



DLF

DYDAKTYCZNE
LABORATORIUM
FIZYCZNE

Ćwiczenie 20

Badanie absorpcji światła molekuł
wieloatomowych na przykładzie
rodaminy 6G



I Proponowane zagadnienia do opracowania

1. Promieniowanie elektromagnetyczne: natura, cechy, widmo.
2. Klasyfikacja widm molekularnych.
3. Spektroskopia i jej podział ze względu na zakres widmowy.
4. Rodzaje aparatury spektroskopowej.
5. Budowa i zasada działania spektrofotometru.
6. Energia wewnętrzna molekuł (podział, proste modele molekuły, stany energetyczne).
7. Przejścia między molekularnymi stanami energetycznymi:
 - (a) widma odpowiadające tym przejściom;
 - (b) reguły wyboru;
 - (c) przejścia elektronowe.
8. Zjawisko absorpcji światła w roztworach:
 - (a) prawa absorpcji światła;
 - (b) współczynnik absorpcji;
 - (c) molowy współczynnik ekstynkcji;
 - (d) siła oscylatora i jej związek ze współczynnikiem absorpcji;
 - (e) związek widma absorpcji ze średnim czasem życia molekuły.
9. Wpływ rozpuszczalnika na widmo absorpcji (pole reakcji).
10. Sporządzanie roztworów o zakładanym stężeniu.

II Zadania doświadczalne

1. Zapoznać się ze stanowiskiem pomiarowym przedstawionym na rys. 1.



Rys. 1: Stanowisko do pomiarów widm absorpcji: 1 - laptop, 2 - spektrofotometr Shimadzu UVmini-1240, 3 - komora pomiarowa spektrofotometru.

2. Zapoznać się z instrukcją obsługi spektrofotometru i przeprowadzania pomiarów opisaną w **Dodatku A**.
3. Zgodnie z zaleceniami prowadzącego, przygotować roztwory rodaminy 6G o różnych stężeniach.

Wskazówka

Masa molowa rodaminy 6G wynosi $M_{6G} = 479.02 \frac{g}{mol}$.

3. Zmierzyć widma absorpcji rozpuszczalnika i roztworów w zakresie od 400 nm do 650 nm. W razie potrzeby dostosować zakres pomiarów zgodnie z instrukcją obsługi spektrofotometru umieszczoną w **Dodatku A**.

Uwaga!

Nie wylewać roztworów bez zgody prowadzącego!

4. Na podstawie wyników pomiarów uzyskanych dla różnych stężeń sporządzić wykres zależności zmierzonych wartości absorbancji w funkcji długości fali.

5. Przeanalizować uzyskane dane i zebrać w tabeli wyniki dla wszystkich stężeń: λ_m - długość fali odpowiadająca maksimum absorpcji, c - stężenie molowe badanego roztworu, A - wartość absorbancji dla długości fali λ_m .
6. Sporządzić wykres zależności absorbancji od stężenia molowego dla wybranej wartości długości fali λ_m , a następnie korzystając z metody regresji liniowej wyznaczyć wartość molowego współczynnika absorpcji (ekstynkcji).
7. Zmierzyć widmo absorpcji roztworu dostarczonego przez prowadzącego i korzystając z wyznaczonego molowego współczynnika absorpcji określić stężenie barwnika w roztworze.

III Zestaw przyrządów

1. Spektrofotometr Shimadzu UVmini-1240.
2. Laptop z oprogramowaniem UVDataManager.
3. Szkło laboratoryjne i pipety automatyczne.

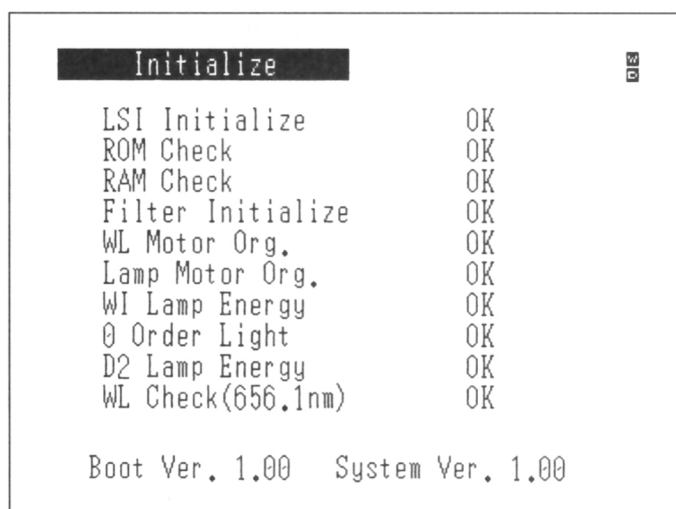
IV Literatura

1. D. Halliday, R. Resnick, J. Walker – „Podstawy fizyki”, PWN, Warszawa 2003.
2. Z. Kęcki - „Podstawy spektroskopii molekularnej”, PWN, Warszawa 1982.
3. A. Kawski - „Fotoluminescencja roztworów”, PWN, 1992.
4. H. Haken, H. Ch. Wolf - „Fizyka molekularna z elementami chemii kwantowej”, PWN, Warszawa 1998.
5. J. P. Simons - „Fotochemia i spektroskopia”, PWN, Warszawa 1982.
6. J. Świątosławska - „Spektrofotometria absorpcyjna”, PWN, Warszawa 1962.
7. D. Kunisz - „Fizyczne podstawy emisyjnej analizy widmowej”, PWN, Warszawa 1980.
8. T. Widernik, M. Nesterowicz, H. Bartnicka - „Ćwiczenia laboratoryjne z chemii ogólnej”, Wydawnictwo UG, Gdańsk 1997.
9. W. Kołos, J. Sadlej - „Atom i cząsteczka”, WNT, Warszawa 1998.
10. G. M. Barrow - „Introduction to Molecular Spectroscopy”, McGraw-Hill, New York 1962.
11. J. P. Simons - „Photochemistry and Spectroscopy”, Wiley, 1971.

V Dodatek A - Instrukcja obsługi spektrofotometru i pomiarów widm absorpcji

V.1 Włączanie spektrofotometru

1. Włączyć spektrofotometr włącznikiem na tylnej ścianie obudowy. Włączenie zasilania zapoczątkuje proces inicjalizacji, podczas którego sprawdzana jest praca poszczególnych podzespołów urządzenia.
2. Po ukończeniu inicjalizacji ekran spektrofotometru powinien wyglądać jak na rys. 2 oraz wyda on charakterystyczny dźwięk.



Rys. 2: Ekran spektrofotometru po prawidłowo zakończonej inicjalizacji.

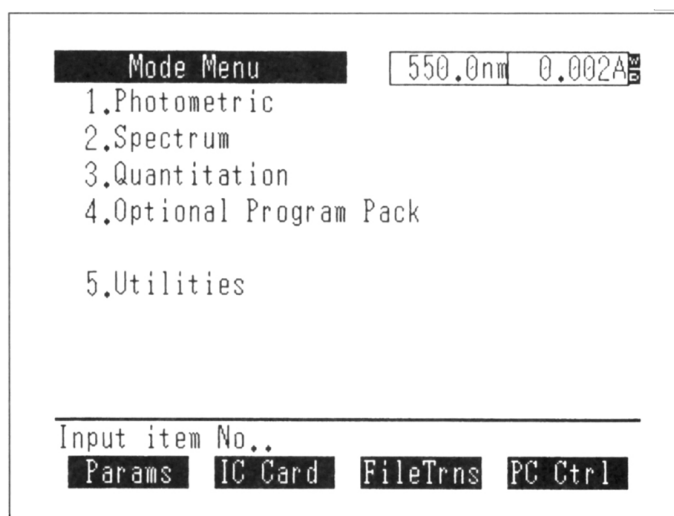


Wskazówka

Dla uzyskania optymalnych warunków pracy, przed przystąpieniem do pomiarów należy odczekać ok. 10 minut od zakończenia inicjalizacji.

V.2 Ustawianie parametrów pomiarowych

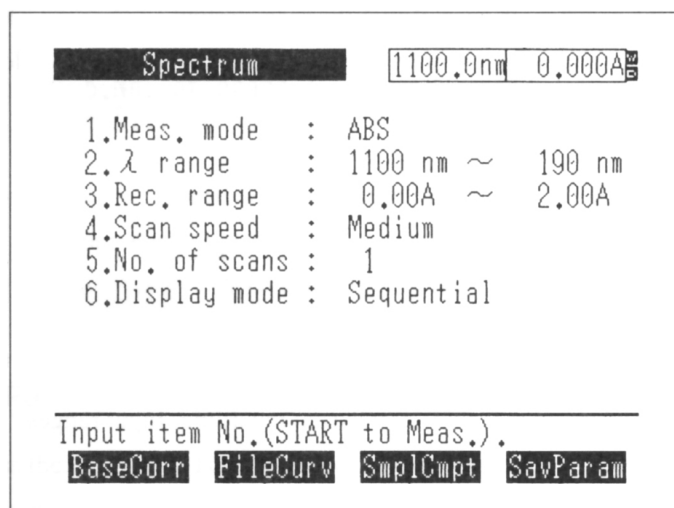
1. W menu wyboru trybu pracy spektrofotometru (rys. 3) wybrać opcję 2. *Spectrum* poprzez naciśnięcie przycisku „2”.
2. Po przejściu do trybu pomiaru *Spectrum* ekran będzie wyglądał jak na rys. 4.



Rys. 3: Ekran spektrofotometru z menu wyboru trybu pracy.

3. Korzystając z klawiatury spektrofotometru należy wprowadzić następujące parametry, po każdej zmianie naciskając klawisz „Enter”:

1. Meas mode: ABS
2. λ range: 650 nm - 400 nm (lub dostosować do badanej substancji)
3. Rec range: 0.00 A - 3.00 A
4. Scan speed: Slow
5. No. of scans: 1
6. Display mode: Sequential



Rys. 4: Ekran wyboru parametrów pomiarowych dla pomiaru widm absorpcji.

V.3 Pomiar linii bazowej

Wykonać pomiar linii bazowej ze względu na konieczność uwzględnienia właściwości spektralnych kuwety (powinna być taka sama, jak kuweta, w której mierzone będą widma badanych roztworów), oraz rozpuszczalnika.



Uwaga!

W trakcie wykonywania doświadczenia należy dbać o czystość gładkich ścianek kuwety! Kuwetę pomiarową trzymać i przenosić za ścianki matowe. Kuwetę w spektrofotometrze umieszczać matową ścianką do siebie (ścianka gładka od strony ekranu urządzenia).

Kuwetę z czystym rozpuszczalnikiem należy wsunąć w uchwyt na kuwety, pokazany na rys. 5. Niebieska strzałka wskazuje stronę, po której powinna znaleźć się gładka ścianka kuwety.



Rys. 5: Komora pomiarowa spektrofotometru z uchwytem na kuwetę.

Po umieszczeniu kuwety w uchwycie i zamknięciu komory spektrofotometru należy uruchomić pomiar linii bazowej naciskając klawisz „F1” - BaseCorr. Odczekać na automatyczne zakończenie pomiaru oznajmione sygnałem dźwiękowym.

Po zakończeniu pomiaru linii bazowej, wyjąć kuwetę z czystym rozpuszczalnikiem z uchwytu na kuwety.



Wskazówka

Spektrofotometr zapamiętuje pomiar linii bazowej i automatycznie koryguje wszystkie kolejne pomiary.

W przypadku chęci zmiany rozpuszczalnika należy ponownie wykonać pomiar linii bazowej.

V.4 Pomiar widm absorpcji

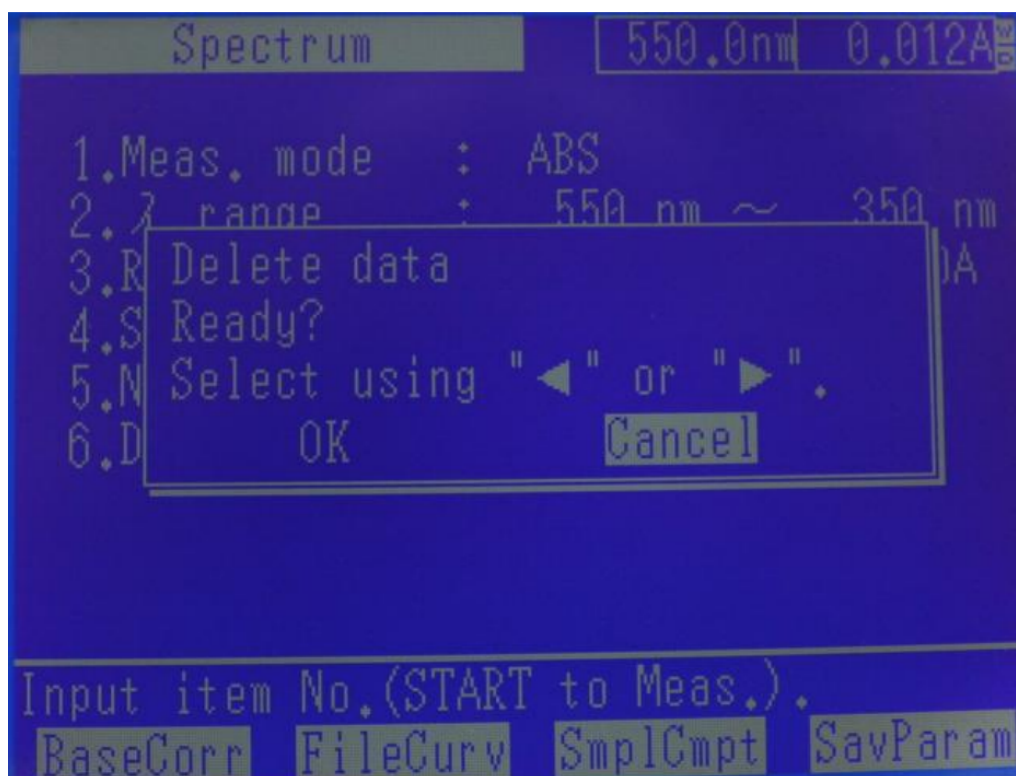
Kuwetę z roztworem umieścić w uchwycie w komorze spektrofotometru. Po zamknięciu komory uruchomić pomiar widma absorpcji naciskając przycisk „START/STOP”. Widok ekranu spektrofotometru podczas pomiaru widma przedstawiono na rys. 6.



Rys. 6: Ekran spektrofotometru podczas pomiaru przykładowego widma absorpcji. U góry ekranu wyświetlana jest długość fali, dla której wykonywany jest pomiar.

V.5 Zapis wyników pomiarów na dysku komputera

Po każdym zakończonym pomiarze dane należy przesłać do komputera. W tym celu spektrofotometr należy przełączyć w tryb transferu plików poprzez dwukrotne naciśnięcie klawisza „RETURN”. Na ekranie pojawi się okno przedstawione na rys. 7. Za pomocą strzałek należy wybrać „OK” i zatwierdzić wybór klawiszem „ENTER”. Na ekranie pojawi się okno wyboru trybu pracy przedstawione już wcześniej na rys. 3.



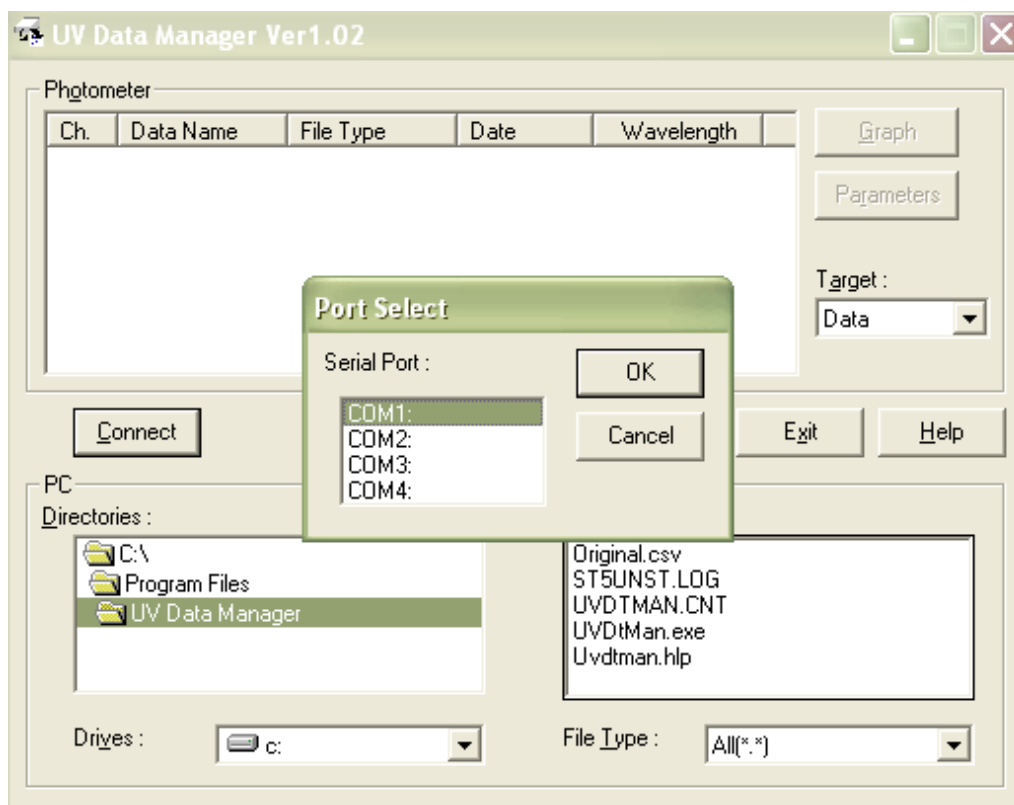
Rys. 7: Ekran spektrofotometru po dwukrotnym naciśnięciu przycisku „RETURN” po zakończonym pomiarze.

Następnie należy wybrać przycisk „F3 - FileTrans”, co spowoduje przełączenie spektrofotometru w tryb transferu danych. Ekran urządzenia powinien wyglądać jak na rys. 8.



Rys. 8: Ekran spektrofotometru w trybie transferu danych.

Następnie uruchomić program *UVDataManager* na komputerze. Po uruchomieniu programu należy połączyć się ze spektrofotometrem poprzez naciśnięcie przycisku „Connect”, a następnie wybór portu **COM1**, co widoczne jest na rys. 9.



Rys. 9: Okno programu *UV Data Manager* podczas łączenia ze spektrofotometrem.

Po wyborze portu **COM1** i zatwierdzenie przyciskiem „OK” nastąpi przekazanie danych z urządzenia do pamięci komputera. Okno programu będzie wyglądać jak na rys. 10.

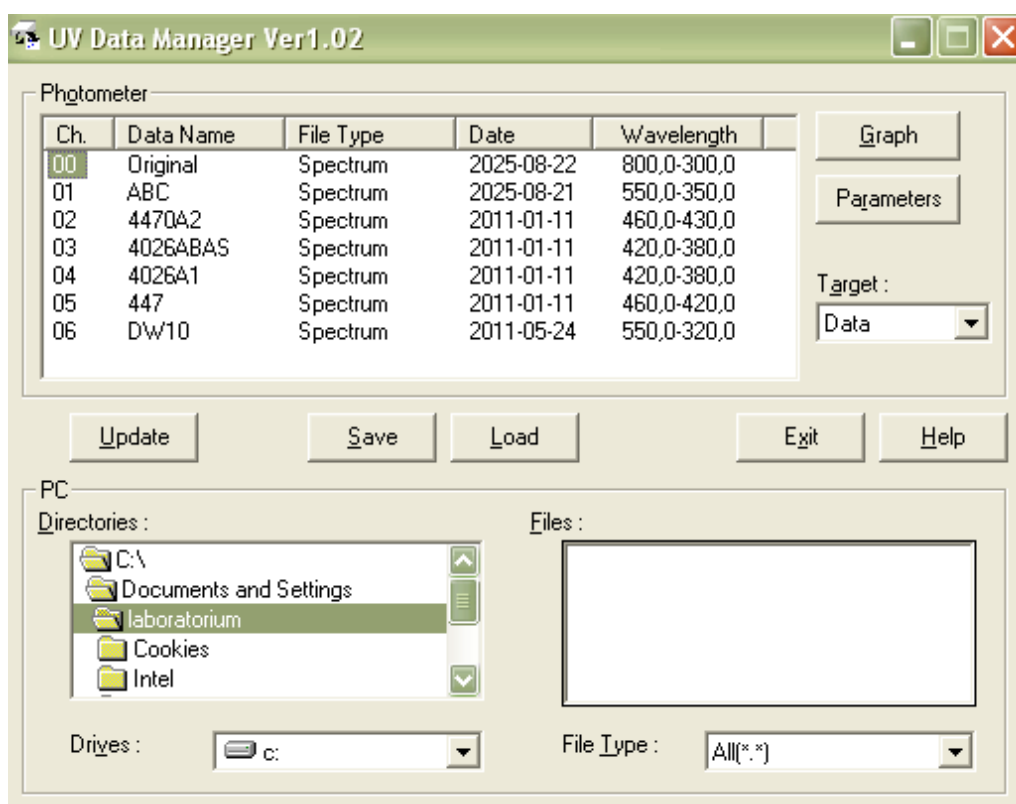
Dane pomiarowe (widmo absorpcji) znajdują się w pliku Original. W celu ich zapisania należy zaznaczyć kanał 00 oraz Target: Data (jak na rys. 10).

Miejsce zapisu pliku wybieramy w oknie Directories. Dla łatwego odnalezienia zapisanych plików rekomendowana jest ścieżka C → Documents and Settings → laboratorium, a następnie zapisanie danych we własnym folderze w dokumentach lub na pulpicie.

Dane zapisywane są po naciśnięciu przycisku Save i nadanie nazwy pliku. Dane należy zapisać w formacie *.csv wybieranym z listy File Type podczas zapisu.

Po zakończonej transmisji należy wyjść z trybu przesyłu danych poprzez naciśnięcie klawisza „RETURN”.

Po każdym zakończonym pomiarze widma absorpcji dane należy zapisać na komputerze zgodnie z opisaną powyżej procedurą.



Rys. 10: Okno programu *UV Data Manager* po przekazaniu danych ze spektrofotometru.