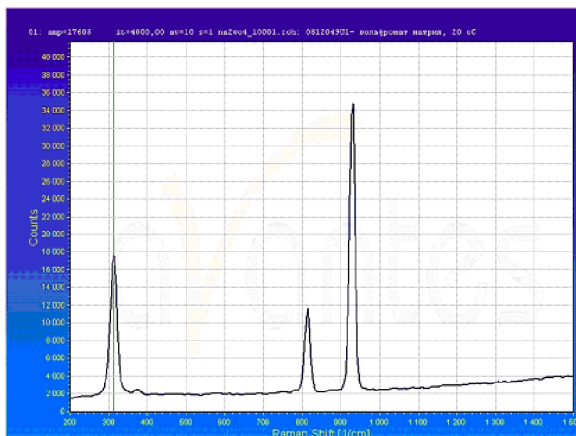


Рис. 2. Спектр КРС Na_2WO_4 , 20 °C

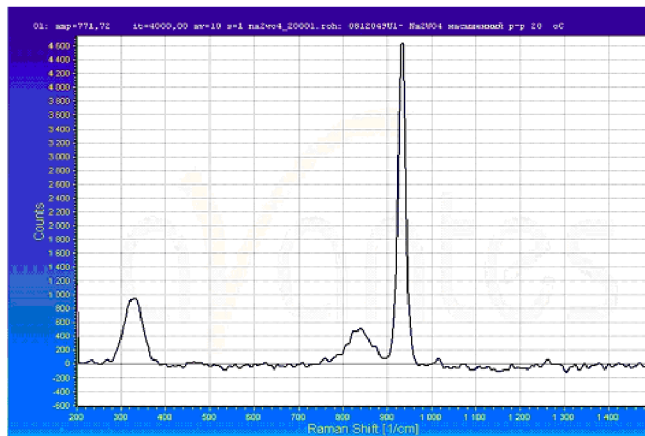


Рис. 3. Спектр КРС водного раствора, содержащего 3 мол.% Na_2WO_4 , 20 °C

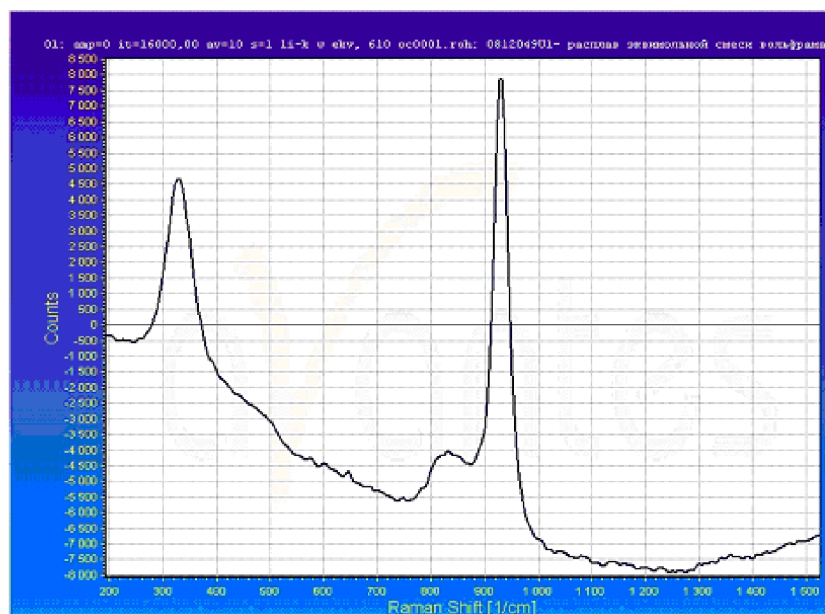


Рис. 4. Спектр КРС расплава эквимольной смеси $\text{Li}_2\text{WO}_4\text{-K}_2\text{WO}_4$, 630 °С

В качестве примера на рис. 2–4 приведены спектры кристаллического Na_2WO_4 , его водного раствора и расплава эквимольной смеси $\text{Li}_2\text{WO}_4\text{-K}_2\text{WO}_4$.

Полученные спектральные данные хорошо согласуются с имеющимися в литературе [2, 3].

Список литературы

1. Кириллов С. А. Колебательная спектроскопия и межчастичные взаимодействия в ионных системах // Физическая химия ионных расплавов и твердых электролитов. Киев: Наукова думка, 1983. 127 с.
2. Фомичев В. В., Полозникова М. Э., Кондратов О. И. Структурные особенности, спектральные и энергетические характеристики молибдатов и вольфраматов щелочных элементов // Успехи химии. 1992. Т. 61. Вып. 9. С. 1601–1622.
3. Dean K., Wilkinson C. Precision Raman measurements of some T_d ions in aqueous solution // J. of Mol. Structure. 1982. V. 79. P. 293–296.