

Spektroszkópiai mérések

A mérést végezte:	Bozsoki Péter Hága Péter
A mérés dátuma:	1999. Október 13. Délelőtti csoport

Elméleti áttekintés:

Az optikai spektroszkópiai mérés alapelve, hogy adott hullámhosszágú elektromágneses sugárzással besugározzuk a mintát, majd vizsgáljuk a kijövő fény jellemzőit. A laborban látható és ultraibolya tartományba eső fénnel világítottuk át az oldatot, és az oldat abszorpcióját mértük a fény hullámhosszának függvényében.

Felhasznált eszközök:

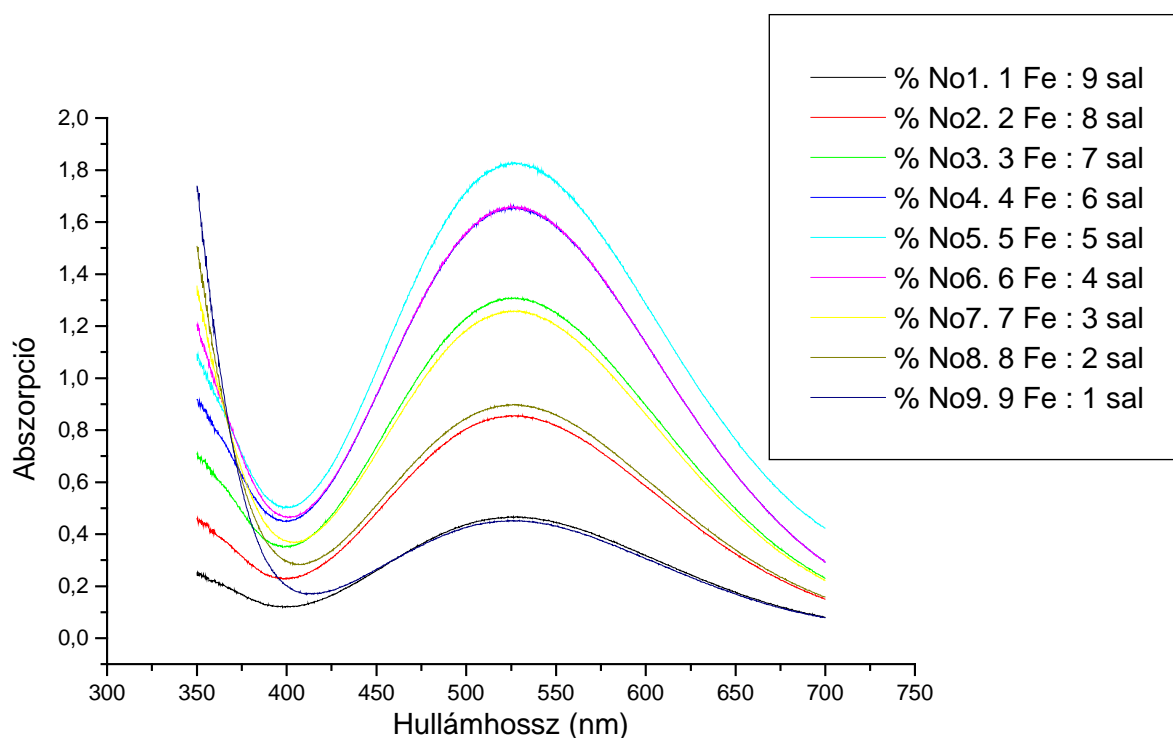
- Scanning spektrofotométer, típusa: Shimadzu UV-VIS-2101
- Személyi számítógép
- Kalibrált pipetták
- Kémcsövek, küvetták
- Fe^{3+} oldat, szalicilsav oldat, sósav

Előkészületek, mérés, kiértékelés:

A mérés megkezdése előtt a berendezést vezérlő szoftverrel megismerkedtünk, kezelése nem jelentett problémát.

A program Baseline funkcióját elindítva, az beállította az alapvonalat, miután a referencia, és a minta tartó küvettába is azonos sósav oldatot helyeztünk. Eközben elkészítettük a vizsgálandó oldatokat. Ezeket 9 kémcsőben tároltuk.

A spektrofotométert kezelő program által adott adatokat lemezen tároltuk, majd ezeket grafikus program segítségével ábrázoltuk. A kapott görbék maximumhelyeit a mérés során használt szofverrel határoztuk meg.



1. ábra

a spektrofotométerrel felvett 9 különböző koncentrációjú oldat fényelnyelő képessége
a hullámhossz függvényében

A bekevert oldatban a vas és a szalicilsav egyensúlyban van, aminek egyensúlyi

állandója:
$$K = \frac{[komplex]}{[Fe^{3+}][sal^-]} = \frac{[komplex]}{(x - [komplex])(y - [komplex])} = \frac{\frac{a}{\epsilon * l}}{\left(x - \frac{a}{\epsilon * l}\right)\left(y - \frac{a}{\epsilon * l}\right)}$$
 A

képletben szereplő x az oldatban levő Fe^{3+} , y a szalicilsav, $[komplex]$ a képződött vas-szalicilát koncentrációja, a a leolvasott abszorpciómaximum, ϵ az oldat abszorpciós állandója és l az optikai úthossz (1 cm, a kuvetta szélessége).

A számolás második lépésében felhasználtuk a Beer-Lambert-törvényt:

$$I = I_0 * 10^{-\epsilon l [komplex]} \Rightarrow a := \log_{10} \left(\frac{I_0}{I} \right) = \epsilon l [komplex],$$
 ahol I_0 és I a beeső és az áteresztett fény intenzitása.

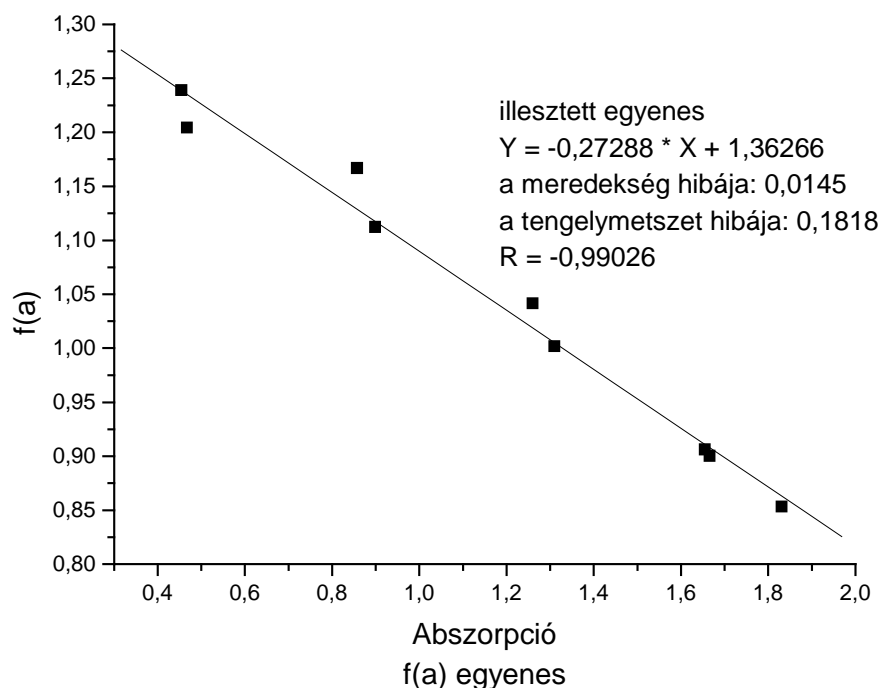
Bevezetve $f(a) := \frac{xy}{a} = \frac{1}{\epsilon l} \left[\frac{1}{K} + (x + y) \right] - \frac{1}{(\epsilon l)^2} a$ függvényt egy egyenest kapunk (2.

ábra).

Minták sorszáma	összetevők aránya	Abszorpció	Hullámhossz [nm]	X [mM]	Y [mM]	f(a)
No.1.	1 Fe : 9 sal	0,467	526,4	0,25	2,25	1,20450
No.2.	2 : 8	0,857	522,4	0,50	2,00	1,16686
No.3.	3 : 7	1,310	525,2	0,75	1,75	1,00191
No.4.	4 : 6	1,655	530,8	1,00	1,50	0,90634
No.5.	5 : 5	1,831	525,4	1,25	1,25	0,85336
No.6.	6 : 4	1,666	525,0	1,50	1,00	0,90036
No.7.	7 : 3	1,260	524,8	1,75	0,75	1,04167
No.8.	8 : 2	0,899	526,6	2,00	0,50	1,11235
No.9.	9 : 1	0,454	523,4	2,25	0,25	1,23899

1. táblázat

az abszorpció, a koncentráció és a hullámhossz függvényében



Az illesztett egyenes meredekségéből megkapható az ϵl szorzat, aminek a segítségével számolható az egyensúlyi állandó.

$$-\frac{1}{(\epsilon l)^2} = -0.2728 \pm 0.014 \text{ mM}^2 \Rightarrow \epsilon l = 1.914 \mp 0.05 \text{ mM}^{-1}$$

Az egyenes tengelymetszetéből az egyensúlyi állandó:

$$\frac{1}{\epsilon l} \left[\frac{1}{K} + 2.5 \text{ mM} \right] = 1.363 \pm 0.1818 \Rightarrow K = 9.211 \pm 1.47 \text{ mM}^{-1}.$$

A hibák számításánál csak az illesztésből eredő hibát vettük figyelembe.

(Az x és y hibája nem ismert, az abszorpció hibája elhanyagolhatóan kicsi.)