

# Analiza spektralna i pomiary spektrofotometryczne

## Zagadnienia:

1. Absorbpcja światła.
2. Współrzędne trójchromatyczne barwy, Prawa Gassmana.
3. Trójkąt barw. Trójkąt nasyceń.
4. Rozpraszanie światła.
5. Filtry interferencyjne.
6. Siatka dyfrakcyjna.
7. Fotoogniwa, fotokomórki.
8. Spektrofotometr jednowiązkowy Spekol – budowa i działanie.

## Literatura:

1. Spekol – Instrukcja obsługi VEB Carl Zeiss Jena
2. E.Szyszko, Instrumentalne metody analityczne, PZWL, W-wa
3. J.R. Meyer-Arendt, Wstęp do optyki, PWN, W-wa
5. Sz.Szczeniawski, Fizyka doświadczalna cz.IV, PWN, W-Wa

## Instrukcja wykonania ćwiczenia

### Cel ćwiczenia:

Przedmiotem ćwiczenia jest zapoznanie z budową i zasadą działania spektrofotometru jednowiązkowego SPEKOL. Wykonywane pomiary spektrofotometryczne posłużą do wyznaczenia współrzędnych trójchromatycznych barwy w cz. A ćwiczenia, oraz określania stężeń roztworów w cz. B ćwiczenia.

### Budowa spektrofotometru:

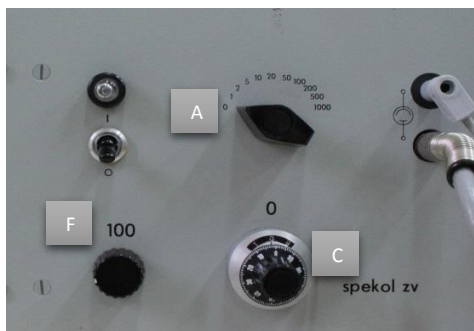
Na fotografii poniżej przedstawiono spektrofotometr Spekol z wyposażeniem:



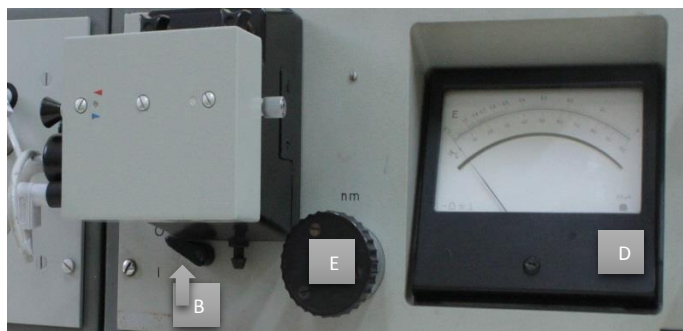
Fot.1 Spektrofotometr Spekol

W skład spektrofotometru Spekol wchodzi:

1. Jednostka centralna spektrofotometru.
2. Zasilacz zewnętrzny spektrofotometru ZV.
3. Lampa oświetlająca z żarówką wolframową wraz z zasilaczem.
4. Przystawka pomiarowa EK1 przeznaczona do pomiarów ekstynkcji i transmisji światła.
5. Detektor – fotokomórka czuła na światło w zakresie 340-850nm.



Fot.2 zasilacz Spekol zv



Fot.3 Spektrofotometr Spekol

### Zasada pomiaru przy pomocy spektrofotometru

1. Spektrofotometr Spekol włączyć na 15 min. przed rozpoczęciem pomiarów.
2. Potencjometr wzmocnienia **(A)** na zasilaczu ustawić w położeniu 1.
3. Przy zasłoniętej fotokomórce (dźwignia przesłony **(B)** w położeniu – 0) za pomocą potencjometru zerowania **(C)** ustawić wskazówkę miernika **(D)** w położeniu zerowym  $\vartheta\% = 0$ .
4. Za pomocą bębna nastawy długości fali **(E)** wybrać długość fali światła, dla której zostanie wykonany pomiar współczynnika transmisji lub ekstynkcji.
5. Przy odsłoniętej fotokomórce (dźwignia przesłony w położeniu 1) i umieszczonym w biegu promieni wzorcem odniesienia ( filtr bezbarwny – dla pomiarów transmisji filtrów barwnych, kuweta kwarcowa z wodą destylowaną – dla pomiarów roztworów) nastawić za pomocą potencjometru „100” **(F)** wskazówkę miernika w położeniu  $\vartheta\% = 100$  .

**Uwaga:** W przypadku gdy nastawa miernika na pozycję  $\vartheta\% = 100$  będzie niemożliwa należy użyć pokrętki potencjometru wzmocnienia **(A)**

6. Wprowadzić w bieg promieni świetlnych badany filtr/próbkę i odczytać na skali przyrządu wartość współczynnika transmisji i/lub ekstynkcji.
7. Dla każdej nowo wybranej długości fali światła należy powtórzyć czynności opisane w punktach 5-6.

### Przebieg ćwiczenia:

#### A. Wyznaczanie współrzędnych trójchromatycznych barwy

1. Przygotować do pomiarów zestaw filtrów barwnych ( filtr czerwony , zielony i żółto - zielony - GVK2). Powierzchnię filtrów dokładnie wymyć alkoholem i osuszyć przy pomocy ręcznika papierowego lub delikatnego materiału.
2. Postępując według opisu z **Zasad pomiaru przy pomocy spektrofotometru** zmierzyć zależność współczynnika przepuszczania oraz dziesiątej ekstynkcji filtru od długości fali w zakresie 380 -770nm co 10nm.
3. Pomiary te powtórzyć dla długości fal stosowanych dla metody wybranych 10-ciu współrzędnych obliczania współrzędnych trójchromatycznych barwy.

**Uwaga 1:** Pomiary w zakresie długości fal 380- 620nm wykonujemy fotokomórką oznaczoną kolorem niebieskim, w zakresie długości 620-850nm wykorzystujemy fotokomórkę z oznaczeniem czerwonym. Wprowadzenie odpowiedniej fotokomórki w bieg promieni światła odbywa się za pomocą suwnicy prętowej znajdującej się w obudowie detektora.

**Uwaga 2:** Wartości ekstynkcji mogą zostać przeliczone na podstawie zmierzonej wartości  $\vartheta\%$ . Patrz - tabela nr 7 Instrukcja do kolorymetru spektralnego SPEKOL

4. Do zapisu wyników pomiarowych można wykorzystać gotowe szablony załączone do instrukcji ( forma drukowana) lub wpisywać bezpośrednio do dokumentu tekstowego lub arkusza kalkulacyjnego.
5. Dla wszystkich analizowanych filtrów sporządzić wykresy zależności  $\vartheta\% = f(\lambda)$  oraz  $E = f(\lambda)$ .
6. Na podstawie zmierzonych współczynników przepuszczania wyliczyć współrzędne tróchromatyczne zbadanych ciał:
  - a) metodą równych przedziałów
  - b) metodą wybranych 10-ciu współrzędnych

Wyniki nanieść na załączony do instrukcji trójkąt barw, stwierdzić czy zmierzone barwy mieszczą się w obszarze barw dopuszczonych do sygnalizacji drogowej.

7. Wyznaczyć całkowity współczynnik przepuszczania  $\vartheta$  badanych ciał.
8. Wprowadzić uzyskane dane pomiarowe do programu BARWY dostępnego na pracowni, w programie odczytać długość fali barwy dominującej oraz czystość kalorymetryczną.

## B. Wyznaczanie stężenia roztworów

1. Przygotować do analizy roztwory wodne siarczanu miedzi o stężeniach 1,2,3,5,7,10,15% oraz roztwór o nieznanym stężeniu.
2. Postępując według opisu z **Zasad pomiaru przy pomocy spektrofotometru** dla roztworu o największym stężeniu dokonać pomiaru współczynnika transmisji i ekstynkcji w zakresie długości fal 380-850nm co 10nm.
3. Dla długości fali, przy której dla najbardziej stężonego roztworu występuje maksimum absorpcji zmierzyć ekstynkcję wszystkich roztworów o znanym i nieznanym stężeniu. Pomiar dla każdego z tych roztworów odczytać 3-4 krotnie.
4. W zakresie długości fal od 500-680nm dokonać pomiaru współczynnika transmisji i ekstynkcji pozostałych roztworów.

**UWAGA** Przy zmianie roztworu dokładnie umyć kuwetę alkoholem i wysuszyć przy pomocy papierowego ręcznika lub delikatnego materiału.

5. Sporządzić wykresy zależności  $\vartheta\% = f(\lambda)$  i  $E = f(\lambda)$  dla badanych roztworów
6. Na podstawie danych uzyskanych w pkt.3 naszkicować krzywą kalibracji i na jej podstawie wyznaczyć stężenie nieznanego roztworu.

Załączniki:

Wylizanie współrzędnych trójchromatycznych filtru metodą równych przedziałów dla źródła światła A							
$\lambda$ [nm]	$t(\lambda)$	$e(\lambda)x(\lambda)$	$e(\lambda)x(\lambda)t(\lambda)$	$e(\lambda)y(\lambda)$	$e(\lambda)y(\lambda)t(\lambda)$	$e(\lambda)z(\lambda)$	$e(\lambda)z(\lambda)t(\lambda)$
380		0.0010		0.0000		0.0048	
390		0.0046		0.0001		0.0219	
400		0.0193		0.0005		0.0916	
410		0.0688		0.0019		0.3281	
420		0.2666		0.008		1.2811	
430		0.6479		0.0265		3.1626	
440		0.9263		0.0609		4.6469	
450		1.032		0.1167		5.4391	
460		1.0207		0.2098		5.8584	
470		0.7817		0.3624		5.1445	
480		0.4242		0.6198		3.6207	
490		0.1604		1.0398		2.3266	
500		0.0269		1.7956		1.5132	
510		0.0572		3.0849		0.9674	
520		0.4247		4.7614		0.5271	
530		1.2116		6.323		0.3084	
540		2.3142		7.5985		0.1625	
550		3.7329		8.5707		0.0749	
560		5.5086		9.2201		0.0357	
570		7.571		9.4574		0.0209	
580		9.7157		9.2257		0.0170	
590		11.5841		8.543		0.013	
600		12.7103		7.546		0.0096	
610		12.6768		6.3599		0.0044	
620		11.3577		5.0649		0.0020	
630		8.9999		3.7122		0.0000	
640		6.5487		2.5587		0.0000	
650		4.3447		1.6389		0.0000	
660		2.6234		0.9706		0.0000	
670		1.4539		0.5327		0.0000	
680		0.7966		0.2896		0.0000	
690		0.4065		0.1467		0.0000	
700		0.2067		0.0744		0.0000	
710		0.1108		0.0398		0.0000	
720		0.0556		0.0195		0.0000	
730		0.028		0.01		0.0000	
740		0.0144		0.0062		0.0000	
750		0.0063		0.0021		0.0000	
760		0.0032		0.0011		0.0000	
770		0.0011		0.0000		0.0000	

Wyliczanie współrzędnych trójchromatycznych filtru metodą 10 wybranych współrzędnych dla źródła światła A					
$\lambda$ [nm]	$t(\lambda)$	$\lambda$ [nm]	$t(\lambda)$	$\lambda$ [nm]	$t(\lambda)$
517		508		425	
561		530		436	
576		544		444	
587		555		451	
597		566		457	
605		577		463	
614		588		469	
623		600		477	
635		615		488	
656		640		508	

$U_A = 10.99$   $U_B = 10$   $U_C = 3.558$

Pomiar współczynnika przepuszczania $t(\lambda)$ filtrów optycznych dla długości fal wykorzystywanych w obliczaniu współrzędnych trójchromatycznych metodą równych przedziałów oraz 10 wybranych współrzędnych					
Filtr:		Filtr:		Filtr:	
$\lambda$ [nm]	$t(\lambda)$	$\lambda$ [nm]	$t(\lambda)$	$\lambda$ [nm]	$t(\lambda)$
380		380		380	
390		390		390	
400		400		400	
410		410		410	
420		420		420	
425		425		425	
430		430		430	
436		436		436	
440		440		440	
444		444		444	
450		450		450	
451		451		451	
457		457		457	
460		460		460	
463		463		463	
469		469		469	
470		470		470	
477		477		477	
480		480		480	
488		488		488	
490		490		490	
500		500		500	
508		508		508	
510		510		510	
517		517		517	

520		520		520	
530		530		530	
540		540		540	
544		544		544	
550		550		550	
555		555		555	
560		560		560	
561		561		561	
566		566		566	
570		570		570	
576		576		576	
577		577		577	
580		580		580	
587		587		587	
588		588		588	
590		590		590	
597		597		597	
600		600		600	
605		605		605	
610		610		610	
614		614		614	
615		615		615	
620		620		620	
623		623		623	
630		630		630	
635		635		635	
640		640		640	
650		650		650	
656		656		656	
660		660		660	
670		670		670	
680		680		680	
690		690		690	
700		700		700	
710		710		710	
720		720		720	
730		730		730	
740		740		740	
750		750		750	
760		760		760	
770		770		770	

