



UNIVERSITÄT REGENSBURG

Institut für Physikalische
und Theoretische Chemie

Prof. Dr. B. Dick

Prof. Dr. H. Yersin

PHYSIKALISCH CHEMISCHES PRAKTIKUM II (6. Sem.)

Beschreibung des Emissions-Spektralphotometers

1. Bauprinzip

Die Messung der Emission erfolgt mit einem Spektralphotometer, das in Abb. 1 schematisch dargestellt ist.

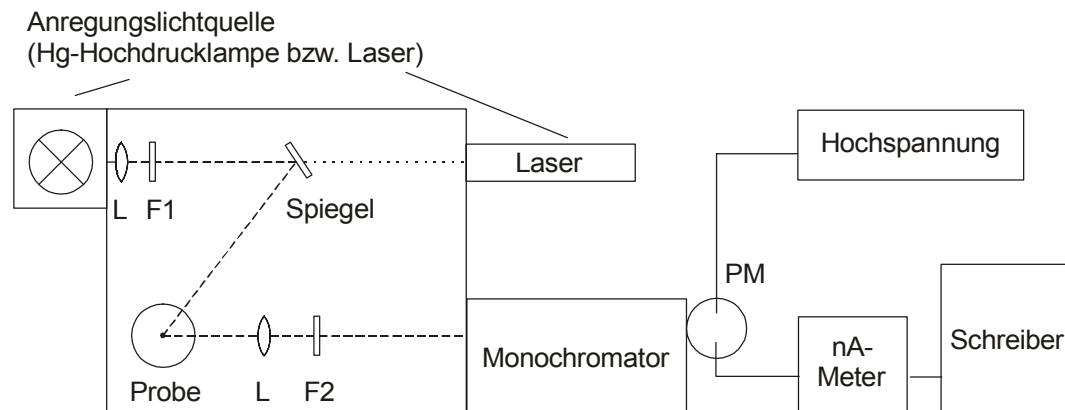


Abb. 1: Schematischer Aufbau des Emissions-Spektralphotometers. Bei Verwendung des Lasers wird die Stellung des Spiegels verändert.

Eine wichtige Rolle spielen die Filter F1 und F2. Das Filter F1 bestimmt den Wellenlängenbereich des Anregungslichtes. Das Filter ist so ausgewählt, dass es vom Lampenlicht nur den Wellenlängenbereich hindurchläßt, mit dem die Probe bestrahlt werden soll, hingegen den Bereich zurückhält, in dem die Emission liegt. Umgekehrt läßt das Filter F2 nur das Emissionslicht hindurch, sperrt aber den zur Anregung verwendeten Wellenlängenbereich. Im Monochromator erfolgt anschließend eine spektrale Zerlegung des Emissionslichtes. Am Austrittsspalt des Monochromators befindet sich der Photomultiplier (PM), in dem das spektral zerlegte Licht in elektrische Signale umgewandelt wird. Diese werden verstärkt und von einem nano-Amperemeter angezeigt. Die Spektren werden mittels eines Schreibers aufgezeichnet.

2. Anregungslichtquelle und Filter

Als Anregungslichtquelle¹ dient eine Quecksilberhochdrucklampe, die vorwiegend ein Linienspektrum im Bereich von 250 bis 580 nm emittiert (siehe Abb. 2).

Derjenige Teil des Lampenlichts, der in den Wellenbereich des Emissionslichtes fällt, würde die Messung verfälschen und muss deshalb mit einem Filter F1 unterdrückt werden. In der Tabelle 1 sind geeignete Filter mit dem entsprechenden Anregungsbereich angegeben. Die zweite Spalte der Tabelle gibt die kürzeste Wellenlänge an, ab der die Emission noch gemessen werden kann. Bei sehr schwacher Emission können wegen der sehr hohen Empfindlichkeit der Apparatur trotzdem Lampenlinien im Spektrum auftreten. Es empfiehlt sich daher, jedes Emissionsspektrum mit dem Lampenspektrum zu vergleichen, um Lampenlinien herauszufinden. Das Filter F1 wird so ausgewählt, das sein Durchlassbereich mit einem Bereich hoher Extinktion der Probe übereinstimmt.

¹ Im Versuch "Licht-Absorption und -Emission von Übergangsmetallkomplexen" wird als Anregungslichtquelle ebenfalls ein Laser eingesetzt.

Die Filter F2 sind im allgemeinen Kantenfilter, die das auftreffende Licht oberhalb einer festgelegten Wellenlänge durchlassen.

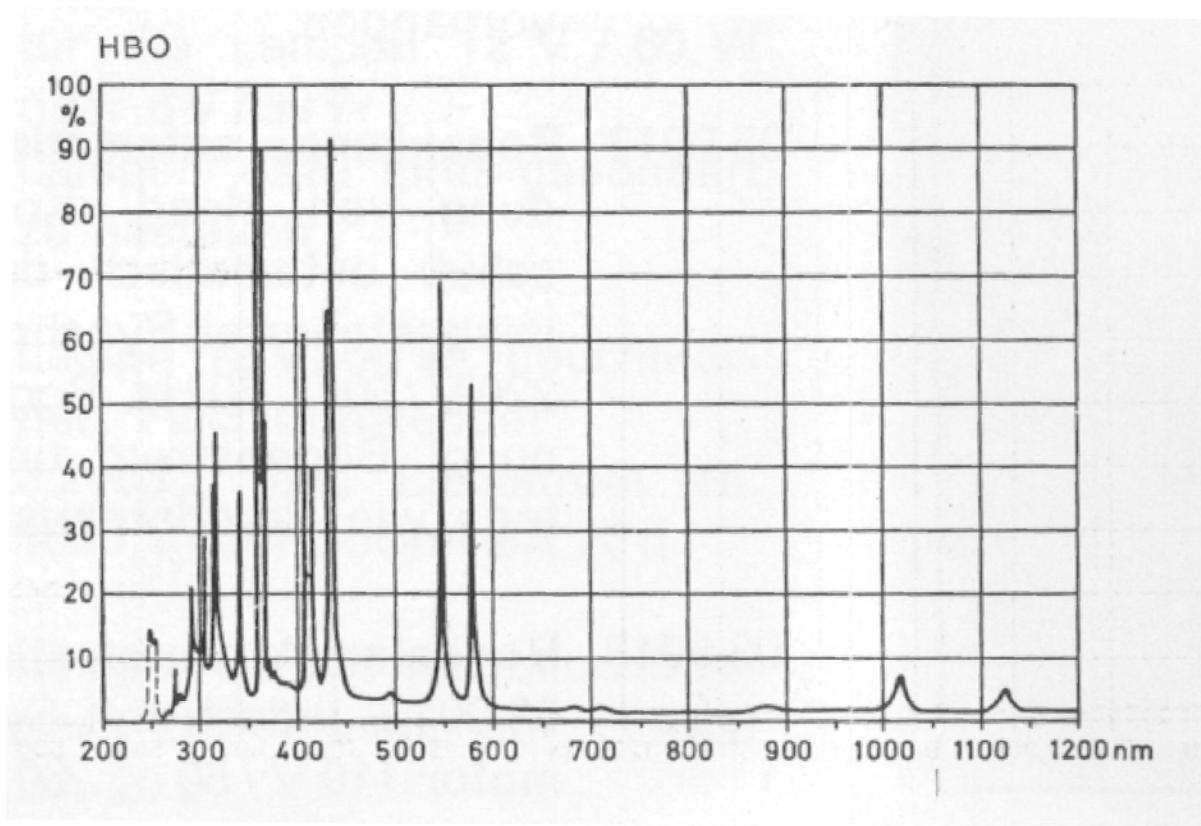


Abb. 2: Linienspektrum der Quecksilberhochdrucklampe 100 W/2.

Wellenlängenbereich		Filtertyp F1
Anregung	Emission ab	
260 – 300 nm	320 nm	UV (R280) Reflexionsfilter
310 nm	330 nm	UV-Filter 310
340 – 380 nm	400 nm	Interferenzfilter 365 nm

Tabelle 1: Geeignete Filter F1 für die gewünschten Anregungswellenlängenbereiche.

3 Probe, Probenhalterung, Probenkühlung

Da viele Stoffe erst bei tiefen Temperaturen fluoreszieren bzw. phosphoreszieren (= lumineszieren), ist im allgemeinen eine Kühlung der Probe unerlässlich. Die Probe (gelöste Substanz, Kristallpulver) wird in ein Quarzröhrchen gefüllt, welches mit einer Halterung in einem Quarzdewargefäß befestigt werden kann. Probenröhrchen und Dewargefäß sind gut zu reinigen und zu trocknen. Wenn das Dewargefäß nicht gut gereinigt war, steigen Gasblasen auf und stören die Messung. Wichtig ist, das Probenröhrchen vor dem Abkühlen mit einem Gummistopfen zu verschließen, da sonst Luft und Wasserdampf im Inneren kondensieren. **Unbedingt die Anweisungen des Assistenten beachten!**

4 Monochromator

Das Emissionslicht der Probe wird mit einer Linse auf dem Eintrittsspalt des Monochromators gesammelt und von dort (innerhalb des Monochromators) auf das Reflexionsgitter gelenkt. Das Gitter zerlegt das Licht in seine spektralen Anteile. Das aus dem Monochromator austretende Licht, das durch den Austrittsspalt auf einen schmalen Wellenlängenbereich begrenzt ist, wird schließlich auf den Photomultiplier geleitet. Die erreichbare optische Auflösung ist durch die zur Verfügung stehende Emissionsintensität begrenzt, denn bei einer Verringerung der Spaltbreite (Erhöhung der Auflösung) wird weniger Licht hindurchgelassen, und das aufgezeichnete Spektrum ist stärker verrauscht.

5 Detektor, Nachweiseinrichtung

Am Austrittsspalt fest angeflanscht ist das Gehäuse des Photomultipliers (PM). Im Photomultiplier wird durch ein Lichtquant (Emissionslicht) ein Elektron aus der Photokathode abgelöst (äußerer photo-elektrischer Effekt). Dieses Primärelektron erzeugt auf dem Wege zur Anode bis zu 10^6 Sekundärelektronen. Auf diese Weise werden schon geringe Lichtströme in Photoströme von 10^{-8} bis 10^{-5} Ampere umgesetzt, die mit dem nano-Ampere-Meter bequem nachgewiesen werden können. Durch Erhöhen der Versorgungsspannung des Photomultipliers (am Hochspannungsnetzgerät) kann die Verstärkung im Prinzip vergrößert werden. Die Hochspannung ist jedoch auf 1100 V eingestellt und darf nicht erhöht werden. Auch wenn kein Licht auf den Photomultiplier fällt, fließt ein Strom, der sog. Dunkelstrom. Bei extrem kleinen Lichtströmen liegt der Photonenstrom im Bereich der Rauschschwankungen des Dunkelstroms und kann dann nicht mehr nachgewiesen werden. In diesem Fall läßt sich der Dunkelstrom durch Kühlen des Photomultipliergehäuses herabsetzen und damit die Nachweisgrenze verbessern.