

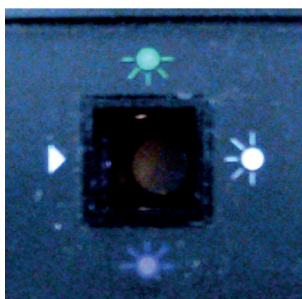
Práce se spektrometrem SpectroVis Plus Vernier

Aleš Mareček

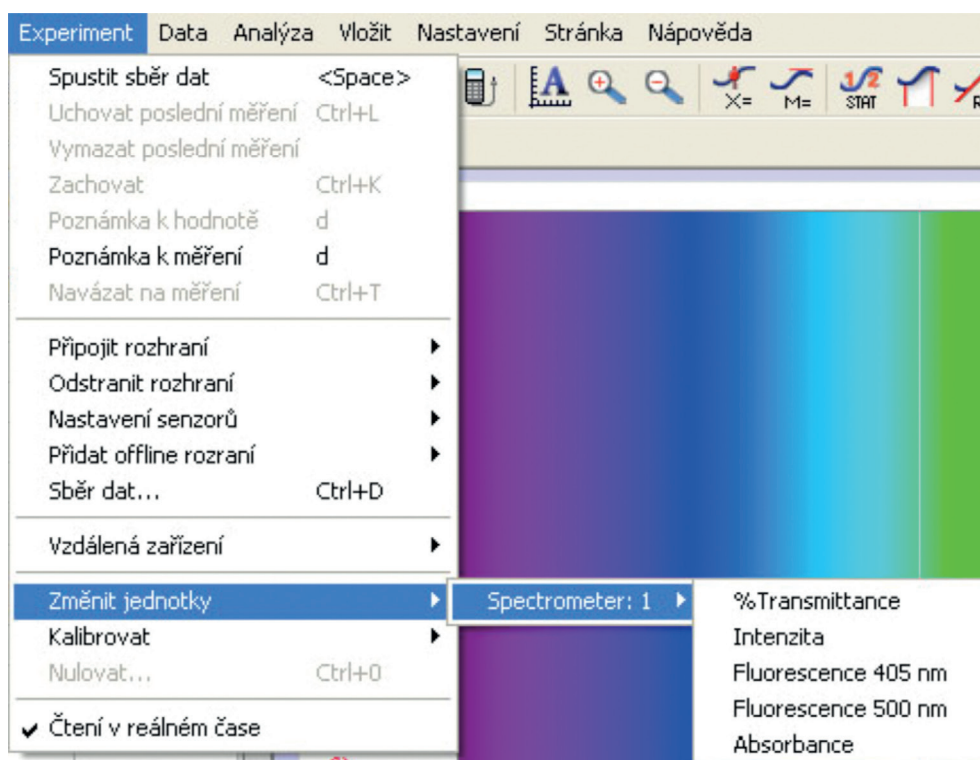
Měřené veličiny **Přístroj SpectroVis Plus** umožní studovat viditelnou část spektra a část blízké infračervené oblasti. Lze analyzovat jak světlo vysílané externím zdrojem, tak absorpenci, transmittanci či fluorescenci.

Pro měření připojíme spektrometr k počítači pomocí USB portu. Po spuštění programu Logger Pro provedeme nastavení parametrů měření.

Ke studiu záření vysílaného externím zdrojem je třeba použít optický kabel Spectrovis Optical Fiber Vernier, který je možno ke spektrometru dokoupit. Optický kabel se připojuje do otvoru pro kyvety tak, aby trojúhelníček na optickém vláknu ukazoval na trojúhelníček na spektrometru. V menu **Experiment**→**Změnit jednotky**→**Spektrometr 1** je pak třeba zvolit položku **Intenzita**.

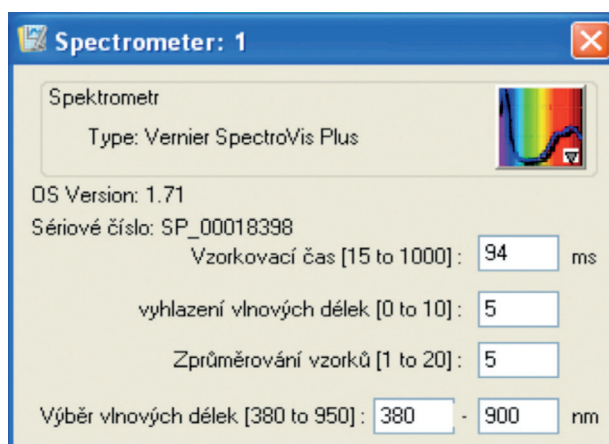
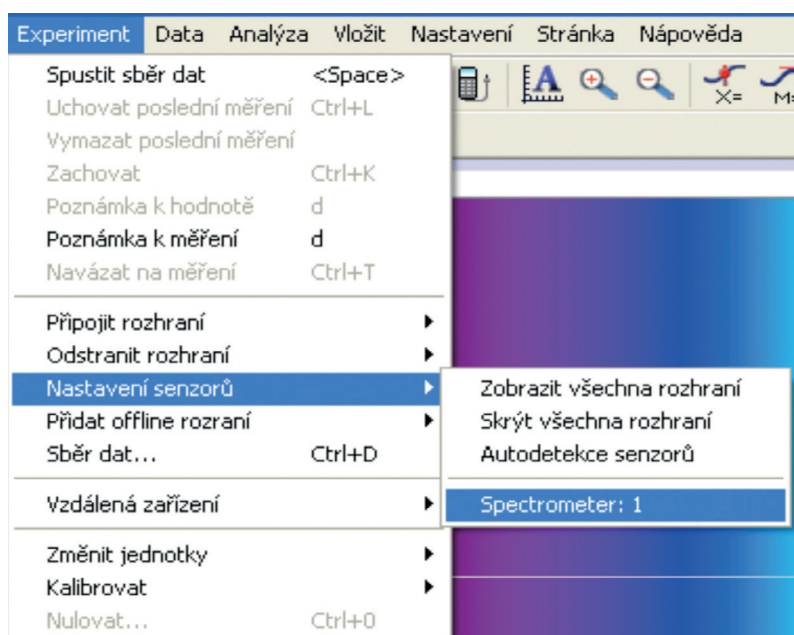


Zkoumáme-li absorpenci nebo transmittanci, budeme místo optického kabelu potřebovat kyvetu dodávané jako příslušenství spektrometru. Vkládáme je do otvoru pro kyvety tak, aby jejich hladká strana směřovala proti trojúhelníčku na spektrometru. Pro měření fluorescenčního spektra je třeba kyvetu natočit hladkou stranou kolmo na trojúhelníček (tedy pootočit o 90°). Pro každé ze zvolených měření je třeba v menu **Experiment**→**Změnit jednotky**→**Spektrometr 1** vybrat odpovídající veličinu.



Práce se spektrometrem SpectroVis Plus Vernier

Základní nastavení Po připojení přístroje zvolíme v základní nabídce **Experiment** → **Nastavení senzorů** a vybereme položku **Spektrometr 1**. Na dalším panelu můžeme nastavit hodnoty: **Vzorkovací čas**, **Vyhlazení vlnových délek**, **Zprůměrování vzorků**, **Výběr vlnových délek**.



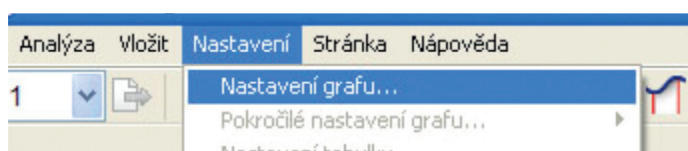
Vzorkovací čas si spektrometr upraví při kalibraci, ale je možno jej i měnit. Pro měření spekter i kalibračních křivek je dobré ponechat automatickou volbu vzorkovacího času na spektrometru.

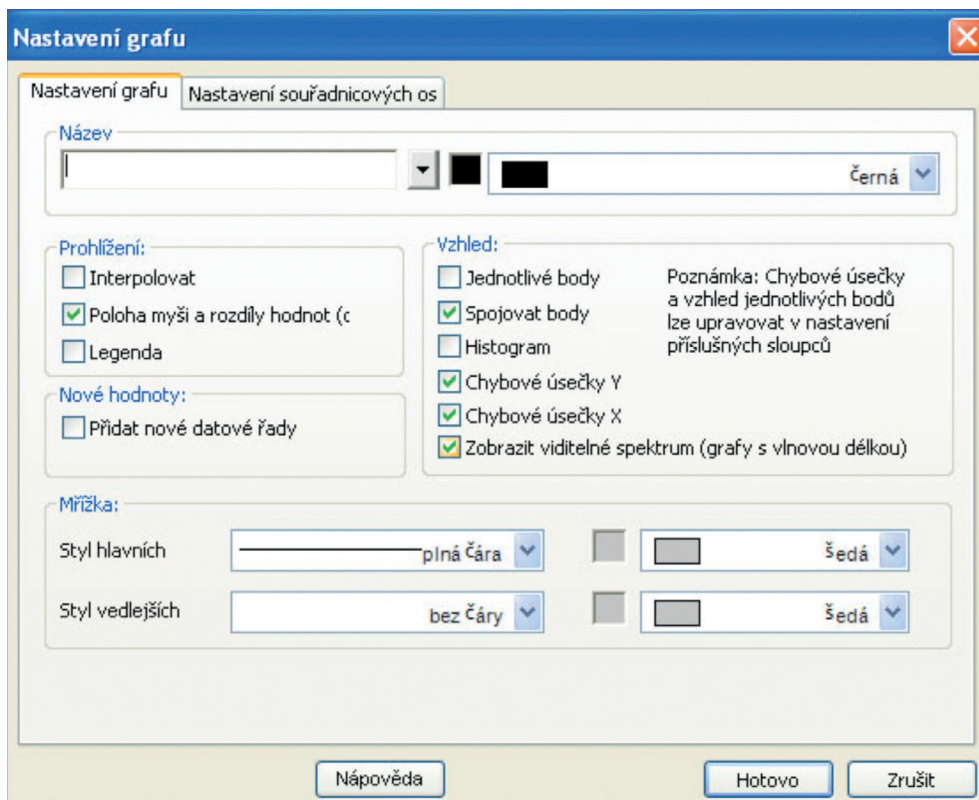
Vyhlazení vlnových délek – pro měření spekter i kalibračních křivek je vhodné volit hodnotu 5.

Zprůměrování vzorků při měření kalibračních křivek nastavíme na hodnotu v rozmezí 5 až 10. Při nižších hodnotách dochází k většímu kolísání hodnot absorbance, vysoké hodnoty prodlužují dobu měření.

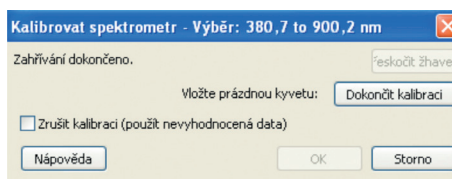
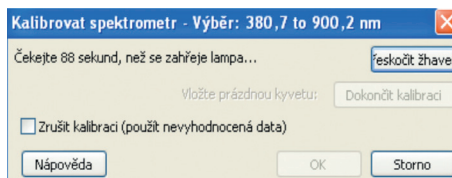
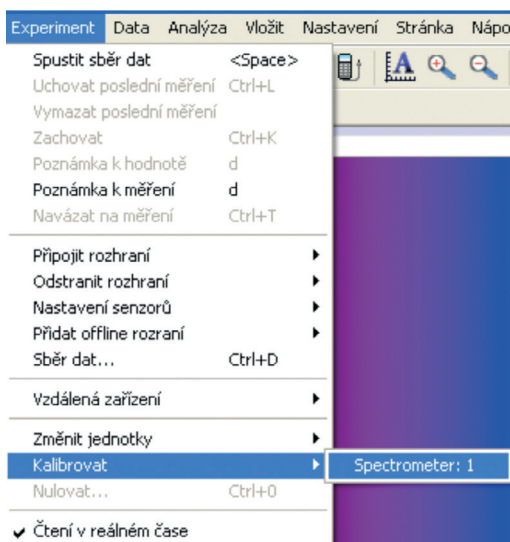
Výběr vlnových délek je možné měnit podle sledované oblasti. Většinou měříme v celém rozsahu.

Vzhledem k tomu, že spektra slouží pro výuku, je dobré ponechat v pozadí grafu barevnou škálu (možno změnit v menu **Nastavení** → **Nastavení grafu**, zaškrtnací políčko **Zobrazit viditelné spektrum**). Žáci vidí barvu absorbovanou a barvu vzorku.





Kalibrace spektrometru V nabídce **Experiment** zvolíme **Kalibrovat** a vyčkáme zahřátí lampy. Pak vložíme kyvetu s vodou a stiskneme tlačítko **Dokončit kalibraci**. Pokyny nás sice nabádají ke vložení prázdné kyvety, ale měříme-li vodné roztoky, je třeba kalibrovat proti vodě. Přístroj vlastní kalibraci provede a zpřístupní nám tlačítko **OK**, kterým kalibrace končí.

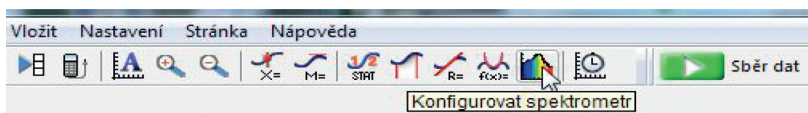


Měření kalibrační křivky

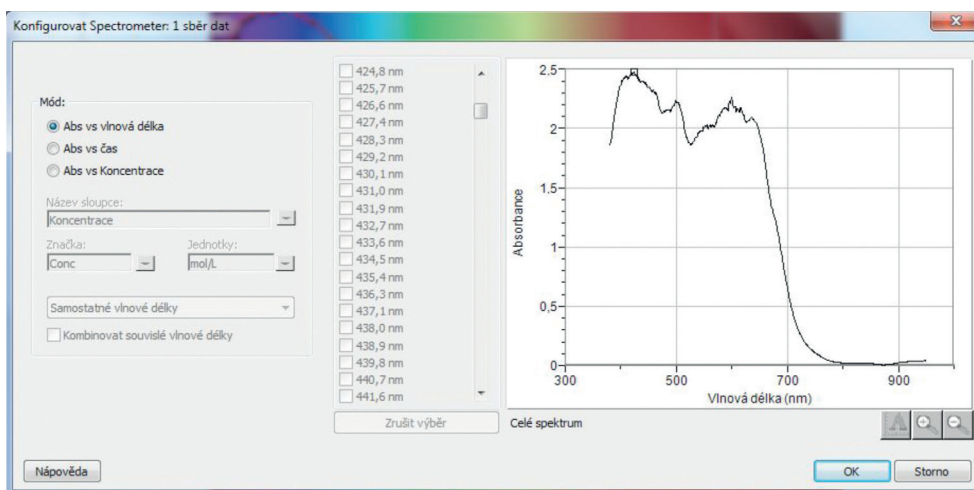
Typickou úlohou ve spektroskopii je stanovení koncentrace známé chemické látky v roztoku na základě absorbance nebo transmittance. K tomu je nutno získat kalibrační křivku čili závislost absorbance na koncentraci.

1. Připravíme několik roztoků měřené látky v různých známých koncentracích.
2. Změříme spektrum jednoho vzorku. Po ukončení sběru dat stiskneme tlačítko **Konfigurovat spektrometr**.

Práce se spektrometrem SpectroVis Plus Vernier



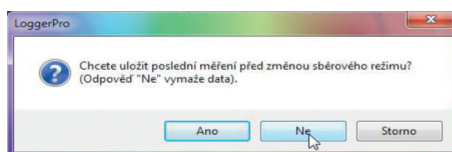
3. Zobrazí se spektrum měřené látky. V nabídce na levé straně okna zatrhneme **Abs vs Koncentrace**.



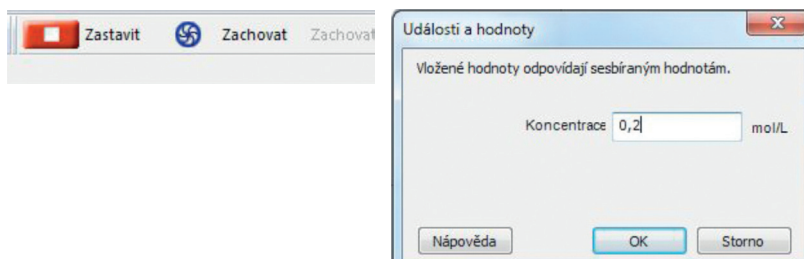
Fotometr vypíše několik vlnových délek, při nichž je absorpce nejvýraznější. Označena je vlnová délka s maximální absorbancí, při které bude fotometr měřit automaticky. Zatržením jiného políčka na levé straně nabídky vlnových délek však můžeme zvolit i vlnovou délku jinou.

Pozn.: Je dobré si před laboratorní práci proměřit spektra několika různě koncentrovaných roztoků zkoumané látky a nechat si přístrojem nabídnout vlnovou délku měření. Často se mohou automaticky nabízené vlnové délky pro různé koncentrace lišit. V tomto případě proměříme vzorky pro kalibrační křivku na všech navržených vlnových délkách. Pro další měření, které budou provádět žáci, použijeme (se zdůvodněním) vlnovou délku, na které kalibrační křivka nejlépe spojuje naměřené hodnoty absorbance. V některých případech bude nejlépe vyhovovat vlnová délka, kterou jsme naměřili při vysoké koncentraci roztoku. Po volbě vhodné vlnové délky stiskneme tlačítko **OK**.

4. Následuje dotaz na uložení dat před započítáním režimu sběru dat. Zvolíme **Ne**.



5. Kliknutím na **Sběr dat** zahájíme měření.
6. Jakmile přístroj změří absorbanci v první kyvetě, stiskneme tlačítko **Zachovat** a do okna, které se objeví, zapíšeme hodnotu koncentrace měřeného roztoku. Po stisknutí **OK** můžeme vložit další vzorek a měření opakovat.

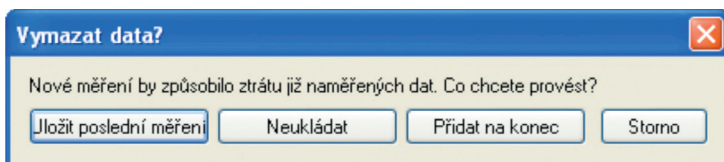


- Po proměření posledního vzorku stiskneme tlačítko **Zastavit**. Získanými body proložíme přímkou (tlačítko **Proložit přímkou**) a kalibrační křivka je hotova.

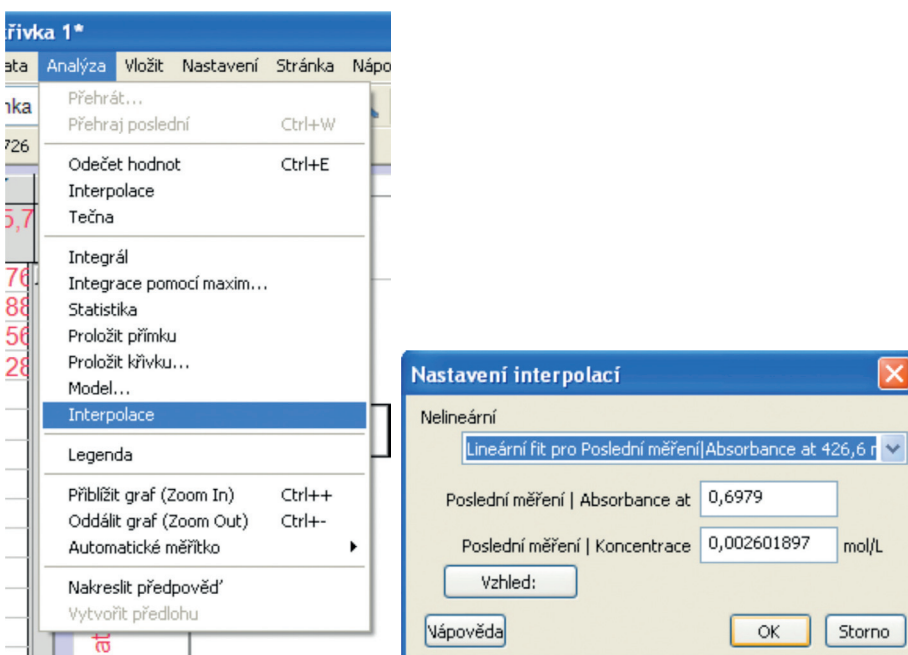


**Stanovení
koncentrace
neznámých
vzorků**

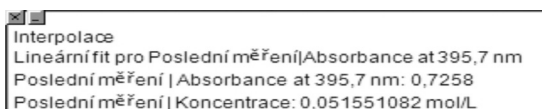
- Po vložení kyvety s roztokem o neznámé koncentraci stiskneme opět tlačítko **Sběr dat**. Objeví se nabídka, z níž zvolíme **Přidat na konec**.



- Poté, co se v grafu objeví bod, který přísluší měřenému vzorku, zadáme v menu **Analyza** povel **Interpolace** (pozor! **spodním tlačítkem** – jsou tam dvě). Program zobrazí okno s údajem o koncentraci.

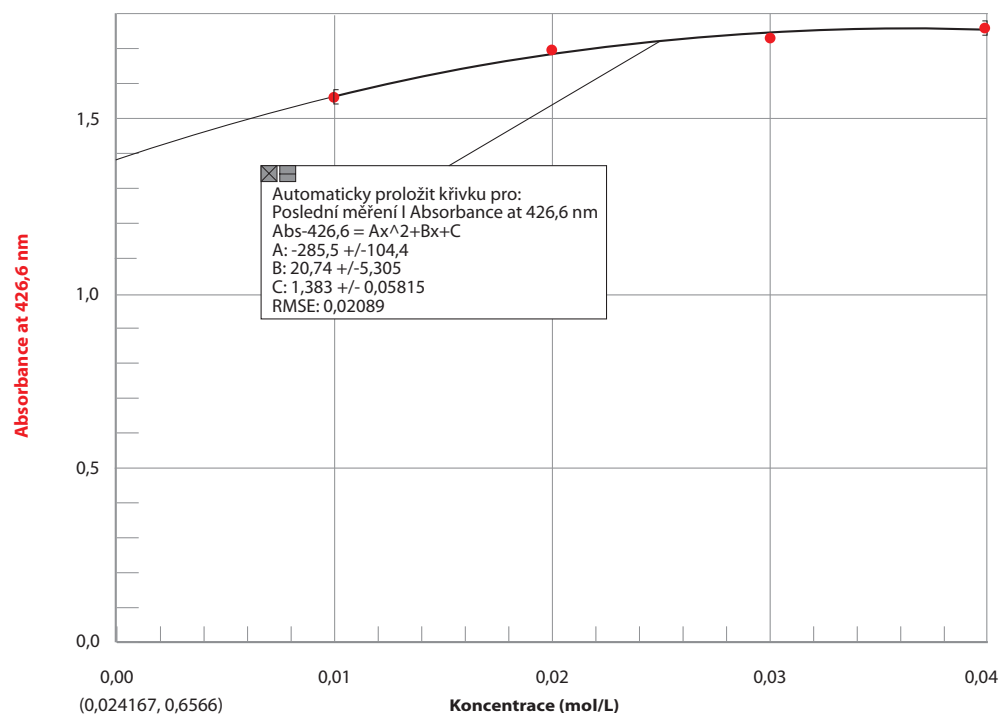
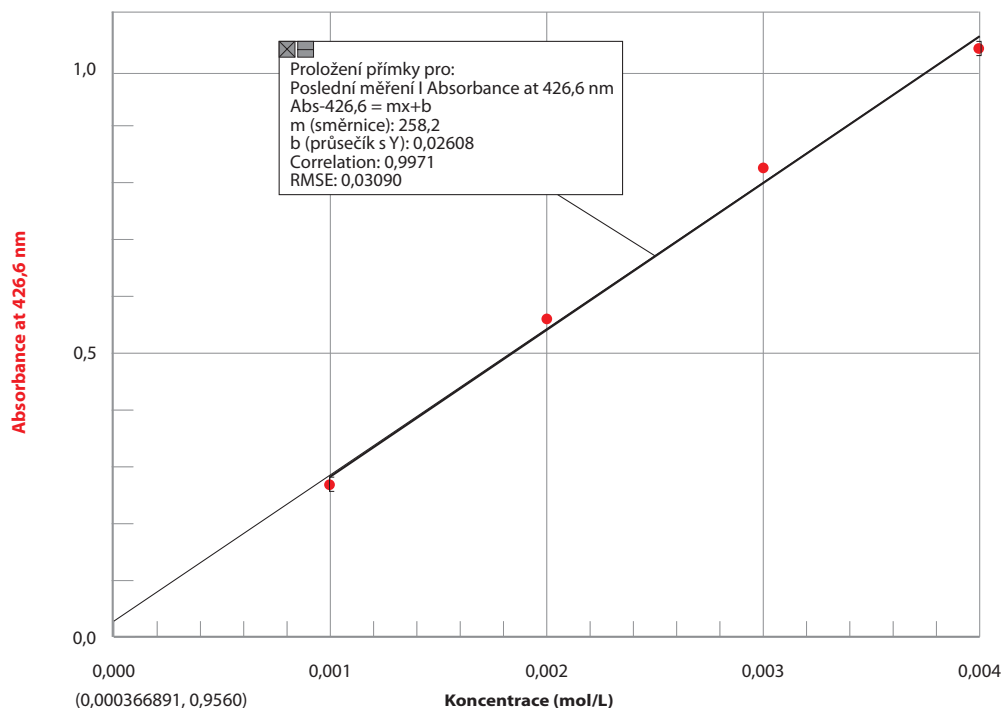


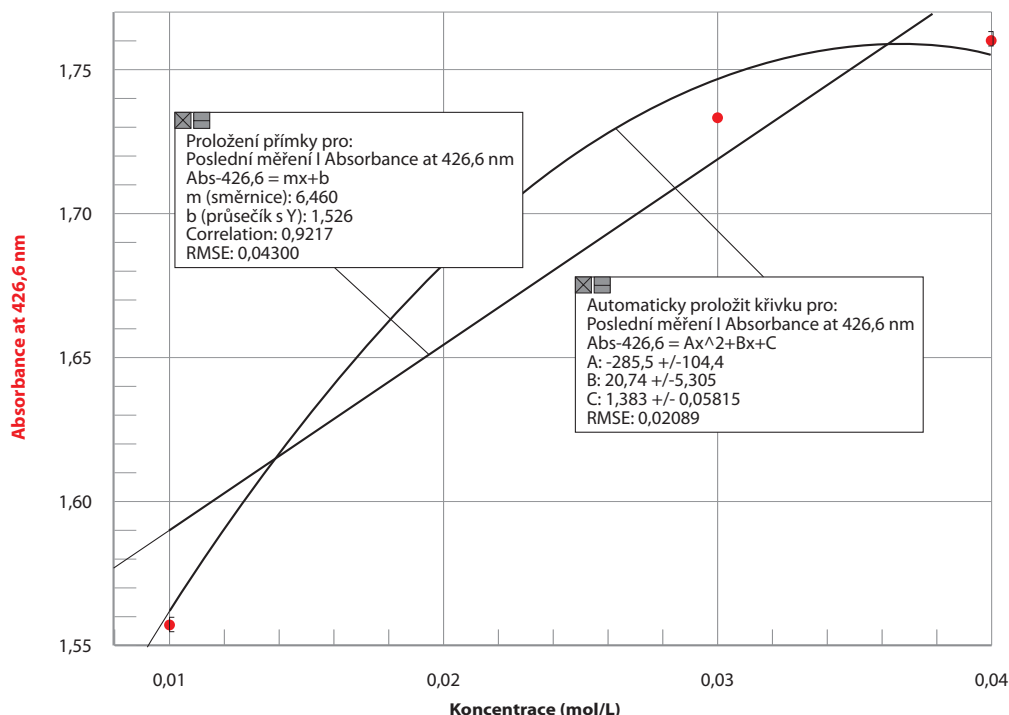
- Po stisknutí tlačítka **OK** panel zmizí a až po zastavení měření se v grafu objeví zjištěný údaj o koncentraci.



- Pro měření koncentračních závislostí, u kterých očekáváme kvantitativní výsledek (stanovení koncentrace), je třeba volit koncentrační rozpětí, pro které nebude (alespoň ne o velkou hodnotu) absorbance přesahovat hodnotu 1 – porovnejte následující obrázky.

Práce se spektrometrem SpectroVis Plus Vernier

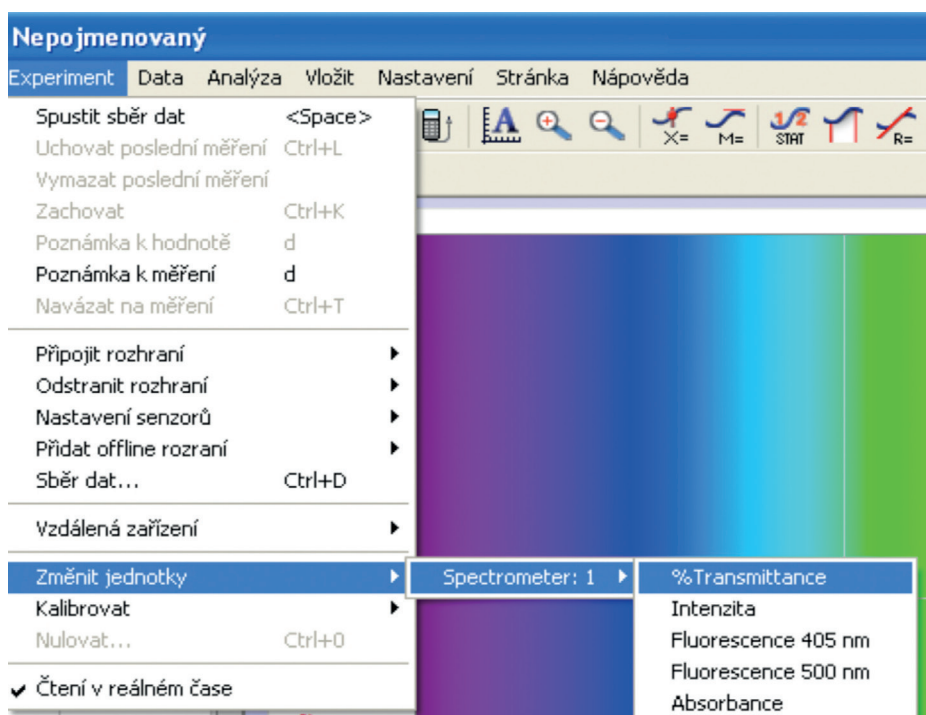




Absorbance vyšších koncentrací neodpovídá přesně Lambert-Beerovu zákonu.

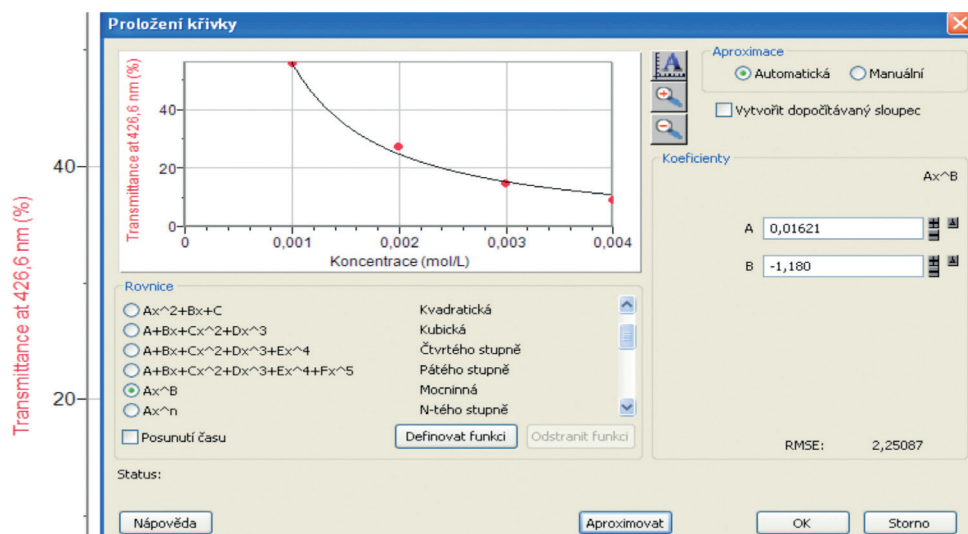
Vlastní měření proto budeme většinou provádět pro velmi nízké koncentrace. To je výhodné z hlediska finančních nákladů, ale i proto, že můžeme žáky nechat pracovat s látkami, jako je například chroman a dichroman. Roztok pro následné ředění by však v těchto případech měl připravit učitel.

Měření transmittance Přístroj je možné využít i pro měření transmittance. Pro měření volíme **Experiment** → **Změnit jednotky** → **Spektrometr 1** → **%Transmittance**. Po proměření vzorků (stejným způsobem jako u kalibrační křivky pro absorbanci) je nutno proložit naměřenými hodnotami křivku (ikona **Proložit křivku**). Kalibrační křivka závislosti transmittance na koncentraci není lineární.



Práce se spektrometrem SpectroVis Plus Vernier

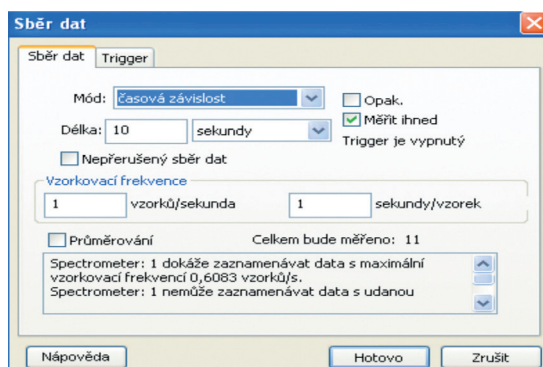
Pokud jsou koncentrace přesně připraveny, bude vyhovovat proložení nejlépe funkce **Mocinná**.



Měření neznámé koncentrace pak provádíme stejným způsobem jako při měření absorpance. Je dobré nechat žáky proměřit obě závislosti a nechat je porovnat hodnoty získané při měření kalibrační křivky pro závislost absorpance na koncentraci a transmittance v závislosti na koncentraci roztoku.

Při měření je možno zadávat místo molární koncentrace v *mol/l* například i koncentraci v *g/l* – viz ikona **Konfigurovat spektrometr** .

Sledování průběhu reakce Na spektrometru je možno měřit i absorpanci (transmittanci) v závislosti na délce průběhu reakce (tedy na čase). V hlavní nabídce zvolíme po nasnímání spektra **Experiment** → **Sběr dat** a v okně, které se otevře, **Mód časová závislost**. Parametry nastavujeme podle délky průběhu měřené reakce.



Kopírování spektra Ke kopírování naměřených spekter do výukových materiálů postačí kliknout do spektra a použít klávesovou zkratku **Ctrl + C**. Pro vložení do pořizovaného materiálu pak zkratku **Ctrl + V**.