

## Дәріс 9 Оптикалық және тербелмелі спектроскопия.

### Дәрістің жоспары

- 1 Оптикалық спектроскопия әдістері
- 2 Спектрофотометр түрлері
- 3 Абсорбциялық спектроскопия

Оптикалық спектроскопия –ультрақұлгін және инфрақызыл (жүздеген нанометрден бірнеше микронға дейін) диапазондармен жанасушы оптикалық (көрінетін) диапазон. Ақпарат негізінен бұл әдісте атом және молекула қалай орналасқан, атомдармен молекулалар конденсацияланған заттармен әрекеттескенде өздерін қалай ұстайды соған байланысты алынады. Оптикалық спектроскопия басқа спектроскопиялармен салыстырғанда ерекшелігі , көптеген құрылымы ұйымдасқан материяны, осы оптикалық жиіліктер аумағында көпшілік электромагниттік өріспен резонанстық өзара әрекет етеді. Сондықтан оптикалық спектроскопия зат туралы ақпараттың алуы үшін қазіргі уақытта өте кең пайдаланылады.

Әдістері:

- ИК-спектроскопия
- Спектрофотометрия
- Поляриметрия
- Микроскопия

ИК-спектроскопия

ИК-Фурье спектрометрлері

Vector-22 шығарылған жылы: 1998



IFS-66 шығарылған жылы : 1988



ИК-спектрометр Vector 22

Диапазон — орташа ИК-аумағы

4000-400 см<sup>-1</sup>

Рұқсат ету — 2 см<sup>-1</sup>

Заттың спектрінің жазбасы кез келген агрегаттық күйде.

Жазбаның режимдері - жіберу, шағылу

бұзылу толық ішкі шағылыс, диффузиялық шағылыс.

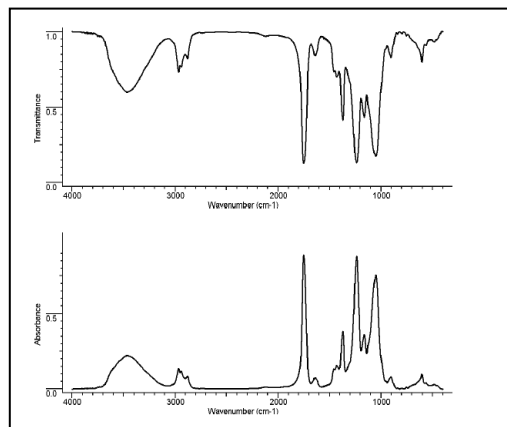
Жазбаның режимдері - жіберу, шағылу

Спектр пропускания

$$TR = 10^{-AB}$$

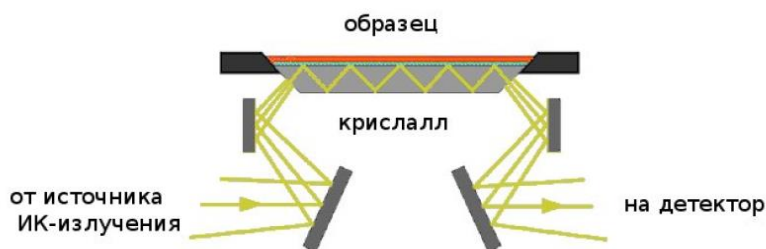
$$AB = -\log(TR)$$

Спектр поглощения



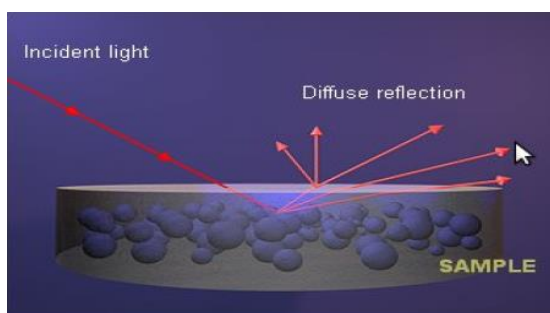
Бұзылу толық ішкі шағылыс

Диапазон — 4000 — 630 см<sup>-1</sup> (кристалл - ZnSe)



Диффузиялық шағылыс

Гетерогенді спектрлерді тіркеу үшін пайдаланылатын жүйе, ұнтақ немесе қатты заттарды, тегіс емес бет жағын. Сәуле шығару диффузиялық шағылған үлгіден жиналады



Диффузиялық шағылысуды спектр жұтумен анықталады және үлгінің заң орнатушы қабілеттілігімен. Диффузиялық шашыратудың аралығында ара қатынас және үлгінің жұтуымен Кубелки –Мунк өзгертумен математикалық суреттеледі:

$$(1 - R_{\infty})^2 / 2R_{\infty} = \frac{\beta}{S}$$

$R_{\infty}$  - абсолютті диффузиялық шашырау,  $\beta$  — жұтылу коэффициенті,  $S$  — жарықтың шашырау коэффициенті

ИҚ-спектрометр IFS-66

Жазба режимі – пропускание, поглощение, съёмки под ИК-микроскопом.

Рұқсат ету — 0,25 см-1

Диапазон — орташа ИҚ-облыс 4800-400 см—1

(4000-600 см—1 *ИҚ-микроскоп үшін*),

Алыс ИҚ-облыс 400-80 см—1.

ИҚ спектр алыс - облыс тіркеледі: қатты фазада - полиэтиленде запрессовок түрде; ерітінділердегі - полиэтилен кюветаларында

## Спектрофотометрия

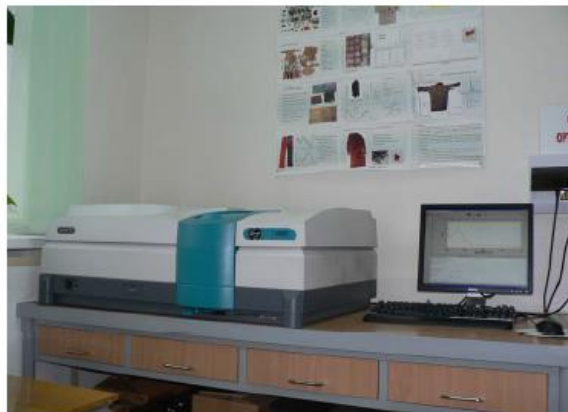
Hewlett Packard 8453

*Шығарылған жылы : 2006*



Cary-5000

*Шығарылған жылы: 2000*



## Спектрофотометр Hewlett Packard 8453

Бір сәулелі оптикалық схема

Тіркелетін диодтық матрица (1024 фотодиода)

Диапазон — **190 — 1100 нм**

Спектральдық саңылаудың ені— 1 нм

Рұқсат ету қабілеті— 1,63

Фотометриялық дәлдік— 0,01 ед. абсорбции УК-

облыста, 0,005 ед. абсорбции көрінетін облыста

Дрейф базалық сызық < 0,001 ед. абсорбции

Ерітіндінің шағылған спектрін тіркеуге мүмкіндік береді стандартты жағдайда.

## Спектрофотометр Cary 5000

❖ Спектрлік диапазон- 175-3300 нм;

❖ Екі сәулелі оптикалық схема;

❖ Программалалатын саңылау 0.01-5нм аралығында сканерлеу ең жоғарғы жылдамдық 2000 нм \мин-8000 нм\мин ;

❖ кинетикалық мәліметтерлерін жиынның жиілігі 1800 нүктелер / мин.

Режимдерді тәуелсіз бақылау және мүмкіндік сызықты кері сантиметрлердегі ауқымындағы дақты сканерлеу.

## Көптолқынды поляриметр

**PolAAr 3005**



589 nm  
546 nm  
436 nm  
405 nm  
365 nm

Өлшеу аумағы  $\pm 90^\circ$

Стандарт калибровка үшін- кварцевая пластина  $\alpha=8.892^\circ$

Оптикалық жолдың ұзындығы

0,1 дм

0,5 дм

1,0 дм

2,0 дм

(объем 0.3 – 1,5мл)

Кюветы



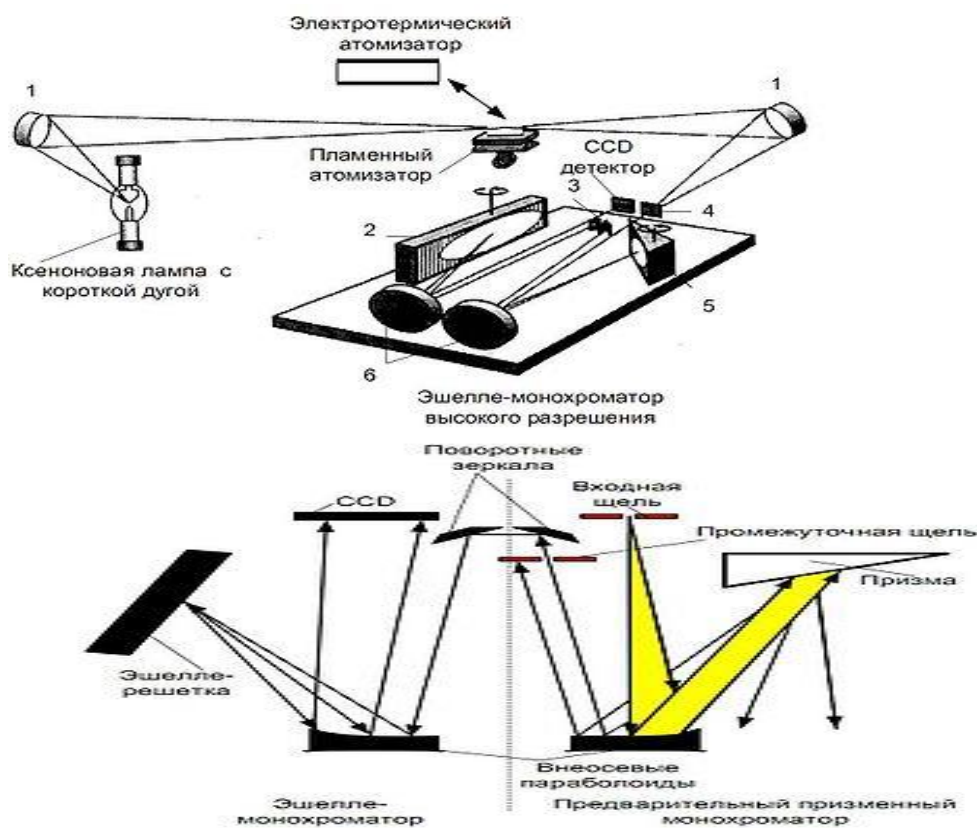
**Абсорбциялық спектроскопия** - спектроскопияның көрінетін (380-780 нм), инфрақызыл (780 –  $15 \cdot 10^3$  мкм) және ультрақұлгін ( $15 \cdot 10^3$  -  $7,5 \cdot 10^4$ ) сәулеленулерінің жұтылу спектрін қарастыратын бөлімі. Абсорбциялық спектроскопия әдістері кез келген агрегаттық күйде болатын заттардың электромагниттік сәуле шығаруын сіңіруге негізделген. Атом мен молекулалар электромагниттік сәуле шығаруын сіңіру процесінде энергетикалық қозған күйіне ауысады. Сіңірілген сәуле зат атомы мен молекулаларының айналмалы, тербелмелі, ілгерілемелі энергияларын арттыруға жұмсалады. Кейбір жағдайда мұндай энергия фотохимиялық құбылыстарға да пайдаланылады.

Сәуле шығаратын объектілердің түріне қарай: абсорбциялық спектроскопияны атомдық және молекулалық деп екіге бөледі

Атомдық абсорбциялық спектроскопияда талдау жасалмай тұрып-ақ зат құрамына енетін, аз мөлшерде болса да, атомға не иондарға дейін ыдырай алатын элементтер анықталады.

Молекулалық абсорбциялық спектроскопияның артықшылығы спектрді алу кезінде заттың өзгеріссіз қалатындығымен түсіндіріледі. Әсіре күлгін (ультра - әсіре), көрінетін және инфрақызыл спектр аймақтарында зерттелетін зат молекулаларының немесе иондардың сәуле шығаруын сіңіруге негізделген молекулалық абсорбциялық талдау кезінде заттың тек элементтік құрамы жөнінде емес, молекулаларының құрылысы жөнінде де мәлімет алуға болады.

Абсорбциялық спектроскопия схемасы



Абсорбциялық спектроскопияның оптикалық сәулелерінің жүрісі

Атомдық спектроскопияның мәні рентген (R), көрінетін (K) немесе УК-сәулелердің жұтылуына немесе шығарылуына негізделген.

Рентгендік жұту химиялық байланыс түзуге қатыспайтын төменгі орбитальдардағы электрон қозуымен байланысты. Сондықтан рентген-атомдық спектрдің сыйпаты үлгідегі элементтің химиялық күйіне тәуелді емес.

Көрінетін немесе ультракүлгін аумақта жұту немесе шығару сыртқы валенттік электрон қозуымен себептеледі. Кейінгі екі аумақта атомдық спектрлерді түсіру үшін молекулаларды атомдарға немесе иондарға (газдық күйін сақтай алатын) ыдыратады. Бұл спектрлер сол элементті ғана сипаттайтын толқын ұзындығы азғантай ғана үздік сызықтардан тұрады.

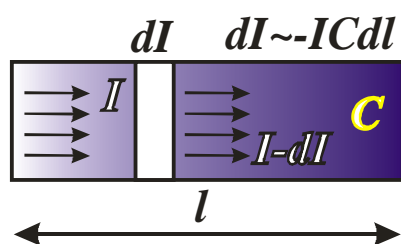
Атомдық спектроскопия әдістері жоғары таңдағыштығымен, сезімталдығымен, жылдамдығымен және қарапайымдылығымен ерекшеленеді. Бұл әдістермен 70-ке жуық элементтерді анықтауға болады.

Буггер

–Ламберт

–Бер

әдістердің жарық жұтуының негізгі заңы



$$D = -\lg\left(\frac{I}{I_0}\right) = \varepsilon \times C \times l$$

D – оптикалық тығыздық

$I, I_0$  – шашырау интенсивтілігі  
 $\varepsilon$  – экстинкция коэффициенті  
 $C$  – концентрация  
 $l$  - кюветаның ұзындығы

**Дәрісті бекіту сұрақтары:**

- 1 Спектроскопиялық әдістердің түрлерін атаңыз?
- 2 Комбинациялық шашырау, ИҚ спектроскопияларын түсіндіріңіз?
- 3 Абсорбциялық спектроскопияның жұмыс істеу принципін түсіндіріңіз?

**Әдебиеттер тізімі:**

1. Алфимова, М.М. Занимательные нанотехнологии / М.М. Алфимова. - М.: Бином. Лаборатория знаний, 2015. - 823 с.
2. В.И. Марголин и др. Введение в нанотехнологию / В.И. Марголин и др. - М.: Лань, 2012. - 464 с.
3. Миронов В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии РАН Институт физики низкоструктур, г. Нижний Новгород, 2004. -110с.
4. Пашкеев, И.Ю. Самойлова, О.В. Растровая электронная микроскопия и рентгеноспектральный микроанализ / Учебное пособие. Челябинск: ЮУрГУ, 2015. – 47 с.
5. Криштал М. М., Ясников И. С., Полунин В. И., Филатов А. М., Ульяненок А. Г. Сканирующая электронная микроскопия и рентгеноспектральный микроанализ Техносфера, Москва, 2009 г.
6. Griffiths G. The Use of Electron Microscopy in Cell Biology. MCB, 2004, 68 p.