

Versuch 34 - Spektralphotometrie

PAP 1

12.9.2025

Teilnehmender Student: **Paul Saß**

Gruppe: 9

Kurs: Vormittags

Tutor/in : Marcel Zymela

Inhaltsverzeichnis

1 Einleitung	1
1.1 Motivation	1
1.2 Messverfahren	1
1.2.1 Messung des Absorptionsspektrums	1
1.2.2 Absorption in Abhangigkeit der Kuvettenlange	1
1.2.3 Absorption in Abhangigkeit der Konzentration	1
1.3 Grundlagen aus der Physik	1
1.3.1 Kuvette	1
1.3.2 Stoffmenge und Konzentration	1
1.3.3 Das Lambertsche Absorptionsgesetz	2
1.3.4 Das Gesetz von Beer	2
1.4 Standartabweichung	2
2 Durchführung	3
2.1 Versuchsaufbau	3
2.2 Messprotokoll	4
3 Auswertung	9
3.1 Erganzung Abbildung 3.3	12
3.2 Vorbemerkung	12
3.2.1 Erganzung Messprotokoll Aufgabe 2	12
3.2.2 Erganzung Messprotokoll Aufgabe 3	12
3.3 Auswerfung Lambert Gerade	13
3.3.1 Bestimmung k'	13
3.3.2 Bestimmung ϵ	13
3.4 Auswertung Beer Gerade	13
3.4.1 Berechnung ϵ	14
4 Zusammenfassung und Diskussion	15
4.1 Zusammenfassung	15
4.2 Vergleich der Extinktionskoeffizienten	15

1. Einleitung

1.1 Motivation

Spektralphotometrie ist ein essentielles Messverfahren zu Bestimmung von Stoffzusammensetzungen und -konzentration. Die Zentrale Rolle bei der Methode spielt das Labmert-Beersche GEsetz. Die Spektralphotometrie bildet dabei die Schnittstelle zwischen Chemie und Physik, welshaöb der Fokus dieses Versuchs auf dem erlernen der Methode liegt. Dementsprechend ist der Umgang mit der Spektralphotometrie eine zentrale interdisziplinäre Kompetenz.

1.2 Messverfahren

Für das Experiment wird ein Spektrophotometer, welches aus einer Lampe, einer Linse, einem Küvettenhalter und einem Gitterspektrometer besteht. In dem Gitterspektrometer wird das Licht auf einen CCD Sensor gestreut und damit die Intensität des Lichts gemessen.

1.2.1 Messung des Absorptionsspektrums

ZU Beginn wird die 6 cm Küvette mit fester Konzentration Kaliumpermanganat verwendet um mit dem Gitterspektrometer die Wellenlängen der Absorptionsmaxima zu bestimmen. Zuvor wird das Spektrometer mit einer Dunkelmessung und einer Messung ohne Küvette kalibriert.

1.2.2 Absorption in Abhängigkeit der Küvettenlänge

Für diese Messung wurde die Menge des Absorbierten Lichts bei einer festen Wellenlänge und varrierter Küvettenlänge gemessen. Dies wurde für jede Küvette fünf mal wiederholt.

1.2.3 Absorption in Abhängigkeit der Konzentration

Für diese Messung wurde bei konstanter Wellenlänge und variabler Konzentration gemessen. Dabei wurden jeweils fünf Messungen durchgeführt und danach die Kaliumpermanganatkonzentration erhöht.

1.3 Grundlagen aus der Physik

1.3.1 Küvette

Bei dem Durchlaufen des Lichts durch die Küvette wird das Licht leicht gebeugt, da die Küvette nicht Fehlerfrei ist. Aus dem Messen der Durchmesser der Lichtkegel mit Küvettte D_{mK} und ohne Küvette D_{oK} lässt sich die Ablenkung berechnen und eliminieren:

$$I_{korr} = I \cdot \frac{D_{mK}^2}{D_{oK}^2} \quad (1)$$

1.3.2 Stoffmenge und Konzentration

Ein mol enpricht $6,022 \cdot 10^{23}$ Teilchen. Die Konzentration beschreibt die Anzahl von Teilchen pro Volumeen. Dabei ist die Einheit $\frac{\text{mol}}{\text{l}}$. Um bei einem hinzugefügten Volumen V_j der Kaliumpermanganatlösung die Konzentration zu bestimmen wird mithilfe des Ausgabevolumen V_0 , den einzel Volumina V_i und der Konzentration \tilde{c} des konzentrierten Kaliumpermangantas folgende Formal angewendet:

$$c = \tilde{c} \frac{\sum_{i=1}^n V_i}{V_0 + \sum_{i=1}^n V_i} \quad (2)$$

1.3.3 Das Lambertsche Absorptionsgesetz

Das Lambertsche Absorptionsgesetz vermittelt das fundamentale Verständniss der Lichtabsorption in Lösungen. Nach diesem nimmt die Intensität exponentiell über den Verlauf durch das Medium ab. Daraus folgt:

$$I = I_0 \cdot e^{-kl} \quad (3)$$

Dabei sind:

- I_0 die Ausgangsintensität
- k den Absoptionskoeffizienten
- l die durchschrittene Länge in der Lösung

1.3.4 Das Gesetz von Beer

In einer verdünnten Lösung ist der Absorptionkoeffizient k' proportional zur Konzentration c . Diese unterscheiden sich in einem Faktor ϵ dem molaren Extinktionskoeffizienten. Diese ist eine Stoffkonstante, welche die Absorption des Lichts einer bestimmten Wellenlänge angibt.

$$k' = \epsilon \cdot c \quad (4)$$

Aus der Verknüpfung dieser Beiden Gesetze folgt das Lambert-Beersche Gesetz:

$$I = I_0 \cdot 10^{-\epsilon kl} \quad (5)$$

Bei der umrechnung in die Zehner-Basis wird $k' = \log(e)k$ verwendet.

1.4 Standartabweichung

Allgemein lässt sich die Abweichung eines Messwertes x zu einem Literaturwert x_{Lit} darstellen durch die Sigmaabweichung:

$$\frac{|x - x_{Lit}|}{\Delta x} = k\sigma \quad \text{mit } k \in \mathbb{R} \quad (6)$$

2. Durchführung

2.1 Versuchsaufbau

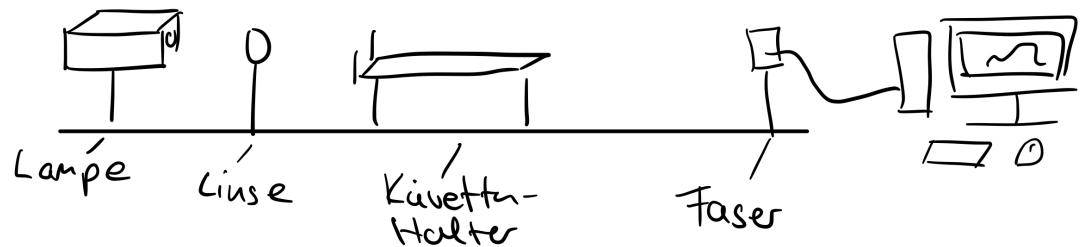


Abbildung 2.1: Aufbau

2.2 Messprotokoll

Messprotokoll

12.09.25

9:30 Uhr - 12:30 Uhr

Versuch 34 - Spektralphotometrie

Geräte:

- Spektralphotometrische Messanordnung bestehend aus: Lichtquelle, Lochblende, Linse, Küvettenbank und Fasereinkoppler
- Gitterspektrometer, Ocean Optics USB 4000
- Computer mit Drucker
- Je Versuchsaufbau:
1 Satz (5 Stück) Küvetten mit 0,00005-molaren Kaliumpermanganat-Lösung (KMnO_4), Schichtdicken: $l_1 = 1,5 \text{ cm}$, $l_2 = 3 \text{ cm}$, $l_3 = 6 \text{ cm}$, $l_4 = 12 \text{ cm}$, $l_5 = 24 \text{ cm}$

Für alle Aufgaben gemeinsam: Eine 25 ml - Bürette mit 1/20 ml - Teilung und 2 L Vorratsgefäß (VE-Wasser), eine 25 ml - Bürette mit 1/20 ml - Teilung und 2 L Vorratsgefäß (0,001-molare wässrige KMnO_4 -Lösung)

- Eine offene Küvette (rechteckig), $l = 1,5 \text{ cm}$

Aufgabe 1 - Absorptionsbanden von KMnO_4

Mithilfe des Spektrometers sollen die Absorptionsbanden von KMnO_4 bestimmt. Dazu wird auf die Küvettenbank die 6cm Küvette (12cm Küvette fehlerhaft) und das Licht eingeschaltet. Das Ocean - Programm muss nun auf Absorbance eingestellt werden.

Danach können im Bereich von 430nm bis 660nm die Absorptionspeaks abgelesen werden.

Die Fehler werden anhand der Breite dieser Peaks abgeschätzt.

Abbildung 2.2: Messprotokoll Versuch 34 Seite 1

Tabelle 1: Absorptions-Peaks von KMnO₄

Nr.	Farbe	Wellenlänge [nm]
1	Blaugrün	490 ± 5
2	Grün	506,5 ± 2,5
3	Grün	524,5 ± 1
4	Grün	545 ± 3
5	Gelb	565 ± 5

Aufgabe 2 - Lambert'sches Absorptionsgesetz

Nun soll die Absorption der KMnO₄-Lösung bzw. die Intensität des durchgelassenen Lichts in Abhängigkeit der Schichtdicke gemessen werden. Dazu wird zunächst die kürzeste Küvette auf der Bank platziert. Dann wird im dem Spektrometer-Programm über die Intensität gewesen, der Cursor auf 525 nm und die Intensität bei dem Cursor auf 63500 eingestellt. Dann soll für alle Küvetten 5-mal die Intensität, die angezeigt wird notiert werden.

Abbildung 2.3: Messprotokoll Versuch 34 Seite 2

Tabelle 2: Intensität im Abh. der Schichtdicke

Nr.	Schichtdicke	Intensität
I.1	1,5 cm	63441,5
I.2		63430,08
I.3		63489,68
I.4		63477,35
I.5		63292,32
II.1	3 cm	61549,11
II.2		61532,95
II.3		61553,15
II.4		61564,15
II.5		61573,92
III.1	6 cm	24026,41
III.2		24007,1
III.3		23984,15
III.4		23978,91
III.5		23976,07
IV.1	12 cm	5686,53
IV.2		5760,76
IV.3		5689,29
IV.4		5678,77
IV.5		5698,31
V.1	24 cm	320,27
V.2		316,56
V.3		327,62
V.4		320,99
V.5		317,93

Durchmesser der abgebildeten Lochblende:

mit Küvette: $24 + \frac{8}{10} \pm \frac{1}{10}$ nm

ohne Küvette: $29 + \frac{2}{10} \pm \frac{1}{10}$ nm

Abbildung 2.4: Messprotokoll Versuch 34 Seite 3

Aufgabe 3 - Beersches Gesetz

Nun soll die Intensität bei fester Schichtdicke in Abhängigkeit der Konzentration gemessen werden. Dazu wird die rechteckige Küvette zunächst mit 21 ml VE-Wasser befüllt. Auf dem Programm soll wieder die Intensität gemessen werden und dabei wie in Aufg. 2 der Cursor auf 525 nm gestellt werden und so, dass bei diesem das Spektrum gerade noch nicht gesättigt ist. Dann wird für die Konzentrationen c_0 bis c_4 die Intensität wieder jeweils 5-mal gemessen werden.

Die Konzentrationen setzen sich aus den Volumina V_0 bis V_4 zusammen. Dabei wird für jede Konzentration das zug. Volumen zu der bisherigen Konzentration hinzugefügt. Die Volumina sind dabei:

$$V_0 = (21 \pm 0,05) \text{ ml VE-Wasser}$$

$$V_1 = (1,4 \pm 0,05) \text{ ml KMnO}_4\text{-Lösung}$$

$$V_2 = (1,6 \pm 0,05) \text{ ml KMnO}_4\text{-Lösung}$$

$$V_3 = (4,0 \pm 0,05) \text{ ml KMnO}_4\text{-Lösung}$$

$$V_4 = (14,0 \pm 0,05) \text{ ml KMnO}_4\text{-Lösung}$$

Abbildung 2.5: Messprotokoll Versuch 34 Seite 4

Tabelle 3: Intensität in Abh. der Konzentration

Nr.	Konzentration	Intensität
I. 1	c_0	62980,04
I. 2		62886,9
I. 3		62985,14
I. 4		62924,67
I. 5		62927,34
II. 1	c_1	34160,79
II. 2		34218,7
II. 3		34259,2
II. 4		34223,2
II. 5		34368,47
III. 1	c_2	17978,29
III. 2		18019,62
III. 3		18061,75
III. 4		18034,03
III. 5		18056,68
IV. 1	c_3	5060,37
IV. 2		5063,83
IV. 3		5074,35
IV. 4		5073,1
IV. 5		5054,6
V. 1	c_4	523,89
V. 2		511,43
V. 3		519,76
V. 4		505,71
V. 5		505,32

~~Y = 12.09.25~~

Abbildung 2.6: Messprotokoll Versuch 34 Seite 5

3. Auswertung

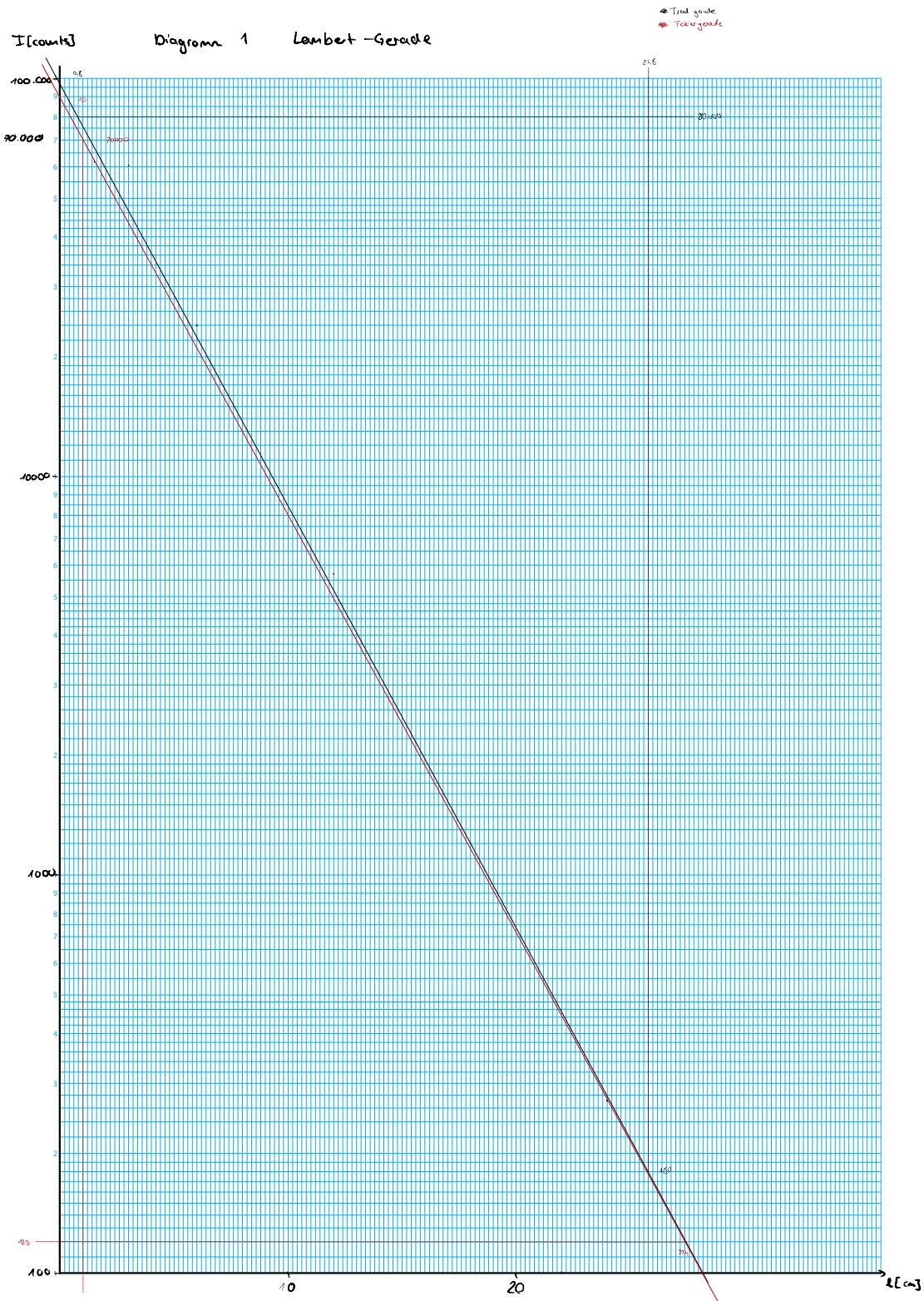


Abbildung 3.1: Diagramm 1

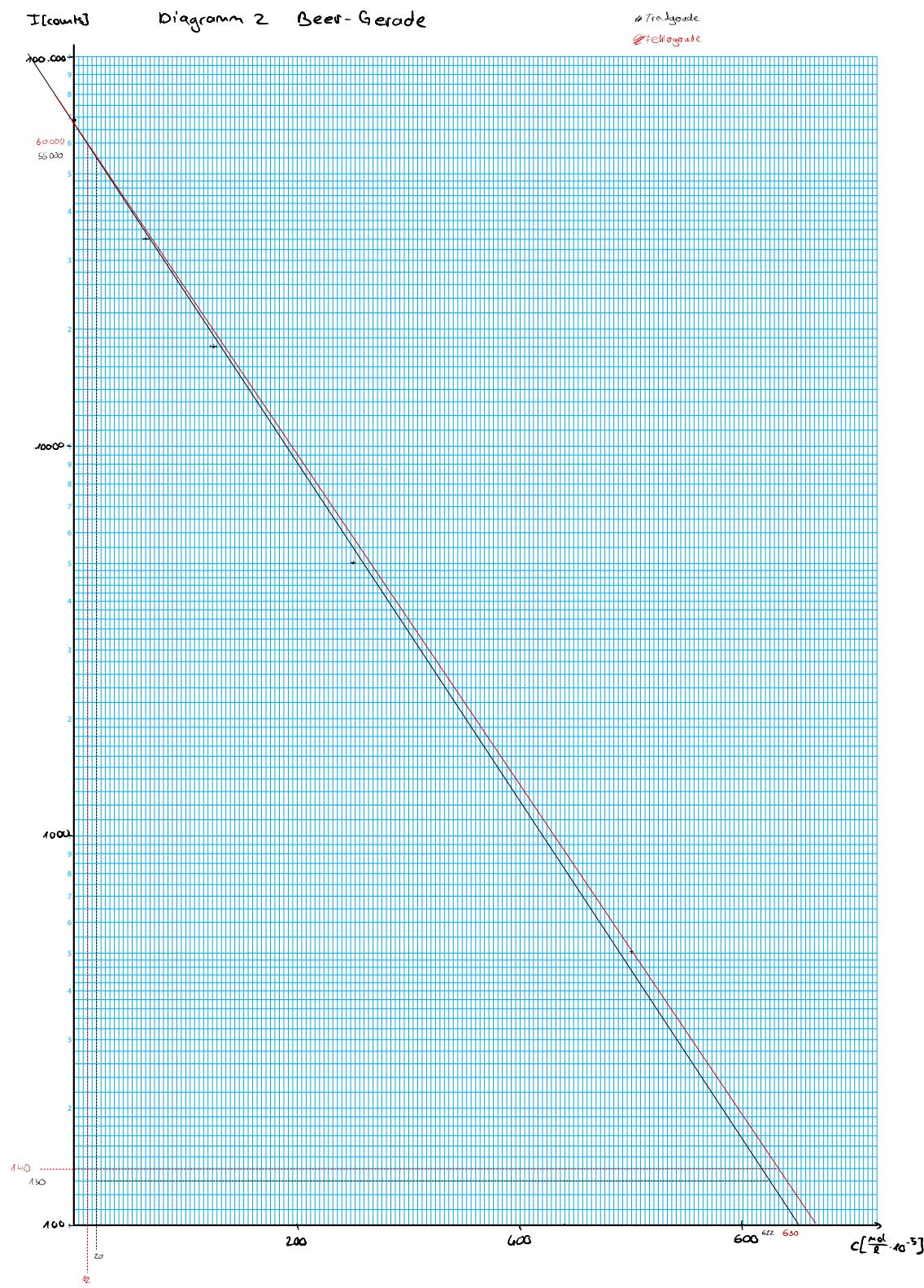


Abbildung 3.2: Diagramm 2

Aufgabe 1

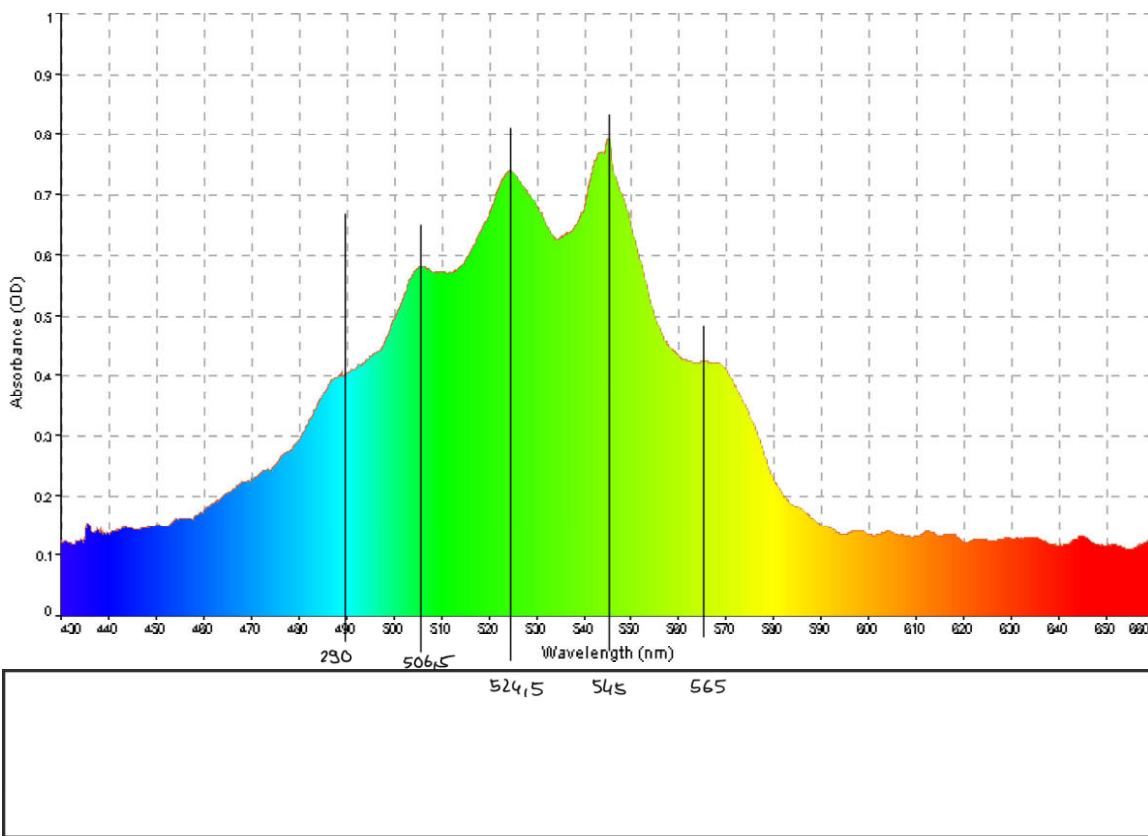


Abbildung 3.3: Druck Absorptionsspektrum

3.1 Ergänzung Abbildung 3.3

Das Absorptionsmaximum des Spektrums liegt bei einer Wellenlänge von 545 nm welche einer grünen Farbe entspricht. Das Kaliumpermanganat erschien rosa bis lila was mit dem Absorptionsmaximum bei einer grünen Farbe übereinstimmt, da dies die Komplementärfarbe ist. Weitere Maxima sind erkennbar bei 490 nm (Blaugrün), 506,5 nm (Grün), 524,5 nm (Grüm) und 565 nm (Gelb).

3.2 Vorbemerkung

Das Gitterspektrometer weiß im Verlauf der Durchführum mehrmals Fehlerhafte Messungen auf, weshalb der Intensitätswert für die 3 cm Küvette nicht verwendet wird.

3.2.1 Ergänzung Messprotokoll Aufgabe 2

Ergänzung Tabelle 2

Messung	Mittelwert Intensität \bar{I} [counts]	Abweichung σ
1,5 cm	63430	30
3 cm	61555	6
6 cm	23997	8
12 cm	5703	13
24 cm	321,7	1,7

Tabelle 3.1

Zu berücksichtigen ist ebenfalls, dass die Küvetten einen Fehler haben, wodurch das Licht nicht perfekt Beugungsfrei durch diese geleitet wird. Deshalb muss diese, bei der 24cm Küvette mit berechnet werden. Dieser wird nach Gleichung 1 berechnet:

Daraus folgt für den Fehler:

$$\Delta I_{korr} = \sqrt{\left(\frac{D_{mK}^2}{D_{oK}^2}\Delta I\right)^2 + \left(2\frac{I \cdot D_{mK}^2}{D_{oK}^3}\Delta D_{oK}\right)^2 + \left(2\frac{I \cdot D_{mK}}{D_{oK}^2}\Delta D_{mK}\right)^2} \quad (7)$$

Daraus ergibt sich für den korrigierten Intensitätswert der 24cm Küvette:

$$I_{korr} = 276 \pm 3$$

3.2.2 Ergänzung Messprotokoll Aufgabe 3

Ergänzung Aufgabe 3

Nr.	Intensität[counts]	Abweichung[counts]	Konzentration [$\frac{mol}{l} \cdot 10^{-6}$]	Fehler [$\frac{mol}{l} \cdot 10^{-6}$]
V_0	62943	18	0	0
V_1	34240	30	62,5	2,1
V_2	18030	13	125,0	2,6
V_3	5065	3	250,0	2,4
V_4	513	3	500,0	1,3

Tabelle 3.2

Dabei wurde die Konzentration mit Gleichung 2 berechnet. Für den Fehler ergibt sich:

$$\Delta c_i = \frac{\tilde{c}}{V_{tot}^2} \left(V_0^2 \sum_{j=1}^i \Delta V_j^2 + (V_{tot} - V_0)^2 \Delta V_0^2 \right)^{\frac{1}{2}} \quad (8)$$

Wobei V_j die einzel Volumina sind und $V_{tot} = \sum_{j=0}^i V_j$ also das Gesamtvolumen.

3.3 Auswerung Lambert Gerade

3.3.1 Bestimmung k'

Zu bestimmung des dekadischen Absorptionskoeffizienten k' wird die Steigung der Trendgeraden aus Diagramm 1 betrachtet. Da es sich hier um eine logarithmische Skala handelt wird folgende Formel verwendet:

$$k' = \frac{\log(I_2) - \log(I_1)}{\Delta l} \quad (9)$$

$$\underline{k' = (0,1059 \pm 0,0011) \frac{1}{cm}}$$

Dabei wurde Δa berechnet durch:

$$\Delta k' = k' - k'_{fehler} \quad (10)$$

Wobei k'_{fehler} für die Steigung der Fehlergeraden steht.

3.3.2 Bestimmung ϵ

Da die Konzentration $c = 5 \cdot 10^{-5} \frac{mol}{l}$ der Küvetten bekannt ist. Lässt sich der Extinktionskoeffizient ϵ mit Gleichung 4 berechnen. Der Fehler ist durch folgende Gleichung gegeben:

$$\Delta \epsilon = \frac{\Delta k'}{c} \quad (11)$$

Daraus ergibt sich für ϵ :

$$\underline{\epsilon = (2118 \pm 22) \frac{L}{mol \cdot cm}}$$

oder

$$\underline{\epsilon = (2118 \pm 22) \cdot 10^3 \frac{cm^2}{mol}}$$

3.4 Auswertung Beer Gerade

Bei der Auswertung der Beer Geraden wurde mithilfe der Steigung $\frac{1}{c}$ bestimmt. Dabei gilt:

$$\frac{1}{c} = \frac{\log(I_2) - \log(I_1)}{\Delta c} \quad (12)$$

$$\frac{1}{c} = 4360 \pm 50 \frac{l}{mol}$$

$$\Delta\left(\frac{1}{c}\right) = \frac{1}{c} - \left(\frac{1}{c}\right)_{fehler} \quad (13)$$

Wobei $\left(\frac{1}{c}\right)_{fehler}$ die Steigung der Fehlergeraden beschreibt.

3.4.1 Berechnung ϵ

Daraus lässt sich nun mit Gleichung 4 und $k' = \frac{1}{l}$ mit $l = 1,5\text{cm}$ der Extinktionskoeffizient ϵ bestimmen.

$$\underline{\underline{\epsilon = 2900 \pm 30 \frac{L}{mol \cdot cm}}}$$

oder:

$$\underline{\underline{\epsilon = 2900 \pm 30 \cdot 10^3 \frac{cm^2}{mol}}}$$

Das entspricht nach Gleichung 6, verglichen mit dem Wert der Lambert-Geraden, eine Abweichung von 20σ .

4. Zusammenfassung und Diskussion

4.1 Zusammenfassung

Es wurden mehrere Messreihen durchgeführt. Zuerst wurden die Absorptionsmaxima der Kaliumpermanganatlösung mithilfe des Gitterspektrometers bestimmt.

Anschließend wurde die Intensität in Abhängigkeit der Schichtdicke gemessen. Dabei fiel auf, dass der Messwert zu der 3 cm Küvette nicht in die Reihe gepasst hat und auch nach mehrfachem Reproduzieren ähnliche Ergebnisse lieferte. Deswegen wurde auf ein Fehler des Messgeräts geschlossen und dieser Wert in der Auswerterung ignoriert.

Zuletzt wurde die Intensität in Abhängigkeit der Konzentration gemessen. Dafür wurde eine Küvette mit VE Wasser gefüllt, die Intensität gemessen und die Konzentration an Kaliumpermanganat erhöht. Daraus ließ sich die Beer Gerade kontruieren.

4.2 Vergleich der Extinktionskoeffizienten

Bei dem Vergleich der Extinktionskoeffizienten fällt die große Abweichung von 20σ auf.

Da kein Literaturwert vorhanden ist, lässt sich nicht überprüfen, welcher Wert genauer ist. Da diese Abweichung sehr groß ist lässt diese nur auf systematische Fehler schließen. Einerseits käme als Fehlerquelle das fehlerhafte Gitterspektrometer in Frage, andererseits lässt auch das Alter der Kaliumpermanganatlösungen zur Lambertgeraden Fehler in der Genauigkeit zu. Weitere Fehlerquellen sind die Computersoftware oder der Faser, welcher das Licht zum Gitterspektrometer leitet. Genau zu ermitteln was diesen Fehler verursacht ist aufgrund der Anzahl der Fehlerquellen und der hohen Abweichung nicht möglich.