

ВЕЩЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ *IN SITU* ГЕТЕРОГЕННЫХ ОБРАЗЦОВ В СРЕДЕ АГРЕССИВНЫХ СЖИЖЕННЫХ ГАЗОВ МЕТОДОМ МИКРОСПЕКТРОСКОПИИ КРС

Салюлаев А.Б., Вовкотруб Э.Г.

*Институт высокотемпературной электрохимии Уральского отделения
Российской Академии Наук, 620137, Екатеринбург, ул. Академическая 20, e-mail: salyulev@ihte.uran.ru*

В современных условиях широко исследуются и используются разнообразны процессы, протекающие в среде высокорекреационных жидкостей и газов часто при повышенных давлениях. Поэтому контроль *in situ* хода таких процессов становится всё более необходимым.

Рассмотрен опыт применения микроспектроскопии КРС для контроля вещественного состава на микроучастках гетерогенных реакционных образцов простых и комплексных соединений в среде агрессивных сжиженных газов, в частности, хлоре и хлороводороде. Жидкие безводные Cl_2 и HCl имеют при комнатной температуре высокие давления паров (до 8 и до 50 атм, соответственно), что следует учитывать при постановке методик спектроскопических исследований. Такие методики отработаны нами на базе Рамановского микроскоп-спектрометра “Renishaw U1000” (Великобритания) в ходе поиска нетрадиционных методик синтеза хлорокомплексных соединений поливалентных металлов, в том числе высших малоустойчивых состояний окисления.

Регистрация спектров КРС непосредственно через стенки реакционных контейнеров под микроскопом марки “Leica DMLM” спектрометра, оборудованного notch-фильтром и CCD камерой (ионизированные Ar и He-Ne лазеры с $\lambda=514,5$ и 633 нм, соответственно, мощностью до 25 и 17 мВт, объективы микроскопов $\times 5 \div \times 100$) позволяет проводить неразрушающий безконтактный вещественный анализ образцов с микронеоднородностями или доступных только в микроколичествах при различных температурах. При этом запаянный реакционный кварцевый капилляр или ампула с исследуемым образцом закрепляются на подвижной подставке в горизонтальном положении или в специально разработанной микропечи.

Применяется оптическая схема рассеяния под углом 180° по отношению к направлению луча лазера, который с помощью оптического микроскопа можно сфокусировать на участке образца площадью до 1 мкм^2 . В результате достигается многократное (до 100 раз) повышение локальности по сравнению с традиционными методиками, появляется возможность картографирования реакционных образцов с высоким разрешением (до 1 мкм) и сканировать их с проникновением вглубь от $0,1$ до 10 мкм с большой скоростью получения и обработки спектров.