

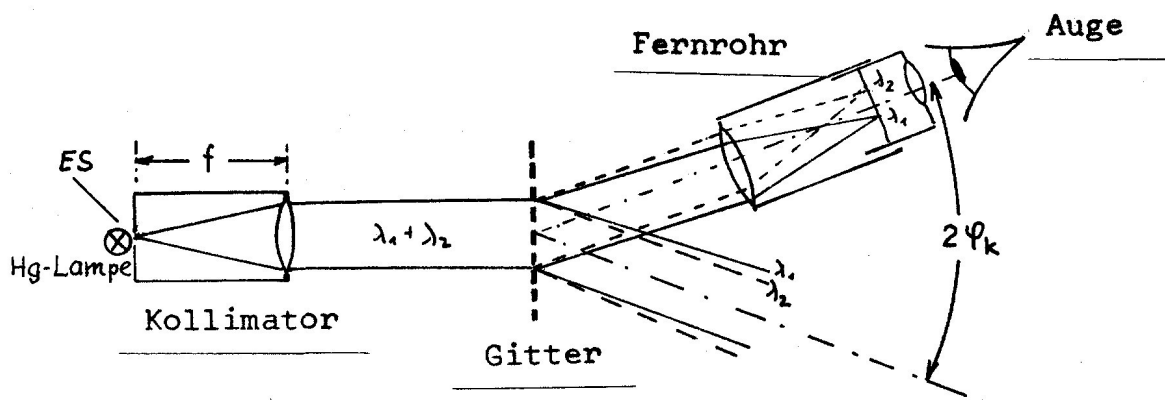
## Versuchsdurchführung 5A I: Gitterspektralapparat

- **Aufgabenstellung:**

Bestimmen Sie die Wellenlängen der vier hellsten Spektrallinien (blau, grün, gelb, gelb) einer Hg-Dampf-Lampe in 1. Ordnung und die Wellenlänge der grünen Linie auch in 2. Ordnung.

- **Versuchsdurchführung:**

Das Lichtbündel, welches den Kollimator (Sammellinse) verlässt, sollte möglichst parallel sein. D.h. der Eintrittsspalt (ES) (von der Lichtquelle beleuchtet) muss in der Brennebene der Kollimatorlinse liegen (**Abb. 5.1**). Um dies zu erreichen, stellt man zunächst das Fernrohr durch Beobachtung eines weit entfernten Gegenstandes auf *unendlich* ein. Dies ist bereits durchgeführt. Auf dem Fernrohrokular ist hierfür eine Markierung angebracht. Bei dieser Fernrohreinstellung ( $\phi = 0^\circ$ ) verschiebt man nun den Eintrittsspalt (ES) des Kollimators so lange, bis der Spalt scharf erscheint.



**Abb. 5.1:** Gitterspektralapparat

Dreht man das Fernrohr von der Mitte aus nach rechts oder links, so erscheinen im Gesichtsfeld des Fernrohrs die Spektrallinien. Möglichst schmale Linien erhält man durch Verkleinern der Spaltbreite des Eintrittsspalt. Mit Hilfe einer Arretierung und eines Feintriebes am Spektrometer (Erläuterung durch den Assistenten!) lässt sich das Fadenkreuz im Okular genau auf die zu messende Linie justieren. Die Ablesung des Winkels auf dem Teilkreis des Spektrometers kann mit dem Nonius auf  $\pm 0,05^\circ$  erfolgen.

Man dreht dann nach Lösen der Arretierung das Fernrohr zur anderen Seite und stellt auf die entsprechende Linie derselben Ordnung ein. Die Differenz  $\varphi_r - \varphi_l$  der Ablesungen rechts und links ergibt den doppelten Winkel  $2 \cdot \varphi_k$ . Die Berechnung der Wellenlänge erfolgt nach der Gleichung:

$$\sin \varphi_k = \frac{k \cdot \lambda}{d}$$

Die Gitterkonstante **d** ist am Arbeitsplatz angegeben.

Tragen Sie alle Messwerte und Ergebnisse zur besseren Übersicht in eine Wertetabelle nach folgendem Schema ein und geben Sie darin auch die Wellenlängen in den verlangten Einheiten an:

**Wertetabelle für alle Linien 1. Ordnung:**

Farbe	$\varphi_r$	$\varphi_l$	$2\varphi = \varphi_r - \varphi_l$	$\varphi$	$\lambda$		
					$\mu\text{m}$	nm	Å
Blau							
Grün							
Gelb							
Gelb							

**Wertetabelle für die grüne Linie 2. Ordnung:**

$\varphi_r$	$\varphi_l$	$2\varphi = \varphi_r - \varphi_l$	$\varphi$	$\lambda$ (nm)

## Versuchsdurchführung 5A II: Beugung mit Laserlicht

- **Aufgabenstellung:**

Bestimmen Sie den Durchmesser  $d = 2r$  (in  $\mu\text{m}$ ) von roten Blutkörperchen aus dem Winkel  $\alpha_1$  für den ersten dunklen Beugungsring bei Beleuchtung mit Laserlicht.

- **Versuchsdurchführung:**

Beugungserscheinungen werden mit Laserlicht besonders kontrastreich.

Die Beugungsbilder, die bei Beleuchtung kleiner kreisrunder Öffnungen vom Durchmesser  $2r$  entstehen, sind identisch mit den Beugungsbildern, die an lichtundurchlässigen Scheibchen vom gleichen Durchmesser hervorgerufen werden.

Beleuchtet man eine Glasplatte (Objektträger), auf der sich nebeneinander rote Blutkörperchen befinden, so tritt auf einem hinter dem Objektträger befindlichen Schirm ein System von hellen und dunklen Ringen auf (Abb. 5.2).

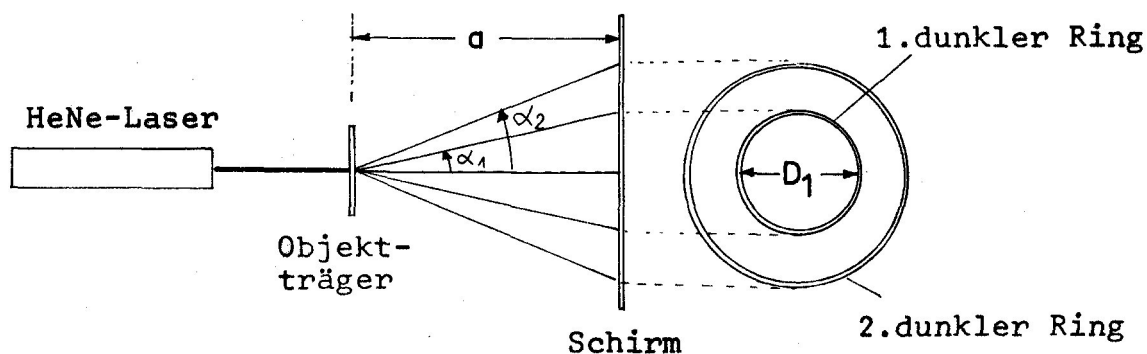


Abb. 5.2: Beugung mit Laserlicht und Beugungsfigur

Für den Winkel  $\alpha_1$ , unter dem der erste dunkle Ring erscheint, gilt:

$$\sin \alpha_1 = \frac{1,22 \cdot \lambda}{2r}$$

Die Wellenlänge des verwendeten Laserlichts beträgt **633 nm**.

Ist  $D_1$  der Durchmesser des ersten dunklen Ringes und  $a$  der Abstand Schirm - Objektträger, so ist:

$$\tan \alpha_1 = \frac{D_1}{2a}$$

## Versuchsdurchführung 5B: Spektralphotometer

- **Aufgabenstellung:**

1. Aufnahme des Absorptionsspektrums einer gegebenen Lösung (Messung der Extinktion  $E$  als Funktion der Wellenlänge  $\lambda$ )
2. Prüfung des Lambert-Beerschen Gesetzes und Bestimmung des molaren dekadischen Extinktionskoeffizienten  $\epsilon$  der gegebenen Substanz für eine feste Wellenlänge
3. Bestimmung der Inhaltsstoffe einer unbekanntem Farbstofflösung

- **Funktionsweise des Spektrometers:**

Für diesen Versuch wird ein Spektrometer der Firma *SAFAS* vom Typ *Easyspec* verwendet (siehe **Abb. 5.3**). Dieses wird über eine spezielle Software von dem bereitstehenden PC angesteuert, um die entsprechenden Messungen auszuführen. Das Gerät kann in einem Wellenlängenbereich von **320 nm** bis **1100 nm** Messungen durchführen. Für unsere Zwecke reicht es jedoch völlig, den sichtbaren und nahen UV-Bereich zu vermessen, also Wellenlängen von **350 nm** bis **800 nm**.



**Abb.5.3:** Ansicht des in diesem Versuch verwendeten Spektralphotometers

### **Einschalten des Gerätes:**

Insofern das Gerät noch nicht vom Betreuer eingeschaltet wurde, stellen Sie sicher, dass der Probenraum **leer** und **geschlossen** ist. Schalten Sie es dann mit Hilfe des auf der Rückseite des Geräts befindlichen Kippschalters ein und warten Sie ca. 5 - 10 Minuten, bevor Sie weitere Schritte unternehmen. Direkt nach dem Einschalten führt das Gerät eine Selbstdiagnose durch und erstellt eine erste generelle *Baseline*. Diese ist zur Normierung der Messdaten erforderlich, um die wellenlängenabhängige Intensität der Lichtquelle und nachfolgenden Optik sowie des Nachweissensors zu berücksichtigen.

**Wichtig:** Während dieser Zeit muss die Abdeckung des Probenraums unbedingt geschlossen bleiben!

## **Baseline:**

Ist das Spektrometer eingeschaltet, starten Sie mit Hilfe des auf dem Desktop des PC befindlichen Icons die Messsoftware **SP2000**. Bevor die eigentliche Messung gestartet werden kann, muss die sog. *Baseline* (zu deutsch: Basislinie oder Nulllinie) aufgenommen werden. Dies entspricht einer Art Eichung der folgenden Messung, indem man dafür sorgt, dass auch Absorptions- bzw. Transmissionseffekte, verursacht durch die Küvette oder das Lösungsmittel (in unserem Falle Wasser), als Nulleffekt berücksichtigt werden und man somit nur für den Einfluss des Farbstoffes empfindlich ist.

1. Füllen Sie eine der am Arbeitsplatz befindlichen Küvetten zu ca. drei Vierteln mit Wasser und stellen Sie diese in den Probenraum, so dass die klare Seite der Küvette nach vorne zeigt.
2. Schließen Sie dann den Deckel des Probenraums, damit kein störendes Licht einfällt.
3. Klicken Sie im Fenster der Mess-Software auf den oben links befindlichen Button „**Spektrum**“ (für das Aussehen der Buttons siehe **Abb. 5.4**). Geben Sie dann in der sich öffnenden Dialogbox (**Abb. 5.5**) die minimale und maximale Wellenlänge des zu untersuchenden Spektralbereichs ein und wählen Sie als Schrittweite 1 nm.
4. Aktivieren sie dann „**Erstelle testbezogenen Null-Abgleich**“. Überprüfen Sie Ihre Eingaben und klicken Sie dann auf „**Start**“.
5. Nun öffnet sich ein Fenster und Sie können beobachten, dass das Spektrometer Absorptionswerte für die verschiedenen Wellenlängen misst und in den Graphen einträgt. Ist die Aufnahme der *Baseline* beendet, werden Sie gefragt, ob sie die Messung als *Baseline* speichern wollen. Bestätigen Sie dies mit „**Ja**“.



**Abb. 5.4:** Verschiedene Buttons der Messsoftware mit Beschriftung.

**Abb. 5.5:** Dialogbox zur Definition der Eigenschaften eines Spektrums für die Aufnahme der Baseline.

**Einstellungen Spektrum**

Titel

Start WL (nm): 350      Lampenumschaltung

Ende WL (nm): 800      IR Filterumschaltung

Mittelwert Zeit (S): 0,3      Küvettenposition (1 bis 1)

Schritt WL (nm): 1      Bandbreite (nm): 5

**Verstärken**

Automatische Regel     Einstellen von (1 bis 1)

**Übernahmemodus**

Normal                               Ein-Strahl Referenz

Umgekehrter Zwei-Strahl       Ein-Strahl Mess + Ref

Ein-Strahl Messung               Energie Mess + Ref

Normal     Erstelle generellen Null-Abgleich     Erstelle testbezogenen Null-Abgleich

451 Punkte. Scan Länge: 3 Minuten 1 Sekunden

### Messung des Absorptionsspektrums einer Lösung:

Ist die Baseline aufgenommen, können Sie mit der eigentlichen Messung beginnen. Füllen sie eine Küvette mit der zu vermessenden Lösung und positionieren Sie diese in den Probenraum. Schließen Sie den Deckel und klicken Sie auf den Button „**Spektrum**“. Es öffnet sich wieder die Ihnen schon bekannte Dialogbox. Lassen Sie alles unverändert, aber stellen Sie sicher, dass nun der Messmodus „**Normal**“ aktiviert ist. Bestätigen Sie mit „**Start**“, um die Messung zu starten und damit ein Absorptionsspektrum aufzunehmen.

### Weitere Funktionalitäten:

- Sollten Sie mehrere Spektren messen wollen, aktivieren Sie den Button „**Übereinanderlegen**“ (siehe **Abb. 5.4**). Alle Spektren, die Sie im Weiteren aufnehmen, werden in denselben Graphen gezeichnet.
- Um die Skalierung des Graphen ihren Wünschen anzupassen, klicken Sie auf den Button „**Skalierung**“ in der Symbolleiste.
- Um Ihre Spektren auszudrucken, wählen Sie „**Drucken**“ im Menü „**Datei**“.
- Das Wählen zwischen verschiedenen in einem Fenster befindlichen Spektren ermöglicht das „**Kurven-Menü**“ (siehe **Abb. 5.6**). Sie erreichen es über einen Rechtsklick auf den Graphen.
- Um zu *zoomen*, wählen Sie das Lupensymbol in der Symbolleiste und ziehen Sie einen Rahmen um den zu vergrößerten Bereich des Spektrums. *Herauszoomen* können Sie mit dem zweiten Lupensymbol, das Sie direkt neben dem ersten finden.
- Um die Koordinaten eines Punktes zu bestimmen, benutzen Sie den „**Punkt-zu-Punkt Cursor**“. Sie erreichen ihn über einen Rechtsklick auf den Graphen.

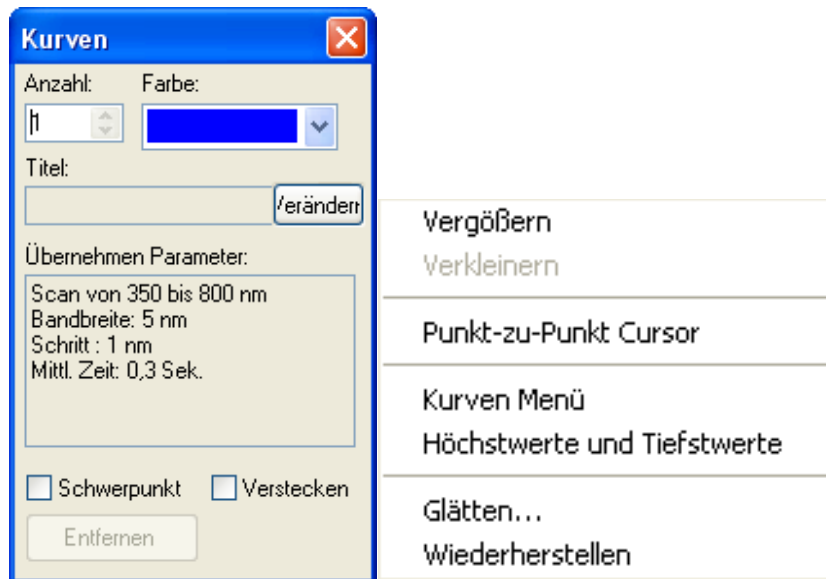


Abb. 5.6: *Kurven-Menü* (links) und *Kontext-Menü* (rechts), über das verschiedene Optionen erreichbar sind.

- **Versuchsdurchführung:**

1. Nehmen Sie eine **Baseline** auf.
2. Nehmen Sie ein **Absorptionsspektrum** der unverdünnten Lösung mit der Konzentration  $c_0$  auf.
3. Wählen Sie „**Übereinanderlegen**“ und nehmen Sie die Absorptionsspektren der auf  $2/3c_0$  und  $1/3c_0$  verdünnten Lösungen auf. Drucken Sie das Ergebnis aus.
4. Wandeln Sie die Absorptionsspektren mit Hilfe des Buttons „**Skalierung**“ in **Transmissionsspektren** um und drucken Sie dieses aus. Stellen Sie anschließend die Messdaten wieder als Absorptionsspektrum dar.
5. Bestimmen Sie die **Extinktionswerte** der Absorptionsmaxima mit Hilfe des Buttons „**Höchstwert/Tiefstwert suchen**“ (siehe **Abb. 5.4**) und tragen Sie diese auf Millimeterpapier gegen die entsprechende Konzentration der Lösung auf. Bestimmen Sie aus der Steigung einer durch die Punkte gelegten Regressionsgeraden den **molaren dekadischen Extinktions-koeffizienten  $\epsilon$**  der Lösung.
6. Bestimmen Sie die **Inhaltstoffe einer unbekanntem Farbstofflösung**, indem sie das Absorptionsspektrum wie oben beschrieben aufnehmen und mit den am Arbeitsplatz vorhandenen Spektren der reinen Farbstoffe vergleichen. Kennzeichnen Sie, welche Strukturen auf welchen Inhaltsstoff hindeuten und drucken sie das erhaltene Spektrum aus. Die Küvette mit der Farbstofflösung ist nach der Messung unverzüglich wieder dem Betreuer auszuhändigen.
7. Säubern Sie die benutzten Küvetten und verlassen Sie den Arbeitsplatz so, wie Sie ihn vorgefunden haben.