ЛАБОРАТОРНА РОБОТА № 3

Дослідження спектрального розподілу оптичної густини і визначення концентрацій водних розчинів

Мета роботи: ознайомитись з принципом дії фотоелектричного спектрофотометра типу, який використовується для проведення спектральних досліджень і навчитись визначати спектральний розподіл оптичної густини та концентрацію розчинів на прикладі розчину барвника метиленового блакитного.

Прилади і обладнання: спектрофотометр Ulab 102UV, набір розчинів барвника метиленового блакитного різних концентрацій

Теоретичні відомості

Світло, проходячи через будь-яке середовище, повністю або частково поглинається. Поглинання (абсорбція) світла пов'язане з перетворенням у речовині енергії електричного випромінювання у інші види енергії. З точки зору електронної теорії, взаємодія світла і речовини зводиться до взаємодії електромагнітного поля світлової хвилі з атомами і молекулами речовини. Енергія електромагнітної хвилі, яка затрачується на збудження коливань, частково повертається у вигляді випромінювання вторинних хвиль, які випромінюються зарядженими частинками, що рухаються, а частково переходить у інші форми енергії, наприклад у енергію руху атомів, тобто у внутрішню енергію речовини. Інтенсивність світла при проходженні через речовину зменшується – здійснюється поглинання світла.

Розглянемо однорідну речовину товщиною d, на яку падає пучок паралельних монохроматичних променів інтенсивністю I_0. При проходженні світла крізь поглинаючий шар речовини інтенсивність світла I послаблюється пропорційно товщині шару. Тому при проходженні світлом товщини шару dx зміна інтенсивності:

$$dI_x = -\alpha I_x dx\,, \tag{1}$$

де α – коефіцієнт пропорційності (лінійний коефіцієнт поглинання світла), який залежить від виду поглинаючої речовини та від довжини хвилі. Знак мінус вказує на те, що із збільшенням товщини шару поглинаючого середовища інтенсивність світла, що проходить через нього, зменшується. Після відокремлення змінних у рівнянні отримаємо:

$$\frac{dI_x}{I_x} = -\alpha \cdot dx\,. \tag{2}$$

Інтегруючи рівняння (2), одержимо:

$$\int_{I_0}^{I} \frac{dI_x}{I_x} = -\alpha \int_0^d dx\,. \tag{3}$$

Після інтегрування маємо:

$$\ln I - \ln I_0 = -\alpha d\,, \tag{4}$$

тобто:

$$I - I_0 e^{-\alpha d}\,. \tag{5}$$

Отримане співвідношення називається ***законом Бугера-Ламберта***. Фізичний зміст коефіцієнта поглинання α можна визначити з такої умови: зменшення інтенсивності світла в e раз здійснюється при товщині поглинаючого шару $d_e = 1/\alpha$.

Встановлено, що у випадку проходження світла через розчин поглинаючої речовини у прозорому розчиннику коефіцієнт поглинання α прямо пропорційний молекулярній концентрації C_0 розчиненої речовини, тобто:

$$\alpha = \alpha_0 C_0\,, \tag{6}$$

де α_0 – коефіцієнт пропорційності, який залежить від природи розчиненої речовини і не залежить від її концентрації у розчині. З врахуванням співвідношення (6) закону Бугера-Ламберта, який виконується для газів і розчинів малих концентрацій, можна надати такий вигляд:

$$I = I_0 e^{-\alpha_0 C_0 d}\,. \tag{7}$$

При експериментальному дослідженні поглинання світла речовиною зазвичай вимірюють коефіцієнти пропускання τ і оптичну густину D. ***Коефіцієнт пропускання (прозорості)*** показує яка частина світлового потоку, що падає на досліджуваний об'єкт і проходить через нього не поглинаючись. За визначенням:

$$\tau = \frac{I}{I_0}. \tag{8}$$

Оптична густина речовини характеризує ступінь поглинання нею монохроматичного випромінювання і описується співвідношенням:

$$D = -\lg\frac{I}{I_0} = -\lg(\tau). \tag{9}$$

Оскільки $\ln\tau = -\alpha d$ і $\lg\tau = -0{,}43\alpha d$, то:

$$D = 0{,}43\alpha d, \tag{10}$$

а лінійний коефіцієнт поглинання α:

$$\alpha = \frac{D}{0{,}43d}. \tag{11}$$

Якщо крізь речовину пропустити світло із суцільним спектром, то аналізуючи випромінювання, яке пройшло крізь неї, можна за зміною інтенсивності визначити спектр поглинання речовини, яка досліджується, тобто отримати залежність лінійного коефіцієнта поглинання від довжини хвилі, яка проходить крізь шар поглинаючої речовини.

Опис установки

Основною функцією спектрального приладу є просторове розділення на монохроматичні складові оптичного випромінювання і спрямування його на досліджуваний об'єкт. Таке завдання реалізується за допомогою основних елементів спектрального приладу – прозорої для випромінювання призми або дифракційної гратки.

В даній лабораторній роботі для дослідження спектрального розподілу оптичної густини розчинів використовується фотоелектричний спектрофотометр типу Ulab 102UV, оптична схема якого наведена на рис. 1. У спектрофотометрі можна умовно виділити дві основні частини: ***оптичну*** і ***фотоелектричну***. Головним елементом оптичної схеми спектрофотометра є ***дифракційна гратка*** 4, яка працює на відбивання. Така дифракційна гратка є дзеркальною поверхнею, яка розбита на велику кількість смужок (елементів) подібно до того, як це зроблено в дифракційній гратці, що працює на пропускання. Світло, що випромінюється лампою 1, після проходження конденсора 2 та діафрагми $Д_1$ утворює вузький паралельний пучок світла, який попадає на дифракційну гратку. Внаслідок виникнення оптичної різниці ходу променів, що відбиваються від кожного з елементів решітки, на "екрані" (дзеркало 5) утворюється ***дифракційний спектр***, який спрямовується на вихідну діафрагму $Д_2$ так, що в її щілину проходить лише невелика частина загального спектру. Цим досягається утворення пучка світла, що характеризується вузьким інтервалом довжин хвиль ($\Delta\lambda = 7нм$), який в подальшому спрямовується на досліджуваний розчин.

Обертаючи дифракційну гратку 4 навколо осі, паралельної її штрихам, спрямовують пучки світла на вихідну щілину з інтервалу довжин хвиль 200 – 1000 нм.

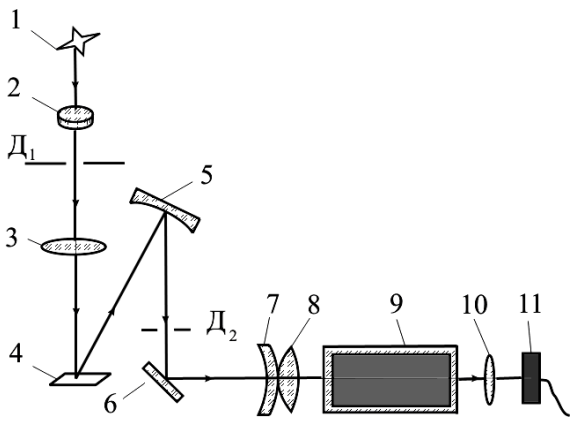

Рис. 1. Оптична схема фотоелектричного спектрофотометра типу Ulab 102UV

Принцип дії фотометра ґрунтується на порівнянні світлових потоків, а саме світлового потоку Φ_0, який проходить через кювету з дистильованою водою, і світлового потоку Φ, що пройшов через кювету з досліджуваним розчином. Світлові потоки Φ_0 і Φ попадають на фотодіод, який перетворює їх в у струми i_0 та i, і разом з темновим струмом $i_{\dot{O}}$ фотодіода (коли фотодіод неосвітлений) обробляються мікропроцесорною системою фотометра. Чисельний результат обробки для коефіцієнта пропускання (прозорості) – τ або оптичної густини D висвітлюється на цифровому табло приладу.

Загальний вигляд спектрофотометра Ulab 102UV зображено на рис. 2.

Рис. 2. Зовнішній вигляд спектрофотометра Ulab 102UV.

Спектрофотометр складається з п’яти частин:

1) галогенної або дейтерієвої лампи як джерела світла;

2) монохроматора для виділення необхідної довжини хвилі і усунення небажаного випромінювання другого порядку;

3) кюветного відділення для досліджуваного розчину;

4) детектора для реєстрації пропущеного світла і його перетворення в електричний сигнал;

5) цифрового екрану для відображення значень поглиненого або пропущеного світла.

Підготовка спектрофотометра до роботи. На рис. 3 показана панель управління приладу. Користувач може провести всі операції натискаючи на відповідні кнопки, при цьому результати і необхідна інформація будуть відображені на РК екрані.

Рис. 3. панель управління спектрофотометра

Опис клавіш:

1) [Установка] ([SET]) Налаштування параметрів;

2) [Перехід λ] ([GOTOλ]) Установка довжини хвилі;

3) [Нуль] ([ZERO]) Обнулення;

4) [Друк] ([PRINT]) Друк результатів;

5) [- -] Клавіші вибору опцій на екрані (положення клавіш відповідає позиції опцій на екрані (для зручності, в подальшому клавіша [-] зліва, буде називається "F1", а клавіша [-] праворуч - "F2").

6) [↑], [↓] Пересування по опціях меню; перегляд опцій меню для вибору.

***Включення спектрофотометра*:**

1) Увімкніть спектрофотометр натисканням клавіші вмикання / вимикання (I / O);

2) Після висвітлювання вітання на екрані, прилад перейде до процедури само тестування;

3) Після закінчення самотестування, приладу необхідно прогріється (приблизно 20 хвилин) і потім екран відобразить головне меню (рис. 4);

Рис. 4. Головне меню.

Примітка: *НЕ ВІДКРИВАЙТЕ КРИШКУ ВІДДІЛЕННЯ ДЛЯ ЗРАЗКІВ В ПРОЦЕСІ САМОТЕСТУВАННЯ ПРИЛАДУ!*

4) Для переходу у вікно настройки (рис. 5) довжини хвилі, натисніть клавішу [Перехід λ] ([GOTOλ]). Користуючись клавішами [↑] і [↓] виберіть бажане значення довжини хвилі і натисніть клавішу «Прийняти» («OK» - F1) для підтвердження вибору. Після зміни довжини хвилі екран автоматично повернеться у вікно головного меню. Якщо Ви не хочете змінювати значення довжини хвилі, натисніть клавішу «Повернення» («Return» - F1) для повернення в головне меню;

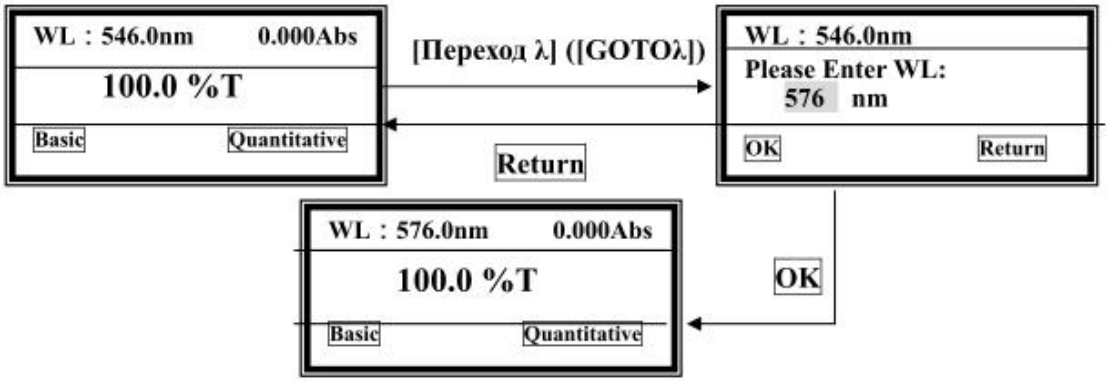

Рис. 5. Настройка спектрофотометра

***Підготовка еталонного «нульового» розчину*:**

1) Перед вимірюванням, приготуйте кювету з «нульовим» стандартним розчином наповнивши її дистильованою (деіонізованою) водою;

2) Протріть кювету від відбитків пальців і крапель рідини;

3) Встановіть кювету в кюветотримач в найближчу до Вас комірку;

4) Встановіть штатив таким чином, щоб кювета виявилася на шляху проходження світла (штовхніть ручку всередину), а потім закрийте кришку.

Перехід в базовий режим вимірювань (basic mode):

1) Перед вимірюванням, встановіть (якщо необхідно) бажану довжину хвилі;

2) Встановіть кювету з «нульовим» розчином на шляху проходження світла в кюветне відділення. У головному меню, підведіть курсор на опцію «Базовий Режим» ("Basic mode"), а потім натисніть клавішу «Прийняти» («OK» - F1) для підтвердження переходу в основний

режим тестування. Після автоматичного обнулення екран відобразить вікно основного режиму тестування, показане на рис. 6.

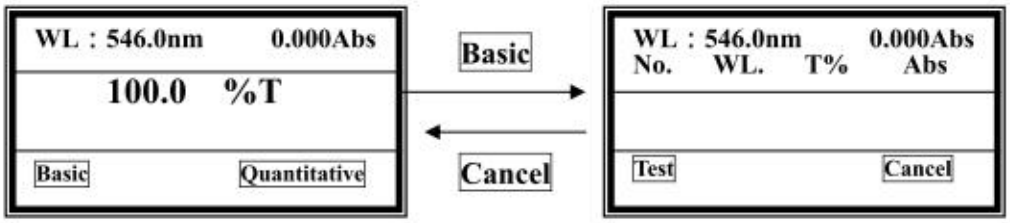

Рис. 6. Вікно основного режиму тестування

***Початок вимірювання*:**

1) Встановіть кювету з розчином на шляху проходження світла в кюветному відділенні і натисніть клавішу «Тестування» («Test» - F1) для початку вимірювання. Результати тестування відобразяться на екрані. Нумерація вимірювань проводиться автоматично – перший стовпчик на екрані. Другий стовпчик(WL)– довжина хвилі. Третій стовпчик (T%)– коефіцієнт пропускання; Четвертий стовчик (Abs)– оптична густина речовини.

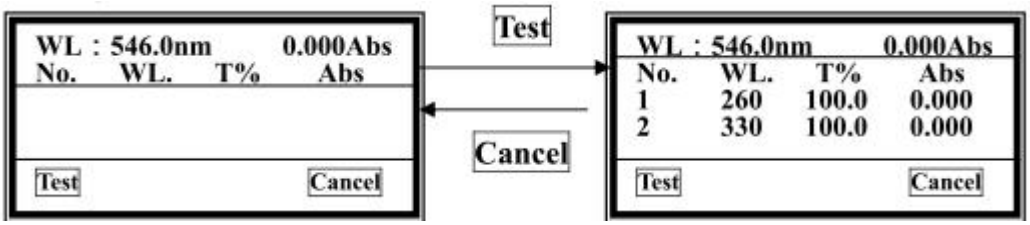

Рис. 7. Відображення результатів тестування

2) Повторіть операцію після зміни дожини хвилі. Результати вимірювань будуть виведені на екран і пронумеровані послідовно.

3) Користуючись клавішами [↑] і [↓] можна прокрутити екран для перегляду результатів потрібного виміру;

4) Після закінчення, натисніть клавішу «Скасування» («Cancel» - F2) для повернення до попереднього вікна.

Порядок виконання роботи

ЗАВДАННЯ 1. ***Підготовчий етап роботи***.

1. Увімкнути спектрофотометр в мережу 220 B; спектрофотометр почне процедуру самотестування.
2. Отримати у викладача «базовий розчин» – 0,001 М розчин метиленового блакитного барвника (молярна маса 320 г/моль).
3. Підготувати розчини з концентрацією 10^{-4} М;10^{-5} М; 10^{-6}М;

ЗАВДАННЯ 2. ***Провести дослідження спектральної залежності коефіцієнта пропускання розчину метиленового блакитного барвника з концентрацією 10^{-5} М*** .

1. Встановити у комірку 1 кювету з нульовим розчином, в комірку 2 кювету з розчином метиленового блакитного барвника з концентрацією 10^{-5} М.
2. Встановити на фотометрі довжину хвилі λ = 200 нм
3. Встановити на шляху променя нульовий розчин та натиснути кнопку «Нуль».
4. Пересунувши важіль поставити на шляху променя кювету з дослідлжуваним розчином барвника. Натиснути кнопку «Тест». Результати вимірювання відобразяться на екрані. Перепишіть значення коефіцієнта пропускання та оптичної густини в таблицю 3.
5. Збільшуйте довжину хвилі λ на 10 нм та повторюйте пункти 3 та 4 до досягнення значення
   λ = 700 нм.
6. Обчислити енергію квантів $E = h\nu$, що відповідають кожній із довжин хвиль наведених в таблиці 3, виразивши її в електрон–вольтах (еВ). Одержані результати записати в таблицю 1.

7. Побудуйте графіки $T = f(\lambda)$ та $D = f(\lambda)$ використовуючи пакет Origin 6.1.

Таблиця 1

λ, нм	E, еВ	T,%	D
200			
210			
220			
…			
…			
700			

ЗАВДАННЯ 3. ***Побудова градуювального графіка для визначення концентрації розчину метиленового блакитного барвника.***

Для вимірювань використовують попередні вимірювання вибираючи довжину хвилі, що відповідає максимуму (приблизно) на залежності $T = f(\lambda)$ (рекомендоване значення λ = 660 нм, проте у Вас може вийти трохи інше. Після чого:

1. Послідовно виміряти коефіцієнт пропускання та оптичну густину розчинів відомої концентрації 10^{-4} М;10^{-5} М; 10^{-6}М на одній довжині хвилі. Результати записати в таблицю 2.

Таблиця 2

Зразок	E, еВ	T,%	D
10^{-4} М			
10^{-5} М			
10^{-6}М			

2. Побудувати графік залежності оптичної густини D від концентрації C розчину $D = f(C)$ за даними таблиці 2.
3. Використовуючи пакет Origin 6.1 провести регресійний аналіз, апроксисуючи отримані дані лінійною функцією. Встановити коефіцієти в залежності $D = f(C)$ та записати закон зміни оптичної густини з ростом концентрації.
4. Використовуючи отримане рівняння, перетворіть його так, щоб отримати залежність $C = f(D)$

ЗАВДАННЯ 4. ***Знаходження концентрації невідомого розчину метиленового блакитного барвника.***

1. Встановити у комірку 1 кювету з нульовим розчином, в комірку 2 кювету з розчином метиленового блакитного барвника невідомої концентрації.
2. Встановити на фотометрі довжину хвилі, що використовується при виконанні завдання 3.
3. Встановити на шляху променя нульовий розчин та натиснути кнопку «Нуль».
4. Пересунувши важіль поставити на шляху променя кювету з дослідлжуваним розчином барвника. Натиснути кнопку «Тест».
5. Використавши отримані значення оптичної густини визначити концентрацію невідомого розчину метиленового блакитного барвника за рівнянням $C = f(D)$. Результати записати в звіт по роботі.

Контрольні запитання

1. Яка основна функція спектрального приладу?
2. Що є основним елементом оптичної схеми спектрофотометра ULAB 102UV?
3. Що називається коефіцієнтом пропускання та оптичної густини?
4. Дайте відповідь на питання: “Як пояснити колір розчинів?”
5. Яку фізичну інформацію можна одержати із аналізу спектрального розподілу оптичної густини розчинів?