$locale=DE, output-decimal-marker=,, separate-uncertainty=true, per-mode=symbol-or-fraction, range-phrase=- ua VA var U px\\ \in \in dgt.$







Institut für Experimentalphysik der Technischen Universität Graz

&

Institut für Physik der Universität Graz

LABORÜBUNGEN 2: ELEKTRIZITÄT, MAGNETISMUS, OPTIK

Übungsnummer: 3

Übungstitel: Spektralphotometer (KFU)

Betreuer: Francesco Presel

Gruppennummer: 42

Name: Nico Eisner Name: Philip Waldl

Mat. Nr.: 12214121 Mat. Nr.: 12214120

Datum der Übung: 24.11.2023 WS 2023/2024

 $\begin{array}{c} {\rm Labor} \ 2 \\ {\rm Spektralphotometer} \end{array}$

Inhaltsverzeichnis

1 Aufgabenstellung

Der Versuch Spektralphotometer beschäftigt sich, wie der Name bereits vermuten lässt, mit dem Spektralphotometer. Dabei wird vor allem Wert auf das feststellen von Transmissionund optischer Extinktion gesetzt. Mit diesen Tools können weiters einige andere Größen bestimmt werden, wie beispielsweiße die Stoffemengenkonzentration und Dicke von verschiedenen Proben.

Die genaue Aufgabenstellung sieht wie folgt aus:

- Messen der optischen Transmissionen von Farbfiltern mittels Spektralphotometer
- Zeigen der Additivität der Extinktion anhan zweier Farbfiltern
- Bestimmung der Stoffemengenkonzentration von Methylenblaulösung
- Diskussion der Farbeindrücke der jeweilig gemessenen Spektren
- Messung der Glasplattendicke durch Auswertung der Transmissionsmaxima

Alle Informationen und Methodiken wurden uns von der Technischen Universität bereitgestellt [teachcenter2].

2 Voraussetzungen & Grundlagen

Wie im Kapitel Aufgabenstellung bereits erwähnt, dreht sich bei diesem Versuch beinahe alles um das Spektralphotometer. Dieses wissenschaftliche Messinstrument wird verwendet, um die Lichtintensitäten von verschiedenen Bereichen des elektromagnetischen Spektrums zu messen. Dabei finden sich Anwendungsmöglichkeiten in fast jeden naturwissenschaftlichen Bereichen. Der grundlegende Aufbau eines solchen optischen Instrumentes ist in folgender Abbildung ?? ersichtlich.

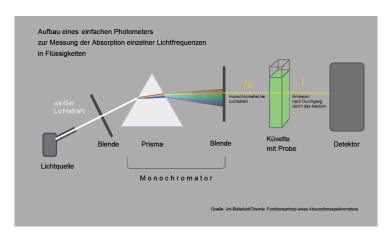


Abb. 1: Grundlegender Aufbau eines Spektralphotometer [SpektralphotometerWiki]

Wie sich erkennen lässt, bildet ein Monochromator, genauer der Czerny-Turner-Monochromator, das Herzstück des Spektralphotometers. Dieser sorgt dafür, dass das eingehende Licht der Lichtquelle in ihre einzelnen Farbspektren zerlegt werden. Mit einer Blende wird dann

nur eine der Farbstrahlen an die Probe und in weiterer Folge an den Detektor durchgelassen. Die Intensität des Lichtstrahles, welcher vom Monochromator auf die Probe trifft, ist die einfallende Lichtintensität I_0 , die Intensität des Strahls nach der Probe I_T ist jene vom transmittierten Lichtes durch die Probe. Der eben genannte Monochromator sieht in vereinfachter Darstellung so aus:

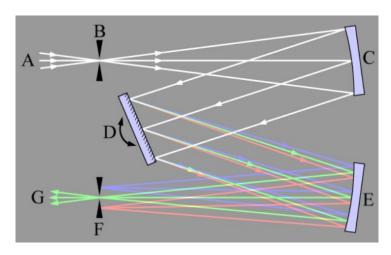


Abb. 2: Grundlegender Aufbau eines Czerny-Turner-Monochromators

Das Licht trifft hierbei von der Quelle A durch eine Blende B auf einen Hohlspiegel C, welcher die Strahlen auf ein schwenkbares optisches Prisma/Gitter D leitet, wo sie in ihre einzelnen Spektren aufgeteilt wird. Von dort wird das Licht auf einen weiteren Hohlspiegel E gelenkt. Dadurch, dass die abgespalteten Farbstrahlen durch das Prisma/Gitter je nach Neigung unterschiedlich abgelenkt werden, kann durch justieren der Prisma/Gitterneigung jenes Farbspektrum bestimmt werden, welches den Monochromator durch ein Blende F verlassen und zum Detektor G weitergeleitet werden darf.

Da die grundlegende Funktionsweiße des Spektralphotometers nun bekannt ist, wird es Zeit, sich mit einigen Begriffen im Zusammenhang mit dem Messgerät und dessen Einsatz bekannt zu machen:

2.1 Transmission, Extinktion und Absorptionsquerschnitt

Farben sind im Grund nichts anderes, als die unterschiedliche Reflexion, Absorption und Streuung von verschiedenen Wellenlängen des Lichtes aufgrund der chemischen und physikalischen Eigenschaften des Materials. Scheint Licht also auf einen teiltransperenter Körper, so wird ein Teil davon durch diesen hindurchgehen, was als Transmission T bezeichnet wird. Diese setzt sich aus dem Verhältnis der Lichtintensität des eingehenden Strahles I_0 zur Intensität des transmittierten Strahlen I_T zusammen, als Gleichung formuliert in Formel ??.

$$T = \frac{I_T}{I_0} \qquad \Delta T = \left| \frac{\partial T}{\partial I_T} * \Delta I_T \right| + \left| \frac{\partial T}{\partial I_0} * \Delta I_0 \right| \tag{1}$$

In der Spektroskopie wird jedoch meist mit logarithmischen Werten als Maß für die Lichtabschwächung gearbeitet - der Extinktion E.

$$E = -log(T) = -log(\frac{I_T}{I_0}) = log(\frac{I_0}{I_T}) \qquad \Delta E = |\frac{\partial E}{\partial T} * \Delta T|$$
(2)

Bei einer Überlagerung von mehreren Extinktionen ist die resultierende Extinktion einfach die Summe der Einzelextinktionen, was auch als Additivität der Extinktionsspektren bezeichnet wird.

Der Anteil eines einzelnen Moleküls zur Extinktion wird auch als Absorptionsquerschnitt q bezeichnet, welcher sich durch folgende Gleichung beschreiben lässt:

$$q = \frac{\varepsilon * ln(10)}{N_A}$$
 mit $N_A = 6,0210^{23} \frac{1}{mol}$ (3)

Dieser ist jedoch nicht zwingend gleich dem Molekülquerschnittes, sondern lediglich ein Wirkungsquerschnitt.

2.2 Referenzspektrum

Um die optische Transmission nun bestimmen zu können ist es notwendig, zuvor das Referenzspektrum festzulegen. Dieses ist das Spektrum, welches vom Spektrograph selbst kommt und dessen Intensität somit der Größe I_0 entspricht. Das Referenzspektrum ist also das ohne Probe gemessene Lichtspektrum des Spektralphotometers.

2.3 Wichtige Zusammenhänge

Für eine erfolgreiche Auswertung des Experimentes ist sind außerdem folgende Zusammenhänge vonnöten:

Wellenzahl
$$v = \frac{1}{\lambda} = \frac{m}{2n_p d} \Longrightarrow d = \frac{m}{2n_p v}$$
 $\Delta d = \left| \frac{\partial d}{\partial v} * \Delta v \right|$ (4)

v ... Wellenzahl, λ ... Wellenlänge, m ... Anzahl Maxima, n_p ... Brechzahl, d ... Glasdicke

Stoffemengenkonzentration
$$c = \frac{E}{\epsilon * d}$$
 $\Delta c = \left| \frac{\partial c}{\partial E} * \Delta E \right|$ (5)

c ... Stoffemengenkonzentration, E ... Extinktion, ϵ ... Ext.koeffizient, d ... Flüssigkeitsdicke

Mittelwert
$$\bar{\varphi} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N} \varphi_i$$
 (6)

 $\bar{\varphi}$... Mittelwert, N ... Probenanzahl, φ_i ... Probenwert

Standardabweichung
$$\sigma_{\varphi} = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^{N} (\varphi_i - \bar{\varphi})^2}$$
 (7)

 σ_{φ} ... Standardabweichung, N ... Probenanzahl, φ_i ... Probenwert, $\bar{\varphi}$... Mittelwert

3 Versuchsanordnung

Bevor die Messungen überhaupt starten konnten, musste natürlich alles richtig augebaut werden. Hierfür wurde das Spektralphotometer mit Strom versorft und in weiterer Folge mit einem Computer der Universität verbunden. Am Spektralphotometer befindet sich außedem eine Halogen-Lichtquelle, eine Probenhalterung und ein Lichtleiter, welcher das transmittierte Licht an das Spektralphotometer weitergibt und im Prinzip als Spalt (B) aus Abbildung ?? fungiert. Am PC wurde dann die Software Splicco gestartet, welches zur grafischen Darstellung der Spektren bzw. deren export als CSV-Files dient und das optische Messgerät verbunden.

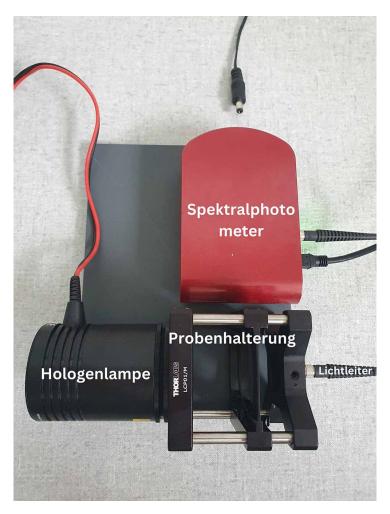


Abb. 3: Aufbau Spektralphotometer

Nach einschalten der Hologenlampe konnten dann bereits die ersten Graphen der Lichtspektren am Monitor beobachtet werden.

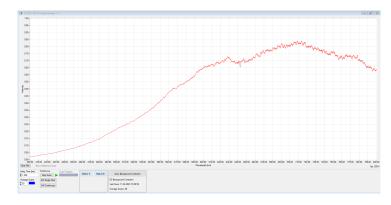


Abb. 4: Beispiel Spektrumsdarstellung am PC

Durch einsetzen von verschiedenen Proben können nun die dazugehörigen Spektren grafisch beobachtet und zur weiteren Auswertung CSV-file exportiert werden.



Abb. 5: Proben von Farbblättchen/Glasblättchen und Wasser/Methylenblaulösung

4 Geräteliste

Tab. 1: Im Versuch verwendete Geräte und Utensilien.

Gerät	Gerätenummer	Unsicherheit
Spektralphotometer	n.a	n.a
Hologenlampe	n.a	n.a
Probenhalterung	n.a	n.a
Lichtleiter	n.a	n.a
Proben	n.a	n.a
PC mit Splicco-Software	n.a	n.a

5 Versuchsdurchführung & Messergebnisse

Der erste Teil des Versuches bestand daraus, die optischen Transmissionen von verschiedenen Farbfiltern mittels Spektralphotometer zu ermitteln. Dabei wurden zunächst einige

Einstellungen in der Software getätigt. Der Wellenlängenbereich wurde auf 400-800 nm beschränkt, was ziemlich genau den fürs menschliche Auge sichtbaren Bereich der elektromagnetischen Strahlen (sichtbares Licht) beinhaltet. Weiters wurde die Integrationtime auf 1.2 ms gesetzt, damit das Spektrum des Lichtes den y-Achsenbereich gut ausfüllt, aber nicht abgeschnitten wird. Außerdem wurde der average-scans Wert noch auf 50 gesetzt.

Sobald die Software brauchbar eingestellt war, wurde eine Hintergrund-Korrektur durchgeführt. Hierfür musste lediglich die Lichtquelle abgeblendet werden, sodass jegliche Störquellen wie das Umgebungslicht, Thermische Effekte, ... die vom Spektralphotometer aufgezeichnet werden übrig bleiben. Durch einen Klick auf Save Background Correction wurde dieses Scenario dann gespeichert und von der Software bei folgenden Messungen automatisch abgezogen. Wichtig zu beachten ist, dass die Hintergrund-Korrektur nach jedem Programmneustart oder bei einer Änderung des Umgebungslichtes bzw. der Integrationszeit zu wiederholen ist.

Folgend darauf konnten nun auch schon die ersten Messungen beginnen. Zunächst wurde das Referenzspektrum für die Intensitäten (I_0) aufgenommen. Dazu wurde einfach eine Aufnahme ohne Probe, also nur mit Halogenlampe aufgezeichnet und als CSV-Datei exportiert. Für den Export von CSV-Daten aus Slicco wurden folgende Einstellungen für diese, als auch für alle folgenden Exporte getätigt: Seperator: Tabulator, Decimal Point ",".

Danach wurden diese Daten auch für eingesetzte Farbfilter erhoben (I_T) , indem einmal ein oranger-, einmal ein blauer- und schließlich beide gemeinsam eingesetzt wurden. Zur Abschätzung der Messfehler wurde dieser Vorgang (also von Referenzspektrum bis hin zu den drei Filtermessungen) fünfmal wiederholt. Am Ende resultierten also fünfmal vier CSV-Daten der Spektren, welche in den folgenden Abbildungen grafisch dargestellt sind:

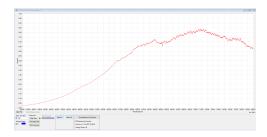


Abb. 6: Referenzspektrum der ersten Messung

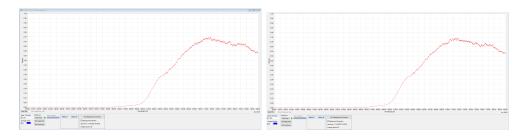


Abb. 7: Spektren des Lichtes mit oranger/blauer Filterprobe

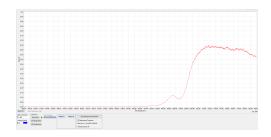


Abb. 8: Spektrum des Lichtes mit oranger und blauer Filterproben

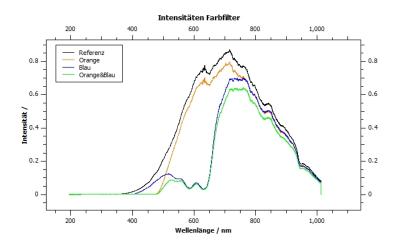


Abb. 9: Spektrum des Lichtes aller Messungen des Versuchsteiles mit Farbfiltern

Zur Durchführung des zweiten Versuchteiles wurden die Farbfilter dann durch Flüssigkeiten ausgetauscht. Dabei wurde zunächst Wasser als Referenzspektrum in den dafür vorgesehenen Küvettenhalter eingesetzt und als Spektrogramm dargestellt bzw. exportiert. Danach wurde die Methylenblaulösung in die Halterung eingesetzt und die für die Auswertung wichtigen Daten gespeichert. Auch hier wurde dieser Vorgang zur Bestimmung der Unsicherheiten fünfmal wiederholt.

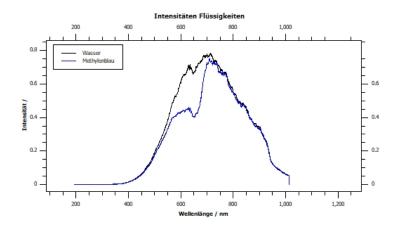


Abb. 10: Spektrum des Lichtes aller Messungen des Versuchsteiles mit Flüssigkeiten

Zu guter Letzt soll nun das Glasblättchen vermessen werden. Wie bereits bei den vorherigen Messungen wurde auc hier ein Referenzspektrum ohne Probe aufgenommen. Danach

selbiges mit eingesetzter Probe und das ganze fünfmal wiederholt und schon waren die Messungen abgeschlossen.

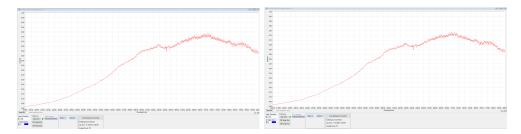


Abb. 11: Referenzspektrum für Glasblättchen / Spektrum mit eingesetztem Glasblättchen

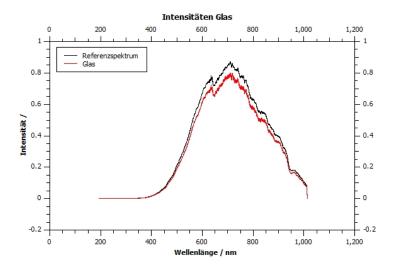


Abb. 12: Referenzspektrum für Glasblättchen und Spektrum mit eingesetztem Glasblättchen gemeinsam

Wichtig bei der Handhabung der Messproben war, die Proben möglichst am Rand zu berühren und schnell wieder in die dafür vorgesehenen Behälter zu versorgen, um sie nicht mit Schmutz zu verfälschen.

6 Auswertung und Unsicherheitsanalyse

In der Auswertung werden zur erhöhten Genauigkeit durchgehend ungerundete Werte bis zu den Endergebnissen verwendet und nur zur Darstellung gerundet.

Zur Berechnung der Unsicherheiten wird, wenn nicht anders angegeben, die Größtunsicherheitsmethode verwendet, bei den Graphen werden jedoch für die Unsicherheiten die Standardabweichungen der Mittelwerte herangezogen. Um den Verlauf der Funktionen besser erkennen zu können wurden die Graphen jeweils einmal ohne- und einmal mit Unsicherheitsbalken dargestellt.

Zu Beginn der Auswertung werden jeweils die fünf verschiedenen Messdaten für die Spektren mittels Formel ?? in qti-Plot gemittelt und weiters mit Gleichung ?? die Standardabweichung bestimmt. Daraus ergibt sich dann ein gemittelter Graph mit den Standardabweichungen als y-Unsicherheiten, welche in folgenden Abbildungen ersichtlich sind.

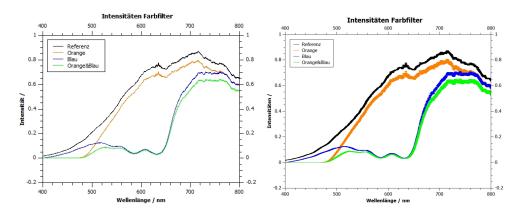


Abb. 13: Gemittelte Intensitäten mit Standardabweichungen für Farbfilter

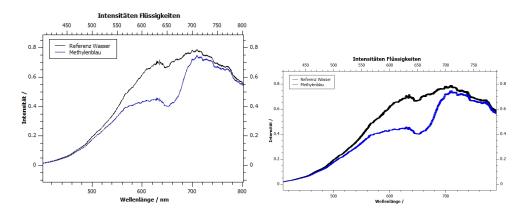


Abb. 14: Gemittelte Intensitäten mit Standardabweichungen für Flüssigkeiten

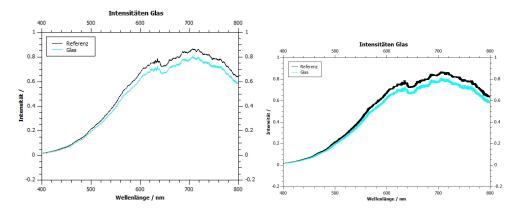


Abb. 15: Gemittelte Intensitäten mit Standardabweichungen für Glas

Die somit resultierenden Mittelwertgraphen werden mit den Standardabweichungen als Unsicherheit für die weitere Auswertung verwendet.

6.1 Transmission/Extinktion Farbfilter

Für den ersten Versuchsteil wird zunächst mit Formel ?? und den exportierten Werten für I_T und I_0 die geforderte Transmission für den orangen Farbfilter, den blauen Filter und beide gemeinsam (in folgender Abbildung grün) bestimmt.

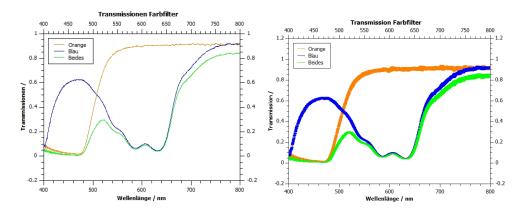


Abb. 16: Resultierende Transmission der Farbfilter

Darauf basierend lässt sich nun mit dem ermitteln Graphen für die Transmission unter verwendung der Gleichung ?? die Extinktion der Farbfilter bestimmten.

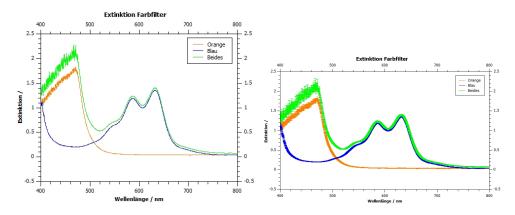


Abb. 17: Resultierende Extinktion der Farbfilter

6.2 Additivität der Extinktion - Farbfilter

Um die Additivität der Extinktion von zwei Farbfiltern zu zeigen, sehen wir uns nocheinmal den Extinktionsgraphen ohne Unsicherheiten (Linie besser erkennbar) an.

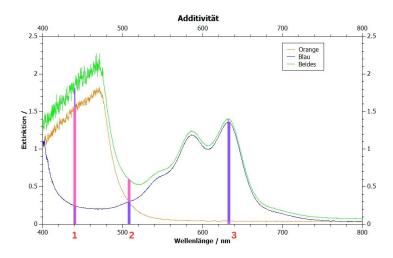


Abb. 18: Additivität der Extinktion

Sucht man sich einen beliebigen Punkt auf der x-Achse aus, und vergleicht die y-Werte, so lässt sich erkennen, dass der y-Wert der orangen Funktion und der y-Wert der blauen Funktion addiert den y-Wert der grünen Funktion ergeben. Somit spricht man von additiven Verhalten von Extinktion (grafisch veranschaulicht mit pinkem und violettem Balken an den roten Punkten 1, 2 und 3 in Abbildung ??).

6.3 Stoffemengenkonzentration von Methylenblaulösung

Um die Stoffemengenkonzentration von Methylenblaulösung zu bestimmen, muss zuerst wie in Unterkapitel Transmission/Extinktion Glasblättchen die Transmission und Extinktion der Flüssigkeit berechnet werden. Hierzu wurden wieder die Fomel ?? für Transmission und Gleichung ?? für Extinktion eingesetzt. Dabei resultierten folgende Graphen:

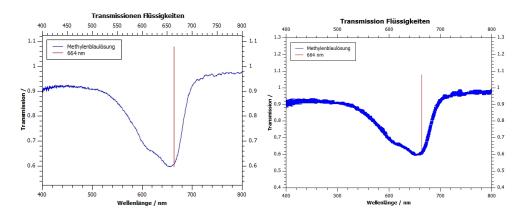


Abb. 19: Resultierende Transmission von Methylenblaulösung

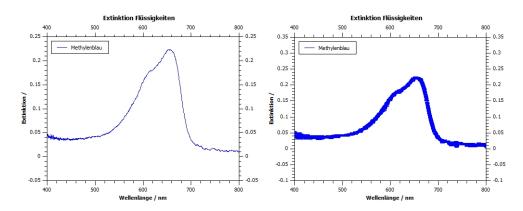


Abb. 20: Resultierende Extinktion von Methylenblaulösung

Zur Bestimmung der Stoffemengenkonzentration werden nun noch folgende Größen benötigt:

- $\lambda = 664 \text{ nm}$ (zu vermessene Wellenlänge)
- $\epsilon_{\lambda} = 77790 \frac{Liter}{mol*cm}$ (aus Versuchsangabe entnommen)
- d = 10 mm (aus Versuchsangabe entnommen)

• E = (0.216 ± 0.004) (der von vorhin bestimmte Wert für die Extinktion bei einer Wellenlänge von 664 nm)

Unter Einbezug der eben genannten Werten, eingesetzt in Formel ?? ergibt sich folgende Stoffemengenkonzentration für Methylenblaulösung:

$$c = (2.78 \pm 0.06) \frac{\mu mol}{l}$$

6.4 Dicke des Glasblättchens

Um leztenendes die Dicke des Glasblättchens über die Transmissionsmaxima zu bestimmen, müssen letztere ersteinmal dargestellt werden. Hierfür werden wieder mit Formeln ?? und ?? die Transmissions- und Extinktionsgraphen berechnet.

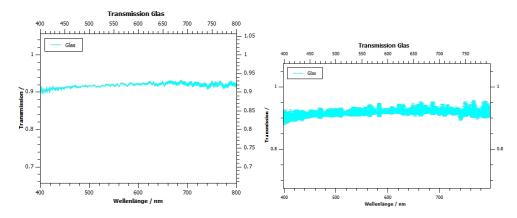


Abb. 21: Resultierende Transmission von Glas

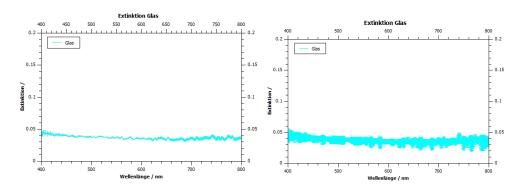


Abb. 22: Resultierende Extinktion von Glas

Nun soll der Graph für die Transmission von Glas (Abbildung ??) genauer untersucht werden. Dafür wird der Graph auf x-Achse und y-Achse so eingeschränkt, dass die Transmissionsmaxima gut zu sehen sind. In unserem Fall wurde die y-Achse auf die Werte zwischen 0.89 und 0.93 beschränkt und die x-Achse auf einen Bereich von 20 nm (von 600 - 620) begrenzt.

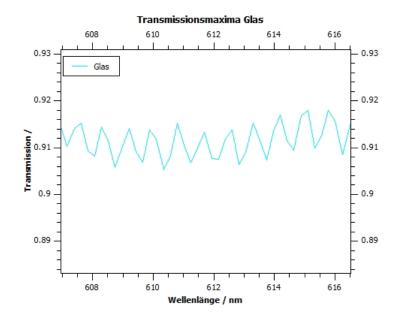


Abb. 23: Genauere Auswertung der Transmissionsmaxima

Nun wurde der Transmissionswert für zehn verschiede Maxima notiert und wie in Gleichung ?? mittels Kehrwert zur Wellenzahl berechnet. Diese Wellenzahl wurde dann für alle zehn Messungen in einem weiteren Graphen aufgetragen und mit einem linearen Fit die Steigung bestimmmt.

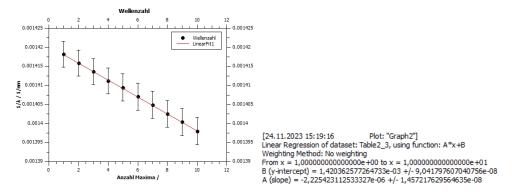


Abb. 24: Aufgetragene Wellenzahlen

Wie sich in vorangegangenen Abbildungen erkennen lässt, ergibt sich eine Steigung von v_m (-2.226 \pm 0.015) * 10⁻⁶ m. Unter Verwendung der Gleichung ?? geht nun mit der Brechzahl $n_p = 1.519$ und m = 10 die Glasdicke d hervor.

 $d=(0.15 \pm 0.01) \text{ mm}$

7 Diskussion

Alles in allem sehen die ermittelten Werte plausibel und realistisch aus und lassen so auf eine korrekte Versuchsdurchführung schließen.

7.1 Methylenblaulösung

Da die genau verwendete Methylenblaulösung nicht weiter bekannt ist, ist es schwer, vergleichbare Literaturergebnisse zu findn. Methylenblaulösung hat jedoch die Eigenschaft, im Bereich zwischen ca. 530 bis 700 nm sichtbares Licht zu absorbieren (Absorptionsmaximum bei 660 nm), was sich in Abbildung ?? hervoragend an der "Muldeïn der Transmission in diesem Bereich erkennen lässt. [Methylenblau]

7.2 Farbeindrücke der Extinktion

Um einen Vergleich zu Farbwahrnehmung des menschlichen Auges machen zu können, müssen diese grafisch dargestellt werden:

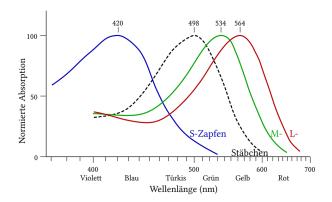


Abb. 25: Farbwahrnehmung Mensch [Farbwahrnehmung]

Vergleicht man dieses Bild nun mit Abbildung ??, so lässt sich erkennen, dass die Bereiche des blauen Wellenlängenbereichs weniger stark als die Rot- und Grünanteile sind. Selbiges, nur eben umgekehrt, lässt sich auch über die blauen Wellenabteile sagen. Orange und Blau gemischt ergeben eine Art Olivgrün, also eine Farbe mit eher großem Rot- und Grünanteil und im Verhältnis weniger blau. Auch dies lässt sich in Abbildung ?? gut an den Transmissionswerten erkennen.

Außerdem kann man diesen Vergleich nun auch für Methylenblaulösung heranziehen und stellt fest, dass die roten- und grünen Wellenlängenbreiche schwächer sind als der blaue Bereich. Dies ist auch der Grund, weshalb Methylenblaulösung vom Mensch als blau wahrgenommen wird.

7.3 Rauschen

Bei einigen Graphen ist besonders im niedrigen Frequenzbereich ein Rauschen zu beobachten, was vermutlich durch Interferenzen der Proben hervorgerufen wird.

7.4 Unsicherheiten

Ursachen der Unsicherheiten können zum einen das bereits erwähnte Rauschen sein, aber auch Fluktuationen im Glas, welche bei (bereits leichter) Bewegung der Probe auftreten, können die Spektren etwas verfälschen. Auch ohne verschieben der Proben können die Werte leicht verfälscht sein, weshalb ein mehrmaliges Wiederholen der Messungen wichtig

zur Fehlereingrenzung war, wobei hier auch das Referenzspektrum miteinbezogen werden muss. Weiters wurde das Experiment über ca. vier Stunden hinweg durchgeführt, was auch leichte Änderungen der Lichtverhältnisse mit sich bringen könnte. Diese Fehlerquelle wäre durch mehrmalige Hintergrund-Korrektur (beschrieben in Kapitel Versuchsdurchführung) minimierbar.

Wenn man sich die Unsicherheiten der Graphen etwas genauer ansieht (folgende Abbildung), so stellt man fest, dass diese etwas groß sind, was sich aber durch die fünf verschiednen Messungen erklären lässt und einfach zu einer etwas "dickeren"Funktionslinie führt, was aber in keinsterweiße einen Nachteil darstellt, da sie sich so mit einer höheren Wahrscheinlichkeit mit der realen Linie überschneidet.

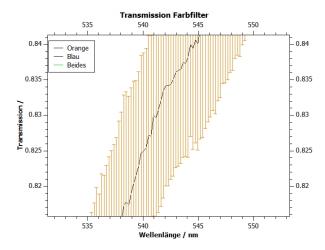


Abb. 26: Funktion mit Unsicherheitsbalken herangezoomed

8 Zusammenfassung

8.1 Transmission/Extinktion Glasblättchen

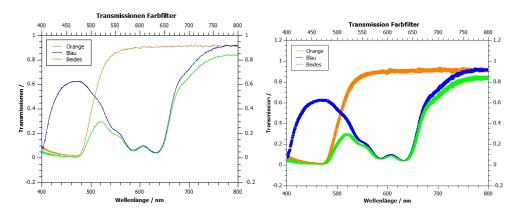


Abb. 27: Resultierende Transmission der Farbfilter

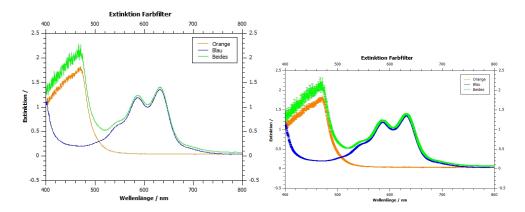


Abb. 28: Resultierende Extinktion der Farbfilter

8.2 Additivität der Extinktion - Farbfilter

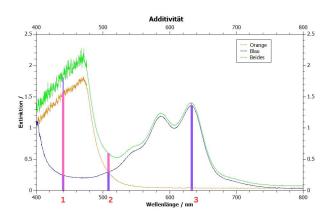


Abb. 29: Additivität der Extinktion

8.3 Stoffemengenkonzentration von Methylenblaulösung

c = (2.78
$$\pm$$
 0.06) $\frac{\mu mol}{l}$

8.4 Dicke des Glasblättchens

 $d=(0.15 \pm 0.01) \text{ mm}$

9 Anhang

In diesem Abteil werden die Unsicherheitsrechnungen zur eventuellen Fehlersuche abgebildet. Für Unsicherheiten von Größeren Tabellen wird jeweils die Rechnung des ersten Wertes als Beispiel für die restlichen Größen gezeigt.

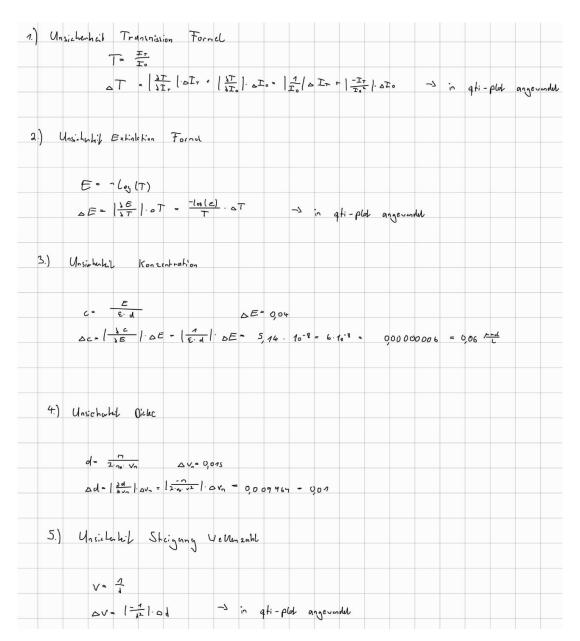


Abb. 30: Unsicherheiten