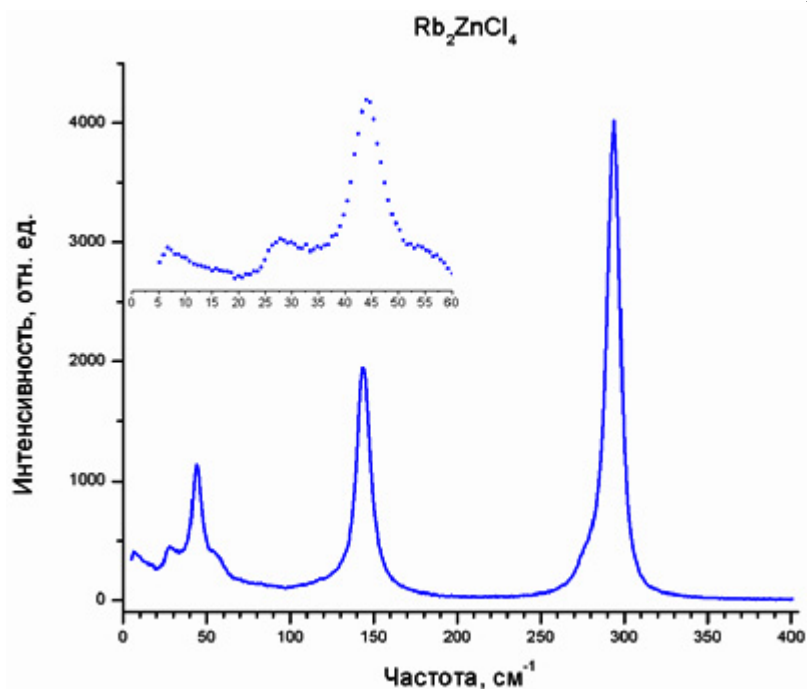


Метод спектроскопии комбинационного рассеяния света

В спектроскопии комбинационного рассеяния света (англ. эквивалент Raman spectroscopy) образец облучается монохроматическим светом, которым обычно является лазер. Большая часть рассеянного образцом излучения будет иметь ту же частоту, что и падающая – процесс известен как Рэлеевское рассеяние. Тем не менее, некоторое количество излучения, рассеянного образцом, примерно один фотон из десяти миллионов (0.000001 %) – будет иметь частоту, смещенную по отношению к частоте исходного излучения лазера. Излучение, имеющее более высокую длину волны называется стоксовой компонентой рассеяния и имеет более низкую энергию, чем излучение лазера. Колебательные состояния, исследуемые в КР спектроскопии, являются такими же, что и в ИК спектроскопии. КР и ИК спектроскопия являются по сути комплементарными, взаимно дополняющими методами. Колебания, которые сильно проявляются в ИК спектре (сильные диполи) обычно слабо проявляются в КР спектре. В тоже время, неполярные функциональные группы, дающие очень интенсивные полосы КР, как правило, дают слабые ИК сигналы. Например, колебания гидроксильных, карбонильных групп или аминогрупп очень сильно проявляются в ИК спектре и очень слабы в КР спектре. Однако, двойные и тройные углерод-углерод связи и симметричные колебания ароматических групп очень сильны в КР спектре. В связи с этим КР спектроскопия используется не только как отдельный метод, но и в сочетании с ИК спектроскопией для получения наиболее полного представления о природе образца. Колебательная спектроскопия дает ключевую информацию о структуре молекул. Например, положение и интенсивность полос в спектре может использоваться для изучения молекулярной структуры или химической идентификации образца.



В результате анализа можно идентифицировать химические компоненты (определять природу вещества) или изучать внутримолекулярные взаимодействия, наблюдая положение и интенсивность полос в КР спектре. КР спектроскопия имеет значительные преимущества по сравнению с другими аналитическими методами. Важнейшими из них являются простота пробоподготовки и большой объем получаемой информации. КР спектроскопия – метод, основанный на рассеянии света, поэтому все, что требуется для сбора спектра – это направить падающий луч точно на образец, а затем собрать рассеянный свет. Толщина образца не

вызывает проблем для КР спектроскопии (в отличие от ИК спектроскопии при анализе образцов на пропускание), также окружающая атмосфера вносит незначительный вклад в КР спектры. Поэтому не требуется вакуумирование или осушка кюветного отделения для образцов. Стекло, вода, и пластиковая упаковка сами по себе имеют очень слабые КР спектры, что еще более упрощает использование метода. Часто образцы можно анализировать прямо в стеклянной бутылке или пластиковом пакете, не открывая упаковку и без риска загрязнения. Водные растворы готовы для анализа, не требуется удалять воду для анализа растворенного образца, а поскольку атмосферная влажность не играет роли, нет необходимости продувать спектрометр. Более того, не существует двух молекул, которые имеют одинаковые КР спектры, а интенсивность рассеянного света связана с количеством вещества. Это позволяет просто получать как количественную, так и качественную информацию об образце, дает возможность интерпретировать спектр, обрабатывать данные с применением компьютерных методов

количественного анализа. КР спектроскопия – это неразрушающий метод анализа. Нет необходимости растворять твердые тела, прессовать таблетки, прижимать образец к оптическим элементам или иным образом менять физическую или химическую структуру образца. Таким образом, КР спектроскопия широко используется для анализа таких физических свойств, как кристалличность, фазовые переходы и полиморфные состояния. КР спектроскопия имеет несколько дополнительных преимуществ по сравнению с другими колебательными методами, поскольку спектральный диапазон не зависит от изучаемых колебательных особенностей. Другие колебательные методы требуют набора частот, который напрямую соответствует изучаемым частотам. КР спектроскопия является наилучшим выбором для исследователей, поскольку работает в широком диапазоне от УФ до ближней ИК области, позволяя выбрать наиболее удобный диапазон для данного образца и получения наилучших результатов. КР спектроскопия позволяет изучать колебательные состояния, связанные с частотами в дальней инфракрасной области, которые трудно изучать другими методами.

Оборудование

Спектрометр комбинационного рассеяния Horiba Jobin Yvon T64000



Области применения:

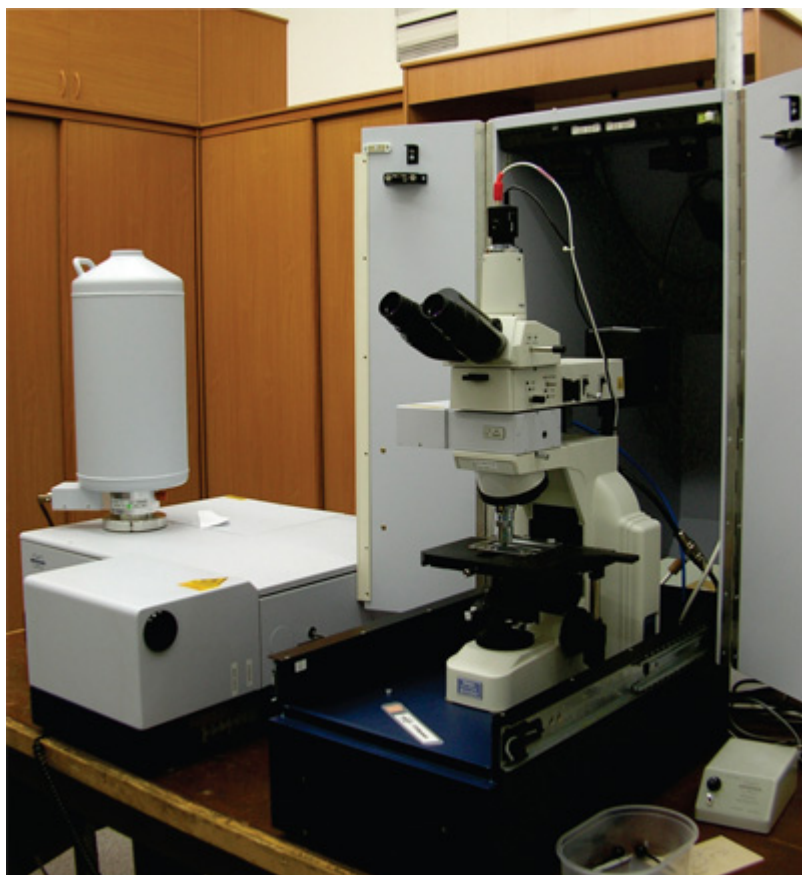
- определение наличия вещества в смесях твердых и жидких веществ
 - регистрации изменений структуры вещества, фазовых переходов в твердом теле при температурах 520—930 К
 - определение чистоты материалов
 - характеристики качества синтеза новых веществ
 - определение неоднородного пространственного распределения включений примесных веществ в образце с составлением карты распределения примеси
- изучения временной динамики химических процессов
 - экспресс-контроль технологических производств

Основные характеристики:

- Тройной монохроматор. Возможны два режима: со сложением и вычитанием дисперсии
- Рабочий диапазон частот $0.5\text{--}8000\text{ см}^{-1}$ (зависит от длины волны возбуждения и качества образца)
- Разрешение в режиме вычитания дисперсии: от 0.2 см^{-1} (стандартно 2 см^{-1}) при возбуждении 514 нм.
- Возбуждение Ar⁺ лазер 514 нм – 2,2 Вт; 488 нм – 1,5 Вт; 514 нм – 2,7 Вт; 476 нм – 0,8 Вт; 458 нм – 0,4 Вт; 454 нм – 0,1 Вт; (возможно использование другого лазера)
- Возможно исследование жидких и твердых веществ в стандартных условиях.
- Температурный диапазон:
 - о в микрокамере 80–850 К;
 - о в макрокамере 10–350 К, 200–750 К (требуется отдельная установка)
- Диапазон давлений: 0.1–25 ГПа; + температура 297–673 К
- Размер образца:
 - о в температурной микрокамере толщина 1.5 мм размер $8\times 8\text{ мм}^2$

- о в температурной макрокамере толщина 5 мм размер до $20 \times 20 \text{ мм}^2$
 - о в камере высокого давления $0.1 \times 0.1 \times 0.1 \text{ мм}^3$
- Имеется микроскопная приставка. Область фокусировки 5 мкм.

Спектрометр комбинационного рассеяния Bruker RFS 100/S



Области применения

- определение наличия вещества в смесях твердых и жидких веществ
- регистрации изменений структуры вещества, фазовых переходов в твердом теле при температурах 520—930 К
- определение чистоты материалов
- характеристики качества синтеза новых веществ
- определение неоднородного пространственного распределения включений примесных веществ в образце с составлением карты распределения примеси
- изучения временной динамики химических процессов
- экспресс-контроль технологических производств

Основные характеристики:

- Диапазон частот $100\text{—}3500 \text{ см}^{-1}$
- Возбуждение Nd:YAG
- Лазер 1500 mW (с шагом 1 mW)
- Температурный диапазон 520—93 К
- Микроскопная приставка
- Область фокусировки 10 мкм
- Описание теоретических основ и эффектов на которых основано функционирование прибора
- Исследуемые вещества:
 - о Образцы для исследований твердые (возможно исследование жидких образцов при наличии специальной кюветы)

Спектрометр комбинационного рассеяния ЛОМО ДФС-24

В настоящее время используется как спектрометр общего назначения с высокой разрешающей способностью (3 см^{-1}) возможностью регистрации очень слабых сигналов с большим динамическим диапазоном (возможно одновременная регистрация линий с интенсивностью от 20 до $3 \cdot 10^6$ отн. единиц).

Text is taken from <http://kirensky.ru/ru/institute/labs/mc/ramansp>