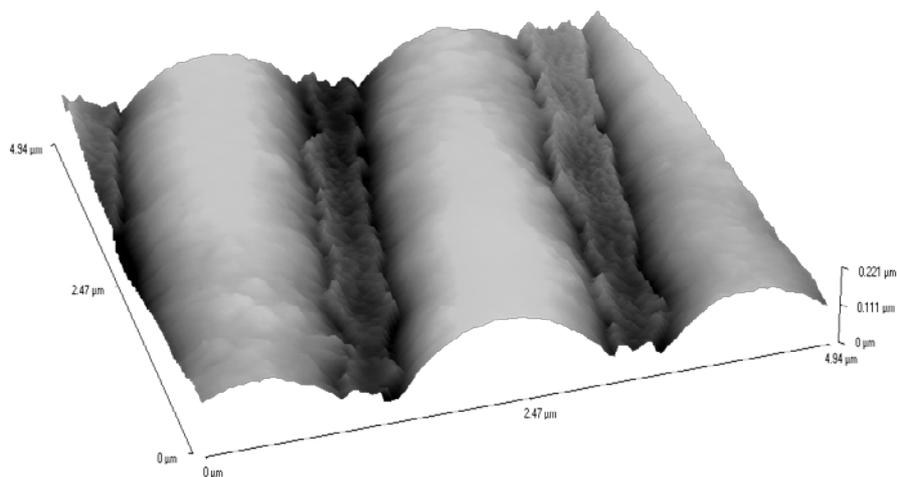


С.А. Позднякова

И.Ю. Денисюк

**ТЕОРИЯ И ТЕХНИКА СОВРЕМЕННОГО
ФИЗИЧЕСКОГО ЭКСПЕРИМЕНТА**



**Санкт-Петербург
2016**

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
УНИВЕРСИТЕТ ИТМО

С.А. Позднякова

И.Ю. Денисюк

**ТЕОРИЯ И ТЕХНИКА СОВРЕМЕННОГО
ФИЗИЧЕСКОГО ЭКСПЕРИМЕНТА**

Учебно-методическое пособие

 УНИВЕРСИТЕТ ИТМО

Санкт-Петербург

2016

к.ф.–м.н., доц. С.А. Позднякова, д.ф.–м.н., зав. кафедрой И.Ю. Денисюк, Теория и техника современного физического эксперимента. Учебно–методическое пособие – СПб: Университет ИТМО, 2016. – 75 с.

Содержание дисциплины охватывает круг вопросов, связанных с освоением различных методик проведения физического эксперимента, последующего анализа и обработки результатов измерений, а также представлений об оформлении отчетной документации в соответствии и государственными стандартами. Предлагаемая дисциплина опирается на знания, полученные ранее в процессе бакалаврской подготовки в рамках общего курса физики, математической статистики, курсов метрологии и стандартизации, технической физики, спектроскопии, физико-химии полимеров, специальных курсов по оптике. Методические указания содержат описание лабораторных работ, образующих «экспериментальный минимум», формирующий специалиста высшей квалификации в области оптики. Студент знакомится с устройством различных оптических приборов (спектрофотометров, рефрактометров, интерферометров), технологиями пробоподготовки и методами проведения измерений, последующего анализа и обработки результатов.

Предназначено в качестве учебного пособия для студентов высших учебных заведений, обучающихся по направлению подготовки 12.04.05 «Лазерная техника и лазерные технологии».

Рекомендовано к печати на заседании Ученого совета факультета лазерной и световой инженерии 19.01.2016, протокол № 1.



Университет ИТМО – ведущий вуз России в области информационных и фотонных технологий, один из немногих российских вузов, получивших в 2009 году статус национального исследовательского университета. С 2013 года Университет ИТМО – участник программы повышения конкурентоспособности российских университетов среди ведущих мировых научно-образовательных центров, известной как проект «5 в 100». Цель Университета ИТМО – становление исследовательского университета мирового уровня, предпринимательского по типу, ориентированного на интернационализацию всех направлений деятельности.

© Университет ИТМО, 2016

© С.А. Позднякова, И.Ю. Денисюк, 2016

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	4
ПРАВИЛА ПРОВЕДЕНИЯ ЛАБОРАТОРНЫХ ЗАНЯТИЙ И ТРЕБОВАНИЯ К ОТЧЕТНОСТИ	6
<i>Лабораторная работа № 1 «УФ- СПЕКТРОСКОПИЯ: ИЗМЕРЕНИЕ СПЕКТРОВ ОПТИЧЕСКОГО ПРОПУСКАНИЯ И ПОГЛОЩЕНИЯ».....</i>	<i>9</i>
<i>Лабораторная работа № 2 «ИК-ФУРЬЕ СПЕКТРОСКОПИЯ: ОСОБЕННОСТИ ПРОБОПОДГОТОВКИ И ИЗМЕРЕНИЕ СПЕКТРОВ ОПТИЧЕСКОГО ПОГЛОЩЕНИЯ»</i>	<i>23</i>
<i>Лабораторная работа № 3: ТЕРМОГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ И ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНО-ТЕРМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ: ОСОБЕННОСТИ ПРОБОПОДГОТОВКИ И ИЗМЕРЕНИЕ ТЕРМОГРАММ</i>	<i>40</i>
<i>Лабораторная работа № 4 ИЗМЕРЕНИЕ ФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ОПТИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ: ПОКАЗАТЕЛЯ ПРЕЛОМЛЕНИЯ, ТОЛЩИНЫ И ТВЕРДОСТИ.....</i>	<i>54</i>
<i>ПРИЛОЖЕНИЕ 1</i>	<i>72</i>

ВВЕДЕНИЕ

Инженерная фотоника - новая область науки и техники, предметом которой является расчет, конструирование и создание элементов и систем для оптической обработки и передачи цифровых и радиосигналов по оптоволоконным линиям связи, а также их обработки оптическими методами.

Кафедра инженерной фотоники сочетает работу в области прикладных, практических разработок по договорам с промышленностью, с научными исследованиями на высоком уровне, выполняемыми совместно с ведущими зарубежными университетами, и учебной деятельностью, как по российским, так и международным программам.

Основные направления:

- оптика в технике связи;
- радиофотоника (внедрение оптоволоконных устройств в радиолокационные системы).
- разработка и исследования новых материалов для волоконной и лазерной оптики.

Научные исследования выполняются в международной лаборатории «Нелинейно-оптические молекулярные кристаллы и микролазеры» совместно с университетами-партнерами: ENS de Cachan, Франция, со-руководитель проф. Isabelle Ledoux-Rak; New Mexico Highlands University, США, со-руководитель проф. Tatiana Timofeeva.

Кафедра Инженерной фотоники (ИнФот) была организована в 2002 году для проведения обучения студентов в новых областях фотоники, таких как физика квантоворазмерных систем и элементы управления излучением на их основе. Более подробно с информацией о кафедре ИнФот можно ознакомиться на сайте <http://infot.ifmo.ru/>.

В настоящих методических указаниях нашел отражение опыт проведения лабораторных занятий в учебной лаборатории кафедры ИнФот. Все предлагаемые лабораторные работы проводятся на современном технологическом и лабораторном оборудовании, что позволяет студентам закрепить и расширить полученные в результате прослушивания лекционных курсов знания, познакомиться с особенностями: основных схем и принципов работы оптических устройств, пробоподготовки, основных приемов обработки и последующего анализа полученных результатов. С помощью вычислительной техники, имеющейся в учебной лаборатории кафедры ИнФот, учащиеся могут проводить обработку экспериментальных данных и делать расчеты, необходимые для оформления отчетов.

Выпускники кафедры получают усиленную подготовку по физической оптике, полимерным и нанокпозиционным материалам фотоники, оптическим методам передачи и обработки информации, оптико-физическим измерениям, лазерной технике, волоконной и

интегральной оптике. С учетом большого опыта практических работ, в том числе выполнения опытно-конструкторских работ и технологических разработок, выполняемых сотрудниками кафедры, выпускники имеют хорошую практическую подготовку.

При выполнении лабораторных работ студентам необходимо обратить особое внимание на соблюдение всех Правил техники безопасности при работе в химико-аналитических лабораториях, что связано с опасностью получения термических ожогов, ожогов и отравлений при неправильной работе с химическими реагентами.

Все студенты перед началом работ обязаны пройти специальный инструктаж по технике безопасности и получить допуск, который фиксируется в соответствующих журналах по инструктажу.

ПРАВИЛА ПРОВЕДЕНИЯ ЛАБОРАТОРНЫХ ЗАНЯТИЙ И ТРЕБОВАНИЯ К ОТЧЕТНОСТИ

1. В помещении учебной лаборатории **НЕ ДОПУСКАЕТСЯ** присутствие студентов:

- в верхней уличной одежде;
- с едой, напитками и т.п.

2. Во время проведения лабораторных занятий сотовые телефоны **ДОЛЖНЫ** быть настроены на беззвучный режим или выключены.

3. На занятия **НЕ ДОПУСКАЮТСЯ** студенты, опоздавшие более чем на 10 минут.

4. К выполнению лабораторных работ **ДОПУСКАЮТСЯ** только студенты, прошедшие инструктаж по Правилам техники безопасности и неукоснительно их соблюдающие. К работе в химико-аналитической лаборатории (далее - лаборатория) допускаются лица, прошедшие вводный и первичный инструктажи на рабочем месте по охране труда, специальное обучение (в том числе безопасности труда), проверку знаний.

**ВНИМАНИЕ! При нарушении Правил техники безопасности студент
отстраняется от выполнения лабораторной работы и сдает Правила
техники безопасности повторно**

5. Лабораторные работы выполняются бригадами по 2–4 человека. В случае присутствия только одного члена бригады лабораторная работа **НЕ ПРОВОДИТСЯ**.

6. Необходимым условием **ДОПУСКА** к текущему занятию является готовность к защите предыдущей выполненной лабораторной работы (наличие полностью оформленного по ней отчета) и наличие подготовки к предстоящей лабораторной работе (знание теоретических основ, методики проведения работы, порядка выполнения, подготовки ответов на контрольные вопросы выполняемой лабораторной работы).

7. Перед **НАЧАЛОМ** выполнения лабораторной работы студентам необходимо внимательно ознакомиться с лабораторной установкой, расположением органов управления и измерительных приборов, а также с дополнительно прилагаемыми инструкциями и схемами, подготовить форму протокола исследования.

ВНИМАНИЕ! Объем лабораторной работы по количеству выполняемых заданий и отдельным упражнениям может быть изменен преподавателем.

8. Перед **ВКЛЮЧЕНИЕМ** лабораторной установки необходимо:

- убедиться в исправности всех заземлений и защитных блокировок;
- установить наличие средств индивидуальной защиты (бахилы, перчатки, халаты, респираторы) и защитных очков (если они предусмотрены Правилами техники безопасности).

9. К лабораторной работе можно **ПРИСТУПАТЬ** только с разрешения и в присутствии (!) преподавателя после получения общего инструктажа на рабочем месте.

10. При проведении лабораторной работы все (!) допущенные к ее выполнению члены бригады должны **ПОСТОЯННО** присутствовать на рабочем месте.

11. При проведении лабораторной работы **ЗАПРЕЩАЕТСЯ**:

- облакачиваться на лабораторные стенды, а также располагать на них посторонние предметы;
- нарушать правила и порядок проведения лабораторной работы, изложенные в описании к лабораторной установке;
- оставлять без присмотра включенную лабораторную установку;
- работать при неисправных заземляющих устройствах, при отсутствующих или неисправных защитных средствах;
- присутствовать в помещении лаборатории лицам, не имеющим отношения к проведению лабораторных занятий (за исключением сотрудников кафедры ИнФот).

ВНИМАНИЕ! Невыполнение студентами изложенных в данном пункте требований влечет за собой отстранение их от выполнения лабораторной работы.

12. Экспериментальная часть лабораторной работы считается **ЗАВЕРШЕННОЙ** только после подписания (!) преподавателем протокола исследований.

13. **ВЫКЛЮЧЕНИЕ** лабораторной установки производится только с разрешения и в присутствии (!) преподавателя.

14. Отчет по лабораторной работе должен быть **ИНДИВИДУАЛЬНЫМ**, т.е. предоставляться на защиту каждым (!) членом бригады.

15. Протокол-отчет по лабораторной работе в общем случае **ДОЛЖЕН СОДЕРЖАТЬ** (ПРИЛОЖЕНИЕ 1):

- титульный лист;
- изложение целей и задач работы;
- схему лабораторной установки с перечислением и кратким описанием ее структурных элементов;
- формулы, используемые в расчетах, с описанием всех входящих в них величин;
- таблицы и графики экспериментальных и расчетных зависимостей;
- выводы, в которых анализируются полученные экспериментальные результаты и причины их возможного отличия от теоретических закономерностей.

ПРОТОКОЛ-ОТЧЕТ исследования должен быть частично заполнен перед выполнением работы. После выполнения работы он подписывается преподавателем. При выполнении работы группой, допускается использовать копию.

16. Студент, по каким-либо причинам не выполнивший лабораторную работу в срок, **ДОЛЖЕН ЗНАТЬ**, что:

- он имеет право на отработку лабораторной работы;
- отработка лабораторной работы проводится в специально отведенное для этих целей время;
- факт отработки лабораторной работы должен быть подтвержден наличием протокола исследования, подписанным сотрудником кафедры, руководившим отработкой.

Лабораторная работа № 1 «УФ- СПЕКТРОСКОПИЯ: ИЗМЕРЕНИЕ СПЕКТРОВ ОПТИЧЕСКОГО ПРОПУСКАНИЯ И ПОГЛОЩЕНИЯ»

Цели работы:

1. Ознакомиться с основными положениями теории спектроскопии;
2. Ознакомиться с оптической схемой установки для регистрации спектров оптического пропускания веществ в различных агрегатных состояниях;
3. Обрести навыки регистрации и анализа спектров оптического пропускания жидких и твердых веществ в УФ- и видимой областях спектра (0,19–1,1 мкм);
4. Провести измерения спектров оптического пропускания и поглощения двух образцов: неизвестного красителя и пленочного образца, содержащего фотохромные стекла. Определить по спектру поглощения краситель и степень прозрачности по спектру пропускания пленочного образца.

Задачи, решаемые в лабораторной работе:

1. Ознакомление с методикой снятия спектров красителей и пленкообразных образцов;
2. Ознакомление с методикой подготовки образцов для измерений пропускания на спектрофотометре;
3. Измерение пропускания в УФ-области спектра полученных наноконпозиционных пленок.

Объекты исследования: Пленочный полимерный образец с введенными в него микрочастицами фотохромного стекла; неизвестный порошкообразный краситель; жидкость.

Используемая аппаратура: Ртутная лампа УФ-излучения (365 нм) для приготовления и исследования пленочного образца, УФ-спектрофотометр Shimadzu UV-1800 для снятия спектров оптического пропускания и поглощения.

КРАТКИЕ СВЕДЕНИЯ ИЗ ТЕОРИИ

Методы анализа, основанные на поглощении электромагнитного излучения анализируемыми веществами, составляют обширную группу абсорбционных оптических методов. При поглощении света атомы и молекулы анализируемых веществ переходят в новое возбужденное состояние. В зависимости от вида поглощающих частиц и способа трансформирования поглощенной энергии различают:

1. Атомно-абсорбционный анализ, основанный на поглощении световой энергии атомами анализируемых веществ;
2. Молекулярный абсорбционный анализ, т.е. анализ поглощения света молекулами анализируемого вещества в УФ-, видимой и ИК-

- областях спектра (спектрофотометрия, фотокolorиметрия, ИК-спектроскопия);
3. Анализ поглощения и рассеяния световой энергии взвешенными частицами анализируемого вещества (турбидиметрия, нефелометрия);
 4. Люминесцентный (флуорометрический) анализ, основанный на измерении излучения, возникающего в результате выделения энергии возбужденными молекулами анализируемого вещества.

Все эти методы иногда объединяют в одну группу спектрохимических или спектроскопических методов анализа, хотя они и имеют существенные различия. Фотокolorиметрия и спектрофотометрия основаны на взаимодействии излучения с однородными системами, и их обычно объединяют в одну группу фотометрических методов анализа. В фотометрических методах используют избирательное поглощение света молекулами анализируемого вещества. Согласно квантовой механике, свет представляет собой поток частиц, называемых квантами или фотонами. Энергия каждого кванта определяется длиной волны излучения. В результате поглощения излучения молекула поглощающего вещества переходит из основного состояния с минимальной энергией E_1 в более высокое энергетическое состояние E_2 . Электронные переходы, вызванные поглощением строго определенных квантов световой энергии, характеризуются наличием строго определенных полос поглощения в электронных спектрах поглощающих молекул, причем поглощение света происходит только в том случае, когда энергия поглощаемого кванта (формула 1.1) совпадает с разностью энергий ΔE между квантовыми энергетическими уровнями в конечном (E_2) и начальном (E_1) состояниях поглощающей молекулы:

$$h\nu = \Delta E = E_2 - E_1, \quad (1.1)$$

где h – постоянная Планка ($h = 6,625 \times 10^{-34}$ Дж•с); ν – частота поглощаемого излучения, которая определяется энергией поглощенного кванта и выражается отношением скорости распространения излучения c (скорости световой волны в вакууме $c = 3 \times 10^{10}$ см/с) к длине волны λ ; $\nu = c/\lambda$. Частота излучения ν измеряется в обратных секундах (c^{-1}), герцах (Гц). $1 \text{ Гц} = 1 \text{ c}^{-1}$.

Длина волны λ измеряется в ангстремах ($1 \text{ \AA} = 1 \times 10^{-8}$ см), микрометрах ($1 \text{ мкм} = 1 \times 10^{-6}$ м), нанометрах ($1 \text{ нм} = 10 \text{ \AA} = 1 \times 10^{-9}$ м). Энергия излучения характеризуется электромагнитным спектром, охватывающим область от километровых радиоволн до десятых долей ангстрема γ -излучения и космических лучей. Для характеристики участка спектра часто используют также волновое число θ , которое показывает, какое число длин волн приходится на 1 см пути излучения в вакууме, и определяется соотношением: $\theta = 1/\lambda$. Природа полос поглощения в

ультрафиолетовой (10–400 нм) и видимой (400–760 нм) областях спектра одинакова и связана главным образом с числом и расположением электронов в поглощающих молекулах и ионах. В инфракрасной области (0,8–1000 мкм) она в большей степени связана с колебаниями атомов в молекулах поглощающего вещества.

В зависимости от используемой аппаратуры в фотометрическом анализе различают спектрофотометрический метод – анализ по поглощению монохроматического света и фотоколориметрический – анализ по поглощению полихроматического (немонохроматического) света в видимой области спектра. Оба метода основаны на пропорциональной зависимости между светопоглощением и концентрацией поглощающего вещества.

Фотометрические методы подразделяются на прямые и косвенные. В прямых методах определяемый ион М с помощью реагента R переводят в светопоглощающее соединение MR, а затем измеряют интенсивность светопоглощения раствора этого соединения. При косвенных определениях используют вспомогательные соединения, которые при взаимодействии с определяемым веществом либо разрушаются сами, либо образуют новые светопоглощающие соединения.

Основные закономерности светопоглощения

При прохождении через слой вещества (раствора) светового потока с интенсивностью I_0 его интенсивность в результате поглощения в слое, отражения и рассеяния уменьшается до значения I . Интенсивности падающего светового потока I_0 и светового потока I , прошедшего через раствор, можно определить экспериментально. При относительных измерениях поглощения света истинными растворами потерями излучения вследствие отражения и рассеяния обычно пренебрегают. Связь между интенсивностями световых потоков I_0 и I устанавливается **законом Бугера-Ламберта** (формула 1.2): *однородные слои одного и того же вещества одинаковой толщины поглощают одну и ту же долю падающей на них световой энергии (при постоянной концентрации растворенного вещества)*. Математически этот закон выражается уравнением экспоненциальной зависимости:

$$I = I_0 e^{-al}, \quad (1.2)$$

где e – основание натуральных логарифмов; a – коэффициент поглощения; l – толщина поглощающего слоя.

Отношение: $T = I/I_0$ называют **пропусканием**; его значения могут изменяться от 0 до 1. Часто эту величину выражают в процентах. Если величина T отнесена к толщине слоя в 1 см, то ее называют коэффициентом пропускания.

Поглощение излучения характеризуют оптической плотностью: $A = \lg(I_0/I) = -\lg T$. Связь между концентрацией поглощающего раствора и его оптической плотностью $\lg(I_0/I)$ выражается **законом Бера** (формула 1.3): *оптическая плотность раствора прямо пропорциональна концентрации растворенного вещества при постоянной толщине слоя:*

$$\lg(I_0/I) = k_1 C, \quad (1.3)$$

где k_1 – коэффициент пропорциональности; C – концентрация растворенного вещества.

Зависимость интенсивности монохроматического светового потока, прошедшего через слой окрашенного раствора, от интенсивности падающего потока света, концентрации окрашенного вещества и толщины слоя раствора определяется **объединенным законом Бугера-Ламберта-Бера** (формула 1.4): *поглощение монохроматического света окрашенным раствором прямо пропорционально концентрации поглощающего свет вещества и толщине слоя раствора, через который он проходит.* Данный закон является основным законом светопоглощения и лежит в основе большинства фотометрических методов анализа:

$$I = I_0 \times 10^{-kCl}, \quad (1.4)$$

где k – коэффициент светопоглощения, зависящий от природы растворенного вещества, температуры, растворителя и длины волны света. Если концентрация C выражена в молях на литр, а l – в сантиметрах, то k представляет собой молярный коэффициент светопоглощения при длине λ и обозначается ϵ_λ . В таком случае формула 1.4 примет вид:

$$I = I_0 \times 10^{-\epsilon_\lambda Cl}, \quad (1.5)$$

При соблюдении основного закона светопоглощения оптическая плотность раствора прямо пропорциональна молярному коэффициенту светопоглощения, концентрации поглощающего вещества и толщине слоя раствора:

$$A = \epsilon_\lambda Cl, \quad (1.6)$$

При графическом изображении зависимости оптической плотности от концентрации (при постоянном значении l) получается прямая линия. Эта прямая проходит через начало координат при отсутствии поглощения света растворителем и систематических погрешностей. Формулы 1.5 и 1.6 выведены для монохроматического света, т.е. света определенной длины волны, который может быть выделен при помощи специального оптического устройства – монохроматора. В фотокolorиметре измерение интенсивности световых потоков производят не в монохроматическом, а в полихроматическом свете, т.е. на довольно широком участке спектра – в интервале длин волн 20–100 нм. В этом случае в уравнении 1.6 вместо

молярного коэффициента светового поглощения ϵ_λ . можно использовать значение среднего молярного коэффициента светопоглощения ($\epsilon_{\text{ср}}$), зависящие от ширины полосы пропускания светофильтра ($\epsilon_{\text{ср}} < \epsilon_\lambda$).

Спектры поглощения

Абсолютный спектр поглощения вещества представляет собой зависимость количества поглощенного света от длины волны. Спектры поглощения веществ определяются разностью энергий между энергетическими уровнями молекул, составляющими вещество, а также вероятностями перехода между ними. Разность энергий определяет длину волны, на которой происходит поглощение света, вероятность перехода - коэффициент поглощения вещества.

Стандартный диапазон измерений в абсорбционной спектрофотометрии: 180–1100 нм. Он включает в себя три области спектра: ближнюю ультрафиолетовую область (УФ) -180–380 нм; видимую (ВИД) - 380–760 нм и ближнюю инфракрасную (ИК) - 760–1100 нм.

Спектры поглощения для красителей в видимой области (400–700 нм) характеризуются наличием нескольких максимумов. Спектры поглощения в ультрафиолетовой (200–400 нм) и видимых областях отражают переходы связанных и несвязанных электронов в молекуле. Это обычно делокализованные π -электроны двойных $\text{C}=\text{C}$ связей и неподеленные пары азота и кислорода. Поскольку, как правило, все электроны в молекуле при комнатной температуре находятся на нижнем энергетическом уровне, спектры в этой области дают информацию об основном и первом возбужденном электронных состояниях молекулы. Ввиду того, что длина волны поглощенного света соответствует определенному переходу, пики на спектрах поглощения вещества обусловлены присутствием в нем определенных структурных элементов. Длина волны, при которой наблюдается максимальное поглощение света, обозначается $\lambda_{\text{макс}}$. Положение максимума спектра поглощения является важной оптической характеристикой вещества, а характер и вид спектра поглощения характеризуют его качественную индивидуальность. Группа в молекуле, которая дает вклад в спектр ее поглощения, называется хромофором. Такой группой является, например, карбонильная группа $\text{C}=\text{O}$, существующая у всех аминокислот.

При образовании сопряженных связей в молекуле энергия возбужденного состояния электронов уменьшается, и, следовательно, хромофор начинает поглощать свет большей длины волны. Такой сдвиг в спектрах поглощения называется батохромным. Наоборот, сдвиг спектра в коротковолновую область именуется гипсохромным. Гиперхромный и гипохромный эффекты – это, соответственно, увеличение и уменьшение экстинкции. Обнаружить очень близко расположенные линии

колебательных и вращательных переходов на спектрах молекул удастся лишь при высоком разрешении при записи спектра (разрешением называется способность прибора различать две близко расположенные линии).

Спектрофотометры: принцип работы, общая схема, основные узлы

Современные спектрофотометры позволяют работать с высокомонохроматизированным потоком излучения. Они применяются для концентрационного анализа и при изучении спектров поглощения веществ.

Устройство и принцип действия спектрофотометра

Структурную схему спектрофотометра можно представить в виде следующих основных блоков: источника света (И), монохроматора (М), измерительной кюветы (К1) и кюветы сравнения (К2), фотоприемника (Ф) и регистратора (индикатора) (Р) (рис. 1.1).

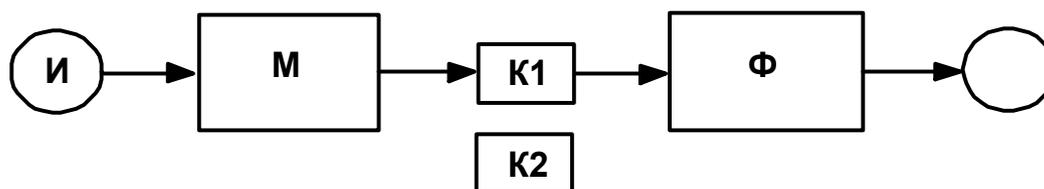


Рис. 1.1 Принципиальная схема спектрофотометра

Источник (И) испускает свет, монохроматор (М) выделяет из него нужный участок спектра. Этот свет далее проходит либо через кювету сравнения (К1), либо через измерительную кювету (К2), в которую помещают исследуемый раствор. Свет, прошедший через кювету, регистрируют фотоприемником (Ф), и его интенсивность либо записывают каким-либо регистратором, либо отображают на индикаторе (в последнее время наиболее часто данные передаются в компьютер, записывающий их в бинарный файл, далее представляемый в графическом или текстовом формате). Две кюветы используют для того, чтобы исключить паразитные эффекты, связанные с поглощением света в растворителе и его отражениями от стенок кюветы.

Монохроматоры. Монохроматор – это оптическая система, выделяющая из всего спектра источника света излучение определенной длины волны. Это обычно призмы, по-разному преломляющие свет разных длин волн, или дифракционные решетки. В видимой области используются призмы из оптического стекла, но в ультрафиолетовой области они

непригодны, поскольку стекло начинает поглощать уже при $\lambda < 400$ нм, поэтому призмы делают из кварца. Также используются монохроматоры на дифракционных решетках, которые представляют собой плоскопараллельную пластину с нанесенными на ней параллельными линиями – микрозеркалами, имеющими фиксированный угол грани. Белый свет из-за дифракции на параллельных линиях разлагается в непрерывный спектр. Обычно в монохроматорах сначала выделяют пучок света с определенным диапазоном длин волн с помощью фильтра, а затем разлагают его в спектр решеткой: дифракционная решетка дает 1-й, 2-й, 3-й порядки дифракции в разных областях спектра и чтобы они не перекрывались, необходимо предварительное выделение области спектра источника. Далее спектр поступает на выходную щель, после которой выделяется узкая спектральная область – монохроматический свет. Основное достоинство монохроматора на дифракционной решетке состоит в том, что можно уменьшать размеры и увеличивать разрешающую способность, поскольку она прямо пропорциональна плотности линий. Кроме того, во всем диапазоне длин волн дифракционные решетки имеют линейное разрешение, тогда как разрешение призматического монохроматора с увеличением длины волны уменьшается.

Кюветы. Исследуемое вещество растворяют в соответствующем растворе и помещают в оптически прозрачный сосуд для измерений – кювету. Поскольку стекло поглощает ультрафиолетовый свет, для проведения измерений в ультрафиолетовой области спектра используют кварцевые кюветы. Для измерений в видимой области можно использовать пластиковые или стеклянные кюветы. При работе с летучими или химически активными веществами кюветы закрывают крышками. Поскольку кювета, помещенная в спектрофотометр, становится составной частью его оптической системы, с ней нужно обращаться очень аккуратно.

Царапины и грязь на стенках кюветы сильно рассеивают и поглощают свет, искажая результаты измерений. Об этом особенно надо помнить при работе в ультрафиолетовой области. Кюветы можно протирать мягкими тканями, например, из хлопка. Не рекомендуется использовать для этих целей фильтровальную бумагу. Поскольку органические молекулы поглощают в ультрафиолетовой области, ни в коем случае нельзя касаться оптических (прозрачных) стенок кюветы. Раствор лучше заливать в кювету, поставив ее в предварительно вынутый из прибора кюветодержатель. Кюветы довольно хрупки, особенно кварцевые, поэтому работать с ними надо осторожно, не допуская механических повреждений. Содержимое кюветы должно быть гомогенным – это необходимое условие получения воспроизводимых данных. Нужно следить за тем, чтобы раствор не был мутным. Особенно мешают измерениям пузырьки воздуха, сильно увеличивающие рассеяние. Нельзя наливать в кювету очень холодный раствор, поскольку при этом на

наружных стенках кюветы конденсируются пары воды воздуха, и стенки становятся непрозрачными. Если кюветы загрязнены посторонними примесями, их следует промыть дистиллированной водой и (или) растворителем, в котором растворено исследуемое вещество. Не рекомендуется мыть кюветы концентрированными кислотами или щелочами, а также другими травящими агентами. Кюветы нужно заполнять до такого уровня, чтобы поток излучения проходил целиком через слой раствора. Чаще всего используются кюветы с оптическим путем 1 см, в которые обычно заливают 2,5–3 мл раствора. В такие кюветы входит 4–5 мл, но заполняют их полностью лишь в том случае, когда это необходимо. Есть кюветы с оптическим путем 50, 20, 5, 2 и 1 мм.

Перед выполнением настоящей лабораторной работы также необходимо ознакомиться с основными теоретическими положениями по литературе [1–3] и ответить на контрольные вопросы.

ОПИСАНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ УСТАНОВКИ И МЕТОДОВ ИЗМЕРЕНИЯ

На рис. 1.2 представлена оптическая схема спектрофотометра Shimadzu UV-1800. Свет, исходящий от источника света (дейтериевая лампа D или галогеновая лампа W), отражается зеркалом LM, а затем попадает в монохроматор. Переключение источника света полностью автоматическое, прибор выбирает следующий источник света с помощью поворота зеркала LM в соответствии с длиной волны.

Используются два источника излучения:

1. Дейтериевая лампа: от 190 нм до длины волны переключения источника света.
2. Галогеновая лампа: от длины волны переключения источника света до 1100 нм.

Длина волны переключения источника света может быть установлена в диапазоне 295,0–364,0 нм (340,8 нм по умолчанию).

Оптическая система включает не только источники света и зеркала, но также защиту от пыли и загрязнений. Щель диафрагмы монохроматора зафиксирована на 1 нм. В качестве дифракционного элемента используется голографическая решетка Shimadzu. Свет, выходящий из монохроматора, проходит через фильтр F для удаления рассеянного света и вторых порядков дифракции и попадает на зеркало MЗ, а затем делится лучевым разделителем V.S. на две части: измерительный луч, проходящий через образец и сравнительный, затем они проходят через образец и компенсатор и попадают на датчики (фотодиоды). Взаимное расположение держателя кюветы и лучей показано на рис. 1.3.

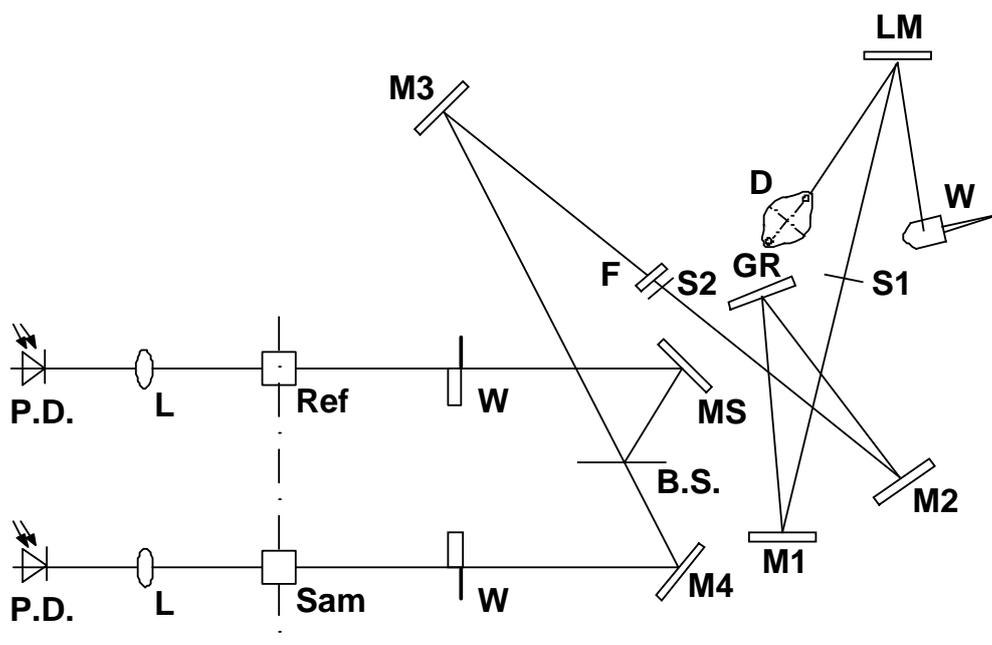


Рис. 1.2 Схема оптической системы спектрофотометра UV-1800

На рис. 3.1 изображена щель S2, которая находится у колбы в кюветном отделении. Измерения поперечного сечения луча на плане равны: ширина ~ 0,8 мм; высота ~ 9 мм.

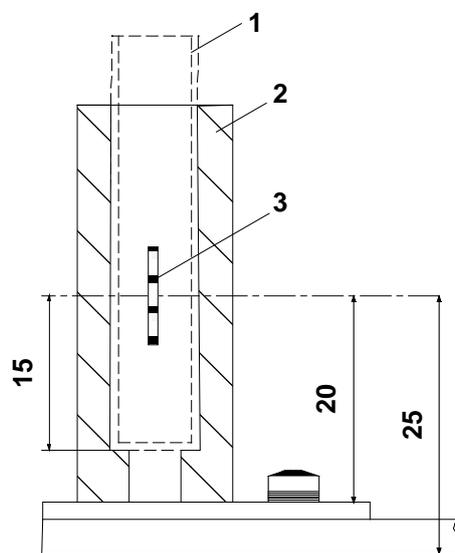


Рис. 1.3 Взаимное расположение держателя кюветы (кюветы) и луча света: 1 – кювета; 2- держатель кюветы; 3 – луч света

Включение/выключение питания спектрофотометра

1. Нажмите «I» на выключателе (Рис. 1.4) чтобы включить питание, соответственно «0» для выключения;

2. На экране (рис. 1.5) появятся требующие инициализации объекты и начнут инициализироваться или последовательно проверяться;

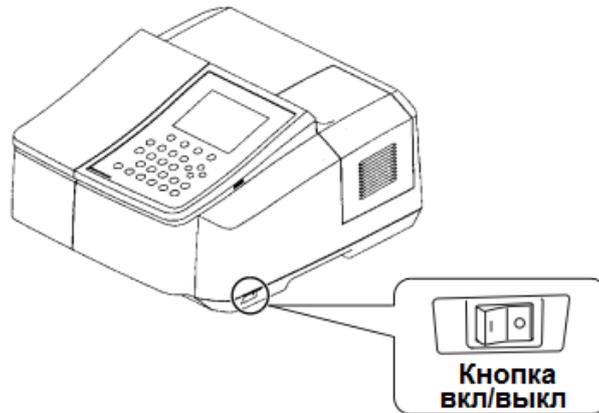


Рис. 1.4 Выключатель питания UV-1800

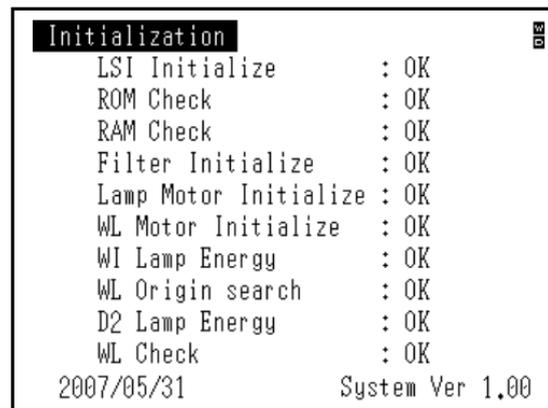


Рис. 1.5 Процесс автоматической калибровки спектрофотометра

3. Когда все объекты инициализации будут отмечены «ОК», появится экран «Выбор Режима» (рис. 1.6);

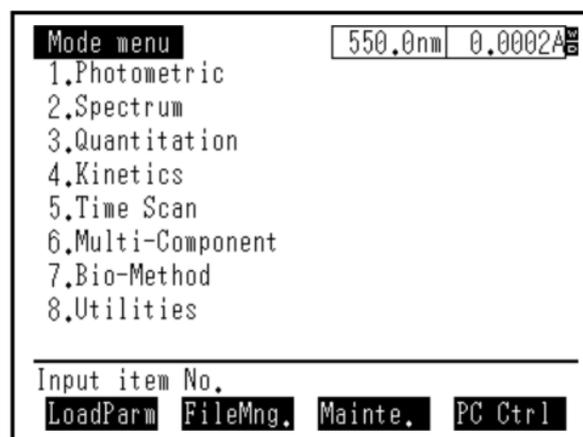


Рис. 1.6 Режимы работы спектрофотометра

4. Нажатием клавиши F4 на корпусе спектрофотометра выберите режим «PC Ctrl» для связи с ПК. Дальнейшая работа проводится на ПК при помощи программы UVProbe.

Коррекция базовой линии прибора

Коррекция базовой линии приравнивает фон к нулю на всем выбранном диапазоне длин волн и обеспечивает все последующие измерения в этом диапазоне. Это обеспечивает абсолютные измерения, независимо от возможного изменения чувствительности фотоприемника и излучающей способности источника, а также загрязнения оптики.

После первого включения UV-1800, выполните коррекцию базовой линии прибора. UV-1800 имеет два следующих типа коррекции базовой линии:

1. Коррекция базовой линии прибора. Это коррекция оптического баланса самого спектрометра. Базовая линия корректируется с коротким интервалом внутри всего диапазона длин волн (190 – 1100 нм), и данные коррекции сохраняются при последующих измерениях.

2. Коррекция базовой линии. Это коррекция базовой линии внутри конкретного диапазона длины волн до 100 %T (0 Abs). Эта коррекция завершается быстро, поскольку выполняется с относительно широким интервалом.

UV-1800 использует данные коррекции, полученные из 1 при выполнении 2. Таким образом, дискретизация и шумы могут быть быстро убраны. Обычно их можно убрать только, если коррекции выполняются с тем же интервалом, который использовался при получении данных измерения. Процедура для выполнения коррекции базовой линии прибора приведена ниже. Для завершения коррекции обычно требуется около 17 минут. Прочие операции UV- 1800 недоступны в это время.

Коррекцию базовой линии можно осуществить как на самом спектрофотометре, так и с помощью ПК. Перед началом коррекции убедитесь, что ни луч образца, ни луч сравнения не заблокированы и что в кюветном отделении нет образца.

Выполнение коррекции базовой линии на ПК

1. Выберите окно «Спектр» для открытия спектрального модуля;
2. Для соединения ПК со спектрофотометром нажмите на кнопку фотометра «Connect»;
3. Для инициации операции коррекции нажмите кнопку фотометра «Baseline»;
4. После появления диалогового окна «Параметры базовой линии» введите 190 и 1100 (нм) как начало и конец диапазона длин волн. Нажмите ОК. При процедуре коррекции базовой линии меняются показания в окне «Статус прибора»;

5. После завершения сканирования нажмите на клавишу «История прибора» внизу выходного окна и убедитесь в запоминании коррекции.

ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

1. Внимательно изучите инструкцию по эксплуатации спектрофотометра;
2. Изучите экспериментальный практикум;
3. Для допуска к выполнению лабораторной работы ответьте на контрольные вопросы преподавателю.

Подготовка к измерению

1. Включите ПК;
2. Освободите от адсорбента кюветное отделение спектрофотометра;
3. Включите спектрофотометр (рис. 1.4), будет произведена автоматическая калибровка;
4. После окончания калибровки на экране спектрофотометра выберите опцию «PC Ctrl» (клавиша F4);
5. Откройте на ПК программу UVProbe, нажмите кнопку «Connect»;
6. Произведите коррекцию базовой линии прибора. Для этого нажмите кнопку Baseline (в кюветном отделении должен находиться только используемый для дальнейших измерений держатель образцов);
7. Установите в держатель исследуемый образец, нажмите .
8. Затем выберите тип и диапазон измерений и нажмите «Start»;
9. Снимать показания следует при плотно закрытой крышке кюветного отделения;
10. Для последующей обработки сохраните файл в формате Data Print Table (*.txt).

Задание 1. Измерение оптического пропускания. Пленочные образцы «фотохромное стекло-полимер»

1. Поместите свободную пленку в канал измерения, канал сравнения пуст;
2. Измерьте спектр оптического пропускания;
3. Выньте пленку и поместите ее под УФ-лампу на 5 мин.;

ВНИМАНИЕ!

НЕ СМОТРИТЕ НЕПОСРЕДСТВЕННО НА УФ-ЛАМПУ! ПРИ РАБОТЕ С УФ-ИЗЛУЧЕНИЕМ ИСПОЛЬЗУЙТЕ ЗАЩИТНЫЕ ОЧКИ!

4. Повторно измерьте спектр образца непосредственно после экспонирования;
5. Через 15 мин. проведите повторное измерение;
6. Сохраните полученные результаты;
7. При оформлении отчета объясните причину различия спектров до и после УФ-засветки.

Задание 2. Измерение спектра оптического поглощения. Неизвестный порошкообразный краситель

2.1 Жидкостный метод

1. Порошкообразный краситель растворите в подобранном в соответствии условиям эксперимента органическом растворителе (реагенты получить у преподавателя);
2. Все внешние поверхности кварцевой кюветы протрите салфеткой для оптики. В кварцевую кювету поместите образец (0,5 см до горловины оставить пустыми), закройте кювету крышкой;
3. Измерьте спектр оптического поглощения. Подберите оптимальную концентрацию растворителя для получения отчетливого пика поглощения;
4. При оформлении отчета идентифицируйте краситель. Выбор гипотезы идентификации красителя по спектру подтвердите литературными данными.

2.2 Снятие спектра оптического поглощения пленочного образца

1. Растворите краситель в любом органическом растворителе (подобрать в соответствии с условиями эксперимента);
2. Введите раствор в подходящую УФ-отверждаемую мономерную матрицу, которая не имеет собственных полос поглощения в видимом и УФ-диапазонах спектра;
3. Изготовьте пленку методом УФ-полимеризации;
4. Измерьте спектр оптического поглощения. Подберите оптимальную концентрацию растворителя для получения отчетливого пика поглощения;
5. При оформлении отчета идентифицируйте краситель. Выбор гипотезы подтвердите литературными данными.

СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА

1. Кратко рассмотреть теоретические вопросы;
2. Привести три спектра оптического пропускания для фотохромных композитов: до УФ-засветки, сразу после и через 15 мин. Объяснить изменение пропускания, подробно изучить явление фотохромизма, его принцип;

3. Привести спектр оптического поглощения красителя и идентифицировать его. Выбор гипотезы подтвердить литературными данными.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Какое излучение называют монохроматическим; сложным?
2. Перечислите спектральные приборы.
3. Что называют непрерывным (сплошным) спектром?
4. Какие вещества дают сплошной спектр?
5. В чем состоит метод спектрального анализа?
6. Опишите устройство спектрофотометра (основные узлы), принцип работы.
7. Что такое абсорбционный спектр?
8. Закон Бугера-Ламберта-Бера и физический смысл всех и входящих в него величин.
9. Коэффициент пропускания вещества, оптическая плотность образца. Связь между этими величинами. Размерности величин, входящих в формулы для коэффициента пропускания и оптической плотности.

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Алесковский В.Б., Бардин В.В., Бойчинова Е.С. и др. Физико-химические методы анализа. — Л.: Химия, 1988. — 376 с.;
2. Инструкция по эксплуатации сканирующего спектрофотометра UV-1800 компании Shimadzu. — СПб.: Аналит, 2007. — 100 с.;
3. А.Терней Современная органическая химия: в 2-х т. Т. 1. — М.: Мир, 1981. — 680 с.

Лабораторная работа № 2 «ИК-ФУРЬЕ СПЕКТРОСКОПИЯ: ОСОБЕННОСТИ ПРОБОПОДГОТОВКИ И ИЗМЕРЕНИЕ СПЕКТРОВ ОПТИЧЕСКОГО ПОГЛОЩЕНИЯ»

Цели работы:

1. Ознакомиться с основными положениями теории спектроскопии;
2. Ознакомиться с теорией анализа спектра известного вещества;
3. Ознакомиться с особенностями методик пробоподготовки для исследований спектров в ИК-области;
4. Ознакомиться с оптической схемой установки для регистрации спектров оптического поглощения;
5. Обрести навыки регистрации и анализа спектров оптического пропускания в ИК-области спектра.

Задачи, решаемые в лабораторной работе:

1. Ознакомление с методикой подготовки образцов для измерений пропускания на ИК-спектрофотометре, приготовление таблеток;
2. Измерение пропускания в ИК-области спектра полученных материалов;
3. Анализ исследуемых веществ. Идентификация.

Объекты исследования: KBr; неизвестное порошкообразное вещество.

Используемая аппаратура: толщиномер индикаторный типа ТП 10-60, ИК-Фурье-спектрометр ФСМ 1201, ручной гидравлический пресс ПГР-400 для пробоподготовки.

КРАТКИЕ СВЕДЕНИЯ ИЗ ТЕОРИИ

Инфракрасные спектры поглощения, отражения или рассеяния несут чрезвычайно богатую информацию о составе и свойствах образца. Сопоставляя ИК-спектр образца со спектрами известных веществ, можно идентифицировать неизвестное вещество, определить основной состав полимеров, обнаружить примеси в атмосферном воздухе и газах, провести фракционный или структурно-групповой анализ. В современных приборах ИК-спектр определяется сканированием по сдвигу фаз между двумя частями разделенного светового пучка (Фурье-спектрометрия). Этот метод дает значительный выигрыш в фотометрической точности и точности отсчета длины волны.

Фурье-спектрометры значительно выигрывают в фотометрической точности у дифракционных приборов. В дифракционных приборах на приемник попадает свет только в узком спектральном интервале, который попадает на выходную щель монохроматора. В Фурье-спектрометрах на фотоприемник всегда поступает весь свет источника, и все спектральные линии регистрируются одновременно. Следовательно, возрастает соотношение сигнал/шум. **Фурье-спектрометрия** выигрывает также в

точности отсчета длины волны. В дифракционных приборах длину волны можно определить только косвенно, а в Фурье-спектрометрах разность хода (и длина волны) определяется непосредственно с помощью лазера.

Основой Фурье-спектрометра является двухлучевой интерферометр Майкельсона, в котором оптическая разность хода изменяется за счет движения (сканирования) одного из зеркал в плечах интерферометра. Оптическое излучение от источника проходит через интерферометр на выходе, которого регистрируется интерферограмма, представляющая собой зависимость интенсивности светового потока от оптической разности хода. Спектр, как зависимость интенсивности излучения от волнового числа, получается путем обратного Фурье-преобразования интерферограммы, выполняемого с использованием компьютера.

Сканирование зеркала в интерферометре осуществляется с помощью прецизионного механизма и системы управления, обеспечивающей стабилизацию скорости сканирования на участке регистрации интерферограммы. Оптическая разность хода определяется с помощью референтного канала, регистрирующего интерферограмму излучения He-Ne лазера на том же интерферометре.

ИК-спектрометры. Основные узлы

Все ИК-спектрофотометры независимо от конструкции имеют общие элементы: источник излучения, оптическую систему, приемник, систему усиления сигнала.

Источники излучения. Идеальным источником для ИК-спектроскопии был бы монохроматический излучатель высокой интенсивности, непрерывно перестраиваемый в широком частотном интервале. Несмотря на то, что существуют лазеры с перестраиваемой частотой, в настоящее время наиболее распространенными являются источники с широкой областью излучения, нагреваемые до температуры 1200–1400 К: глобар (карбид кремния), штифт Нернста (оксиды циркония, тория, иттрия), платиновая проволока с керамическим покрытием. В дальней ИК-области используется излучение стенок ртутной лампы низкого давления. Излучательная способность тепловых источников подчиняется закону Планка для излучения абсолютно черного тела. Ведутся исследования по применению терагерцового излучения (субмиллиметровый диапазон) в спектроскопии.

Оптические системы. Назначение оптической системы – направлять излучение источника по нужному пути с минимальными потерями. Использование отражательных зеркал с наружным покрытием (напыленный алюминий, просветляющие покрытия) позволяет избежать хроматической аберрации. Отражательная оптика может иметь плоские, сферические, параболические, эллиптические или тороидальные

поверхности. Разработано большое число типов оптических систем спектрофотометров. Классические схемы спектральных приборов рассмотрены в специальной литературе.

Приемники излучения. Приемники ИК-излучения делятся на две группы: тепловые и фотоэлектронные. Первая группа включает термоэлементы (термопары), болометры (сопротивления с большим температурным коэффициентом), акустические приемники, пироэлектрические приемники. Пироэлектрические детекторы (на основе триглицинсульфата $(\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COOH})_3 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$) используются в интерферометрах из-за их высокой чувствительности в широкой ИК-области. В основе работы фотоэлектронных полупроводниковых приемников, к которым относятся фоторезисторы и фотодиоды, лежит явление внутреннего фотоэффекта. В ближнем ИК-диапазоне наиболее распространены фотодиоды на основе германия и твердого раствора InGaAs . В среднем ИК-диапазоне применяются охлаждаемые жидким азотом фотодиоды на основе твердого раствора HgCdTe (МСТ Mercury-Cadmium-Tellurium). Полупроводниковые детекторы для работы в низкочастотной области требуют охлаждения до низких (азотных или гелиевых) температур. Ширина запрещенной зоны определяет длинноволновую границу чувствительности фотоэлектронных приемников.

Оптические материалы. Так как обычные оптические стекла поглощают средне- и длинноволновое ИК-излучение, то в качестве материалов для изготовления окон кювет и светоделителей используют монокристаллы различных солей. В спектроскопии внутреннего отражения применяют материалы с высокими показателями преломления.

В основе оптической схемы типичного Фурье-спектрометра лежит схема интерферометра Майкельсона (также применяются интерферометры Фабри-Перо и ламмельярные), разработаны и другие системы. Прежде, чем рассматривать работу спектрометра с преобразованием Фурье, рассмотрим интерферометр, созданный американским физиком Альбертом Абрахамом Майкельсоном (лауреат Нобелевской премии 1907 г.)

Интерферометр Майкельсона

В основе Фурье-спектрометра, как правило, лежит интерферометр Майкельсона (рис. 2.1), в котором одно из зеркал подвижно.

Два зеркала (неподвижное M_1 и подвижное M_2) расположены в обоих плечах интерферометра и ориентированы перпендикулярно друг относительно друга. Светоделитель P помещен в вершине прямого угла между осями зеркал и ориентирован под углом 45° к каждому из них. Свет, падающий на светоделитель, разделяется на две составляющие (50/50), которые распространяются дальше вдоль обоих плеч и отражаются от

зеркал. Луч, отразившийся от светоделителя один раз (верхний луч на рисунке), должен еще пройти дважды через расположенный под углом компенсатор с тем, чтобы компенсировать разницу оптического пути другого луча, который проходит через светоделитель трижды, вместо одного раза. Подвижное зеркало M2 может перемещаться вдоль плеча спектрометра на некоторое расстояние, что генерирует картину интерференции двух лучей, достигающих детектора. Фурье-преобразование сигнала детектора дает информацию о спектре источника (или исследуемого материала).

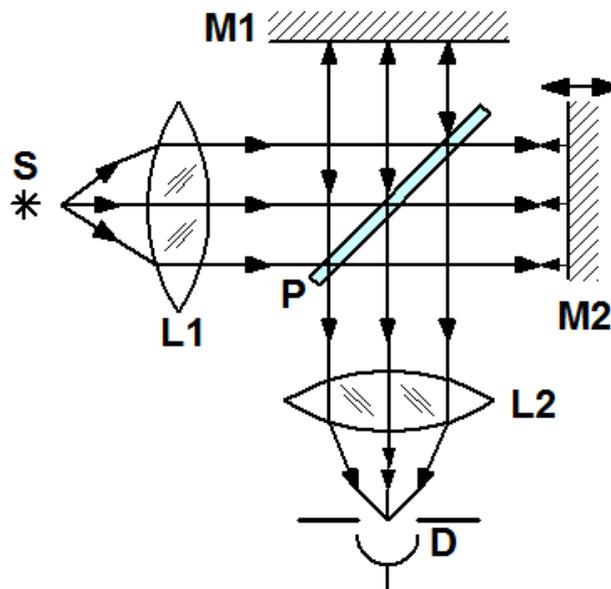


Рис. 2.1 Интерферометр Майкельсона как часть Фурье-спектрометра

Интерферометр Майкельсона настраивается на получение в плоскости выходной диафрагмы интерференционных полос равного наклона. Одно из зеркал (M2 на рис. 2.1) двигается поступательно, в процессе чего исследуемое излучение модулируется, причем частота модуляции зависит от скорости движения зеркала и длины волны излучения.

Фурье-спектрометр

Фурье-спектрометр - спектральный прибор, в котором искомый спектр получают в два приема: сначала регистрируется интерферограмма исследуемого излучения, а затем через ее Фурье-преобразование вычисляют искомый спектр. Совокупность спектральных методов, осуществляемых с помощью Фурье-спектрометра, называется Фурье-спектрометром. На рис. 2.2 приведена принципиальная блок-схема Фурье-спектрометра.

Процесс измерений происходит по следующему алгоритму.

1. Интегральная интенсивность светового потока, выходящего из

идеального интерферометра, $I(\delta)$ описывается выражением:

$$I(\delta) = \frac{1}{2} \int_0^\infty B(\sigma) d\sigma + \frac{1}{2} \int_0^\infty B(\sigma) \cos(2\pi\sigma\delta) d\sigma,$$

где $B(\sigma)$ - спектральная плотность входящего в интерферометр излучения (от источника S) с амплитудой напряженности электрического поля $E(t)$ в электро-магнитной волне $E(t)$.

2. Фурье-преобразование переменной части функции $I(\delta)$ (интерферограммы) позволяет восстановить исследуемый спектр:

$$B'(\sigma) = 2 \int_0^\infty I'(\delta) \cos(2\pi\sigma\delta) d\sigma, \quad (2.1)$$

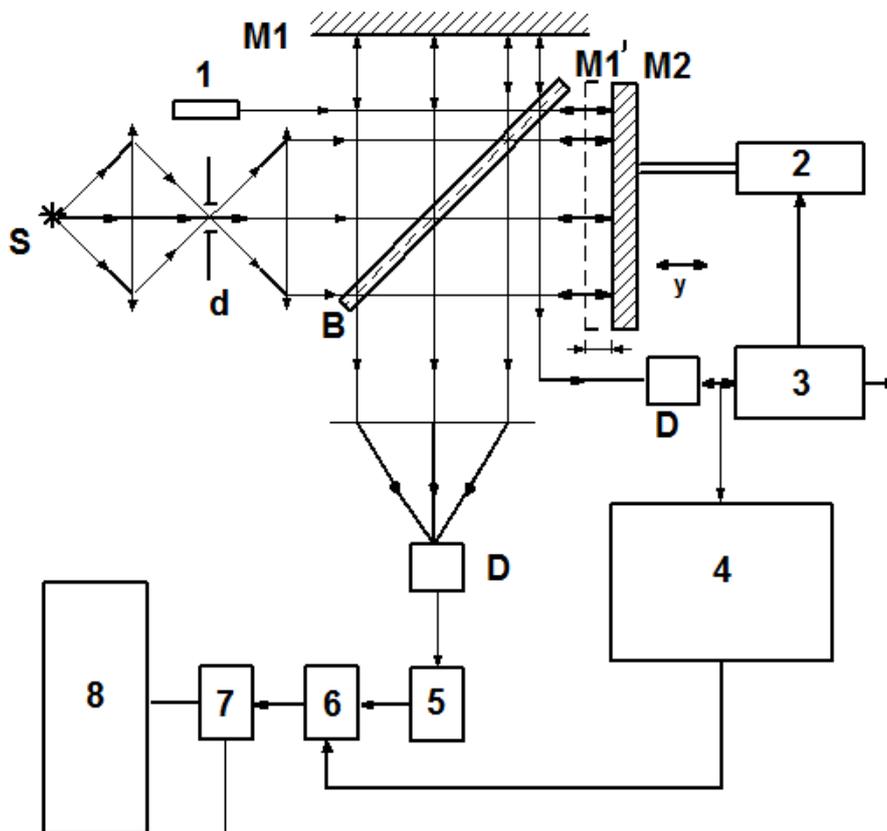


Рис. 2.2 Принципиальная схема Фурье-спектрометра: S – источник сплошного ИК-спектра; $M1$ – фиксированное зеркало интерферометра; $M2$ – подвижное зеркало интерферометра; $M1'$ – изображение фиксированного зеркала в плече зеркала $M2$; d – входное отверстие Фурье-спектрометра; B – светоделитель; D – фотоприемник; 1 – лазер; 2 – двигатель; 3 – устройство управления двигателем; 4 – устройство формирования реперных импульсов; 5 – усилитель; 6 – аналого-цифровой преобразователь (АЦП); 7 – интерфейс связи ПК с регистрирующей и управляющей электроникой Фурье-спектрометра; 8 – персональный компьютер

Идеальная интерферограмма предполагается бесконечно протяженной, при этом разрешающая сила Фурье-спектрометра была бы

бесконечно велика. Целый ряд факторов, однако, ограничивает достижимое разрешение: конечные пределы механического перемещения зеркала М1 (рис.2.1), возможности цифровой регистрации и обработки интерферограммы, неидеальность оптической системы и др. Как правило, форма и ширина аппаратной функции Фурье-спектрометра определяются пределом изменения оптической разности хода L и видом аподизационной функции $A(\delta)$, которая входит в подынтегральное выражение в (формула 2.1):

$$B'(\sigma) = 2 \int_0^L A(\delta) I(\delta) \cos(2\pi\sigma\delta) = B(\sigma) A'(\sigma),$$

где $A'(\sigma)$ - фурье-спектр функции $A(\delta)$. Фактически $A'(\sigma)$ и является аппаратной функцией Фурье-спектрометра, ее ширина $\sim 1/L$.

Варьируя форму аподизационной функции, можно в больших пределах изменять форму и ширину.

Второй существенный фактор, влияющий на форму и ширину аппаратной функции Фурье-спектрометра,- протяженность реального источника излучения в спектрометре. Обычно его размеры (линейные размеры входного отверстия спектрометра d) выбираются в зависимости от требований эксперимента, т. к. зависящий от d телесный угол Ω , определяющий угловую расходимость светового пучка в интерферометре (как и в любом спектральном приборе), связан с разрешающей способностью R : $\Omega \leq 2\pi/R$. Это означает, что повышение R возможно только при уменьшении светосилы прибора и, следовательно, влечет за собой ухудшение отношения сигнал/шум (S/N).

Результат восстановления спектра зависит также от дискретности регистрации интерферограммы, т. е. регистрации ее с некоторым шагом h по оптической разности хода. Для этой цели необходимо регистрировать интерферограмму с частотой $(1/h)$, по крайней мере, вдвое большей, чем максимальная частота сигнала. При этом частоты, лежащие в диапазоне от 0 до $1/2h$, передаются однозначно, а фрагменты более высоких частот в восстановленном спектре появляются на частотах, меньших $1/2h$. Последнее явление (т. н. «переналожение» спектров) устраняется с помощью предварительной оптической, электрической или программной фильтрации сигнала.

В шаговом Фурье-спектрометре подвижный отражатель перемещается скачкообразно или непрерывно с очень малой скоростью u . В этом случае сигнал модулируется механическим обтюратором или быстрым изменением оптической разности хода с небольшой амплитудой (внутренняя модуляция). Шаговый Фурье-спектрометр эффективен при исследованиях сигналов с узкополосным спектром или быстро меняющихся во времени.

Различные типы Фурье-спектрометров имеют определенные

преимущества перед спектральными приборами с диспергирующими элементами. Так, благодаря осевой симметрии Фурье-спектрометр обладает большей светосилой при одинаковой площади сечения коллимированного светового пучка в интерферометре Фурье-спектрометра и на диспергирующих элементах классического спектрального прибора.

Выигрыш в мультиплексности обусловлен тем, что в течение всего времени измерения Фурье-спектрометра одновременно регистрирует все компоненты исследуемого спектрального интервала, и, следовательно, при равных отношениях S/N сокращается время регистрации одинакового спектрального интервала или при равных временах его измерения получают в \sqrt{M} раз лучшее отношение S/N (M -число разрешаемых спектральных элементов на регистрируемом спектральном интервале). Он возможен, когда шум приемника излучения не зависит от величины сигнала.

Использование стабилизированного по частоте лазера для измерения оптической разности хода в интерферометре позволяет значительно повысить точность определения длин волн в спектре. В Фурье-спектрометре применяется вычислительная техника (персональные компьютеры), что дает возможность не только регистрировать и выводить спектральную информацию на внешние устройства, но и осуществлять последующую обработку получаемых спектров. Кроме того, в Фурье-спектрометре при правильном выборе частоты модуляции спектральных составляющих отсутствует рассеянный свет, появляющийся в большинстве спектрометров других типов и искажающий регистрируемый сигнал.

Таким образом, с помощью различных типов Фурье-спектрометров можно достичь предельно высокого разрешения, высокой фотометрической точности (большого отношения S/N) или сокращения времени регистрации спектра. Сочетание разных пар этих качеств в Фурье-спектрометрах и создает их многообразие.

Современный Фурье-спектрометр позволяет работать в широком спектральном интервале от субмиллиметрового до УФ-диапазона, хотя наиболее распространены приборы, работающие в ИК-диапазоне, где эффективность использования преимуществ Фурье-спектрометра наибольшая. Разрешение современного Фурье-спектрометра изменяется в широких пределах - от нескольких десятков до 10^{-4} см^{-1} .

Временное разрешение (фактически время регистрации интерферограммы) получаемых спектров в большинстве Фурье-спектрометров составляет от долей секунды до нескольких минут. Фурье-спектрометр с высокими скоростями изменения оптической разности хода обладают временным разрешением до 2-3 мс при достаточно высоком спектральном разрешении (до $0,1 \text{ см}^{-1}$). Фурье-спектрометр на основе статических интерферометров, где в качестве интерферограммы регистрируется пространственно фиксированная в плоскости приемных

площадок многоэлементного фотоприемника (линейки или матрицы фотодиодов) интерференционная картина, позволяют достигать временного разрешения, определяемого физическим пределом отдельного измерения на отдельном приемнике, т.е. до 1 мкс и быстрее. Однако спектральное разрешение таких Фурье-спектрометров оказывается довольно низким (не выше 50 см^{-1}).

Обычно в Фурье-спектрометре образец размещается в исследуемом световом пучке до или после интерферометра, исследуется отраженный или пропущенный образцом световой пучок. Однако образец может быть размещен и в одном из плеч интерферометра. В этом случае после обратного комплексного Фурье-преобразования зарегистрированной интерферограммы получают комплексно-сопряженную амплитуду отражения (пропускания) образца, умноженную на спектр источника излучения. Такой Фурье-спектрометр называется амплитудно-фазовым, он применяется для точного определения спектров оптически постоянных веществ.

Фурье-спектрометр имеет модульную конструкцию и выполнен в виде настольного прибора с отдельным компьютером. Модуль интерферометра герметизирован и может быть осушен или заполнен инертным газом. Исполнения Фурье-спектрометра отличаются рабочим спектральным диапазоном и спектральным разрешением.

В кюветном отделении Фурье-спектрометра могут устанавливаться различные кюветы для исследования жидкостей и газов, а также приставки для измерения зеркального и диффузного отражения и спектров нарушенного полного внутреннего отражения. Имеется выходной оптический порт с коллимированным световым пучком.

Управление процессом измерения осуществляется от встроенного контроллера и отдельного IBM PC совместимого компьютера. Программа FSpec обеспечивает управление Фурье-спектрометром и оптимизацию процесса измерения, а также обработку полученных спектральных данных.

ОПИСАНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ УСТАНОВКИ И МЕТОДОВ ИЗМЕРЕНИЯ

Так как толщина образца является одним из параметров, влияющих на величину оптического поглощения, то при измерении нескольких образцов с различной толщиной необходимо проводить нормировку значений интенсивности по толщине исследуемых образцов. Для этого максимальную толщину принимают за 1, и остальные значения домножают на коэффициент, равный отношению меньшей толщины к максимальной.

2.1 Измерение толщины

Наиболее простым и часто используемым контактным методом измерения толщины является механический способ: оператор или технолог отрезает кусочек пленки и измеряет его толщину в одной или нескольких точках. Обычно замер производится механическим прибором – микрометром, микрометрической стойкой, пассометром или толщиномером. Но данный метод обладает рядом недостатков:

- Цена деления в 10 мкм (низкая точность измерений);
- При механическом контакте происходит деформация пленки;
- Невысокая воспроизводимость измерений даже в одной и той же точке пленки;
- Применимость только в лабораторных условиях.

Поэтому более точным методом для пленок с толщиной менее 50 мкм используют интерференционный метод.

В общем случае для измерения толщин диэлектрических и диамагнитных материалов, к которым относится подавляющее большинство полимерных материалов, помимо механических методов принципиально применимы акустические, оптические, электрические, магнитные, вихретоковые и радиационные методы толщинометрии, в которых сравниваются значения характерных параметров соответствующих физических полей до и после их взаимодействия с объектом контроля.

Толщину сравнительно тонких (до 1 мкм) пленок определяют методом цветных колец Ньютона, для чего на поверхность оксида с помощью заостренной фторопластовой палочки наносят каплю плавиковой кислоты. После протравливания оксида до поверхности кремния пластину промывают дистиллированной водой, подсчитывают число темных красно-фиолетовых колец для оценки порядка интерференции и определяют цветность оксида, цвет последней полосы (при перпендикулярном падении дневного света).

Толщину пленок более 1 мкм, на которых отдельные цвета спектра уже неразличимы, рекомендуется определять при помощи микроинтерферометра МИИ-4.

2.2 Измерение пропускания пленок в ИК-диапазоне

Инфракрасные спектры поглощения, отражения или рассеяния несут чрезвычайно богатую информацию о составе и свойствах образца. Сопоставляя ИК-спектр образца со спектрами известных веществ, можно идентифицировать неизвестное вещество, определить основной состав полимеров, обнаружить примеси в атмосферном воздухе и газах, провести

фракционный или структурно-групповой анализ. В современных приборах ИК-спектр определяется сканированием по сдвигу фаз между двумя частями разделенного светового пучка (Фурье-спектрометрия). Этот метод дает значительный выигрыш в фотометрической точности и точности отсчета длины волны.

Фурье-спектрометры значительно выигрывают в фотометрической точности у дифракционных приборов. В дифракционных приборах на приемник попадает свет только в узком спектральном интервале, который попадает на выходную щель монохроматора. В Фурье спектрометрах на фотоприемник всегда поступает весь свет источника, и все спектральные линии регистрируются одновременно. Следовательно, возрастает соотношение сигнал/шум. **Фурье-спектрометрия** выигрывает также в точности отсчета длины волны. В дифракционных приборах длину волны можно определить только косвенно, а в Фурье-спектрометрах разность хода (и длина волны) определяется непосредственно с помощью лазера.

В состав Фурье-спектрометра входят оптический блок и система обработки данных. Оптический блок включает: модуль интерферометра; камеру объектива; кюветное отделение; камеру детектора. В состав системы обработки данных входят: персональный компьютер; принтер. Общий вид Фурье-спектрометра показан на Рис. 2.3.

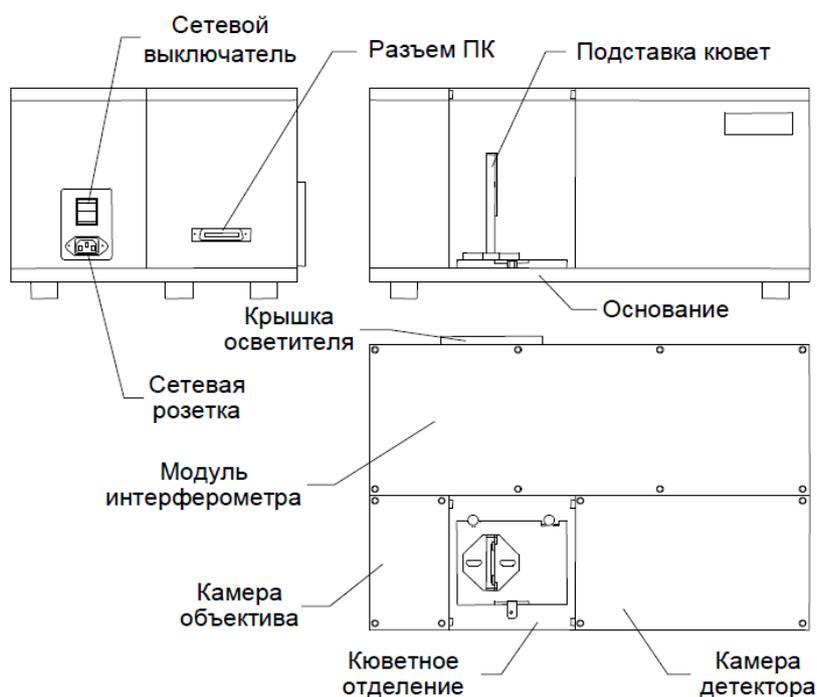


Рис. 2.3 Общий вид спектрометра

Модуль интерферометра включает осветитель с ИК-излучателем, двухлучевой интерферометр Майкельсона, блок управления спектрометром и блок питания. Для передачи ИК-излучения в стенках герметичных модулей имеются окна, прозрачные в ИК-области спектра.

Камера модуля интерферометра может быть снабжена вентилями для подсоединения системы продувки сухим инертным газом. Продувка камер инертным газом или их осушка с помощью силикагеля позволяет существенным образом уменьшить влияние углекислого газа и паров воды, находящихся в воздухе, на результаты измерения спектров.

Параллельное перемещение подвижного зеркала интерферометра обеспечивается использованием прецизионного подшипника скольжения и осуществляется с помощью линейного электродвигателя. Для точного отсчета оптической разности хода имеется вспомогательный референтный канал, использующий в качестве источника He-Ne лазер, излучение которого регистрируется после прохождения через тот же интерферометр. Поскольку длина волны излучения гелий-неонового лазера составляет $\lambda_0 = 0,6328$ мкм, референтный сигнал представляет собой серию импульсов, соответствующих изменению оптической разности хода на $\lambda_0/2 = 0,3164$ мкм. Импульсы референтного канала используются для запуска аналого-цифрового преобразователя (АЦП).

В кюветном отделении имеется возможность устанавливать исследуемые образцы, в том числе газовые и жидкостные кюветы. Для регистрации сигнала используется неселективный пироэлектрический ИК-детектор, который размещен в модуле детектора, установленном в соответствующей камере. Сигнал детектора усиливается усилителем с программируемым коэффициентом усиления и подается на вход АЦП, запуск которого осуществляется импульсами от референтного канала. Для управления процессом получения интерферограммы и обработки полученных данных спектрометр сопряжен с ПК.

Подробно рассмотрим оптический блок прибора. Он состоит из модуля интерферометра и кюветного отделения.

Оптическая схема Фурье-спектрометра показана на рис. 2.4.

Модуль интерферометра. В камере модуля интерферометра размещены блок интерферометра, осветитель, блок управления и блок питания. Интерферометр вместе с устройством сканирования собраны на едином жестком каркасе. Для параллельного перемещения подвижного зеркала используется прецизионный подшипник скольжения, привод осуществляется с помощью линейного электродвигателя. В качестве зеркал в плечах двухлучевого интерферометра использованы ретрорефлекторы в виде уголковых отражателей. Для неподвижного зеркала предусмотрена возможность юстировки. Сменный светоделитель в оправе закреплен под углом 30° к оси светового пучка.

На блоке интерферометра установлены He-Ne лазер, детектор референтного канала, оптопары-датчики границ перемещения подвижного зеркала, предварительные усилители сигнала оптопар и референтного канала, а также усилитель мощности системы управления линейным

электродвигателем. Имеется возможность юстировки элементов референтного канала.

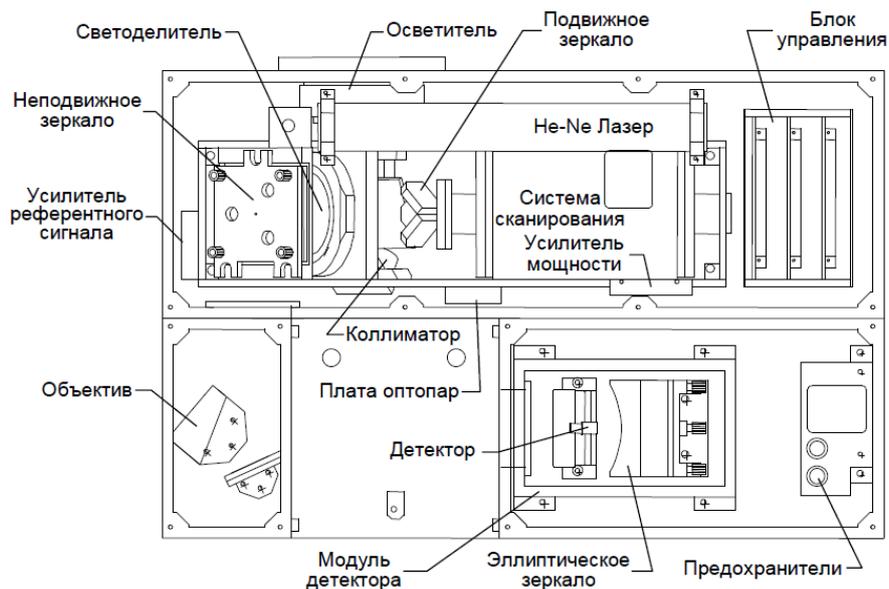


Рис. 2.4 Оптическая схема Фурье-спектрометра

Осветитель с ИК-излучателем расположен вблизи задней стенки камеры. Излучение от него коллимируется внеосевым параболическим зеркалом и в виде параллельного пучка попадает на вход интерферометра Майкельсона. Параллельный пучок с выхода интерферометра с помощью параболического зеркала через окно направляется в камеру объектива, и далее в кюветное отделение.

Кюветное отделение и камера детектора. На рис. 2.5 представлены различные аксессуары для проведения измерений.



Рис. 2.5 Аксессуары для ИК-Фурье спектроскопии

Кюветное отделение предназначено для размещения образцов и необходимых для проведения измерений оптических приспособлений, в том числе газовых и жидкостных кювет. В камере детектора размещается

герметичный модуль детектора в котором размещены детектор, эллиптическое зеркало, фокусирующее на нем ИК-излучение и предусилитель системы регистрации.

ЗАПИСЬ СПЕКТРА

Для управления ИК-Фурье-спектрометром ФСМ как универсальным спектрометром используется программа FSpec, которая обеспечивает:

- получение интерферограмм;
- преобразование интерферограмм в спектр с использованием фазовой коррекции методом Мерца и аподизацию вида $A(x) = \cos^2(\pi x / 2x_{max})$;
- организацию спектральной базой данных на внешних носителях информации и работу с ней;
- первичную обработку и преобразование спектров;
- представление данных в графическом виде на экране монитора или принтере;
- тестирование и настройку Фурье-спектрометра.

Программа FSpec для операционной среды Windows 9x/XP/Vista/7 запускается выбором соответствующей команды в системном меню Пуск. Основные элементы окна программы показаны на Рис. 2.6.

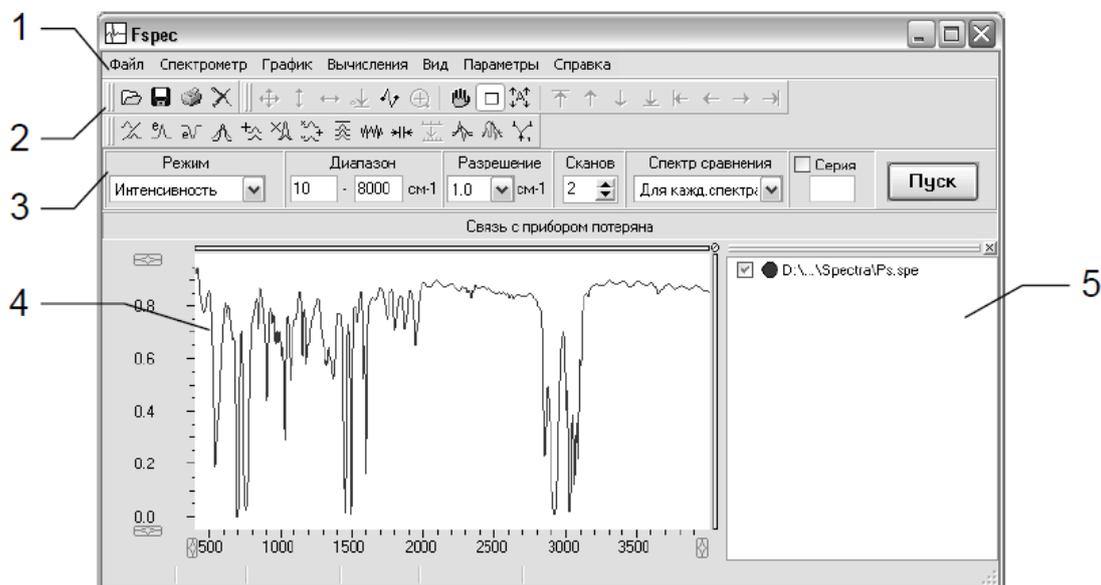


Рис. 2.6 Общий вид окна программы FSpec

В верхней части окна располагается главное меню 1. Под главным меню располагаются панели быстрых кнопок 2, дублирующие основные команды меню. Панель Измерения 3 используется для установки параметров и выполнения измерения спектра. Окно 4 используется для отображения спектров. Для визуального контроля данных, загруженных в

память компьютера, удобно вызвать вспомогательное окно Данные 5, содержащее название каждого спектра и указывающее цвет соответствующей линии на графике.

ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

1. Внимательно изучите инструкцию по эксплуатации спектрофотометра и гидравлического пресса;
2. Изучите экспериментальный практикум;
3. Для допуска к выполнению лабораторной работы ответьте на контрольные вопросы.

Задание 1. Приготовление таблеток.

1.1 Подготовка смеси для исследования

1. Образцы для дальнейших исследований изготавливаются в виде таблеток методом прессования. В качестве матрицы используется чистый KBr, не имеющий собственных сильных полос поглощения. Т.к. порошок KBr гигроскопичен и легко поглощает влагу из воздуха, то для исключения поглощения в области $3500\text{--}4000\text{ см}^{-1}$, вызванного -ОН группами, перед работой он прокаливается при температуре $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 4 часов;
2. Затем происходит смешивание матрицы и исследуемого образца в агатовой ступке при постоянном перемешивании за 5-10 мин (до консистенции муки). Пленку перемешать с KBr в приблизительном соотношении 1/99 (в зависимости от используемого вещества соотношение может незначительно изменяться, подбор необходимой концентрации проводится экспериментальным путем).

1.2 Сборка пресс-формы

Пресс-форма для изготовления таблеток состоит из шести частей (рис. 2.7). Произведите сборку согласно приведенному ниже алгоритму.

1. Основание (2) уже соединено с корпусом (1), цилиндр (3) присоедините к полученной конструкции;
2. В отверстие цилиндра опустите верхнюю (легко заходит в полость цилиндра, метка «В») наковальню (4) полированной стороной вверх;
3. Общий вес навески составляет 300 мг, с содержанием 1 вес. % исследуемого образца (в зависимости от исследуемого вещества процентное содержание может быть изменено). При таком количестве навески в пресс-форме ПФ-13 диаметром 13 мм получается таблетка толщиной 800–900 мкм. Подготовленную навеску смеси исследуемого вещества и KBr засыпьте в отверстие цилиндра (3);

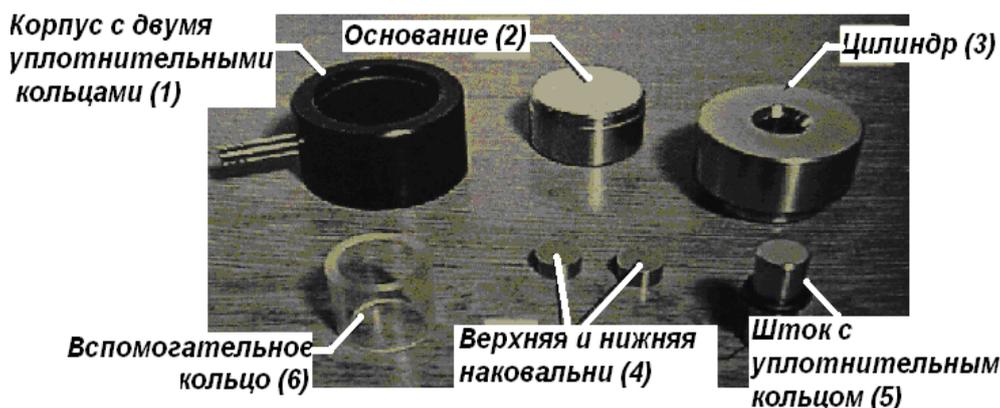


Рис. 2.7 Пресс-форма: составные части

4. Затем туда же опустите нижнюю наковальню (4) полированной стороной вниз;
5. В цилиндр (3) вставьте шток (5) и произведите прессование.

1.3 Прессование

На рис. 2.8 представлен пресс ПГР-400 (ООО «Мониторинг», Россия) и приведены его основные части. После смешивания с КВг навеска загружается в пресс-форму и данная конструкция помещается на стол гидравлического ручного пресса.

1. Пресс-форму поместите в центре стола (6);
2. Вращая настроечный винт (5), слегка прижмите шток пресс-формы к столу (6);

ВНИМАНИЕ!

ПРИ ПРОВЕДЕНИИ ПРЕССОВАНИЯ НЕОБХОДИМО, ЧТОБЫ ПОВЕРХНОСТИ СТОЛА И НАСТРОЕЧНОГО ВИНТА БЫЛИ ЧИСТЫМИ!

3. Произведите откачку воздуха вакуумным насосом в течение 2 мин. При прессовании без использования откачки таблетки после снятия нагрузки могут быстро потерять свою прозрачность;
4. После этого, качая ручку (7), поднимите давление до необходимой величины, контролируя его по манометру (2) (9 тс (240 бар)), затем оно выдерживается в течение 20 мин;
5. После завершения прессования отверните запорный винт (8), убедитесь по манометру (2) в снятии давления;
6. Отверните настроечный винт (5) и выньте пресс-форму;
7. При помощи вспомогательного кольца (6) (рис. 2.7) извлеките таблетку.

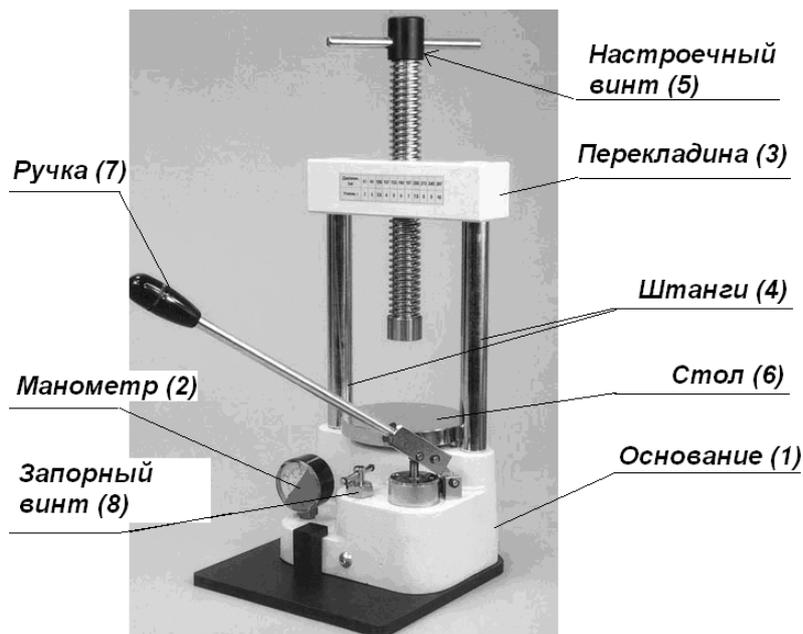


Рис. 2.8 Пресс ПГР-400

Задание 2. Получение ИК-спектра

Далее полученная таблетка помещается в ИК-Фурье-спектрометр и при помощи программы Fspres производится запись спектра пропускания.

4. Подготовка к измерению: изготовьте таблетки с KBr;
5. Включите ПК, включите спектрометр (красная кнопка справа на корпусе прибора);
6. Освободите кюветное отделение;
7. Запустите на ПК программу Fspres;
8. **Произведите первичную настройку прибора:**
9. Выберите *Спектрометр*→*Настройка*→*Интерферометр* (значение главного максимума интерферограммы в верхнем правом углу должно быть не менее 2–3);
10. Выберите *Спектрометр*→*Стоп*;
11. Измерение: *Спектрометр*→*Измерение*→*Пуск*;
12. Поместите в держатель исследуемый образец, выберите измеряемый параметр, установите диапазон и нажмите *OK*;
13. Сохраните файл в формате dat.

ВНИМАНИЕ!

ДЛЯ КОРРЕКТНОЙ ПОСЛЕДУЮЩЕЙ ОБРАБОТКИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ НЕОБХОДИМО ПЕРЕИМЕНОВАТЬ И СОХРАНИТЬ ПОЛУЧЕННЫЙ ФАЙЛ В ФОРМАТЕ .DAT!

СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА

1. Кратко рассмотреть теоретические вопросы;
2. Построить спектры пропускания для исследуемого вещества и матрицы с учетом нормировки данных по толщине на единицу;
3. Привести два спектра оптического пропускания для матрицы и композиции с исследуемым веществом. Найти отличия между спектрами и атрибутировать эти полосы при помощи литературных данных – исключить полосы, характерные для матрицы;
4. Произвести анализ полос поглощения, идентифицировать их.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Связь волнового числа с длиной волны, физический смысл;
2. Какую информацию можно получить из ИК-спектров? Области применения ИК-спектроскопии;
3. Что служит источником непрерывного спектра в инфракрасной области спектра?
4. Интерферометр Майкельсона. Оптическая схема. Основные характеристики;
5. Зачем при съемке ИК-спектров поглощения порошкообразных или мелкокристаллических веществ используются иммерсионные среды вазелинового масла или KBr;
6. Приведите основной закон, используемый для количественного анализа в ИК-спектроскопии;
7. В какой области спектра работает спектрометр ФСМ 1201?;
8. Опишите подробно порядок проведения измерений.

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Белл Р. Дж. Введение в Фурье-спектроскопию. – М.: Мир, 1975. – 382 с.;
2. Вагин В. А., Гершун М. А., Жижин Г. Н., Тарасов К. И. Светосильные спектральные приборы/ Под ред. К. И. Тарасова. – М.: Наука, 1988. –262 с.;
3. Купцов А.Х., Жижин Г.Н. Фурье-спектры комбинационного рассеяния и инфракрасного поглощения полимеров. – М.: Физматлит, 2001. – 656 с.
4. ИК-спектроскопия редких и рассеянных элементов: Учебно-методические указания по курсу «Физико-химические методы анализа» Сост. Егоров Н.Б., Шагалов В.В. – Томск: ТПУ, 2008. – 20 с.

Лабораторная работа № 3: ТЕРМОГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ И ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНО-ТЕРМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ: ОСОБЕННОСТИ ПРОБОПОДГОТОВКИ И ИЗМЕРЕНИЕ ТЕРМОГРАММ

Цели работы:

1. Ознакомиться с основными положениями теории термического анализа;
2. Ознакомиться с теорией анализа термограммы известного вещества;
3. Ознакомиться с методикой пробоподготовки;
4. Ознакомиться со схемой установки для термического анализа;
5. Обрести навыки регистрации и анализа термограмм.

Задачи, решаемые в лабораторной работе:

1. Ознакомление с методикой пробоподготовки образцов для термического анализа;
2. Измерение термограммы;
3. Анализ термограммы. Идентификация вещества и природы физико-химических процессов, произошедших в результате изменения температуры.

Объекты исследования: Вода дистиллированная; сахар-песок ГОСТ 21-94; неизвестное порошкообразное вещество.

Используемая аппаратура: Установка для дифференциально-термического анализа (ДТА) и термогравиметрического анализа (ТГА) «Thermoscan-2»; ручной гидравлический пресс ПГР-400 для пробоподготовки.

КРАТКИЕ СВЕДЕНИЯ ИЗ ТЕОРИИ

Термический анализ используется для изучения физико-химических свойств вещества и различных процессов, протекающих в нем при изменении температуры (нагревании или охлаждении) по определенному закону при помощи специальной управляющей программы. Как правило, изменение температуры носит линейный характер. Этот анализ проводится с помощью специальной аппаратуры, основным техническим результатом являются термические кривые – термограммы, которые зависят главным образом от химического состава и структуры исследуемого объекта.

Самым распространенным и основным методом термического анализа является дифференциально-термический анализ (ДТА) - метод исследования, заключающийся в нагревании или охлаждении образца с определенной скоростью и записи временной зависимости разницы температур между исследуемым образцом и образцом сравнения (эталоном), не претерпевающим никаких изменений в рассматриваемом

температурном интервале. Результатом измерения является температурная зависимость теплоемкости образца, которая несет информацию о собственно теплоемкости, теплоте плавления, испарения, фазовых переходов.

Наравне с ДТА широко применяется термогравиметрический анализ (ТГА) — метод термического анализа, при котором регистрируется изменение массы образца в зависимости от температуры. Результатом анализа являются ТГ-кривые — зависимости массы навески (или изменения массы навески) от температуры или времени. Для интерпретации результатов ТГ-анализа необходима обработка ТГ-кривых. ТГА несет информацию о испарении и окислении образца, т.е. переходе вещества в газообразное состояние.

В настоящее время выделяют три вида термогравиметрии:

а) **Изотермическую**, или стационарную, когда масса образца измеряется на протяжении некоторого времени при постоянной температуре;

б) **Квазистатическую**, когда образец измеряется при каждой из ряда возрастающих температур до достижения постоянного значения массы;

в) **Динамическую**, когда температура среды, окружающей нагреваемый образец, изменяется по заданному закону (обычно с постоянной скоростью).

Методы ТГА и ДТА могут использоваться для исследования процессов стеклования, кристаллизации, плавления, испарения, разложения, полиморфных переходов, а также для определения температуры воспламенения и теплоты горения.

Принципиальные схемы и принцип работы установок для ТГА и ДТА

Установка для термогравиметрического анализа (ТГА)

Термогравиметрия (ТГ) находит широкое применение для анализа в металлургии, лакокрасочной промышленности, производстве керамических и термопластичных материалов, органической и неорганической химии и пр.

Установка для ТГА (термоанализатор) состоит из высокоточных весов с тиглями, которые размещаются в камере небольшой электропечи (рис. 3.1, модуль взвешивания). В непосредственной близости от образца, например, под доньшком тигля, находится контрольная термopара, с высокой точностью измеряющая температуру. Камера печи может заполняться инертным газом для предотвращения окисления или иных нежелательных реакций. Для управления измеряющей аппаратурой и снятия показаний используется компьютер.

В процессе анализа температура поднимается с постоянной скоростью, и записывается изменение массы в зависимости от температуры. Верхний предел температуры ограничен только возможностями прибора, и может достигать 1500 °С и более. При этом, благодаря хорошей теплоизоляции печи температура на ее внешней поверхности невысока и не вызывает ожога.

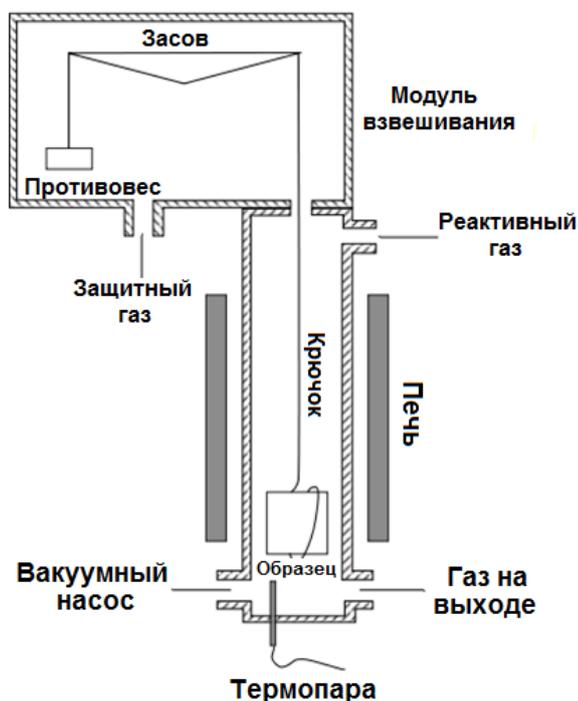


Рис. 3.1 Принципиальная схема установки для проведения термогравиметрического анализа

В методе ТГ-анализа высокое разрешение достигается за счет наличия петли обратной связи между весом образца и его температурой. Нагрев замедляется по мере изменения веса образца, и, таким образом, температуру, при которой изменяется вес можно установить с большой точностью. Многие современные термоанализаторы позволяют подключить к выходному штуцеру печи инфракрасный спектрофотометр для непосредственного анализа химического состава газа.

Установка для дифференциально-термического анализа (ДТА)

Дифференциально-термический анализ (ДТА) - метод исследования физических и химических превращений, сопровождающихся выделением или поглощением тепла. Сущность метода заключается в измерении разностей температур между исследуемым и эталонным образцами при их одновременном и идентичном нагреве или охлаждении (дифференциальной температуры). В качестве эталонного образца используется инертное вещество с близкими к исследуемому веществу

значениями теплоемкости и теплопроводности, которое в исследуемом диапазоне температур не испытывает никаких структурных и фазовых изменений. Таким образом, возникающая при одновременном нагреве или охлаждении исследуемого и эталонного образцов разность температур между ними обуславливается эндо- или экзотермическими превращениями или реакциями в исследуемом образце. Например, при исследованиях халькогенидных стеклообразных полупроводников ДТА служит для сравнительного анализа характеристик их молекулярной структуры с целью оценки степени пригодности материала для производства того или иного вида приборов.

С помощью ДТА возможно определять и абсолютные характеристики материала: температуру и энергию активации фазовых превращений, теплоты фазовых превращений.

Установка для ДТА (рис. 3.2) состоит из печи 4, в которую помещаются два тигля с исследуемым 1 и эталонным 2 образцами, снабженные термопарами 3; устройства для регулировки скорости нагрева печи 5 и приборов, фиксирующих температуру исследуемого образца 6 и разность температур между эталонным и исследуемым образцами 7.

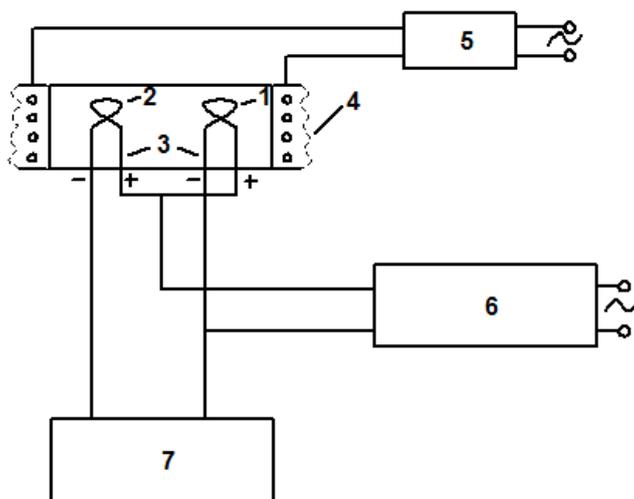


Рис. 3.2 *Схема установки дифференциально-термического анализа*

Для измерения разности температур термопары эталонного и исследуемого образцов соединяются встречно. Результирующая термо-ЭДС будет равна в этом случае разности термо-ЭДС соединенных термопар. При одинаковой температуре двух образцов выходной сигнал будет равен нулю, а при протекании эндо- и экзотермических реакций в исследуемом образце на термограмме при соответствующих температурах появляются пики, направленные в противоположные стороны.

Типичная термограмма ДТА халькогенидного стеклообразного полупроводника при нагревании приведена на рис. 3.3.

Как видно из термограммы, в процессе нагрева исследуемый образец

претерпевает три фазовых превращения:

- Размягчение материала при температуре T_g ;
- Экзотермический процесс кристаллизации материала в области температур между T_H и T_K ;
- Эндотермический процесс плавления образовавшейся кристаллической фазы при температуре $T_{пл}$.

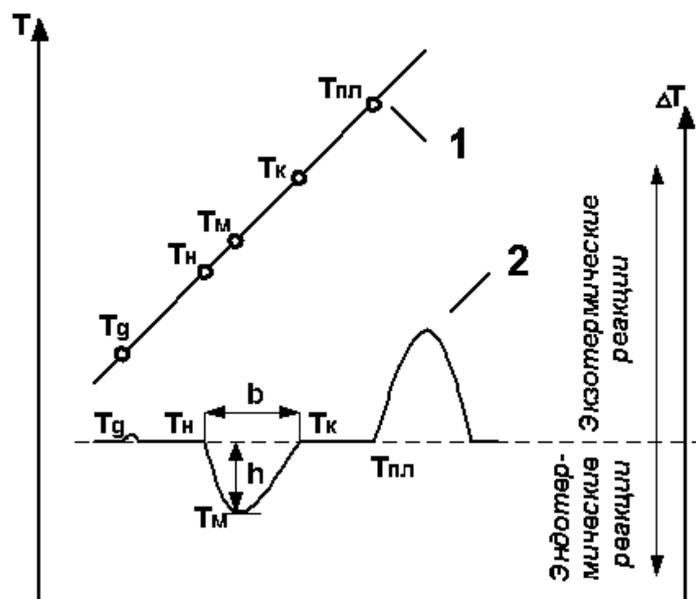


Рис.3.3 Термограмма дифференциально-термического анализа: кривая 1 – запись дифференциальной температуры, кривая 2 – запись температуры исследуемого образца

Характеристические точки термограммы: T_g – температура стеклования; T_H – температура начала пика кристаллизации; T_M – температура максимума пика кристаллизации; T_K – температура конца пика кристаллизации и $T_{пл}$ – температура плавления. Эти температуры определяются как точки пересечения нулевой (базовой) линии термограммы ($\Delta T=0$) с продолжением прямолинейных участков эндо- и экзотермических пиков.

Из термограммы ДТА может быть найдена энергия активации процесса кристаллизации исследуемого образца, которая связана со значением дифференциальной температуры в области температур образца от T_H до T_M следующим уравнением:

$$\ln \Delta T = C - \frac{E_{кр}}{RT}, \quad (3.1)$$

где ΔT – дифференциальная температура; T – абсолютная температура образца, К; C – постоянная; R – универсальная газовая постоянная, $R=8,326$ Дж/г·моль; $E_{кр}$ – энергия активации процесса кристаллизации, Дж/моль.

Из уравнения (1) следует:

$$E_{кр} = \frac{R(\ln T_1 - \ln T_2)}{\frac{1}{T_2} - \frac{1}{T_1}}, \quad (3.2)$$

где $T_n < T_1$ и $T_2 < T_m$.

Следует отметить, что характеристические точки термограммы могут несколько смещаться при изменении скорости нагрева образцов. Поэтому скорость нагрева должна строго контролироваться.

Факторы, влияющие на характер термограмм

ТГА и ДТА, используемые в данной работе, представляют собой динамические методы, в связи с этим число факторов, влияющих на ход кривых, довольно большое. Можно выделить следующие группы факторов, оказывающих влияние на результаты:

➤ **Факторы, связанные с измерительным прибором:** атмосфера печи; размер и форма печи; материал держателя образца; геометрия держателя образца; скорость нагрева; размещение термопары относительно образца;

➤ **Характеристики образца:** размер частиц образца; масса образца; теплопроводность; теплоемкость; плотность упаковки частиц образца; усадка образца; степень кристалличности.

Остановимся более подробно на некоторых из них.

1. Скорость нагрева

Увеличение скорости нагревания приводит к увеличению температур T_n и T_k . Повышение скорости нагревания также ухудшает разрешение двух соседних пиков, поэтому один из них может стать плохо различимым. Невысокие скорости нагревания могут привести к такому уменьшению пика, что на некоторых приборах их очень сложно обнаружить. Влияние скорости нагревания может сказаться также на разрешении двух соседних пиков кривой ДТА.

Так, например, был проведен эксперимент нагревания холестеринпропионата с разными скоростями от 2,5 до 10 °С/мин, и было обнаружено три перехода (рис. 3.4). Однако, при увеличении скорости нагревания до 30 °С/мин, один из пиков пропал, но появлялся новый, небольшой пик при более низких температурах. Такой эффект указывает на то, что использование высоких скоростей нагревания может быть полезным для выявления слабо выраженных переходов, которые сложно обнаружить при низких температурах.

2. Масса образца

Масса образца может влиять на ход ТГ-кривой вследствие: отклонений температуры образца от линейного закона при эндотермической или экзотермической реакции (чем больше масса, тем больше отклонение); различий в скорости диффузии образующегося газа через пустоты между твердыми частицами; существования больших градиентов температуры внутри образца. Например, при разложении карбоната кальция важно учитывать навеску образца, потому что можно ожидать, что при неоднородном процессе время, требуемое для полного разложения порошкообразного образца, будет возрастать с увеличением его массы.

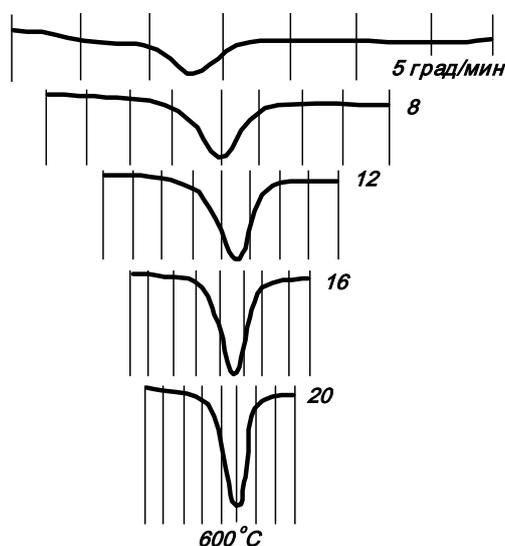


Рис. 3.4 Влияние скорости нагрева на пик температуры

3. Размер частиц образца

Влияние размера частиц на результаты термогравиметрического измерения недостаточно изучено. Размер частиц влияет на процесс диффузии выделяющихся газов, что сказывается на скорости реакции и, соответственно, на форме кривой. Чем меньше размер частиц, тем быстрее достигается равновесие и тем больше для любой заданной температуры степень разложения.

Пробоподготовка

До начала проведения термических исследований стоит подробнее остановиться на требованиях, которые предъявляются к исследуемому образцу:

➤ Образец не должен взаимодействовать с материалом тигля, в противном случае полученные данные не могут быть верно

интерпретированы. Если произошло взаимодействие тигля с образцом, то вероятнее всего, что такой тигель уже не может быть использован в дальнейших исследованиях;

➤ При исследованиях необходимо учитывать физико-химические свойства образца и не допускать испарения компонентов исследуемого материала в том случае, если это приводит к загрязнению печи;

➤ Для получения более точных результатов стоит также учитывать, что образец должен быть как можно более однородным. В случае твердых фаз необходимо предварительно измельчить образец до порошкообразного состояния. Материала должно быть столько, чтобы можно было покрыть дно тигля;

➤ Для измерения массы образца можно использовать аналитические весы, точность которых составляет ± 10 мг.

ОПИСАНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ УСТАНОВКИ И МЕТОДОВ ИЗМЕРЕНИЯ

Подробные инструкции и приемы работы на гидравлическом прессе ПГР-400 приведены в описании Лабораторной работы № 2 «ИК-Фурье спектроскопия: особенности пробоподготовки и измерение спектров оптического пропускания».

На рис. 3.5 приведен внешний вид установки для проведения термогравиметрического и дифференциально-термического анализа.

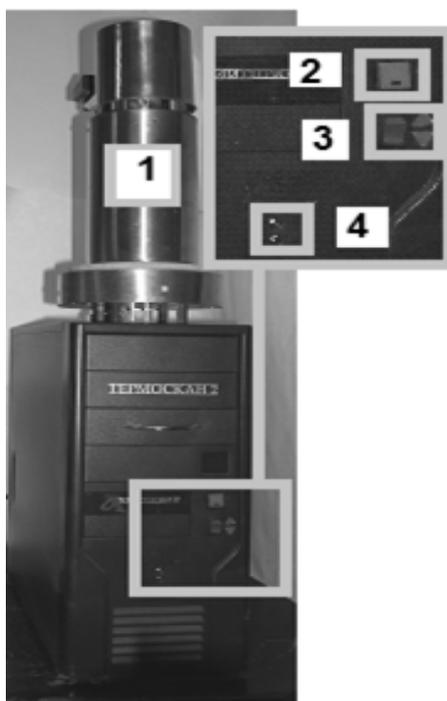


Рис. 3.5. Фронтальный вид прибора: 1 – нагревательный элемент; 2 – кнопка питания с индикатором питания; 3 – тумблер перемещения

нагревательного элемента; 4 – индикатор обрыва регулирующей термопары

Установка «Thermoscan-2» предназначена для определения температуры и оценки теплоты фазовых переходов и других процессов, связанных с выделением или поглощением тепла, а также для определения температуры и величины потери веса образца в процессе нагрева.

Изменение теплосодержания вещества при изменении температуры регистрируется на основе измерения разницы температур в исследуемом образце и в эталоне, у которого в требуемом интервале температур не происходит превращений. Изменение веса образца при изменении температуры определяется с помощью электронной системы непрерывного взвешивания.

Запись термограммы

Для управления установкой для дифференциально-термического анализа (ДТА) и термогравиметрического анализа (ТГА) «Thermoscan-2» используется программа Thermoscan, которая обеспечивает:

- Установку параметров эксперимента (скорость нагрева, максимальная температура);
- Получение термограмм;
- Первичную обработку и преобразование;
- Определение температуры эффектов и величины теплового эффекта;
- Представление данных в графическом виде на экране монитора или принтере.

Программа Thermoscan запускается выбором соответствующей команды в системном меню Пуск. Основные элементы окна программы показаны на рис. 3.6.

В верхней части окна располагается главное меню 1, непосредственно под ним располагаются панели быстрых кнопок 2, дублирующие основные команды меню (выпадающая вкладка Файл).

Панели 3 служат для переключения между графиками эталона и результирующего сигнала образца. На панели «Дифференциальный сигнал» строится график зависимости разницы температур образца и эталона от температуры (левая ось ординат) и график зависимости изменения веса образца от температуры (правая ось ординат). На панели «Сигнал с эталона» строится график зависимости температуры эталона от времени. Для просмотра той или иной зависимости достаточно установить курсор мыши на соответствующую панель и нажать на левую клавишу мыши.

Панель Измерения 4 используется для установки параметров и измерения спектра (масса или разница температур). Окно 5 используется для отображения спектров.

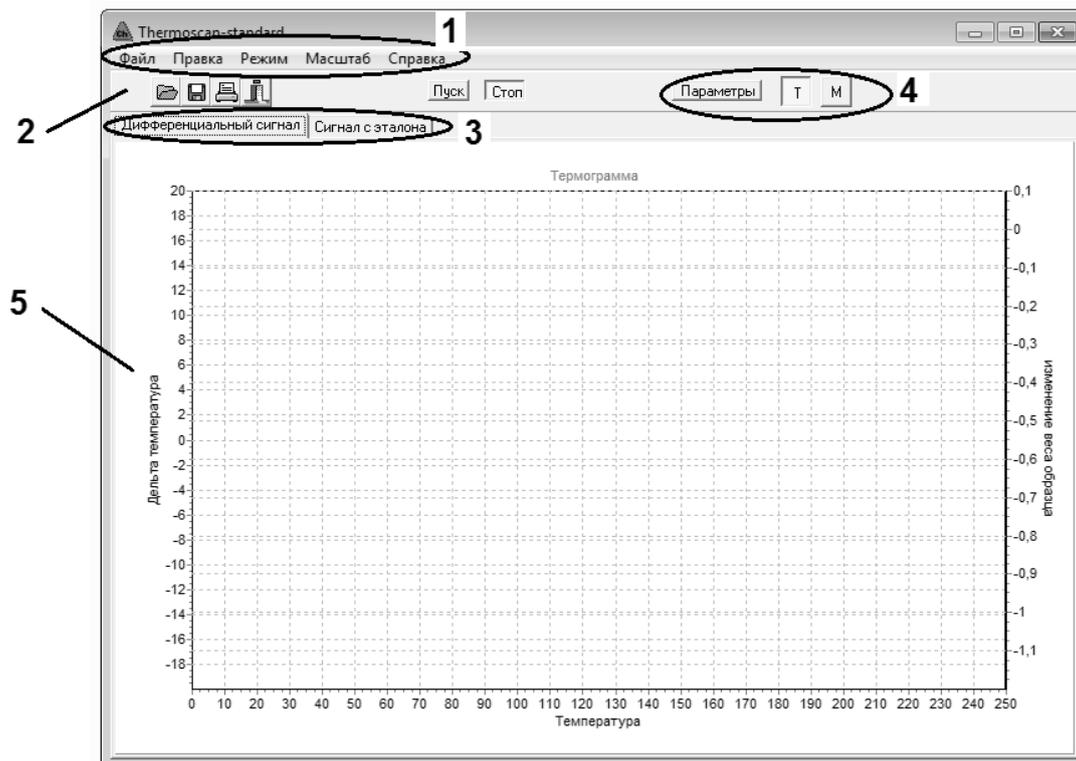


Рис. 3.6 Общий вид окна программы Thermoscan_standard

ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

1. Внимательно изучите инструкцию по эксплуатации установки «Thermoscan - 2» и гидравлического пресса;
2. Изучите экспериментальный практикум;
3. Для допуска к выполнению лабораторной работы ответьте на контрольные вопросы.

Задание 1. Приготовление образцов

Внимательно изучив технические параметры установки «Thermoscan-2», установите минимальную массу навески. Взвесьте пустую кювету.

1.1 Жидкие образцы. При помощи пипетки заполните кювету образца дистиллированной водой, произведите взвешивание.

1.2 Твердые образцы. Заполните кювету образца веществом, затем, используя гидравлический пресс (инструкция по работе приведена в лабораторной № 2), выполните прессование для уменьшения пустот между частицами вещества. Взвесьте кювету с образцом. Сахар-песок измельчите до состояния сахарной пудры при помощи агатовой ступки. В

соответствии с литературными данными подберите режим записи термограмм (скорость нагрева и максимальную температуру).

Задание 2. Запись термограммы

2.1 Методика записи термограммы

1. Включите питание компьютера и запустите программу Thermoscan-standard.exe или Thermoscan-sample.exe. В варианте программы standard термограмма строится в координатах разница температур образца и эталона – температура эталона, в варианте sample термограмма строится в координатах разница температур образца и эталона – температура образца. Термограмма, записанная в одной программе, может просматриваться в другой и наоборот;

2. Включите прибор, нажав на кнопку питания (загорится зеленый светодиод), затем нажмите на тумблер подъема нагревательного элемента (положение «вверх»), дождитесь полной остановки подъема;

ВНИМАНИЕ!

КЮВЕТУ С ОБРАЗЦОМ УСТАНАВЛИВАТЬ АККУРАТНО НА ТЕРМОПАРУ, НЕ НАЖИМАЯ, ПРЕВЫШЕНИЕ ДОПУСТИМОЙ НАГРУЗКИ МОЖЕТ ПРИВЕСТИ К ВЫХОДУ ИЗ СТРОЯ СИСТЕМЫ ВЗВЕШИВАНИЯ!

3. Установите кювету с образцом в кварцевый держатель на правую термопару и кювету с эталоном в кварцевую трубку на левую термопару (рис. 3.7).



Рис. 3.7 Размещение кювет с образцом и эталоном

4. Нажмите на тумблер подъема нагревательного элемента (положение «вниз»);

5. До начала измерений прибор должен находиться во включенном состоянии не менее 10 минут, иначе на кривой потери веса может наблюдаться дрейф сигнала;

6. В программе Thermoscan войдите в меню «Режим», подменю «Скорость» и выберите необходимую скорость нагрева (по умолчанию 10 град./мин.) и в подменю «Температура» и выберите предельную температуру нагрева (по умолчанию 400 °С);

7. Нажмите курсором на панель «Пуск». В случае необходимости, во время съемки можно изменять диапазон шкалы дифференциального сигнала («Масштаб» → «Дифф. Сигнал» или «Потеря веса»);

8. При достижении заданной температуры («Режим» → «Температура») съемка термограммы прекращается автоматически, при этом кнопка «Стоп» становится неактивной;

9. Сохранить результаты измерений: «Файл» → «Записать», выберите местонахождение файла и введите его имя (расширение .dat присваивается автоматически). Данные записываются в четыре столбца: температура эталона; разница температур образца и эталона; время; потеря веса.

2.2 Обработка термограмм

Процесс обработки термограмм (операции сглаживания полученных кривых и поиска граничных температур) доступен только при работе в программе Thermoscan.exe.

2.2.1. Сглаживание данных

Для сглаживания данных: «Правка» → «Сглаживание», выбрать подменю, соответствующее кривой, которую предполагается сглаживать. При этом на экране вместо экспериментальной кривой появится сглаженная кривая.

2.2.2 Определение температуры эффектов и величины теплового эффекта

1. Нажмите на панель «Параметры» при этом откроется специальное окно, в котором будут выводиться данные. Для работы с кривой δT необходимо, чтобы была нажата кнопка «Т»; для работы с кривой δM необходимо, чтобы была нажата кнопка «М».

2. Подведите курсор мыши к необходимой точке и нажмите на левую клавишу мыши (на указанном месте появится желтый кружок и в специальном окне появятся: номер точки, величина δT (δM), значение температуры соответствующее этой точке);

3. Для определения величины теплового эффекта должна быть нажата кнопка «Т». Подведите курсор мыши к началу теплового эффекта

(указатель мыши должен находиться на экспериментальной кривой) и нажмите на правую клавишу мыши. (указанное начало теплового эффекта отмечается зеленым квадратом), аналогично отметьте конец теплового эффекта (появится второй зеленый квадрат и зеленая линия, соединяющая начало и конец теплового эффекта и замыкающая площадь теплового эффекта). В специальном окне появятся данные о температуре начала и конца теплового эффекта и его величине.

4. Для закрытия специального окна снова нажмите на панель «Параметры».

СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА

1. Кратко рассмотреть теоретические вопросы;
2. Привести термограммы воды, сахара и неизвестного вещества. Графики построить по двум температурным зависимостям (масса и разница температур). При помощи возможностей программы Thermoscan.exe определить начальные и конечные температуры эффектов;
3. Произвести анализ термограмм (атрибутировать пики). Для сахара и воды рассмотреть по литературным данным все процессы, сопровождающиеся изменением массы (привести химические реакции). Для неизвестного вещества идентифицировать все переходы, максимально полно описать его свойства.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Перечислите основные методы термического анализа;
2. Приведите примеры термических реакций, сопровождающихся изменением массы;
3. Какие факторы влияют на ход ТГ-кривой?
4. Перечислите виды ТГА. К какому виду относится установка, используемая в данной работе?
5. Методика проведения термогравиметрического анализа;
6. Какие методы исследования структуры относятся к прямым, а какие к косвенным?
7. В чем заключается принцип метода ДТА?
8. Какие требования предъявляются к эталонному веществу?
9. Перечислите требования к пробоподготовке.

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. У. Уэндландт. Термические методы анализа.– М.: Мир, 1978.– 527 с.;

2. Термогравиметрический метод анализа силикатных материалов: Учебно-методические указания по курсам «Физико-химия твердого тела» и «Физическая химия тугоплавких неметаллических и силикатных материалов» Сост. Хабас Т.А., Кулинич Е.А., Егорова Е.Ю. – Томск: ТПУ, 2007. – 20 с.;
3. Кочнев А.М., Заикин А.Е., Галибеев С.С., Архиреев В.П. Физико-химия полимеров.– Казань: Фэн, 2003. – 512с.;
4. Дифференциально-термический и термогравиметрический анализы полимеров: Метод. указания Сост. О.Н. Кузнецова, А.М. Кочнев, В.П. Архиреев.– Казань:КГТУ.– 1994. – 20 с.;
5. Я. Шестак. Теория термического анализа: физико-химические свойства твёрдых неорганических веществ.– М.: Мир.– 1987.– 455с.;

Лабораторная работа № 4 ИЗМЕРЕНИЕ ФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ОПТИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ: ПОКАЗАТЕЛЯ ПРЕЛОМЛЕНИЯ, ТОЛЩИНЫ И ТВЕРДОСТИ

Цели работы:

1. Ознакомиться с методом измерения показателя преломления твердых и жидких веществ и принципом работы рефрактометра Аббе;
2. Ознакомиться с различными методами измерения толщины исследуемого образца;
3. Ознакомиться с методом измерения твердости материала по методу Бринелля.

Задачи, решаемые в лабораторной работе:

1. Измерить показатель преломления фотополимеризуемой бинарной композиции, каждого из ее компонентов. Рассмотреть свойство аддитивности показателя преломления многокомпонентного вещества;
2. Подобрать метод измерения толщины для различных объектов (толщиномером или на микроинтерферометре Линника) и освоить методики – механическую и интерференционную;
3. Ознакомиться с методикой и подобрать параметры для измерения твердости пленочного образца по методу Бринелля (усилия и времени прижима).

Объекты исследования: Бинарная мономерная композиция, состоящая из акрилатных мономеров (пленочный образец) и каждый из компонентов по отдельности; дистиллированная вода; изопропиловый спирт.

Используемая аппаратура: рефрактометр лабораторный ИРФ-454 Б2М; толщиномер индикаторного типа ТП 10-60; микроинтерферометр Линника МИИ-4; измеритель твердости покрытий «Булат-Т1»; оптический микроскоп Olympus STM6.

КРАТКИЕ СВЕДЕНИЯ ИЗ ТЕОРИИ

Успешная работа исследователя зависит не только от хорошей оснащённости лаборатории современными приборами, но и от знания и применения теоретических и технических аспектов современных измерений, их возможностей и перспектив.

Известно, что оптические свойства зависят от толщины образца. Правильный выбор методики измерения этого параметра является залогом достоверного определения оптических свойств материала, например, оптического пропускания/поглощения.

Для дальнейшей эксплуатации изделия важным параметром является твердость. От исследователя требуется в соответствии с составом и

характеристиками исследуемого материала выбрать подходящий метод измерения.

1. Показатель преломления

Одной из главных характеристик оптического материала является показатель преломления n , измеренный для различных длин волн света. Значение показателя преломления с изменением длины волны непрерывно и плавно меняется.

Известно, что свет в веществе движется медленнее, чем в вакууме. Этот факт учитывается введением показателя преломления

$$n = \frac{c}{c'} = \frac{\sin \varphi}{\sin \varphi'} \quad (4.1)$$

где c – скорость света в вакууме, c' – скорость света в веществе, φ и φ' – углы падения и преломления света, соответственно.

Под действием электрического поля световой волны в молекулах среды индуцируются электрические диполи, совершающие вынужденные колебания с частотой, равной частоте воздействующей световой волны. Эти диполи являются источниками вторичных световых волн. В результате сложения первичной волны и всех вторичных волн возникает результирующая волна, которая внутри среды распространяется в соответствии с законами преломления, а вне ее – в соответствии с законами отражения. Молекулярная теория объясняет, таким образом, отсутствие света по направлениям, отличным от направлений преломленного и отраженного лучей. Это справедливо лишь при условиях равномерного распределения молекул вещества по объему и малости расстояний между ними по сравнению с длиной световой волны. Только при этих условиях (вследствие интерференции когерентных вторичных волн) свет гасится по всем направлениям, кроме предписанных законами геометрической оптики. Таким образом, вводится условие отсутствия рассеяния – достаточно плотное распределение диполей – молекул в полимере, при котором расстояние между элементарными диполями много меньше длины световой волны, что имеет место во всех однородных конденсированных средах (жидкости, твердые тела).

Показатель преломления полимерных материалов зависит от длины волны падающего излучения и плотности полимера, меняющейся с температурой. В области олигомеров n зависит от молекулярной массы M . По достижении некоторого M эта зависимость исчезает.

*Обычно полимеры состоят из сотен – тысяч элементарных звеньев – молекул мономера. Последовательность образования полимера: **мономер – олигомер – полимер**. Олигомер – полимер, состоящий из двух – пяти элементарных звеньев. Мера измерения длины полимера –*

молекулярная масса.

Для растворов полимеров n возрастает с ростом концентрации C линейно в достаточно большой области концентраций:

$$n_c = n_0 + \frac{dn}{dc} \cdot c \quad (4.2)$$

где n_c – показатель преломления при данной концентрации c ; n_0 – показатель преломления растворителя; $\frac{dn}{dc}$ – инкремент показателя преломления.

Наиболее распространенные методы определения **показателя преломления (n)** — рефрактометрия и интерферометрия. Для специальных условий n определяют по отношению к стандартной атмосфере. У большинства полимеров n близок к 1,5; максимальные $n = 1,6 - 1,7$ имеют феноло-фурфурольные и феноло-формальдегидные полимеры; минимальные $n = 1,31-1,35$ — фторопласты.

Учет n полимеров в первую очередь требуется в пленочной электронике (печатные схемы) и оптоэлектронике; при автоматизации химических процессов (контроль процесса по непрерывному измерению n); при конструировании **в волоконной оптике (особенно в оптических преобразователях)**.

Важно:

- При смешивании (или совместной полимеризации) компонентов показатели преломления складываются аддитивно. Поэтому результирующий показатель преломления можно определить как среднее арифметическое отдельных компонент.
- Увеличение плотности полимера, например при полимеризации, обычно приводит к повышению показателя преломления на 0,02–0,04, но здесь имеет значение суперпозиция нескольких факторов и величину изменения показателя преломления можно определить только экспериментально.

Измерение показателя преломления полезно при контроле чистоты и состава пленок из прозрачных полимеров в целях простой идентификации. Измеряется на рефрактометрах с точностью, как правило, до четырех значащих цифр.

Для однородных, почти бесцветных, прозрачных и/или почти белых полупрозрачных полимерных пленок измерение показателя пожелтения рекомендуется для определения степени желтизны или ее изменения. Стандарт для измерения показателя преломления ASTM D542.

2. Твердость

Твердость — сопротивление материала проникновению в него другого более твердого тела. В общем случае при измерении индентор

внедряется в поверхность исследуемого материала под определенной нагрузкой на установленный интервал времени. Определение твердости осуществляется по глубине отпечатка.

С точки зрения механики твердость представляет собой локальное сопротивление упругим и пластическим деформациям при внедрении в плоскость испытуемого материала жесткого наконечника и выражается средним контактным давлением ($\text{кгс}/\text{мм}^2$) на поверхности невосстановленного отпечатка. Существует достаточное количество методов измерения твердости образцов, разница заключается в форме индентора: метод Виккерса — алмазная пирамидка, метод Роквелла — алмазный конус, метод Бринелля — стальной шарик.

В данной работе твердость измерялась методом Бринелля. Для измерений использовался измеритель твердости «Булат-Т1», предназначенный для контроля твердости лакокрасочных, мастичных и других покрытий по отпечатку шарового наконечника, прикладываемого с задаваемым усилием. Например, метод измерения твердости металлов по Бринеллю регламентирует ГОСТ 9012-59 (ИСО 6506-81, ИСО 410-82) (в редакции 1990 г.). Суть данного метода заключается во вдавливании шарика в образец под действием силы, приложенной перпендикулярно поверхности образца в течение 10 с и измерении диаметра отпечатка после снятия силы.

В результате систематических экспериментальных исследований были отобраны некоторые формы инденторов, ставшие стандартными при испытании на твердость. К ним относятся шар, конус с углом заострения 120° , пирамида с квадратным основанием и углом между противоположными гранями 136° . Было предложено много других форм, часть из которых нашла некоторое распространение, например ромбическая пирамида Кнуппа, трехгранная пирамида Берковича и некоторые другие.

За основу рациональной системы инденторов целесообразно выбрать наиболее теоретически обоснованное вдавливание жесткого шара (сферы) (рис. 4.1) в плоскую поверхность материала. Испытание по Бринеллю обеспечивает сферически симметричное распределение напряжений вокруг индентора. Стандартное отношение d/D равно $0,25 \div 0,50$ (в среднем $0,375$) отвечает большим степеням деформации и устойчиво связано с пределом прочности. При таком отношении диаметров отпечатка и шара угол вдавливания равен 44° , а дополнительный к нему угол заострения составляет 136° .

Принцип действия и форма наконечника: вдавливание стального закаленного шарика диаметром $D = 1,25; 2,5; 5$ или 10 мм нагрузками в $15,625\text{--}3000$ кгс в плоскую поверхность испытуемого тела. Измеряемый параметр, метод вычисления твердости и ее условная размерность.

Твердость вычисляется по диаметру отпечатка d как нагрузка, отнесенная к площади поверхности отпечатка:

$$HB = \frac{P}{\left(\frac{\pi D}{2}\right)(D - \sqrt{D^2 - d^2})}, \quad (4.3)$$

где P – усилие прижима, кг; D – диаметр шарового наконечника, мм; d – диаметр отпечатка, мм $[HB]=\text{кгс}/\text{мм}^2$.

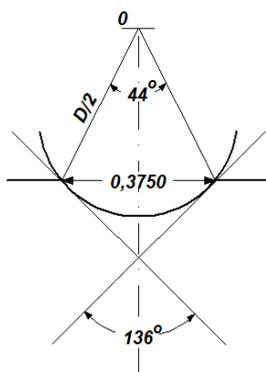


Рис. 4.1 Сферический индентор. Метод Бринелля

Вдавливание шарика рационально использовать для получения диаграмм твердости нагрузкой, возрастающей от 0 до P_{\max} , что отвечает увеличению диаметра отпечатка от 0 до D , глубины отпечатка от 0 до R и степени деформации d/D от 0 до 0,5. Если деформацию характеризовать отношением h_{omn}/d_{omn} , то степень деформации будет изменяться от 0 при $P = 0$ до $R/D = 0,5$ при глубине вдавливания до экватора шарика. Выбор среднего угла вдавливания шарика 44° имеет некоторый произвол, однако интервал d/D в пределах $0,25 \div 0,50$ практически наиболее целесообразен. На диаграммах твердости мягких сталей максимум твердости отвечает пределу прочности $\sigma_b \approx 0,33 \cdot HB$.

3. Толщина

Существует множество методов измерения толщины твердых образцов. При толщинах свыше 10 мкм можно использовать классический толщиномер индикаторного типа, а при толщинах порядка единиц микрометров - микроинтерферометр Линника.

3.1 Толщиномер индикаторного типа

Принцип действия механический. Толщиномер представляет собой скобу, в которой сверху расположено отсчетное устройство со

специальным наконечником, а снизу пятка. Толщиномеры настольные имеют скобу с поверхностью, предназначенной для установки на плоскости. Толщиномеры ручные имеют скобу с отверстием, удобным для удерживания прибора в руке. Толщиномеры с нормированным измерительным усилием имеют арретир (отводку) для отвода наконечника отсчетного устройства.

3.2 Микроинтерферометр

Воспользовавшись явлением интерференции световых волн при помощи светового микроскопа можно не только получить увеличенное изображение поверхности объекта, но и восстановить рельеф этой поверхности. Иными словами, необходимо обеспечить в микроскопе регистрацию не только амплитуды отраженной от объекта световой волны, но и ее фазы. Микроскопы, реализующие эту функцию, называются микроинтерферометрами. В них обеспечивается наличие опорной волны, с которой будет сравниваться волна, отраженная от объекта. Для создания опорной волны используется еще один микрообъектив и зеркало, которые располагаются в горизонтальном плече интерферометра (рис. 4.2).

По сути, прибор представляет собой два микроскопа с общим тубусом. Один формирует изображение поверхности объекта, второй с изображение поверхности опорного зеркала М. Важной деталью является то, что у этих двух микроскопов один источник излучения S и, следовательно, формируемые в них изображения могут быть взаимно когерентными и при определенных условиях формировать интерференционную картину. Вид этой интерференционной картины несет информацию о различиях в рельефе и структуре контролируемой и опорной поверхностей.

Это позволяет получить увеличенное в нужное число раз изображение интерференционной картины в поле зрения микроскопа, наложенное на изображение объекта, и измерять координатным методом вырисовывающиеся таким образом неровности с помощью обычного винтового окулярного микрометра.

Высота неровности определяется путем сравнения размеров неровностей профиля с шириной интерференционной полосы. Расстояние в одну полосу соответствует размеру неровности профиля поверхности, равному половине длины волны света, т.е. обычно 0,275 мкм.

В качестве источника излучения используется протяженный источник белого света S – лампа накаливания. Осветительная система микроинтерферометра, состоит из коллектора L1, апертурной диафрагмы А, полевой диафрагмы F и конденсора L2. Система устроена таким образом, что формирует изображение источника так, что объект Obj и опорное зеркало М освещаются параллельными пучками лучей,

исходящими от разных точек источника и имеющих различный наклон относительно оптической оси, поскольку источник света имеет конечные размеры. Светоделитель позволяет получить два вторичных источника, излучения которых являются когерентными. Поскольку светоделительная пластина вносит разность в длину хода лучей в горизонтальном и вертикальном плече микроскопа, то для уравнивая этих длин в одно из плечей вводится компенсационная пластина (на рисунке не показана). В обратном ходе лучей микрообъективы MO1 и MO2 строят изображения, соответственно, объекта Obj и зеркала M в бесконечности. Предметное и опорное оптические поля интерферируют, образуя в бесконечности изображение с интерференционными полосами. В фокальной плоскости линзы L3 происходит точное наложение интерференционных картин от всех пар точек источников, что приводит к формированию контрастной результирующей интерференционной картины. При помощи линзы L3 это изображение переносится в фокальную плоскость окуляра O. При этом изображения поверхности объекта, поверхности опорного зеркала и плоскость локализации интерференционных полос совмещены в одной плоскости.

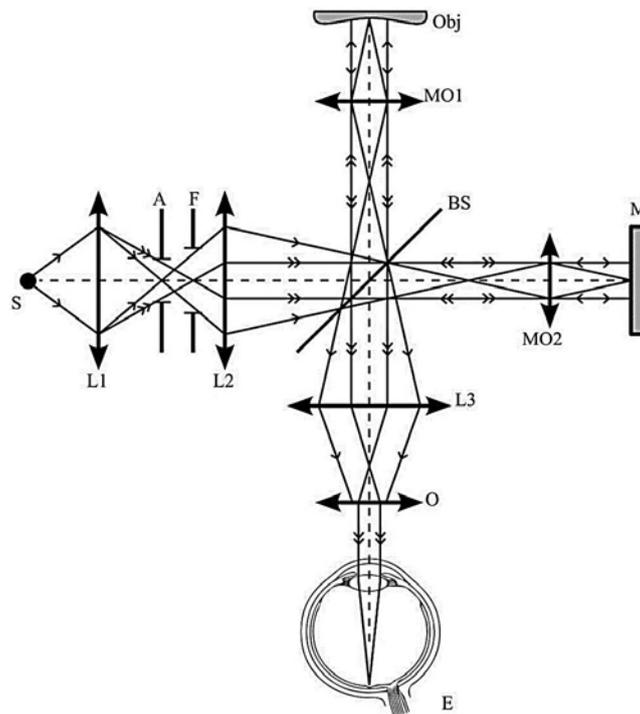


Рис. 4.2 Оптическая схема интерферометра

Смещение объектива MO2 относительно горизонтальной оси позволяет изменять длину хода в горизонтальном плече, что приводит к изменению периода интерференционных полос (одновременно происходит их поворот).

Если вместо зеркала в предметном плече интерферометра находится объект, имеющий неровную поверхность, то в разности хода интерферирующих полей появляются локальные изменения, в результате чего в том месте, где есть неровность поверхности полосы сместятся. По виду искривления полос можно судить о высоте, или глубине неровности. Высота ступеньки рельефа H определяются по формуле $H=h_2/h_1 \cdot \lambda/2$, где h_2 и h_1 – высота неровностей и ширина интерференционной полосы (расстояние между серединами или краями двух соседних темных или светлых полос) в делениях круговой шкалы барабана винтового микрометра; λ – длина волны света, применяемого в измерениях (рис. 4.3).

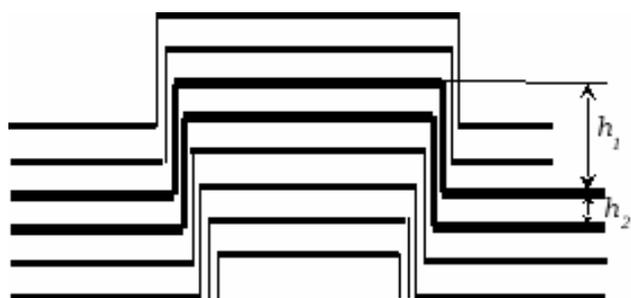


Рис. 4.3 Идеализированная интерференционная картина объекта с неровностями поверхности

При проведении измерений в белом свете в качестве значения λ берут среднее значение длины волны видимого диапазона $\lambda= 550$ нм. При работе с белым светом все измерения производятся по двум черным полосам (максимальной интенсивности). Величина интервала между полосами h_2 выражается числом делений барабанчика окулярного микрометра. Для большей точности измерения наводку нити перекрестия лучше всего производить по середине, а не по краю полосы.

Интерференция в тонких пленках

При освещении тонкой пленки параллельным световым пучком происходит отражение света как от верхней, так и от нижней границы пленки (рис. 4.4). Отраженные лучи интерферируют. Результат интерференции зависит от разности хода, который в свою очередь определяется толщиной пленки. Волны с длиной волны, отвечающей условию максимума усиливаются, волны с длиной волны, отвечающей условию минимума – гасятся. При освещении белым светом цвет пленки определяют те волны спектра, которые усиливают друг друга. Таким образом, цвет, тонкой пленки будет определяться ее толщиной.

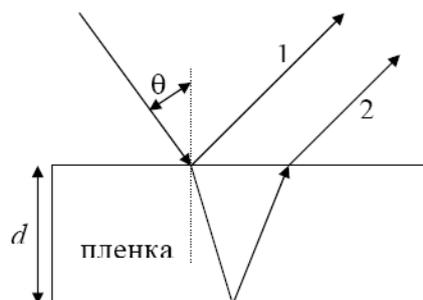


Рис. 4.4 Интерференция в тонкой пленке

ОПИСАНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ УСТАНОВКИ И МЕТОДОВ ИЗМЕРЕНИЯ

1. Рефрактометр Аббе

Рефрактометр ИРФ-454 служит для быстрого определения показателей преломления жидких и твердых тел. Оптическая схема рефрактометра представлена на рис 4.5.

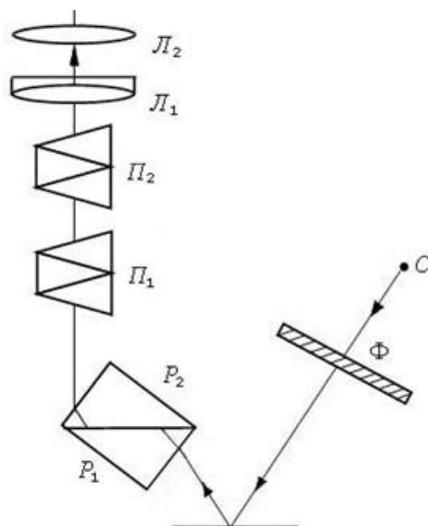


Рис. 4.5 Схема рефрактометра

Основной его частью являются две стеклянные прямоугольные призмы P_1 и P_2 , изготовленные из стекла с большим показателем преломления. В разрезе призмы имеют вид прямоугольных треугольников, обращенных друг к другу гипотенузами; зазор между призмами имеет ширину около 0,1 мм и служит для помещения исследуемой жидкости.

Окрашенность границы света-тени устраняется вращением призм Амичи Π_1 и Π_2 . Наблюдение производят через окуляр L_2 . Перекрестие с призмой P_1 служит для совмещения границы света и тени.

Лабораторная работа выполняется с применением рефрактометра ИРФ- 454 (рис. 4.6). Принцип действия рефрактометра основан на явлении полного внутреннего отражения при прохождении светом границы раздела двух сред с разными показателями преломления: изучаемого вещества и призмы с известным значением коэффициента преломления.

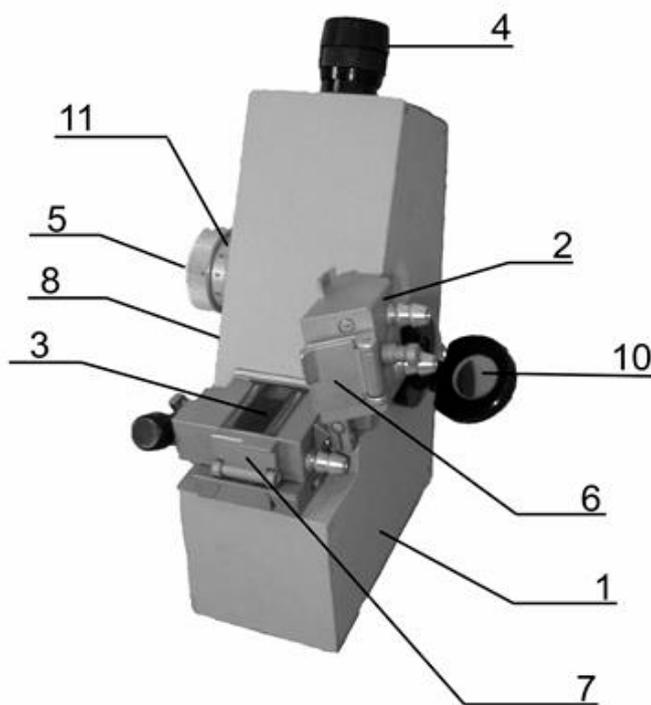


Рис. 4.6 Рефрактометр Аббе (ИРФ-454)

Прибор ИРФ-454 представляет собой современную модель рефрактометра Аббе. Он состоит из следующих основных частей: корпуса 1, измерительной головки 3 и зрительной трубы 4 с отсчетным устройством. В измерительной головке находится призмный блок Аббе, который жестко связан со шкалой отсчетного устройства, расположенной внутри корпуса. Шкала подсвечивается зеркалом 10 и проецируется специальной оптической системой в поле зрения трубы. Таким образом, в поле зрения трубы одновременно видны граничная линия, крест нитей, деления шкалы и визирный штрих шкалы.

Подсветка призм осуществляется зеркалами 6 и 7 дневным светом или от электрической лампы накаливания. Поиск границы раздела света и совмещение ее с перекрестием сетки осуществляется разворотом зеркала и шкалы вращением маховичка 8. Подсвет лампы производят зеркалом 10.

Компенсатор состоит из двух призм прямого зрения (призм Амичи). Маховичком 5 призмы Амичи поворачиваются одновременно в разные стороны. При этом изменяется угловая дисперсия компенсатора и устраняется окрашенность границы раздела света и тени, вместе с

маховичком 5 вращается и шкала 11, с которой снимается отсчет для определения дисперсии призмы.

2. Измеритель твердости покрытий

В данной работе твердость измеряется методом Бринелля. Для этого использовался измеритель твердости «Булат-Т1», предназначенный для контроля твердости лакокрасочных, мастичных и других покрытий по отпечатку шарового наконечника, прикладываемого с задаваемым усилием (рис. 4.7).

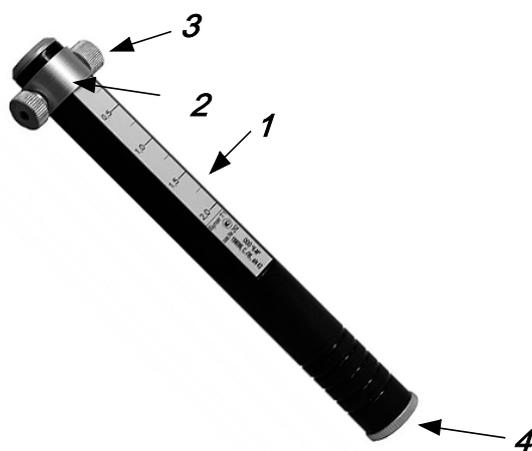


Рис. 4.7 Измеритель твердости: 1- корпус; 2- накладное кольцо; 3- фиксирующая гайка; 4- шаровой наконечник (индентор)

Внутри корпуса 1 установлена пружина с регулируемым усилием давящая на шаровой наконечник 4. На корпусе прибора нанесена шкала, указывающая величину усилия. Регулировка усилия пружины осуществляется накладным кольцом 2 с фиксирующей гайкой 3.

3. Микронтерферометр Линника

Микронтерферометр Линника МИИ-4 предназначен для визуальной оценки, измерения и фотографирования высоты неровностей тонкообработанных поверхностей. Принцип действия прибора основан на явлении интерференции света. Для получения двух систем волн, способных интерферировать, пользуются разделением светового пучка (исходящего из одной точки источника света) на наклонной плоскопараллельной пластинке с полупрозрачным делительным покрытием. В результате интерференции двух систем волн в фокальной

плоскости окуляра наблюдаются интерференционные полосы. Разность хода интерферирующих лучей от центра поля к краям увеличивается и проходит все значения: 0 , $\lambda/2$, $3\lambda/2$, 2λ и т.д., где λ — длина волны света. В точках поля, где разность хода равна λ , 2λ , 3λ и т.д., в результате интерференции пучков получаются световые полосы, а в точках, где разность хода равна $\lambda/2$, $3\lambda/2$, $5\lambda/2$ и т.д. темные полосы. В поле зрения микроинтерферометра наблюдаются одновременно интерференционные полосы и исследуемая поверхность. Перемещение исследуемой поверхности вверх или вниз на какую-нибудь малую величину вызывает изменение хода лучей на двойную величину перемещения поверхности, так как свет проходит это расстояние дважды. Изменение хода лучей в одной ветви прибора вызывает изменение разности хода интерферирующих лучей, в результате чего полосы в поле зрения смещаются. Если на исследуемой поверхности имеется бугор или впадина, то в этом месте имеется разность хода и, следовательно, полосы смещаются.

На рис. 4.8 изображен микроинтерферометр МИИ-4 и перечислены основные узлы.

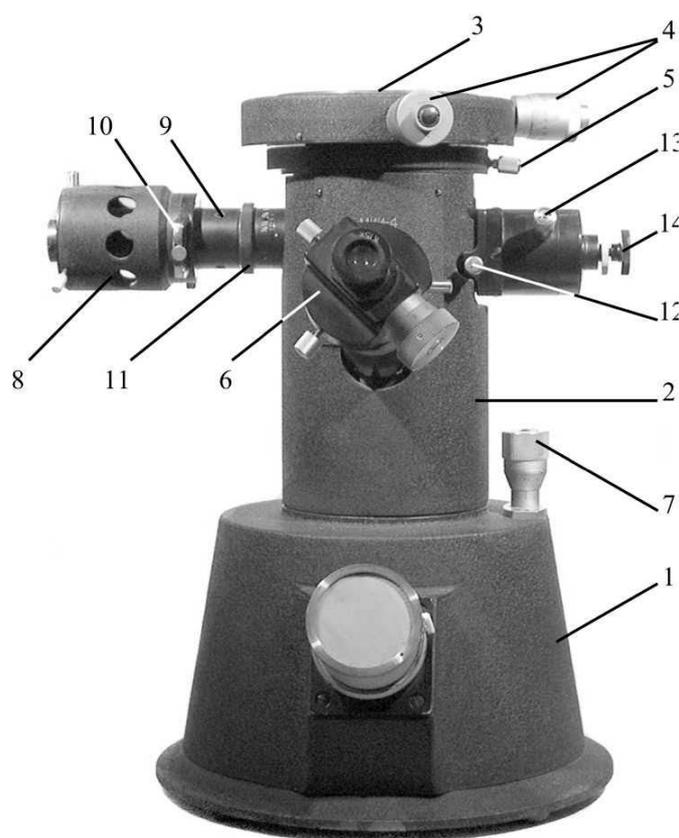


Рис. 4.8 Внешний вид и элементы управления микроинтерферометра МИИ-4

Полая цилиндрическая колонка 2 с элементами оптики крепится на основании 1. Сверху располагается предметный столик 3, который крепится стопорным винтом 5 и может вращаться и перемещаться с помощью микрометрических винтов 4. На колонке располагается окулярная головка 6, куда может вставляться винтовой окуляр-микрометр. Блок осветительной системы 9 включает в себя осветитель 8, блок светофильтров 10, диафрагма ширины интерференционных полос (одновременно происходит их поворот), винт 14 смещает интерференционную картину в поле зрения.

ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

1. Внимательно изучите инструкции по эксплуатации;
2. Изучите экспериментальный практикум;
3. Для допуска к выполнению лабораторной работы ответьте на контрольные вопросы.

Задание 1. Приготовление образцов

1. Для измерения показателя преломления необходимо приготовить пленки из трех составов: бинарной мономерной композиции и каждого компонента в отдельности. Во все составы введен инициатор полимеризации. Для получения пленок необходимо под действием УФ-излучения ртутной лампы проведите полимеризацию. Пленки по размеру должны полностью закрывать измерительную призму рефрактометра, минимальное количество пленок каждого состава 3 шт. После измерения показателя преломления пленки утилизировать;
2. Для измерения твердости также используются пленки из указанных в пп. 1.1 составов. После измерения показателя преломления пленки утилизировать;
3. Для измерения толщины на микроинтерферометре используются 2-3 образца типа: «фоторезист, нанесенный при помощи центрифуги, на кремниевую подложку»; на толщиномере измерить образцы из составов пп 1.1.

Задание 2. Показатель преломления

1. Вывинтите окуляр до упора (рис. 4.9). Затем поворачивайте его по часовой стрелке до тех пор, пока перекрестие в верхней части освещенного поля зрения не будет видно резко. Одновременно сфокусируйтесь на резкость и изображение шкалы в нижней части поля зрения;

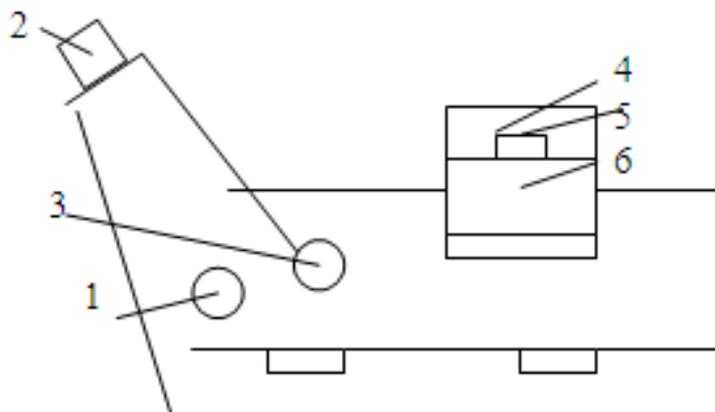


Рис. 4.9 Рефрактометр ИРФ-454: 1 – рукоятка для совмещения границы света и тени с перекрестием окуляра; 2 – окуляр; 3 – рукоятка компенсатора для удаления окрашенности границы раздела света и тени; 4 – верхняя (осветительная) призма рефрактометрического блока; 5 – крышка осветительной призмы; 6 – нижняя призма рефрактометрического блока

2. Рефрактометр и источник света устанавливается так, чтобы свет падал на входное окно осветительной призмы или на зеркало, которым направляют свет во входное окно измерительной призмы. Следует открыть окошко 5 осветительной призмы, откинуть осветительную призму 4 и фильтровальной бумагой, смоченной изопропиловым спиртом очень осторожно без нажима очистить полированные поверхности призм 4 и 5;
3. На чистую полированную поверхность нижней призмы осторожно, не касаясь призмы, нанесите стеклянной палочкой 1–2 капли жидкости, для которой измеряется показатель преломления. При измерении показателя преломления твердых (пленочных) образцов на призму нанесите 2–3 капли иммерсионной жидкости, положите кусок пленки, закрывающий большую часть призмы, нанесите на ее поверхность еще 2–3 капли иммерсии, опустите осветительную призму и зафиксируйте ее при помощи фиксатора;
4. Установите окуляр на отчетливую видимость перекрестия. Поворотом зеркала нужно добиться наилучшей освещенности шкалы. Вращением рукоятки 1 границу светотени введите в поле зрения окуляра. Вращайте рукоятку 3 до исчезновения окраски граничной линии. Наблюдая в окуляр, рукояткой 1 наведите границу светотени точно на перекрестие и по шкале показателей преломления снимите отсчет;
5. Для тренировки измерьте показатель преломления двух жидкостей – воды и изопропилового спирта. Сравните измеренные величины

показателей преломления с табличными значениями из справочной литературы. Данные занесите в таблицу 1.

Таблица 1. Показатели преломления известных веществ

Название	Показатели преломления	
	Табличный	Измеренный
Вода		
Изопропиловый спирт		

6. **Измерение показателя преломления пленочных образцов.** В работе необходимо измерить показатель преломления бинарной композиции, состоящей из инициатора полимеризации и смеси акрилатных мономеров: бисфенол А глицеролат (BisA)/2карбоксиэтилакрилат (2Car) (30/70). Для этого на сайте производителя найдите сведения о показателе преломления мономеров, входящих в состав бинарной композиции, затем измерьте их показатели преломления после полимеризации. Сравните измеренный показатель преломления бинарной композиции с результатом, рассчитанным по формуле аддитивности сложения показателей преломления: $m_1 * n_1 + m_2 * n_2 = m_x * n_x$

7. Результаты измерений представьте в виде таблицы 2:

Таблица 2. Результаты измерения показателя преломления

Название	Показатель преломления пленочных образцов		Показатель преломления мономера (Sigma-Aldrich)
	Расчет	Измерение	
Bisphenol A glycerolate (BisA)			
2-carboxyethyl acrylate (2Car)			
BisA / 2Car (30/70)			

Задание 3. Твердость

Измерение твердости проводится по методу Бринелля измерителем твердости покрытий.

1. На пленочном образце экспериментальным путем подберите усилие прижима (пленка не должна рваться в местах прижима), время прижима (отпечаток должен быть отчетливо виден) и количество точек (не меньше 5);
2. Определение твердости необходимо проводить на ровной поверхности. Поместите пленочный образец на предметное стекло;
3. Прижмите прибор к поверхности пленки, добившись полного утопления в корпусе 1 шарового наконечника 4 (рис. 4.7);
4. Уберите прибор и исследуйте при помощи оптического микроскопа отпечаток: измерьте его диаметр и сделайте фотографии.

Задание 4. Толщина

А. Толстые пленки (более 10 мкм). Измерение провести при помощи толщиномера.

Б. Тонкие пленки (менее 10 мкм). Измерение высоты рельефа на МИИ-4 (см. рис. 4.8)

1. Включите лампу осветителя с помощью тумблера на блоке питания и поместите испытуемый образец на предметный столик исследуемой поверхностью вниз (предметный столик можно с помощью микрометрических винтов перемещать в горизонтальной плоскости в двух взаимно-перпендикулярных направлениях);
2. Поворотом рукоятки 12 направо перекройте световой пучок, идущий от эталонного зеркала, и вращением микрометрического винта 7 сфокусируйте прибор на испытуемую поверхность. ***Внимание! Перемещение головки нужно осуществлять в очень небольших пределах!*** Необходимое освещение и глубину резкости изображения регулируют с помощью апертурной диафрагмы, расположенной за осветителем;
3. Включите горизонтальное плечо интерферометра рукояткой 12. Если интерференционные полосы отсутствуют, то с помощью винта 14 их необходимо найти. При наблюдении интерференционной картины в белом свете в поле зрения видна белая (ахроматическая) полоса, по обеим сторонам которой расположены две темные полосы. Кроме того, симметрично ахроматической полосе располагаются по 3-4 цветные полосы с каждой стороны. Ширину интерференционных полос и их поворот изменяют путем децентрирования объектива рукояткой 13;
4. Расположите на предметном столике образец и получите четкое изображение фрагмента структуры и интерференционную картину;

5. Установите максимальную ширину полос и, поворачивая предметный столик, расположите элементы структуры перпендикулярно интерференционной картине;
6. Перемещая образец микровинтами, выберите участок структуры с 3-4 ступеньками рельефа. Обратите внимание на то, что элементы имеют разный цвет;
7. Окуляр-микрометр следует повернуть таким образом, чтобы одна из нитей перекрестия совпала с направлением интерференционных полос, а другая — с направлением границы элемента структуры. Закрепите винтовой окулярный микрометр зажимным винтом;
8. Выберите несколько «к» четко видимых интерференционных полос. Перемещая перекрестие винтового окуляр-микрометра от первой темной полосы до последней выбранной, запишите в табл. 3 показания барабана микрометрического винта, соответствующие первому N_1 и второму N_2 отсчету;
9. Определите ширину интерференционной полосы: $h_1 = \frac{(N_2 - N_1)}{k}$;
10. Перемещая перекрестие винтового окуляр-микрометра определите величину искривления интерференционной полосы на каждой ступеньке рельефа: $h_{2i} = N_{2i} - N_{1i}$ (i- номер ступеньки);
11. Вычислите высоту ступенек: $h_i = \frac{h_{2i}}{h_1}$.
Результаты запишите в табл.3;
12. Принимая погрешность $\Delta h_2/h_1 = 0,1$ вычислите погрешность измерения ступеньки: $\Delta h = 0,1 \frac{\lambda}{2}$.

Таблица 3. Результаты измерения высоты рельефа объекта

Номер ступеньки, i_1	N_2	N_3	N_{2i}	N_{1i}	$h_{2i} = N_{2i} - N_{1i}$	$h_i = \frac{h_{2i}}{h_1}$	$\Delta h = 0,1 \frac{\lambda}{2}$

ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

1. Показатель преломления: результаты измерений представьте в виде таблиц 1 и 2;
2. Толщина: измерения представить в виде табл.3, также привести данные измерений толщиномером;
3. Твердость: в формулу для расчета твердости подставьте диаметр отпечатка, вычислите среднее значение для каждого из исследуемых

материалов (пленок различного состава). Привести фотографии отпечатков с проставленной размерной шкалой.

СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА

1. Кратко рассмотреть теоретические вопросы;
2. Рассмотреть особенности измерений твердых и жидких образцов на рефрактометре Аббе;
3. Привести данные измерений, сделать соответствующие выводы.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Перечислите основные методы измерения твердости, их различия;
2. Опишите алгоритм измерения твердости по Бринеллю;
3. Принцип работы и устройство рефрактометра Аббе;
4. Метод расчета аддитивного показателя преломления для бинарной смеси полимеров;
5. Назначение иммерсионной жидкости. Требования к ее показателю преломления;
6. Обосновать выбор метода определения показателя преломления;
7. Методы измерения толщины, критерии выбора;
8. Способы получения слоев толщиной не более 2 мкм.

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Электромагнитные и оптические методы получения информации: лаб. практикум Сост. В.Н. Юлиш, В.Ш. Сулаберидзе.– СПб.: Балт. гос. техн. ун-т, 2014. – 87 с.;
2. Статические методы определения твердости материалов: методические указания к лабораторной работе Сост. Гринева С.И., Петров С.И., Татарникова Л.Н., Крыжановская Ю.В.– СПб.: СПбГТИ (ТУ), 2010 – 33 с.;
3. Вильчинская С.С., В.М. Лисицын Оптические материалы и технологии: учебное пособие.– Томск: ТПУ, 2011.– 107 с.

12. Выводы и анализ результатов работы.

Примечание.

- *Пункты 1-7 должны быть заполнены для получения допуска к выполнению лабораторной работы*
- *Пункт 8 заполняется непосредственно во время выполнения работы*
- *Все последующие пункты выполняются в рамках СРС. Также при оформлении отчета студент должен кратко изложить теоретические основы для проведения лабораторной работы.*
- *Обязательно должен быть сделан краткий вывод (анализ) полученного результата (по форме он не должен быть констатацией факта выполнения лабораторной работы или пересказом порядка ее выполнения).*

Миссия университета – генерация передовых знаний, внедрение инновационных разработок и подготовка элитных кадров, способных действовать в условиях быстро меняющегося мира и обеспечивать опережающее развитие науки, технологий и других областей для содействия решению актуальных задач.

КАФЕДРА ИНЖЕНЕРНОЙ ФОТОНИКИ

Кафедра Оптики квантоворазмерных систем образована в 2002 г. на базе лабораторий ВНЦ «ГОИ им. С.И.Вавилова». В 2005 г. кафедра преобразована в базовую для проведения обучения студентов в новых областях фотоники, таких как физика квантоворазмерных систем и элементы управления светом на их основе.

С 2006 г. кафедра является выпускающей, ориентированной на обучение магистров с большой долей научных исследований. С 2008 г. кафедра размещается на территории Университета ИТМО по адресу Кадетская линия В.О., д. 3, корп. 2, лит. А.

Кафедра выпускает магистров по направлению «Лазерная техника и лазерные технологии» и аспирантов по специальности «Оптика»; специализируется на создании новых курсов лекций, практикумов с использованием передовых достижений науки и современных технологий в области наноструктур, полимерной интегральной оптики, нанокпозиционных, полимерных и кристаллических нелинейно-оптических и электрооптических материалов и систем, волоконной оптики и систем передачи и обработки оптической информации.

В 2013 г. кафедра переименована в кафедру Инженерной фотоники, также в соответствии с программой 5/100 на кафедре была создана международная лаборатория «Нелинейно-оптические молекулярные кристаллы и микролазеры», в которой выполняются совместные с зарубежными коллегами исследования и учебные совместные образовательные программы с зарубежными университетами: ENS de Cachan (Франция) и New Mexico Highlands University (США).

Высокий уровень исследований и технологических работ кафедры подтверждается полученными грантами, научными проектами и хоздоговорными научно-исследовательскими работами, а также участием сотрудников и аспирантов кафедры в российских и международных конференциях.

Светлана Алексеевна Позднякова,
Игорь Юрьевич Денисюк

Теория и техника современного физического эксперимента

Учебно–методическое пособие

В авторской редакции

Редакционно-издательский отдел Университета ИТМО

Зав. РИО

Н.Ф. Гусарова

Подписано к печати

Заказ №

Тираж

Отпечатано на ризографе

Редакционно-издательский отдел
Университета ИТМО
197101, Санкт-Петербург, Кронверкский пр., 49