

федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования

«РОССИЙСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ ДРУЖБЫ НАРОДОВ»

Факультет физико-математических и естественных наук

Специальность: Фундаментальная и прикладная химия

Кафедра неорганической химии

ОТЧЕТ

О прохождении ознакомительной практики

22.03.2021 – 04.04.2021

Группа: НХМмд-01-18

Студент: Симакова Е. А.

Руководитель практики:

к.х.н. доц. кафедры неорганической химии

Сафроненко М.Г.

Оценка _____

Москва 2021 г.

Содержание практики (задачи практики, вопросы, подлежащие изучению)

1. Знакомство со спектрографом ДФС-8, изучение принципа работы данной установки. Исследование элементного и количественного состава соединений $\text{Ln}_2\text{Vi}_3\text{FeTi}_3\text{O}_{15}$ ($\text{Ln} = \text{Sm, Gd, La, Nd, Ho}$) методом эмиссионного спектрального анализа.....
2. Знакомство с принципом действий и областью применения конфокального лазерного сканирующего микроскопа Olympus LEXT OLS 4100.....

1. Эмиссионный спектральный анализ

Установка спектрографическая ДФС-8 предназначена для измерения содержания элементов в жидких и твердых веществах и материалах по аттестованным методикам (методам) измерений.

Принцип действия установки основан на методе эмиссионного спектрального анализа, использующего зависимость интенсивности спектральных линий от количественного содержания элементов в пробе.

Внешний вид установки представлен на рисунке 1.

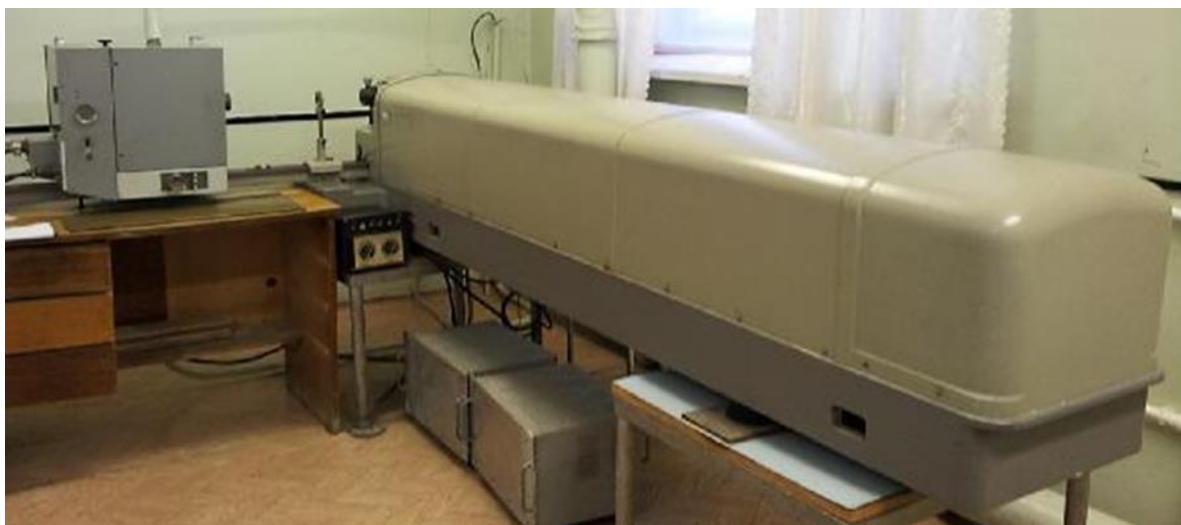


Рис.1 Установка ДФС-8 модель 3.

Установка состоит из полихроматора с системой регистрации сигналов, источника возбуждения спектра, штатива, системы охлаждения и микроденситометра. Источник возбуждения спектров излучения создает электрический разряд между исследуемой пробой и подставным электродом. При разряде происходит возбуждение атомов и ионов пробы, которые в дальнейшем переходя на нижние электронные уровни испускают излучения характерного спектрального состава.

Данное излучение через входную щель попадает на дифракционную решетку полихроматора, где происходит разложение оптического излучения в спектр, характеризующий состав пробы, при этом каждому элементу соответствует своя совокупность спектральных линий, интенсивность которых зависит от количественного содержания

данного элемента в пробе. Излучение спектральных линий проецируется на фотопластины. Количественное определение элементов производится при помощи микроденситометра на основании оптической плотности характерных участков экспонированной фотопластины.

Синтезированные соединения были исследованы на спектрометреДФС 8 и регистраторе спектров МОРС – 6. Образцы были сняты при постоянном токе. $I = 15$ А. Полученные образцы отжигались в графитовых электродах. Масса каждой навески исследуемого образца составляла 50 мг. В ходе эксперимента был сделан вывод, что элементный состав остается неизменным при любой температуре термообработки. На рисунках (2-6) показаны главные линии ионов лантаноидов, совпадающие со справочными в данном диапазоне волн.

Были зарегистрированы и соотнесены соединения, содержащие лантаноиды: La, Nd, Sm, Gd, Ho. В составе исследуемых соединений не были зафиксированы ионы Pr, Tb, Er, Yb, так как изначально не были занесены в базу данных.

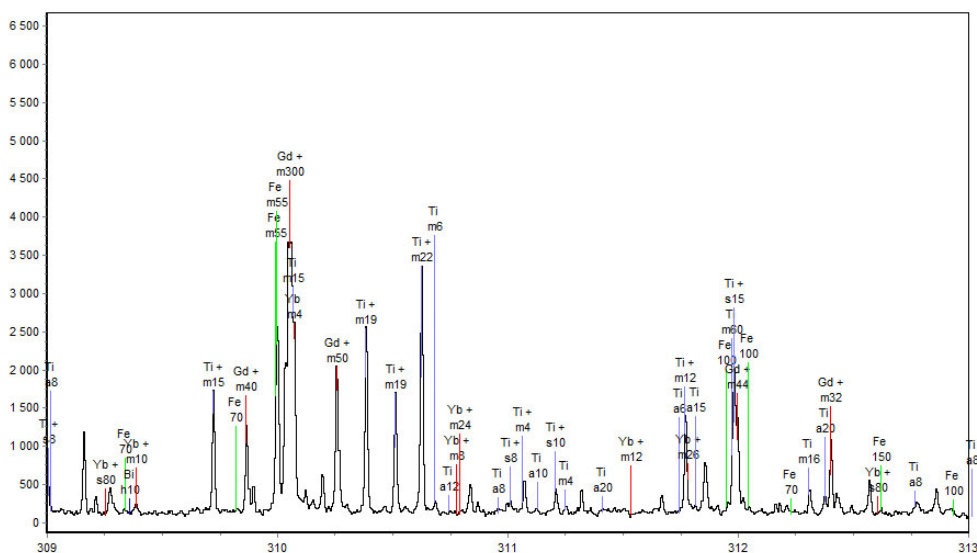


Рис. 2. Спектр соединения $Gd_2Bi_3FeTi_3O_{15}$

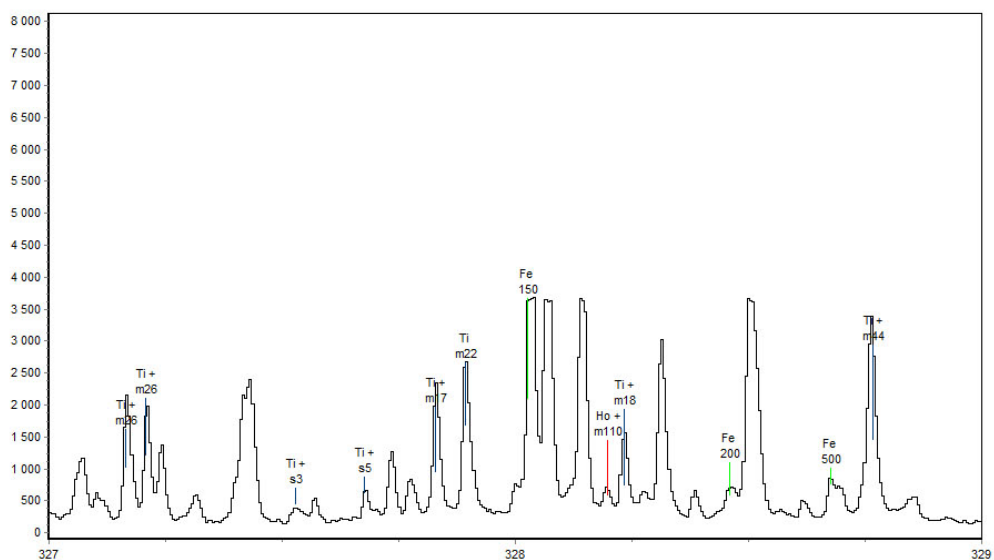


Рис. 3. Спектр соединения $\text{Ho}_2\text{Bi}_3\text{FeTi}_3\text{O}_{15}$

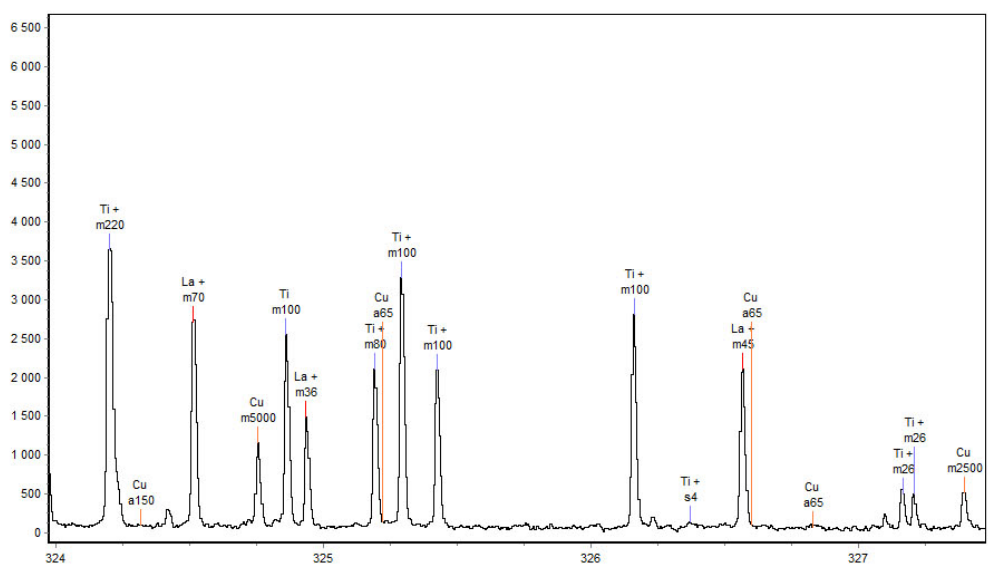


Рис. 4. Спектр соединения $\text{La}_2\text{Bi}_3\text{FeTi}_3\text{O}_{15}$

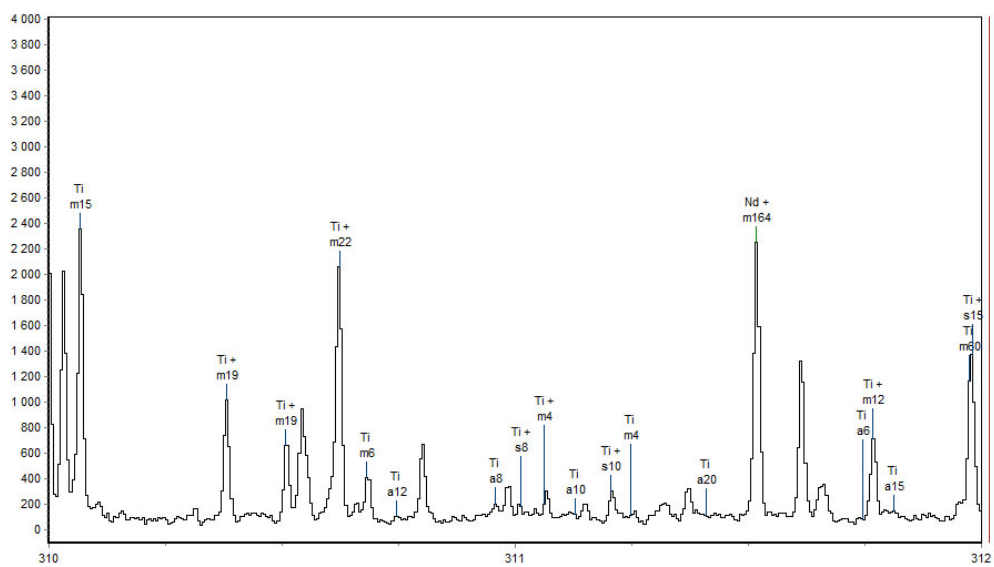


Рис. 5. Спектр соединения $\text{Nd}_2\text{Bi}_3\text{FeTi}_3\text{O}_{15}$

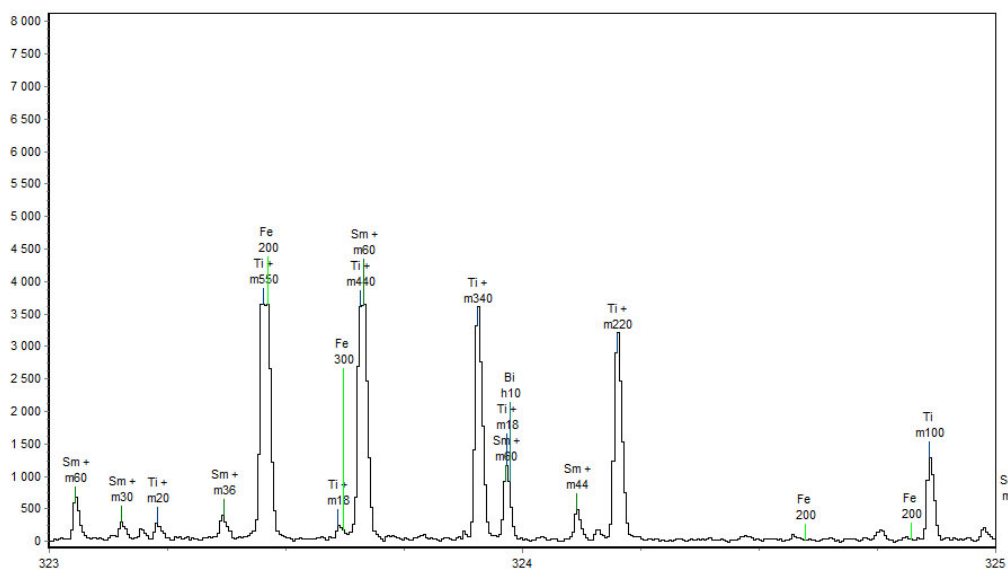


Рис. 6. Спектр соединения $\text{Sm}_2\text{Bi}_3\text{FeTi}_3\text{O}_{15}$

На рисунке 7 изображены интенсивные пики иона Bi^{3+} при 900°C . Отснятые образцы при 800 , 1000 и 1100°C , идентичны представленным. Из чего можно сделать вывод о том, что ионы Bi^{3+} в процессе отжига не улетучились, процентное содержания висмута осталось неизменным.

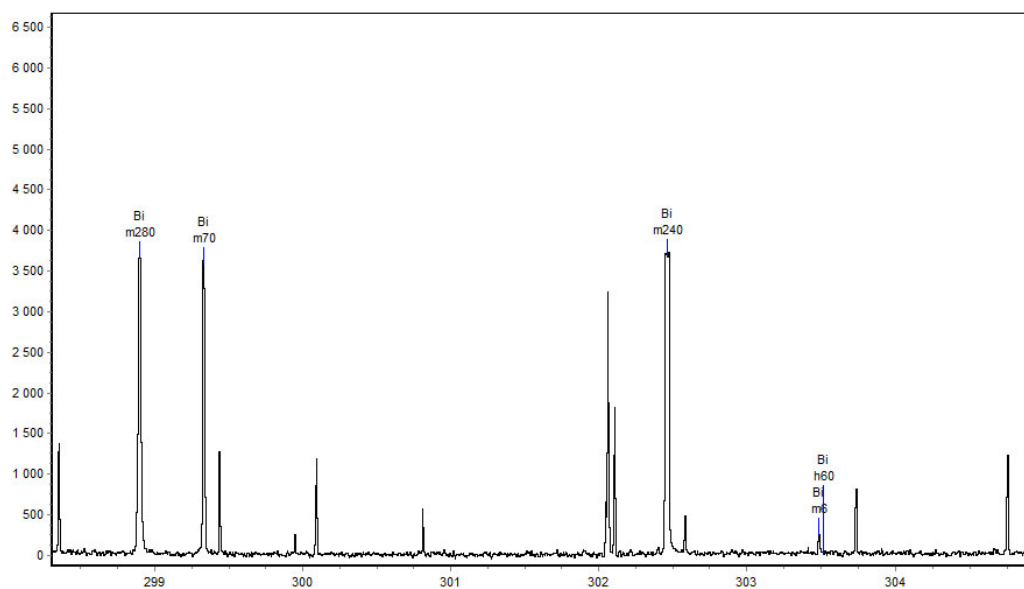


Рис. 7. Спектр линий ионов Bi^{3+} в соединениях состава $\text{Ln}_2\text{Bi}_3\text{FeTi}_3\text{O}_{15}$

2. Конфокальный лазерный сканирующий микроскоп Olympus LEXT OLS 4100.

Микроскоп конфокальный лазерный LEXT OLS 4100 предназначен для измерений линейных размеров в нано- и микрометровом диапазонах и анализа поверхностей объектов (рис. 10). Микроскоп конфокальный лазерный LEXT OLS 4100 относится к классу бесконтактных оптических приборов, принцип действия которых основан на смещении конфокальной плоскости освещения.

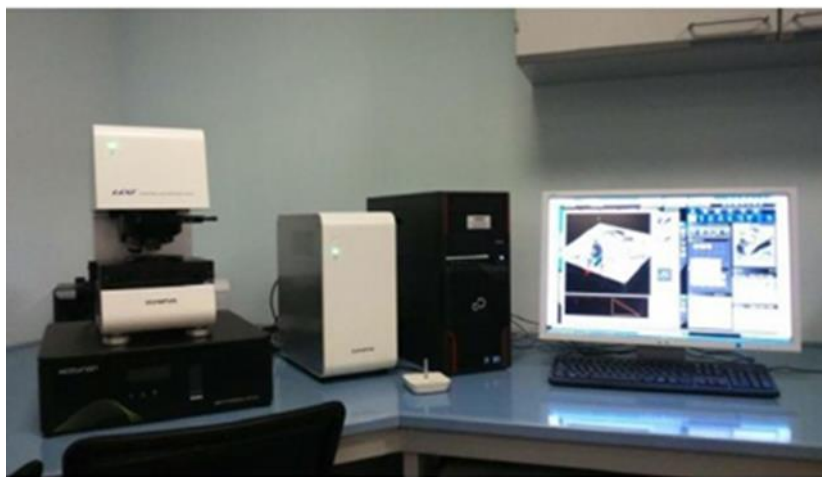


Рис. 10. Микроскоп Olympus LEXT OLS 4100.

Метод конфокальной микроскопии основан на размещении в плоскости измерения апертуры, дающей возможность получения максимального контраста изображения при нахождении измеряемого участка поверхности в фокусе. Метод позволяет измерять поверхности с неровностями до 0,5 мм (в данном устройстве изображение программно сшивается после проведения замеров в заданном диапазоне высот).

Микроскоп состоит из блока осветителя с источниками света (полупроводниковый лазер и светодиод), конструктивно выполненного

в виде моноблока, входящего в состав измерительной головки, расположенной на колонне с возможностью перемещения по вертикали. Колонна установлена на металлическом основании, оснащённом антивибрационными подушками, и расположенном на металлической раме. Также в измерительной головке располагается оптическая система (набор диафрагм, фильтров, делитель светового пучка, объективы, определяющие поле зрения (являются сменными)), пьезопривод, цифровая камера и фотоприемник. На основании установлен автоматический предметный столик.

В состав микроскопа входит компьютер и контроллер с интерфейсными платами для обработки видеосигнала, управления пьезоприводом, приемом-передачей прочих управляющих сигналов, а также приемом сигналов о результатах измерений.

Измерения проводятся в трехмерной системе координат. При вертикальном сканировании все точки поверхности поочередно проходят через фокус. По последовательности полученных картин фотоприемник фиксирует изменения интенсивности света в каждой точке в зависимости от расстояния.

Режимы работы микроскопа устанавливаются пользователем с помощью органов управления или программного обеспечения (далее - ПО) управляющей ПЭВМ. Органы управления и подстыковочные разъемы расположены на задней панели.