

# Digitale spectrometer

## 1 Doelstelling

In dit practicum wordt de digitale spectrometer gebruikt. De nadruk zal liggen op het leren werken met dit toestel door het uitvoeren van absorptie- en emissiemetingen, en het vergelijken van dit meetsysteem met de analoge prismaspectrometer.

## 2 Vereiste voorkennis

Atomaire transitities, absorptie en emissie fenomenen.

## 3 Fysische achtergrond

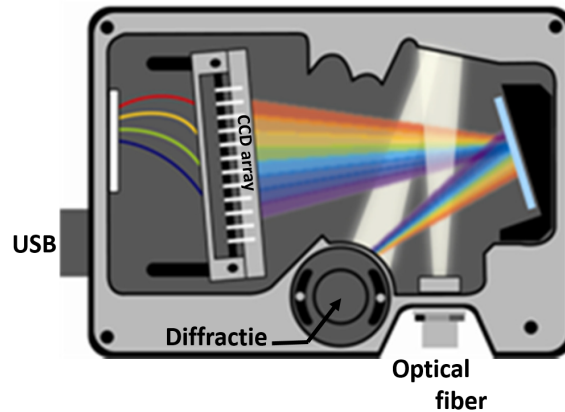
Voor de inleiding op de fysische achtergrond naar dit practicum kan verwezen worden naar sectie B.1. van de practicumtekst over de analoge prismaspectrometer. Voor dit practicum zullen we echter gebruik maken van een digitale spectrometer, die verschillende voordelen heeft zoals vermeld in de doelstelling. Voor het werkingsprincipe van deze spectrometer wordt verwezen naar sectie 4.

Voor het eerste deel van dit practicum zal aan **emissie spectroscopie** gedaan worden, gelijkaardig aan de metingen met de analoge spectrometer. Opnieuw zal naar gasontladingslampen gekeken worden. De vergelijking met de vorige (analoge) methode zal gemaakt worden.

**Absorptie spectroscopie** vormt het tweede deel van dit practicum, hetgeen we op een kwantitatieve manier zullen aanpakken. Voor deze studie zullen oplossingen met voedselkleurstoffen gebruikt worden. De hoeveelheid absorptie van (wit) licht door deze vloeistoffen is recht evenredig met de concentratie van deze vloeistof. Het wet van Lambert-Beer (zie voorbereidende opgaven) beschrijft dit verband tussen de absorptie  $A$  en de concentratie  $c$  van de absorberende vloeistof  $\left[\frac{\text{mol}}{\text{L}}\right]$ .

## 4 Meetopstelling

De digitale spectrometer laat toe om rechtstreeks intensiteiten van invallende elektromagnetische straling op te meten. Het licht valt in op de optical fiber en dit signaal wordt



**Figuur 1:** *Het invallende licht wordt gesplitst in zijn componenten, en wordt dan gereflecteerd op de digitale acquisitie. Figuur afkomstig uit de documentatie van Ocean Optics. De decompositie van het licht gebeurt middels een diffractierooster, terwijl de acquisitie gebeurt d.m.v. een CCD camera. De positie van het invallende licht op de CCD array kan vertaald worden naar een golflengte, en de hoeveelheid fotonen die invallen op iedere cel van de CCD array worden omgezet in een bepaalde hoeveelheid lading die proportioneel is met de intensiteit van het invallende licht.*

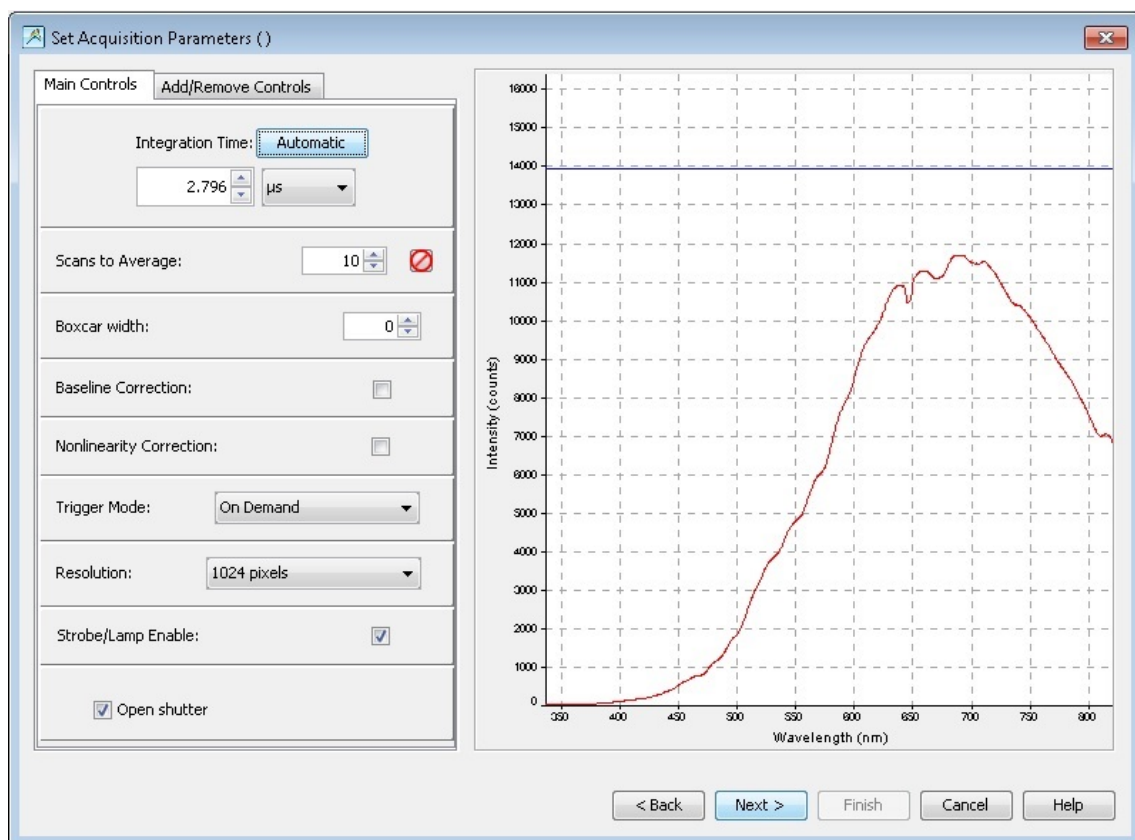
omgezet in een telling van de overeenkomstige golflengte. Voor een overzicht hoe dit verloopt, zie Figuur 1. Met een zekere frequentie, ingesteld door de controle software, wordt deze telling doorgestuurd naar de computer en wordt deze getoond op de grafiek.

De meetopstelling bestaat uit de lichtbron, de spectrometer die via USB is verbonden met een computer en een optische fiber die is verbonden met de spectrometer. De lichtbron kan ofwel de spectrale tube zijn (emissie spectra), ofwel een cuvette waar een uniform wit licht door schijnt (blauwe cilindervormige houder, voor absorptie spectra).

Vooraf moet de software gestart worden. Doe dit door in het start-menu van Windows te zoeken naar “OceanView”, de software die bij de photospectrometer hoort. Eens dit is opgestart kan je, door linksbovenaan op de veelkleurige lijntjes te klikken, een nieuwe meting starten.

## 4.1 Emissiemetingen

Start eerst een emissie-meting op door op “Spectroscopy” te klikken, en dan op “Quickview minus background”. Richt de fiber op de lamp zodat je de pieken ziet verschijnen. Laat automatisch selecteren om de hoeveel seconden een spectrum wordt doorgestuurd naar de computer door voor de Integration Time op Automatic te klikken. Voor de volgende stap moet je de lamp uitzetten, en een spectrum laten opslaan als achtergrond spectrum. Doe de lamp hierna opnieuw aan. Eens je de meting hebt opgestart kun je best de baseline correction afzetten (klik hiervoor links op “Acquisition Group Window”). Zie Figuur 2. Let op dat er een nieuw tabblad wordt geopend genaamd ‘View Minus bkgnd’ die je nieuwe instellingen bevat.



**Figuur 2:** In het “Acquisition Group Window” kan je de baseline correction afzetten, en ook de eenheden op de as veranderen. De rest van de parameters zet je zoals op deze screenshot: enkel de Strobe/Lamp heb je voor de emissiemetingen ook nog niet nodig.

Je kan de spectra opslaan door op het icoontje met een diskette en een pijltje te klikken. Voor meer details over het opslaan van data, zie sectie 6.2.

## 4.2 Absorptiemetingen

De combinatie van de spectrometer, samen met de blauwe houder met een bron van (wit) licht en plaats voor een cuvette gevuld met vloeistof laat toe om de opstelling te gebruiken als *spectrofotometer*. Dit instrument meet de intensiteit van het licht (bij een zekere golflengte) dat het sample binnengaat en vergelijkt dit met de intensiteit van het licht na transmissie door het sample. Deze twee intensiteiten worden in dit geval door de software als volgt gecombineerd tot de absorptie  $A = \log_{10} \left( \frac{I_0}{I} \right)$ , waarbij  $I_0$  en  $I$  de intensiteiten zijn van het invallende en uitgaande licht respectievelijk.

Voor deze proef zijn cuvettes geprepareerd met voedselkleurstoffen opgelost in water. Het doel is om de concentratie te bepalen van de opgeloste kleurstoffen (zie bijlage of documentatie verstrekt bij het practicum zelf). Hiervoor is het uiteraard ook nodig om de achtergrondstraling en het oplosmiddel zonder de kleurstof (water) in rekening te brengen. Het stappenplan voor het uitvoeren van zulke metingen (en de calibratie op basis van de wet van Lambert-Beer) staat beschreven in sectie 6 bij de opgaven.

## 5 Voorbereidende opgaven

1. Zoek op en leg uit wat de wet van Lambert-Beer is en betekent. In het practicum ga je **absorptie** meten, en wel de maximale absorptie  $A(\lambda_{max})$  in functie van concentratie bepalen. Welke parameter(s) (zie je opgezochte wet van Lambert-Beer) kan je dus eigenlijk uit dit verband halen ('fitten')?
2. De lijnen die je in dit practicum gaat zien hebben een zekere breedte. Wat is de fundamentele limiet op de breedte van spectrale lijnen? (Hint: dit heeft te maken met het onzekerheidsprincipe van Heisenberg.)

## 6 Opgaven

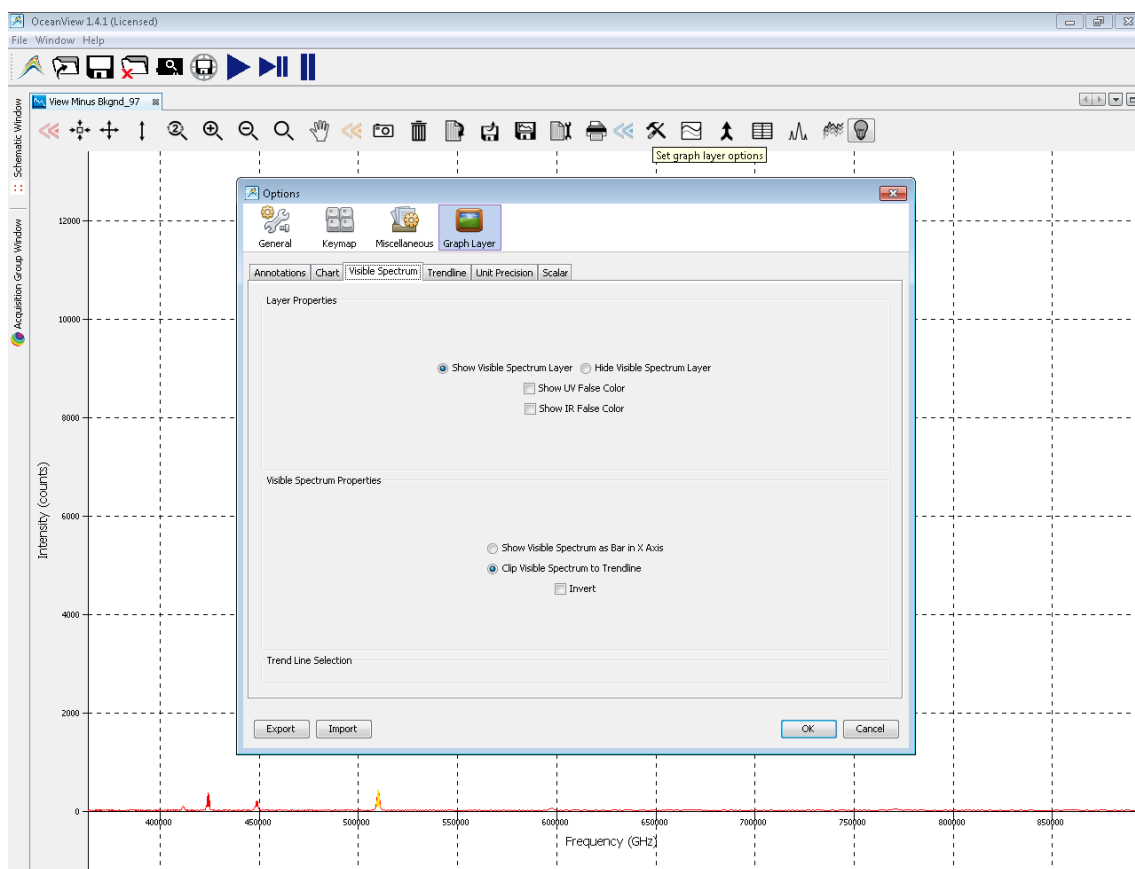
### 6.1 emissiespectrum van gasontladingslampen

**Emissie metingen** Voor deze metingen kan je best in "Graph Layer Options" (zie Figuur 3) het zichtbare spectrum laten overlappen. Vermeld bij elke meting welke lijnen in het zichtbare spectrum zijn door hun kleur te geven, golflengte/frequentie is niet nodig.

1. Meet opnieuw het spectrum van de helium lamp op. Fit minstens 1 van de geobserveerde pieken met een Lorentz profiel<sup>†</sup>. Heeft dit profiel de fundamentele limiet voor de breedte of niet? Voor een overzicht van een heel aantal atomaire lijnen, zie <http://physics.nist.gov/PhysRefData/Handbook/periodictable.htm>, klik op het gewenste element, en dan op "Persistent Lines".

---

<sup>†</sup>Je mag de fout nemen als de wortel van het aantal tellingen.



**Figuur 3:** In “Graph Layer Options” kan je het zichtbare spectrum laten overlappen op het gemeten spectrum.

2. Meet opnieuw het spectrum van je onbekende lamp op. Bepaal met het oog of met een aantal fits waar de sterkste lijnen zich bevinden. Vergelijk deze met de atomaire lijnen. Gebaseerd hierop, welke stof bevindt zich in je lamp? Komt dit overeen met je resultaten bekomen met de analoge prismaspectrometer?
3. Bekijk eens hoe het emissiespectrum van de verlichting in de zaal er uitziet. Denk je dat de stof van je onbekende lamp in de verlichting in een significante hoeveelheid aanwezig is?
4. Jullie hebben de baseline correction moeten afzetten voor de emissie-metingen. Wat is de meest waarschijnlijke reden dat je dit hebt moeten doen?

## 6.2 Absorptie in functie van concentratie

**Instellen systeem voor absorptie metingen** Voor het tweede deel van het practicum worden er kwalitatieve metingen gedaan voor absorptiemetingen. Voor dit deel moet de optische fiber weer terug verbonden worden met de blauwe cilinder waar de lichtbron zich bevindt en de cuvettes gestoken moeten worden. Wees voorzichtig en/of vraag hulp!

1. Zorg dat het OceanView programma geopend is.
2. Maak een “New Spectroscopy Application” (knop linksboven met veelkleurige lijntjes). Selecteer “New Spectroscopy”, dan “Absorbance”, en “Next” om de “Absorbance Wizard” te starten.
3. Plaats nu een cuvette in de blauwe houder met enkel oplosmiddel (water)<sup>‡</sup>. Deze zijn gelabeld met een “0”. Het metalen plaatje moet ook in de houder zitten! Merk op dat je dit op twee manieren kunt doen: zodat de lamp geblokkeerd is, of zodat er een gat voor de lamp is. Zorg nu dat er licht door de cuvette kan schijnen.
4. In het eerstvolgende scherm kunnen de acquisitieparameters optimaal ingesteld worden: klik op “Automatic” bij de integratietijd, zet “Scans to Average” op 10 en de “Boxcar Width” op 5. Klik vervolgens op “Next”.
5. In het volgende scherm wordt de referentie vastgelegd. Dit is dus de absorptie die gebeurt in het oplosmiddel (plus de cuvette) zelf. Druk hiervoor op ‘Store reference’ (de gele gloeilamp). Als dit is gelukt, klik “Next”.
6. In dit laatste scherm wordt de achtergrond geregistreerd, welke ook afgetrokken dient te worden van de uiteindelijke meting. Verwijder hiervoor eerst de cuvette en plaats het metalen plaatje zo, zodat de lamp geblokkeerd wordt. Klik op “Store Background” (grijze gloeilamp) en vervolgens op “Finish”.
7. In het hoofdvenster is nu een venster geopend waarop het absorptiespectrum weergegeven wordt (“AbsorbanceView Window”) met de instellingen die zojuist zijn ingesteld. Als je nu een spectrum opmeet met de cuvette met water in de houder, zou het spectrum nul moeten zijn voor alle golflengtes (zonder cuvette zie je iets dat lijkt op het negatieve spectrum van de referentie).

---

<sup>‡</sup>Merk op dat de cuvettes een transparante en een matte wand hebben: zorg ervoor dat het licht schijnt door de transparante wand!

**Absorptie metingen** Het systeem is nu klaar om absorptiespectra te nemen van de verschillende oplossingen.

1. Wanneer je nu een cuvette met een bepaalde kleur in de houder brengt, zul je het absorptiespectrum zien verschijnen. Je kunt eventueel weer het zichtbare spectrum laten overlappen met het absorptiespectrum, zie figuur 3. Klopt de piek van de geabsorbeerde kleur met wat je verwacht (i.e. met welke kleur de oplossing heeft)?
2. De tools boven de grafiek laten toe om het bereik en de zoom te bepalen. De dubbele verticale pijl zal de grafiek schalen zodat deze in het venster past. Nu kan een reeks absorptiespectra gemeten worden. Maak van iedere cuvette (zie opdrachten hieronder voor welke reeks je moet nemen) een overlay met de ‘Active Spectrum to Overlay’-knop (fototoestel). Herhaal deze stap tot alle cuvettes geregistreerd zijn
3. Alle overlays kunnen nu opgeslagen worden. Stel eerst de parameters van de file writer (hoe de files worden opgeslagen) in. Dit gaat via het icoontje met het papier en de moersleutel. Stel het volgende in: selecteer “save every scan”, selecteer “stop after this many scans” en zet de waarde naar 1, selecteer de file directory waar je de files wilt opslaan, selecteer een file formaat (ASCII) en geef eventueel een “base filename” in. Klik op apply en exit.
4. Sla nu de bekomen spectra’s op: druk op de diskette. Ga nu in de ingegeven directory na of daar inderdaad de spectra zijn opgeslagen. Als het goed is staan hier afzonderlijke .txt files met als basis de “base filename” die je hebt ingegeven. Er zal 1 filename zijn met “absorbance” in de naam, welke het actieve spectrum bevat, en dan een aantal files met “capture” in de naam, met alle overlays van de absorptiespectra van de verschillende cuvetten. De .txt files bestaan uit een header, en twee kolommen met golflengte  $\lambda$  en absorptie A. Neem als fout op de absorptie 0.02 (zie hieronder).

**Opdracht: Bepaling van het verband tussen absorptie en concentratie.** Op basis van de wet van Lambert-Beer kan een verband gezocht worden tussen de concentratie en de absorptie. Hiervoor worden allereerst de cuvettes 1 t/m 10 gebruikt met rode en blauw kleurstof. Deze hebben een gekende concentratie, en kunnen dus gebruikt worden om de calibratiecurve op te stellen.

1. Meet absorptiespectra van [de blauwe (nummers 1 t/m 5) **of** rode (6 t/m 10)] **en** de gele (11 t/m 15) cuvettes (in 2 afzonderlijke reeksen: maak voor iedere kleur 5 overlays voor de 5 cuvettes). De concentratie van deze is gekend en staat in de bijlage.
2. Voor de absorptie gebruiken we de golflengte waar de absorptie maximaal is ( $\lambda_{max}$ ). Deze zou voor eenzelfde kleurstof, dezelfde moeten zijn. Het kan zijn dat deze heel licht met het maximum van verschillende cuvettes met dezelfde kleurstof. Kies echter één golflengte die je juist lijkt, en noteer hiervoor de waarde van de (maximale) absorptie voor die golflengte voor de spectra horende bij de cuvettes met verschillende concentratie. Dit kan door een cursor te plaatsen op  $\lambda_{max}$  en de waarde voor absorptie voor iedere overlay af te lezen onderaan in het venster<sup>§</sup>.

---

<sup>§</sup>De absorptie wordt zowel hier als in de datafiles gegeven tot op 2 cijfers na de komma (1 %). De fout hierop is geschat op 0.02 (2%), dus deze nauwkeurigheid van weergave is goed genoeg. De fout is bepaald

3. Je beschikt nu over  $A(\lambda_{max})$  vs  $c$  data. Deze data kun je fitten m.b.v. de wet van Lambert-Beer. Op de details zal meer uitleg gegeven worden tijdens het practicum zelf (na het afgeven van de voorbereidende opgaven).

**Opdracht: Bepalen van een onbekende concentratie.** Bij de vorige opdracht heb je in feite (voor zowel de blauwe als de rode of de gele kleurstof), de opstelling gecalibreerd om deze te kunnen gebruiken om een onbekende concentratie te bepalen door de  $A(\lambda_{max})$  te meten. Doe dit voor twee M-cuvettes ('Mystery').

## 7 Verslag

De volgende zaken dienen aan bod te komen in het verslag (dit kan bijvoorbeeld ook in de 'Materiaal en Methoden' sectie,...):

1. Verwerk **alle opdrachten** (echter niet de voorbereidende opgaven) van dit practicum, en die van het vorige practicum (analoge prismaspectrometer) op een gestructureerde manier
2. Bespreek het **schema van het meetsysteem** in beide gevallen, op zulk een manier die toelaat om de beide systemen te vergelijken (b.v. wat is de sensor bij de analoge vs digitale spectrometer, wat laat deze toe te doen, wat is het verschil?).
3. Besteed ook aandacht aan de **resolutie** van het experiment. Wat bepaalt de resolutie bij de analoge prismaspectrometer? Wat bepaalt de resolutie bij de digitale counterpart (Wordt de fundamentele lijnbreedte gehaald? Wat als we de CCD array op een grotere afstand van het diffractie element zouden zetten?) ?
4. Specifiek voor de digitale spectrometer, denk na waar in het schema van het meet-systeem er maatregelen worden genomen om de **invloed van omgevingsfactoren** te verminderen. Tip: denk aan de 'stappen' die je doorloopt bij het opzetten van een meting (zie de handleiding hierboven voor de emissie- en absorptiemetingen). Waarom klik je op 'Automatic'? Background,...?

---

door het vergelijken van verschillende referentie cuvettes met enkel water, en is voornamelijk afkomstig van het feit dat niet iedere cuvette identiek is (oplossing, vingerafdrukken op de wand,...)