ĆWICZENIE 72A	ANALIZA SPEKTRALNA I POMIARY SPEKTROFOTOMETRYCZNE

Instrukcja wykonawcza

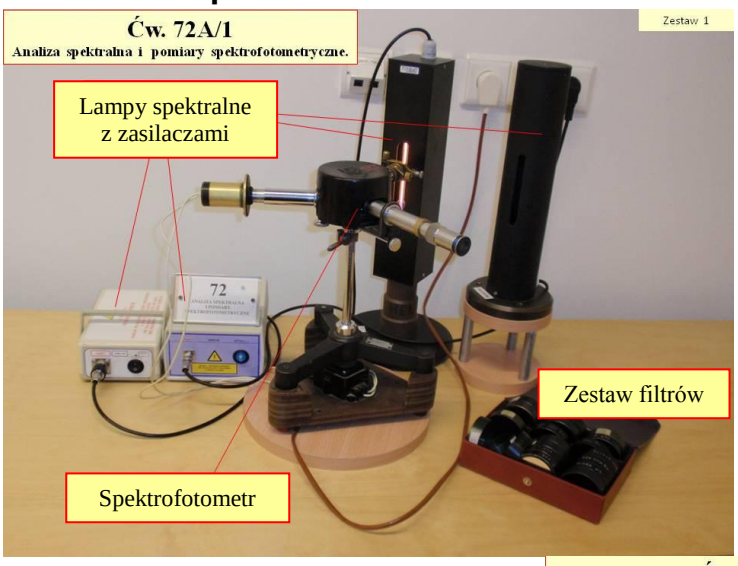
1. Wykaz przyrządów

- Spektroskop
- Lampy spektralne
- Spektrofotometr SPEKOL
- Filtry optyczne
- Suwmiarka

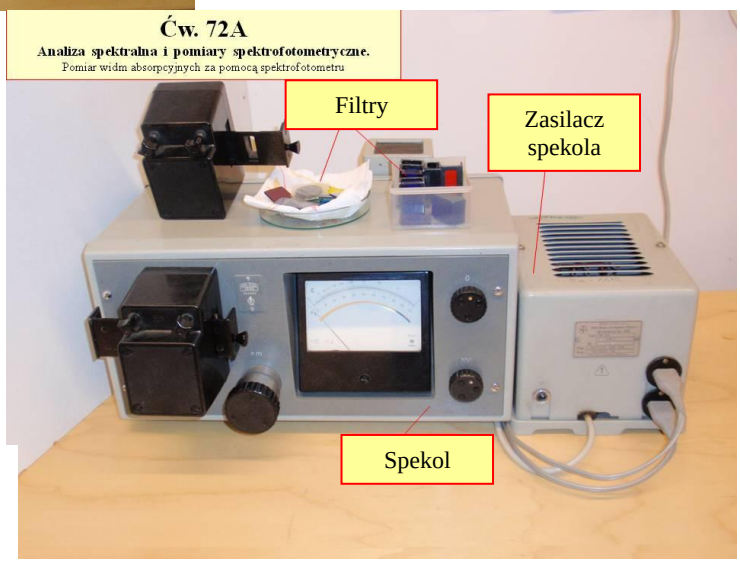
2. Cel ćwiczenia

- Wyznaczenie optycznych widm emisyjnych i absorpcyjnych, identyfikacja pierwiastka na podstawie znalezionych doświadczalnie długości fal linii widmowych tego pierwiastka, sprawdzenie prawa Bouguera - Lamberta – Beera, wyznaczenie stężenia roztworu na podstawie zmierzonych wartości ekstynkcji.

3. Stanowisko pomiarowe



Rys.1. Analiza spektralna i pomiary spektrofotometryczne.



Rys.2. Analiza spektralna i pomiary spektrofotometryczne. Pomiar widm absorpcyjnych za pomocą spektrofotometru.

3. Przebieg pomiarów

A. Analiza spektralna z wykorzystaniem spektroskopu

a) Lunetę spektroskopu ustawić na nieskończoność, tzn. na ostre widzenie bardzo odległych przedmiotów. W tym celu należy najpierw ustawić okular tak, by krzyż był ostro widoczny, potem wykręcić lunetkę i nastawić obiektyw na ostre widzenie odległych przedmiotów. W tym położeniu zablokować przesuw i wkręcić lunetę na poprzednie miejsce.
b) Oświetlić szczelinę kolimatora światłem spektralnej lampy helowej i regulując szerokość szczeliny oraz położenie soczewki kolimatora względem szczeliny doprowadzić do uzyskania w polu widzenia lunetki ostrych i cienkich prążków.
c) Kolimator z oświetloną skalą ustawić tak, aby w polu widzenia lunetki otrzymać ostry obraz skali obejmujący całe widmo światła lampy spektralnej.
d) Odczytać na skali położenie każdej linii widma helu ustawiając kolejno każdą linię na przecięciu krzyża.
e) Posługując się tabelą długości fal przypisać każdej linii obserwowanego widma odpowiednią długość fali.
f) Zaobserwować widma innych pierwiastków i wyznaczyć położenie ich linii spektralnych na tle skali.
g) Oświetlić szczelinę kolimatora światłem białym i zaobserwować widmo ciągłe emitowane przez włókno wolframowe.
h) Na oprawę źródła światła nałożyć filtr i odczytać na skali położenia granic obszarów, w których światło jest przepuszczane. Pomiary powtórzyć dla innych filtrów interferencyjnych i absorpcyjnych.

UWAGA: <u>Przy wymianie źródeł światła nie zmieniać położenia kolimatora ze szczeliną, pryzmatu, ani kolimatora ze skalą, aby nie rozregulować układu.</u>

B. Pomiar widm absorpcyjnych za pomocą spektrofotometru SPEKOL

a) Zapoznać się z instrukcją obsługi spekola.
b) Przygotować filtry barwne oraz próbkę porównawczą (nie absorbującą światła) do pomiarów: dokładnie wymyć powierzchnie filtrów denaturatem i wypolerować flanelką.
c) Wykonać pomiary współczynnika transmisji i ekstynkcji w zakresie długości fal od 400 nm do 700 nm co 20 nm. W obszarach silnych zmian przepuszczalności zagęścić punkty pomiarowe.
d) Zmierzyć suwmiarką grubość badanych filtrów.

C. Sprawdzenie prawa Bouguera – Lamberta pochłaniania światła, wyznaczenie współczynnika pochłaniania oraz grubości warstwy absorbującej

a) Przygotować do pomiarów zestawy filtrów barwnych o różnych grubościach: niebieskich N (wykonanych ze szkła zawierającego kobalt) i różowych R (wykonanych ze szkła zawierającego mangan). Zmierzyć grubość filtrów za pomocą suwmiarki. Następnie powierzchnie filtrów dokładnie wymyć denaturatem i wypolerować flanelką.
b) Dla jednego z filtrów N i jednego z filtrów R wykonać pomiary współczynnika transmisji i ekstynkcji w zakresie długości fal od 400 nm do 700 nm, co 20 nm. W obszarach silnych zmian przepuszczalności zagęścić punkty pomiarowe.
c) Dla długości fali odpowiadającej minimum transmisji, a maksimum absorpcji wykonać pomiary współczynnika transmisji i ekstynkcji dla wszystkich próbek R oraz N, tych o znanej grubości i nieznanej (obudowanych).

D. Sprawdzenie prawa Bouguera – Lamberta – Beera i wyznaczenie koncentracji roztworu

a) Przygotować do pomiarów kuwety z roztworami wodnymi siarczanu miedzi i kuwetę wypełnioną wodą destylowaną, która stanowi próbką porównawczą. Powierzchnie kuwet wymyć dokładnie denaturatem i wypolerować flanelką.
b) Dla jednego z roztworów o znanym stężeniu wykonać pomiary współczynnika transmisji i ekstynkcji w zakresie długości fal od 400 nm do 700 nm co 20 nm. W obszarach silnych zmian przepuszczalności zagęścić punkty pomiarowe.
c) Dla długości fali, przy której występuje maksimum absorpcji zmierzyć ekstynkcję wszystkich roztworów o znanych i nieznanych stężeniach.

5. Opracowanie wyników

A. Analiza spektralna z wykorzystaniem spektroskopu

a) Wykreślić krzywą skalowania spektroskopu przez odkładanie na osi odciętych położenia na skali poszczególnych linii widmowych światła wzorcowego (He), a na osi rzędnych odpowiadających im długości fal.
b) Korzystając z krzywej skalowania przypisać długości fal poszczególnym prążkom widm liniowych innych pierwiastków i zidentyfikować te pierwiastki.
c) Na podstawie krzywej skalowania spektroskopu określić spektralne przedziały przepuszczalności filtrów interferencyjnych i absorpcyjnych

B. Analiza spektralna z wykorzystaniem spektroskopu

a) Przedstawić na wykresach zależność współczynnika transmisji i ekstynkcji od długości fali.
b) Korzystając ze wzoru

$$E = 0{,}4343\, k \cdot l \qquad (1)$$

w którym E oznacza ekstynkcję, a l grubość filtru wyznaczyć wartości współczynnika k dla różnych długości fali z badanego obszaru spektralnego.
c) Wykreślić krzywą zależności $k\ (\lambda)$.

C. Sprawdzenie prawa Bouguera – Lamberta pochłanianie światła, wyznaczenie współczynnika pochłaniania oraz grubości warstwy absorbującej

a) Sporządzić wykresy przedstawiające zależność współczynnika transmisji i ekstynkcji od długości fali.
b) Korzystając z definicji ekstynkcji $E = log(I_o/I)$ oraz zależności $I = I_o \cdot e^{-kl}$ (I i I_o oznaczają odpowiednio natężenie światła po przejściu przez próbkę i padającego na próbkę, l jest grubością warstwy pochłaniającej światło a k współczynnikiem absorpcji) wyprowadzić równanie $E = 0{,}4343\ k \cdot l$, z którego wynika, że iloczyn $0{,}4343 \cdot k$ jest współczynnikiem kierunkowym liniowej zależności $E=f(l)$. Przedstawić na wykresach zależność ekstynkcji od grubości warstwy pochłaniającej światło dla filtrów N i R i na podstawie wykresów wyznaczyć współczynniki absorpcji k centrów barwnych rozproszonych w szkłach N i R.
c) Wyznaczyć grubość obudowanych filtrów N wykorzystując do obliczeń znalezioną wartość współczynnika absorpcji k.
d) Zmierzone wartości współczynnika transmisji T dla szkieł N i R o różnych grubościach wykorzystać do wyznaczenia współczynników absorpcji biorąc pod uwagę zależności

$$\frac{I_t(l)}{I_t(l_o)} = \frac{T(l)}{T(l_o)} = e^{-k(l-l_o)} \qquad (2)$$

gdzie: $I_t(\ l_o\ )$ i $I_t(\ l\ )$ oznaczają natężenie światła przechodzącego przez warstwy o grubościach l_o i l.
Po przekształceniu powyższego równania otrzymujemy

$$k = \frac{\ln \frac{T(l_o)}{T(l)}}{l - l_o} \qquad (3)$$

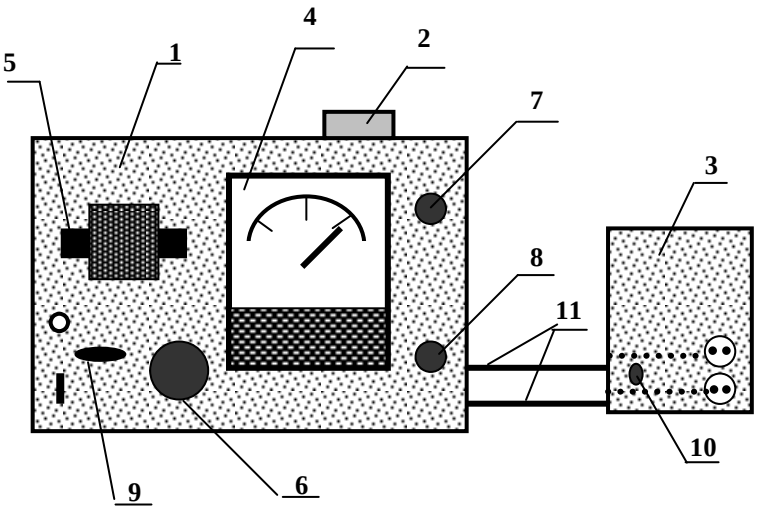
Niech l_o oznacza grubość najcieńszego z filtrów.

UWAGA: Przy badaniu zależności ekstynkcji *E* od grubości warstwy *l* absorbującej światło nie pomijać wartości *E = 0* dla *l = 0*.

D. Sprawdzenie prawa Bouguera – Lamberta – Beera i wyznaczenie koncentracji roztworu

a) Przedstawić na wykresach zależności współczynnika transmisji i ekstynkcji od długości fali.
b) Sporządzić wykres zależności ekstynkcji od stężenia roztworu i na podstawie wykresu wyznaczyć molowy współczynnik ekstynkcji ε. Zauważyć przy tym, że w równaniu $E = \varepsilon \cdot c \cdot l$ (*c* oznacza stężenie roztworu wyrażone w molach na litr, a *l* jest grubością próbki wyrażoną w centymetrach) iloczyn $\varepsilon \cdot c$ jest współczynnikiem kierunkowym zależności liniowej $E = f(l)$.
c) Obliczoną wartość molowego współczynnika ekstynkcji wykorzystać do wyznaczenia nieznanych stężeń roztworów.

ZASADA POMIARU PRZY POMOCY SPEKTROFOTOMETRU



1 - spektrofotometr (spekol)
2 - lampa oświetlająca
3 - zasilacz (6V, 6A)
4 - miernik
5 - kasetka filtrów
6 - bęben długości fal
7 - potencjometr zerowania
8 - potencjometr wzmocnienia
9 - dźwignia przesłony
10 - wyłącznik zasilania
11 - przewody zasilające spektrofotometr i lampę oświetlającą

a) Spekol włączyć na 15 min. przed rozpoczęciem pomiarów
b) Potencjometr wzmocnienia (8) ustawić w lewym skrajnym położeniu.
c) Do kasety filtrów włożyć z jednej strony filtr bezbarwny, z drugiej filtr badany.
d) Przy zasłoniętej fotokomórce – dźwignia przesłony (9) w położeniu „0" – za pomocą potencjometru zerowania (7) ustawić wskazówkę miernika w lewym zerowym położeniu.
e) Za pomocą bębna długości fal (6) wybrać długość fali światła, dla której zostanie wybrany pomiar współczynnika transmisji lub ekstynkcji.
f) Przy odsłoniętej fotokomórce – dźwignie (9) w położeniu „I" i umieszczonym w biegu promieni filtrem bezbarwnym za pomocą potencjometru wzmocnienia (8) ustawić wskazówkę miernika w położeniu „100 %" .

g) Wprowadzić w bieg promieni świetlnych badany filtr i odczytać na skali przyrządu wartość współczynnika transmisji lub ekstynkcji.

h) Dla każdej nowo wybranej długości fali światła powtórzyć czynności opisane w punktach f i g.

Tablica XXII. Długości fal linii widmowych niektórych pierwiastków w nm (*g* — widmo wyładowań elektrycznych, *l* — łuku elektrycznego, *i* — iskry elektrycznej. Dla niektórych pierwiastków określono natężenie linii: *b* — bardzo silna, *s* — silna, *m* — słaba, brak znaku oznacza linię bardzo słabą).

Pierwiastek	Barwy / Źródło	ciemno-czerwona	czerwona	pomarań-czowa	żółta	zielona	niebieska	indygo	fioletowa
		0,7	0,63	0,59	0,56	0,5	0,49	0,47	0,44
		← λ(μm)	0,6						0,4
Cd	*g*	783,5 738,4	*s*643,8			*m*515,5 *m*508,5	*s*480,0	*s*467,8 466,2	
Cu	*l*		692,0		*s*578,2				406,3
Fe	*l*	718,7	649,5		561,6	527,0 516,7 523,3		440,5	438,4 430,8 432,6
H	*g*		*s*656,3 H_α				*m*486,1 H_β		434,5 H_γ 410,2 H_δ
He	*g*		*s*667,8		*b*587,6	504,8 *m*492,2 *m*501,6	471,3	*s*447,1	439,0
Hg	*g*			623,4	*b*579,1 *b*577,0	*b*546,0 496,0 *s*491,0			*b*435,8 410,8 *m*434,8 *m*407,8 433,9 404,7
K	*g*	*s*769,9 *s*766,5							*m*404,7
Na	*g*				*b*589,6 *b*589,0				
Ne	*g*	724,5	*s*640,2		588,2 *b*585,2	540,0 495,7 534,1	482,7 488,5	452,0 475,3	
O	*g*	777,2	645,6	615,8		533,1			436,0
Zn	*g*		*s*636,2			*s*518,2	*s*481,1 *s*472,2	*b*468,0 *s*463,0	
Linie Fraunhofe-ra	λ Oznaczenie Pierwiastki emitujące	759,38 *A* O	686,72 656,28 *B C* O H		589,59 *D* Na	527,0 *E* Fe	486,13 *F* H		430,77 396,85 393,37 *G H K* Ca Ca Ca