

Nebenfachpraktikum Physik – Protokoll vom 14.05.02

Tutor: Arne Henning

Vorgelegt von: Martin Podszus und Sven Siebler

Thema: Spezielle optische Untersuchungsverfahren

Versuch 1: Lichtabsorption in einer Suspension

1.1 Geräte:

Fotometeraufbau (Laser mit Küvettenhalter, Polarisationsfilter (OSI5), Doppelnetzgerät, Küvetten), Analog-Multimeter, Probesubstanz (Konzentration nach Angabe)

1.2 Versuchsaufbau und -durchführung:

In diesem Versuch wird gemessen wie viel Licht in einer Substanz mit bekannter Konzentration absorbiert wird. Hierzu verwendet man ein Fotometer. Bevor allerdings mit der Messung begonnen werden kann, muss eine Eichgerade aufgenommen werden, um die später mit der Probe erhaltenen Ergebnisse verwenden zu können. Diese Gerade wird mit Hilfe einer mit Wasser gefüllten Küvette erstellt, bevor dann die Probesubstanz gemessen wird. (Genauerer Vorgehen siehe Praktikums Skript).

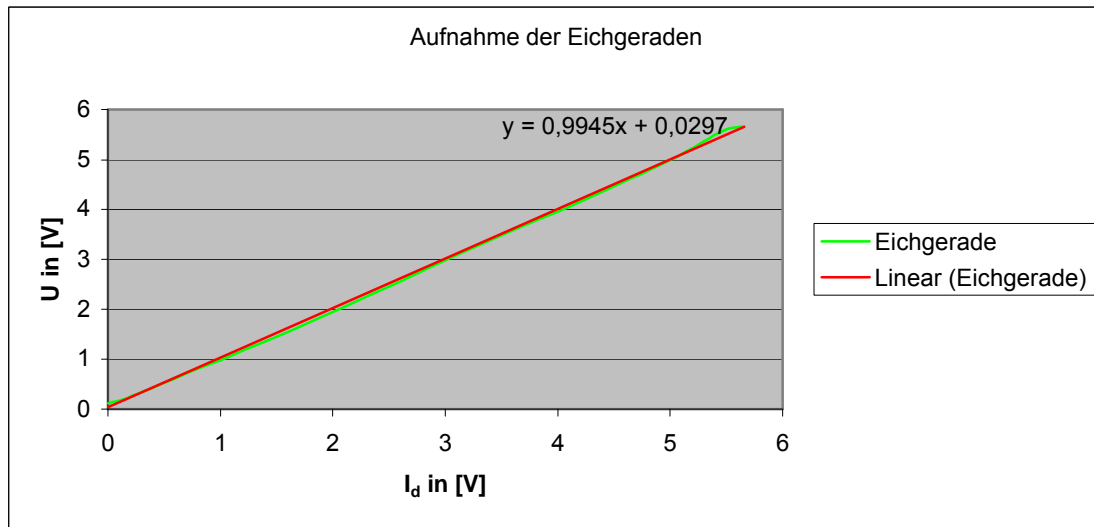
1.3 Messergebnisse und Auswertung:

Drehwinkel α	Spannung U [V]	$I_d = I_0 \cdot \cos^2 \alpha$ [V]
0°	5,66	5,66
10°	5,59	5,489
20°	4,99	4,998
30°	4,2	4,245
40°	3,31	3,321
50°	2,3	2,339
60°	1,37	1,415
70°	0,68	0,662
80°	0,228	0,171
90°	0,1125	0

Aus dem Gesetz von Malus, kann man also die jeweilige Intensität I_d , einfach über die Beziehung $I_d = I_0 \cdot \cos^2 \alpha$ herleiten.

Die so erhaltenen Daten tragen wir in ein Diagramm ein, und bekommen unsere Eichgerade:

Graph 1.1:



Von unserer Probe, deren Gehalt wir kennen, haben wir im weiteren Verlauf des Experiments ebenfalls die Spannung U gemessen. D.h. anhand dieser Eichgeraden kann man nun durch einfaches Umformen der Geradengleichung

$$Y = 0,9945x + 0,0297$$

$$\Rightarrow x = \frac{Y - 0,0297}{0,9945}$$

und durch Einsetzen der gemessenen Spannungen U für Y , die dazugehörigen Intensitäten I_d ablesen bzw. errechnen.

Gehalt in [mol/l]	U in [V]	I_d (aus der Eichgerade abgelesen)	Absorbanz: $A = -\log \frac{I_d}{I_0}$
0,35	1,857	1,837405732	0,488611
0,30	2,064	2,045550528	0,442006
0,25	2,531	2,515133233	0,352255
0,20	2,494	2,477928607	0,358728
0,15	3,701	3,691603821	0,185601
0,10	4,2	4,193363499	0,130254
0,05	4,95	4,947511312	0,05843

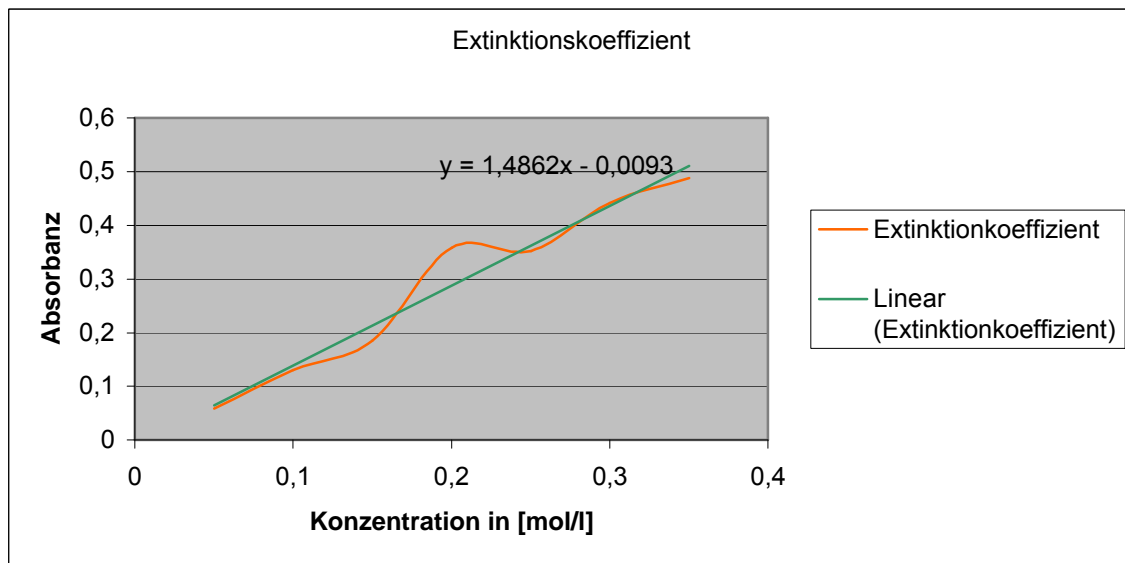
Aus den so erhaltenen Werten für I_d und dem bekannten I_0 kann man durch die Formel

$$A = -\log \frac{I_d}{I_0}$$

die Absorbanz der Probe bestimmen.

Im Folgenden soll nun die Absorbanz graphisch gegen die Konzentration aufgetragen werden und aus der Steigung dieses Graphen der Extinktionskoeffizient bestimmt werden:

Graph 1.2:



Da der Extinktionskoeffizient durch die Gleichung

$$K = e \cdot C \Leftrightarrow e = \frac{K}{C}$$

gegeben ist, wobei K der Absorbationskoeffizient und C die Konzentration in mol/l ist, kann man ihn direkt aus der Steigung des Graphen ablesen.

Die Geradengleichung lautet: $y = 1,4862x - 0,0093$.

Die Steigung und somit der Extinktionskoeffizient beträgt also $e = 1,4862$.

1.4 Fehlerbetrachtung

Bei diesem Versuch sind natürlich auch wieder eine Reihe von Fehlerquellen zu berücksichtigen. Zum einen mussten unsere Messwerte sehr stark gemittelt werden (siehe Graph 1.2) und zum anderen enthalten die vom Multimeter abgelesenen Spannungswerte natürlich auch wieder einen kleinen Fehler.

Da die Auswertung der Graphen diesmal allerdings nicht durch Ablesen der jeweiligen Werte, sondern durch Errechnen mit Hilfe der Geradengleichung gemacht wurde, müssten die Ergebnisse doch um einiges genauer sein, da ein ziemlich großer Fehlerfaktor auf diesem Wege minimiert wurde.

Wenn man die gemachten Messungen wiederholen würde und eine Fehlerrechnung bzw. Mittelwertbildung durchführen würde, dann wäre dieser Versuch eine gute Möglichkeit den spezifischen Extinktionskoeffizienten einer Probesubstanz zu bestimmen.

Versuch 2: Spektralphotometer

2.1 Theorie:

Die Transmission bzw. Absorption ist stoffspezifisch, da jede Teilchenart andere Energiequanten absorbiert. Trägt man die Transmission bzw. Absorption unterschiedlicher Probelösungen in Abhängigkeit von der Wellenlänge in einem Diagramm ab, so ergibt sich für jede Substanz ein spezifisches Transmissions-/ Absorptionsspektrum. Dies soll folgender Versuch zeigen:

2.2 Geräteliste:

Spektralphotometer, Küvetten und Probesubstanzen (KCr_2O_7 , CuSO_4 , NiCl_2)

2.3 Aufbau:

siehe Skript

2.4 Durchführung:

Es wird eine Empfindlichkeitskurve mit einer (nahezu) nichtabsorbierenden Probe ($\text{H}_2\text{O}_{\text{dest.}}$) aufgenommen. Danach werden die Spektren für die jeweilige Probelösung erstellt. Dabei ist zu beachten das die Transmissionseinstellung am Photometer nach jeder Veränderung der Wellenlängeneinstellung, mit Hilfe der Referenzprobe, wieder auf 100% eingestellt werden muß.

2.5 Meßergebnisse:

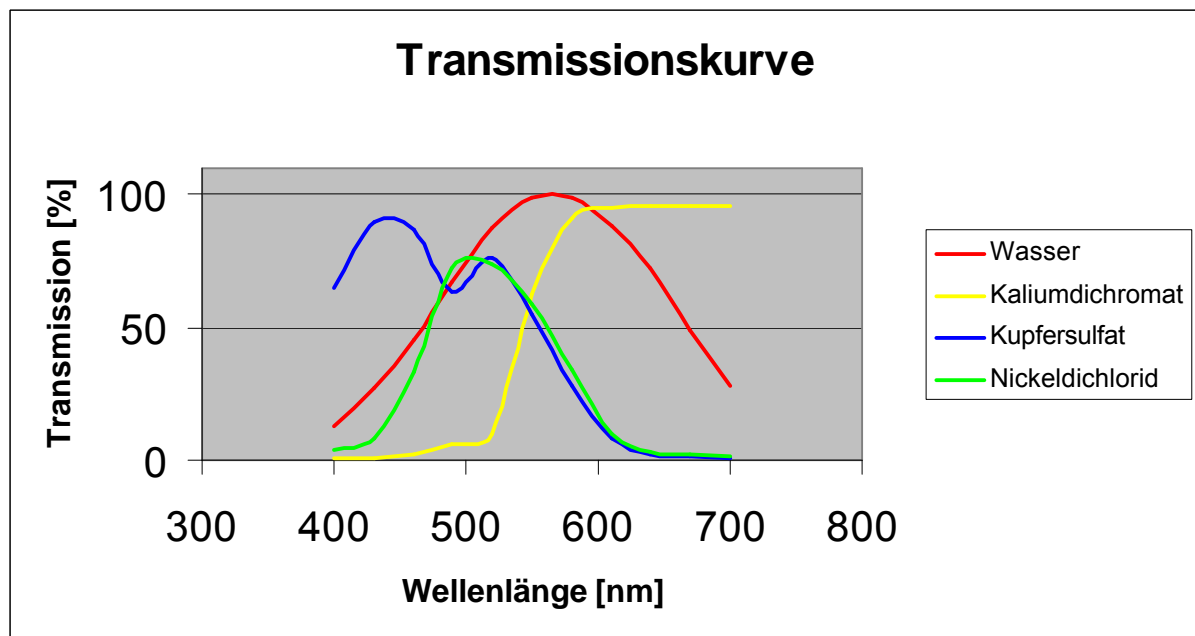
Wellenlänge [λ in nm]	Destilliertes Wasser $\text{H}_2\text{O}_{\text{dest.}}$ [T in %]	Kaliumdichromat KCr_2O_7 [T in %]	Kupfersulfat CuSO_4 [T in %]	Nickeldichlorid NiCl_2 [T in %]
400	12,5	1	65	4
430	27	0,5	90	8
460	45,5	2	87	33
490	67	6	63	72,5
520	87,5	10	76	73,5
550	99	62,5	55	58,5
580	98,5	91	28	34
610	88	95	8	10
640	72	96	2	3
670	49	95,5	1,5	2
700	28	95,5	1	1,5

Tabelle 1 zu Versuch 2: Transmissionspektren

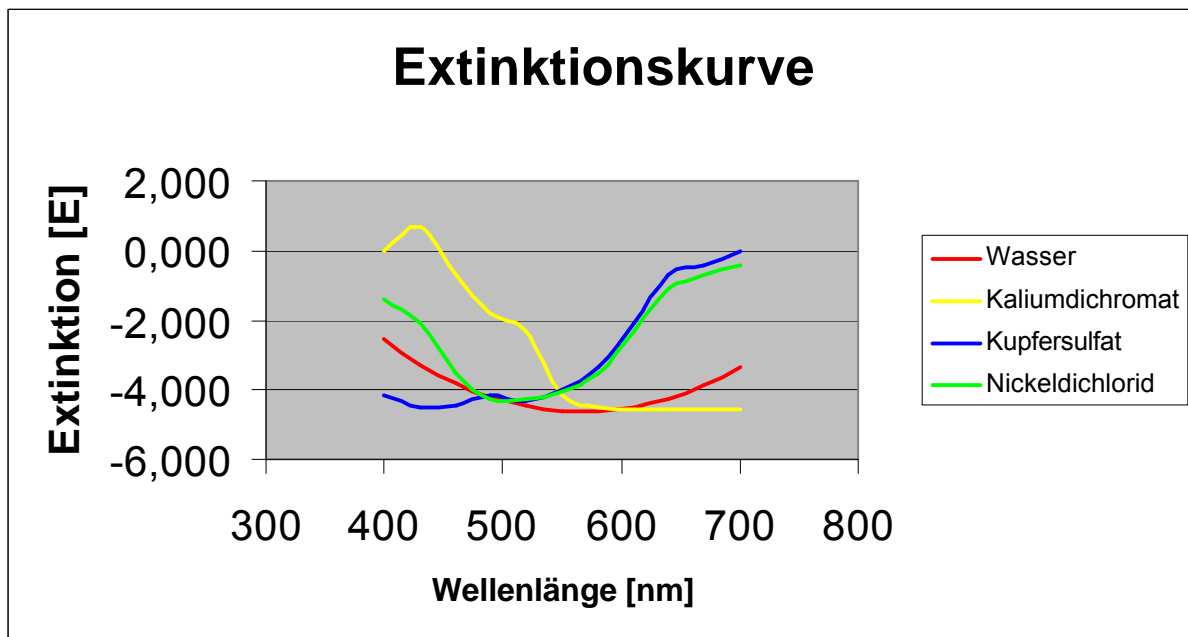
Wellenlänge [λ in nm]	Destilliertes Wasser $\text{H}_2\text{O}_{\text{dest.}}$ [E]	Kaliumdichromat KCr_2O_7 [E]	Kupfersulfat CuSO_4 [E]	Nickeldichlorid NiCl_2 [E]
400	-2,526	0,000	-4,174	-1,386
430	-3,296	0,693	-4,500	-2,079
460	-3,818	-0,693	-4,466	-3,497
490	-4,205	-1,792	-4,143	-4,284
520	-4,472	-2,303	-4,331	-4,297
550	-4,595	-4,135	-4,007	-4,069
580	-4,590	-4,511	-3,332	-3,526
610	-4,477	-4,554	-2,079	-2,303
640	-4,277	-4,564	-0,693	-1,099
670	-3,892	-4,559	-0,405	-0,693
700	-3,332	-4,559	0,000	-0,405

Tabelle 2 zu Versuch 2: Absorptionsspektren

2.6 Graph:



Graph 1 zu Versuch 2



Graph 2 zu Versuch 2

2.7 Fazit:

Generell ist beim Arbeiten mit einem Spektralphotometer zu beachten, dass die verwendeten Reagenzgläser frei von Kratzern oder anderen Verunreinigungen sind, da sonst eine Abweichung bei den abgelesenen Transmissionswerten festzustellen ist.

Mit der nichtabsorbierenden Probe sollte man eine Transmission von 100% bei jeder Wellenlänge erwarten. Aus dem Graph 1 geht hervor, daß dies nicht der Fall ist. Statt dessen zeigt sich, daß die maximale Transmission bei etwa 565 nm liegt und mit größer oder kleiner werdender Wellenlänge nimmt sie ab. Die Gründe hierfür sind im Spektralphotometer zu suchen, da die Photozelle nicht für alle Wellenlängen gleich empfindlich ist und die Lichtintensität der Lichtquelle von der Wellenlänge abhängig ist. Beide Faktoren gemeinsam haben Einfluß auf die gemessene Transmission und ergeben somit den Graphen 1. Aus den o.g. Gründen muß für jede zu untersuchenden Wellenlänge mit der Referenzprobe eine Transmission von 100% eingestellt werden. Die Transmissionsänderung bei Modifikation der Wellenlänge wird damit umgangen und die Probelösungen immer im Verhältnis zu einer für die Wellenlänge 100%igen Transmission gemessen.

Die Kupfersulfatlösung hat ihr Absorptionsmaximum bei etwa 620 nm. Dies ist der Wellenlängenbereich von rotem Licht. Die größte Transmission zeigt sich in einem Bereich von ca. 400 – 520 nm. Dies entspricht dem Wellenlängenbereich des blauen Lichtes. Der Wert bei 490 nm ist als „Ausreißer“ zu werten.

Aus dem Absorptionsspektrum läßt sich erklären, warum das menschliche Auge diese Lösung als blau wahrnimmt. Sie absorbiert alle Wellenlängenbereiche bis auf den Blauen. Dieser wird transmittiert. D.h. es gelangt nur Licht des blauen Wellenspektrums ins menschliche Auge. Die Lösung erscheint also blau (trivial!).

Entsprechendes gilt für die Kaliumdichromatlösung, welche orange erscheint. Da hier nur das Licht des gelben und roten Spektrums transmittiert wird und die Mischung hieraus orange erscheint. Eine starke Analogie ist auch beim Nickeldichlorid zu erkennen. Aus Gründen der Trivialität wird an dieser Stelle auf eine nähere Betrachtung verzichtet ☺. Nur eines sollte noch gesagt werden, sie wird grün!

Versuch 3: Spezifische Drehung einer optisch aktiven Substanz

3.1 Geräte:

Halbschattenpolarimeter, Bechergläser, Pipetten, Probesubstanz in Stammlösung

3.2 Versuchsaufbau und –durchführung

Mit Hilfe eines Polarimeters soll die optische Aktivität – also das spezifische Drehvermögen – einer Substanz bestimmt werden. Hierzu verwendet man eine Stammlösung der Substanz mit bekannter Konzentration und misst mit dem Polarimeter den Drehungswinkel α .

(Funktionsweise des Polarimeter siehe Skript 9-9). Danach stellt man mehrere definierte Verdünnungen her und misst diese ebenfalls.

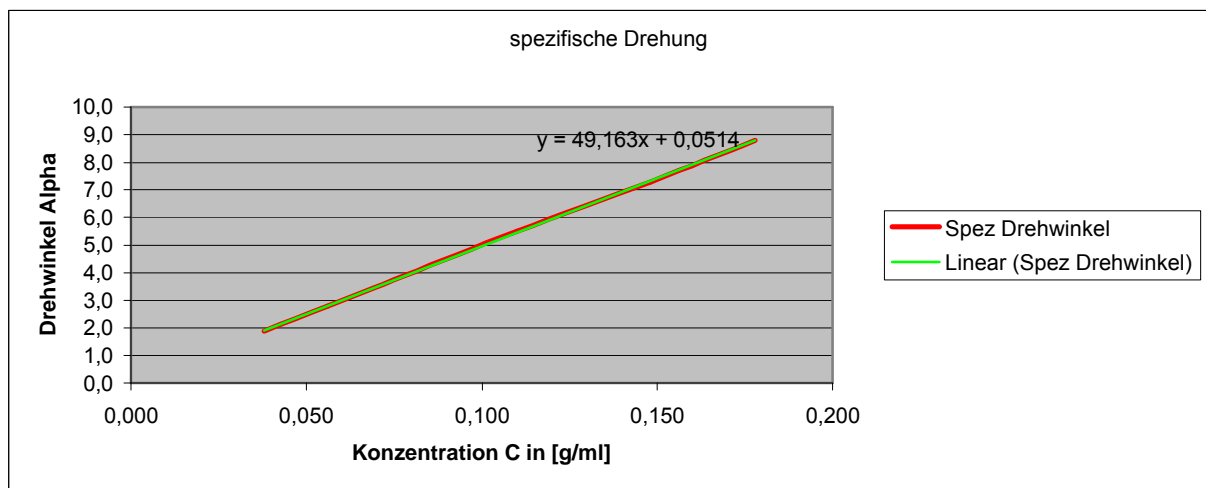
3.3 Messwerte und Auswertung

Die Konzentration der Stammlösung beträgt 17,8%. Das entspricht 0,178g/ml

Drehwinkel α	Konzentration c(Lsg.) [g/ml]
8,8	0,178 (17,8%)
7,3	0,148 (14,8%)
5,5	0,110 (11%)
3,9	0,078 (7,8%)
2,8	0,056 (5,6%)
1,9	0,038 (3,8%)

Diese Ergebnisse werden nun graphisch gegeneinander abgetragen:

Graph3.1



Anhand dieses Graphen kann man nun die spezifische Drehung (optische Aktivität) der Probesubstanz bestimmen.

Es gilt:

$$\mathbf{a} = [\mathbf{a}]_T^l \cdot C \cdot x$$

$$\Rightarrow [\mathbf{a}]_T^l = \frac{\mathbf{a}}{C \cdot x}$$

wobei C die Konzentration in g/ml angibt, \mathbf{a} ist der gemessene Drehwinkel und x ist die Länge des Lichtweges in dm. In unserem Versuch betrug die Weglänge 100mm = 1dm.

D.h. die spezifische Drehung errechnet sich aus:

$$[\mathbf{a}]_T^l = \frac{\mathbf{a}}{C}$$

Dieser Quotient entspricht genau der Steigung des Graphen.

Aus der Geradengleichung $y = 49,163 + 0,0514x$ erkennt man also sofort, dass die spezifische Drehung der untersuchten Substanz $[\mathbf{a}]_T^l = 49,163^\circ$ entspricht.

Dieser Wert ist abhängig von der Temperatur (in diesem Versuch Raumtemperatur) und der verwendeten Wellenlänge.

3.4 Fehlerbetrachtung

Bei diesem Versuch gestaltete es sich ein wenig schwierig die exakten Mischungsverhältnisse herzustellen, aufgrund der etwas ungenauen Möglichkeiten zum Abmessen der einzelnen Volumina. Diese Tatsache kam bei der Berechnung allerdings nicht so zum tragen, da das Polarimeter eine Skala für den Drehwinkel und die Konzentration aufwies. Deshalb sind die Ergebnisse recht genau. Natürlich muss wieder erwähnt werden, dass ein gewisser Fehler beim Ablesen des Polarimeters auftritt. Auch war es bei den Lichtverhältnissen ein bisschen schwierig den beiden „Halbmonde“ auf dieselbe Helligkeit einzustellen, so dass auch hierdurch ein Fehler zu berücksichtigen ist.

Im Großen und Ganzen ist dieser Versuch aber eine gute Möglichkeit die optische Aktivität einer Substanz zu bestimmen, sofern man die verschiedenen Konzentrationen genau ansetzt.