Modern Fizika Labor

Fizika BSC

<table>
<tr><td>A mérés dátuma:

2008. 11.04.</td><td>A mérés száma és címe:

11. Spektroszkópia</td><td rowspan="2">Értékelés:</td></tr>
<tr><td>A beadás dátuma:

2008.11.18.</td><td>A mérést végezte:

Juhász Krisztina
Szilvási Ádám</td></tr>
</table>

1. A mérés célja

A mérés célja a spektroszkópiával való ismerkedés egy kémiai reakció reakcióállandójának mérésén keresztül.

2. A mérés leírása és a kiértékelés menete

A mérés során egy Shimadzu UV-VIS-2100 PC típusú spektrofotométert használtunk. A spektrumot a teljes látható tartományra felvettük. Referenciának (és oldószernek egyaránt) 2 mM-os HCl oldatot használtunk. 2,5 mM-os Vas-ammónium-szulfát és szalicilsav oldatokat kevertünk össze és az így létrejött komplexben lejátszódó folyamat reakcióállandóját mértük. Az oldatok külön-külön gyakorlatilag optikailag inaktívak (átlátszóak) a vizsgált tartományon. A vas a kisebb hullámhosszokon elnyel ugyan, így sárgás színe lesz, de a keletkező komplex már olyan helyen lesz optikailag aktív ahol a vas már átereszt. A Lambert-Beer törvény segítségével a komplex koncentrációja és az abszorpciója közt felírhatunk egy összefüggést, amelynek segítségével az abszorpcióból megkaphatjuk a koncentrációt:

$$K = \frac{z}{(x-z)(y-z)}$$
$$a_* = lg\left(\frac{I_0}{I}\right) = \varepsilon l z$$
$$a_* \sim z = K(x-z)(y-z)$$

Itt K a keresett reakcióállandó, a_* az abszorpciós csúcs értéke, x, y és z pedig a vas, a szalicilsav és a komplex koncentrációja. Az I_0 a beeső fény intenzitása, I a mért intenzitás, ε a komplex abszorpciós állandója, l pedig az optikai úthossz. Mivel utóbbiak nem ismertek, a mérés során ekvimoláris oldatokat alkalmaztunk, és a fenti arányosságra illesztettem egy kétparaméteres görbét. Ehhez a fenti egyenletet át kellett paraméterezni. A következő dimenziótlanítást végeztük el:

$$x + y = c_0 = const$$
$$x = \left(\frac{1}{2} + \xi\right)c_0;\ y = \left(\frac{1}{2} - \xi\right)c_0;\ \left(-\frac{1}{2} \le \xi \le \frac{1}{2}\right)$$
$$z = \zeta c_0; (0 \le \zeta \le 1)$$
$$K = \frac{\kappa}{c_0}$$
$$a_* \sim \zeta = \kappa\left[\frac{1}{4} - \xi^2 + \zeta^2 - \zeta\right]; \zeta = \frac{k \pm \sqrt{k^2 - 1 + 4\xi^2}}{2}; k = \frac{1+\kappa}{\kappa}$$

Itt a két megoldás közül a $\xi = \pm\frac{1}{2}$; $\zeta = 0$ határfeltételek illesztésével kapjuk, hogy csak a kisebbik gyök ad fizikailag értelmes eredményt. A mérés során a ξ keverési arány függvényében mérjük az abszorbanciát különböző hullámhosszokon. Az így kapott görbékre az 500-550 nm-es tartományon parabolát illesztettem, aminek a paramétereiből az a_* abszorpciós csúcsokat határoztam meg. Innen az illesztett függvény alakja:

$$a_* = f(\xi) = C\left(k - \sqrt{k^2 - 1 + 4\xi^2}\right)$$

A fenti illesztés után megkapott k értékből visszaszámolható a K reakcióállandó:

$$K = \frac{1}{(k-1)c_0};\ \delta K = \frac{\Delta k}{(k-1)} + \delta c_0$$
$$\delta c_0 = \frac{x\Delta x + y\Delta y}{c_0^2}$$

Itt a legnagyobb hiba $(k-1)$ relatív hibájából jön, mivel k egyhez közeli szám. A c_0 hibáját az adott oldatok koncentrációinak a hibájából kapjuk, amelyek megegyeznek az oldott anyag tömegmérésének

hibájával, amelyet megadtak. Mivel mindegyik keverék más arányban tartalmazta az oldatokat, azt választottam hibának, amelyiknél ez az érték maximális. Az illesztéseket gnuplottal végeztem.

3. Adatok és eredmények

Az oldatok elkészítését nem mi végeztük, a jegyzetben megadták a koncentráció viszonyokat:

	tömeg [g]	hiba	relatív hiba	koncentráció [mM]	hiba	relatív hiba
Fe	0,301	0,003	1,00%	2,50	0,02	1,00%
sal	0,086	0,003	3,49%	2,50	0,09	3,49%

A különböző arányú oldatok keverékének csúcsai az illesztett parabolából:

Fe:sal arány	hullámhossz [nm]	hiba	relatív hiba	abszorpció	hiba	relatív hiba	x [mM]	y [mM]	c_0	hiba	relatív hiba
1:9	527,37	0,05	0,01%	0,38844	0,00006	0,016%	0,25	2,25	2,5	0,08	3,2%
2:8	527,68	0,04	0,0070%	0,72438	0,00008	0,012%	0,5	2	2,5	0,07	3,0%
3:7	527,81	0,04	0,0069%	0,9529	0,0001	0,012%	0,75	1,75	2,5	0,07	2,7%
4:6	528,12	0,03	0,0057%	1,2486	0,0001	0,0092%	1	1,5	2,5	0,06	2,5%
5:5	527,98	0,04	0,0074%	1,4676	0,0002	0,012%	1,25	1,25	2,5	0,06	2,2%
6:4	527,87	0,03	0,0063%	1,3663	0,0001	0,010%	1,5	1	2,5	0,05	2,0%
7:3	527,51	0,03	0,0062%	1,0695	0,0001	0,010%	1,75	0,75	2,5	0,04	1,7%
8:2	525,74	0,04	0,01%	0,72671	0,00009	0,013%	2	0,5	2,5	0,04	1,5%
9:1	525,03	0,06	0,01%	0,37194	0,00006	0,017%	2,25	0,25	2,5	0,03	1,2%

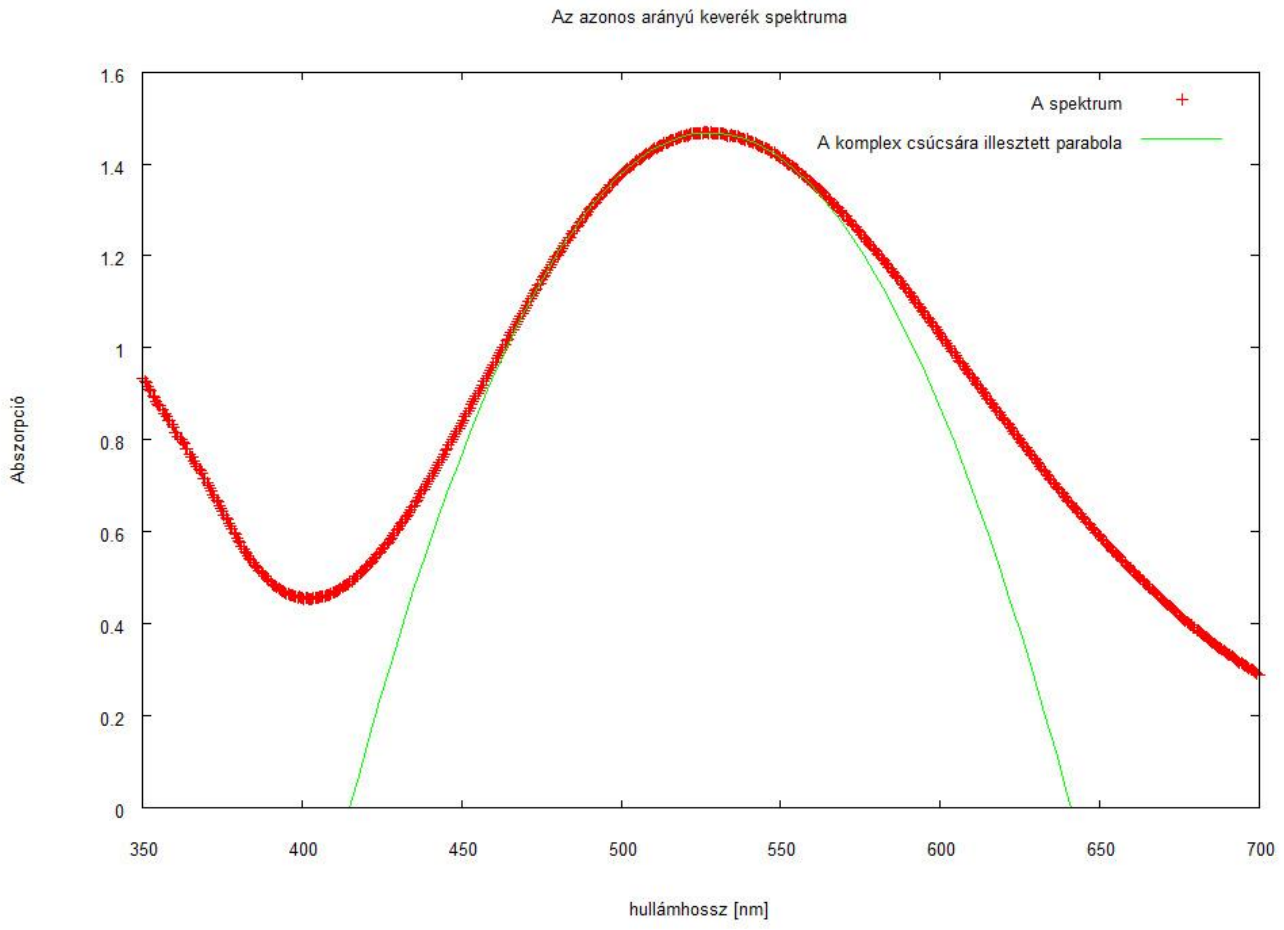
A dimenziótlanított adatok, amire illesztettem (az illesztéshez az előzőleg kapott súlyokat használtam):

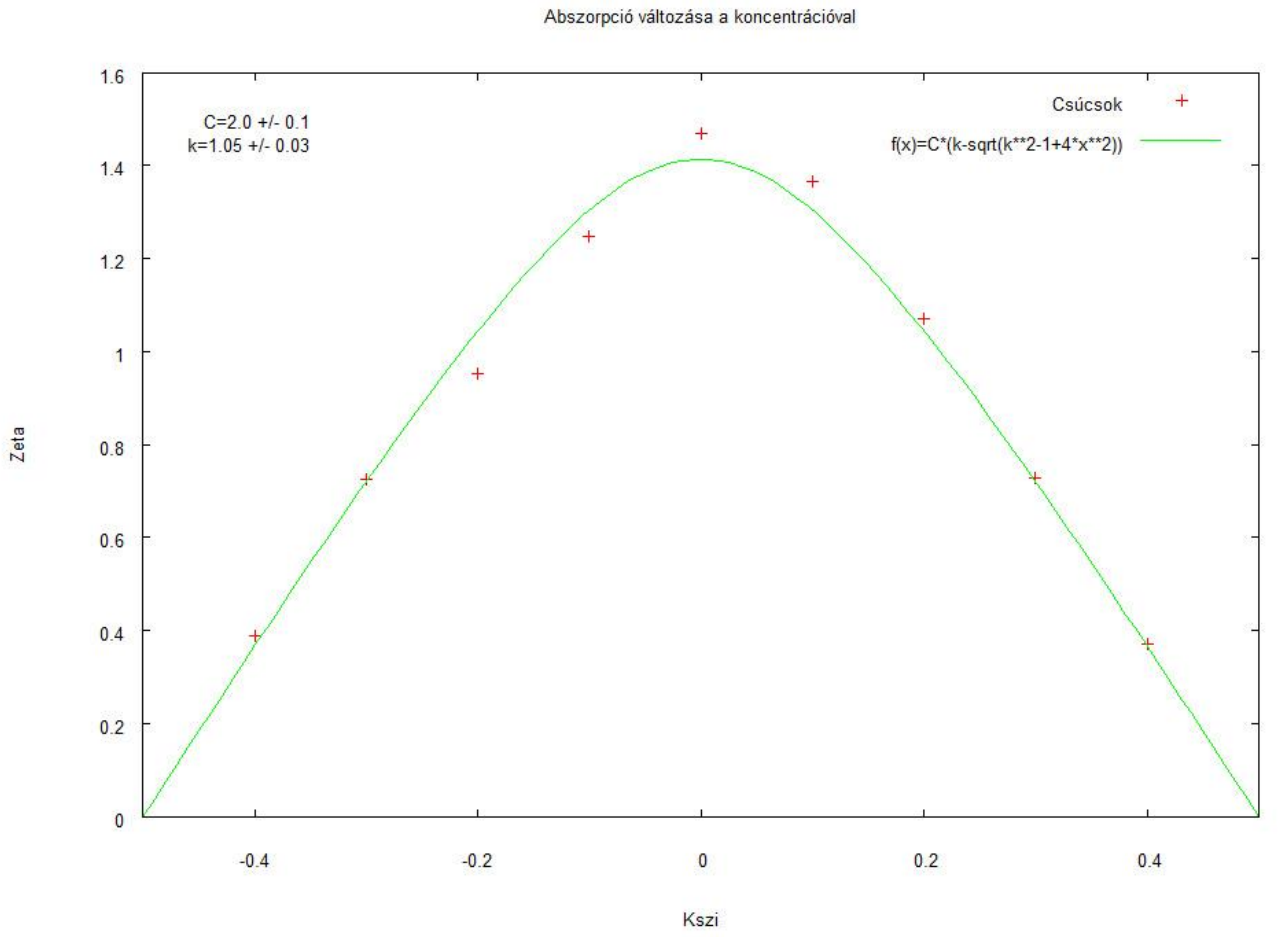
ξ	ζ	$\Delta\zeta$
-0,4	0,38844	0,00006
-0,3	0,72438	0,00008
-0,2	0,9529	0,0001
-0,1	1,2486	0,0001
0	1,4676	0,0002
0,1	1,3663	0,0001
0,2	1,0695	0,0001
0,3	0,72671	0,00009
0,4	0,37194	0,00006

Innen az illesztésből:

	érték	hiba	relatív hiba
k	1,05	0,03	3,03%
K	7,6	4,9	64%

Vagyis a reakcióállandó értéke $K = (7{,}6 \pm 4{,}9)\ mM^{-1}$


Az azonos arányú keverék spektruma
A spektrum
A komplex csúcsára illesztett parabola
Abszorpció
hullámhossz [nm]
1.6
1.4
1.2
1
0.8
0.6
0.4
0.2
0
350
400
450
500
550
600
650
700


Abszorpció változása a koncentrációval
C=2.0 +/- 0.1
k=1.05 +/- 0.03
Csúcsok
f(x)=C*(k-sqrt(k**2-1+4*x**2))
Zeta
Kszi
1.6
1.4
1.2
1
0.8
0.6
0.4
0.2
0
-0.4
-0.2
0
0.2
0.4