

Spektroszkópia

jegyzőkönyv



Mérést végezte:
Kerekes Máté (T19I0R)
Koroknai Botond (AT5M0G)

Mérés időpontja:
2023.10.03

Jegyzőkönyv leadásának időpontja:
2023.10.16

Tartalomjegyzék:

1	A mérés célja és menete	2
2	A mérőeszközök	2
3	Mérés elve	2
4	Mérés kiértékelése	2
4.1	Az oldatok abropciós spektruma	2
4.2	Eltérő töménységű alapoldatok	4
4.3	Az oldat extinkciós állandója	4
4.4	A reakcióállandó hőmérsékletfüggése	5
5	Diszkusszió	6
5.1	Mérési hibák	6

1 A mérés célja és menete

Cél: A mérés során szalicilsav és vas-ammónium-szulfát reakciójának egyensúlyi állandóját és a képződő elegy extinkciós állandóját, illetve az egyensúlyi állandó hőmérsékletfüggését szeretnénk volna meghatározni.

Menete: Az első feladat során 10 különböző keverési arányú oldatot hoztunk létre, és a spektroszkópba helyezve különböző hullámhosszú fényekkel világítottuk őket meg és az oldaton áthaladt fény intenzitását vizsgáltuk. A második feladatban egy kiválasztott oldat intenzitását vizsgáltuk ismét, de most több különböző hőmérsékleten.

2 A mérőeszközök

- Kémcsövek és küvetták
- Spektrofotométer
- Vas-ammónium-szulfát és szalicil sósav oldata

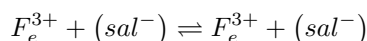
3 Mérés elve

A spektroszkópia lényege, hogy a mintára elektromágneses hullámot bocsátunk, és megmérjük az áthaladt sugárzás paramétereit. A mérés során 370 - 650 nanométer közötti hullámhosszokkal dolgoztunk. Az abszorpciós sávok meghatározását a Lambert-Beer törvény segítségével végeztük el

$$I = I_0 \cdot 10^{\frac{\epsilon}{c}} \quad (1)$$

ahol I_0 a beeső fény intenzitása, c a vizsgált, ϵ az extinkciós együttható.

A méréshez használt anyagok együtt komplexet alkotnak:



Az asszociációs és disszociációs ráta egyenlő, a reakciókomponensek koncentrációja kapcsolatban áll. A Lambert-Beer törvényt felhasználva a reakcióállandó:

$$K = \frac{Ca_*}{(x - Ca_*)(y - Ca_*)} \quad (2)$$

x és y a vas, illetve a szalicil koncentrációja, $C = \frac{1}{l\epsilon}$, itt l az optikai úthossz. A reakció hőmérsékletfüggő: endoterm esetben a hőmérséklet növelése elősegíti, míg exoterm esetben gátolja a komplexképződést. Ha ismerjük a reakcióállandó hőmérsékletfüggését, a reakcióhő a van't Hoff-összefüggés segítségével kiszámítható:

$$\left(\frac{d(\ln K)}{dT} \right)_p = \frac{Q}{kT^2} \quad (3)$$

ahol k a Boltzmann-állandó.

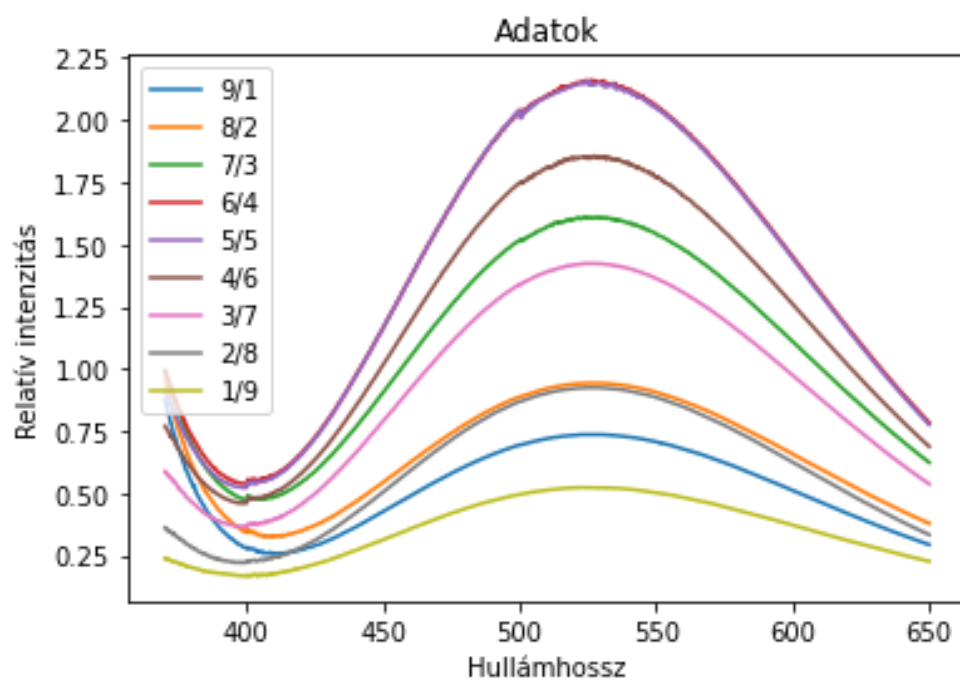
4 Mérés kiértékelése

4.1 Az oldatok abropciós spektruma

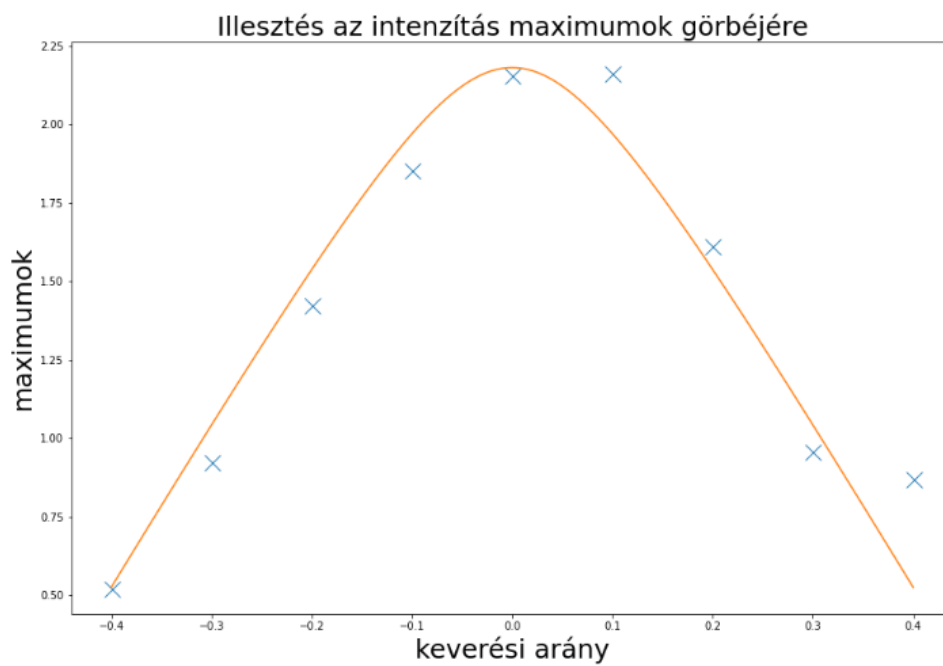
A maximumukat ábrázoltuk a keverési arány függvényében, majd illesztettünk rá egy

$$f(x, k, c) = \frac{k - \sqrt{k^2 - 1 + 4x^2}}{c}$$

alakú függvényt.



Fe-sav arány	keverési arány	a_*
1:9	-0.4	0.523
2:8	-0.3	0.925
3:7	-0.2	1.424
4:6	-0.1	1.855
5:5	0	2.156
6:4	0.1	2.161
7:3	0.2	1.611
8:2	0.3	0.959
9:1	0.4	0.871



	k	c
érték:	1.024	0.369
hiba:	0.037	0.045

Ezen felül azokat is tudjuk, hogy

$$k = \frac{1 + \kappa}{\kappa}$$

$$K = \frac{k}{c_0} = \frac{1}{(k - 1)c_0}$$

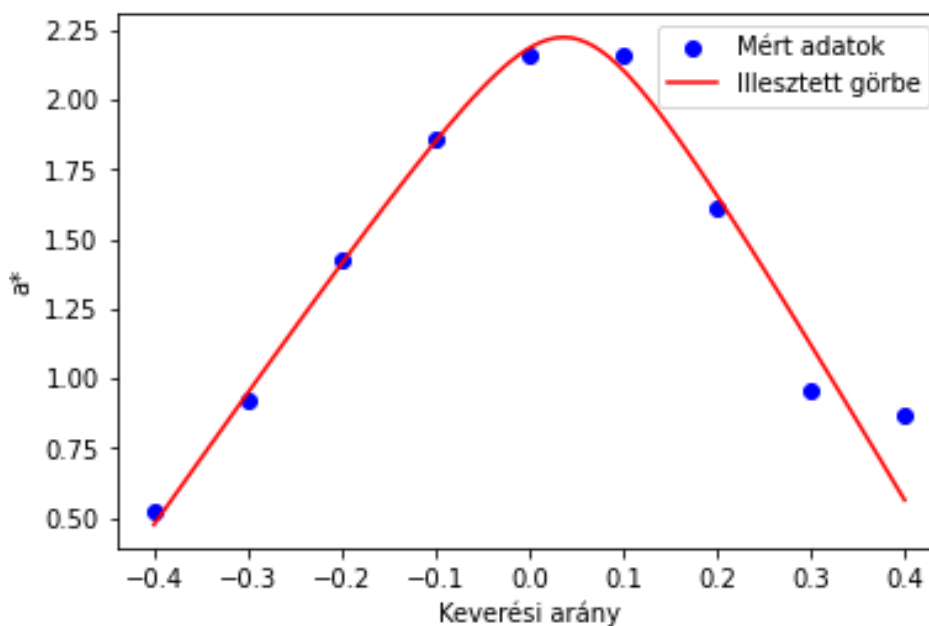
ahol $c_0 = 2.5 \text{ mM}$

A reakció állandó, így:

$$K = 16.666 \pm 0.602 \left[\frac{\text{dm}^3}{\text{mM}} \right]$$

A hibaszámítást a $\Delta K = K \cdot \left(\frac{\Delta k}{k} \right)$ képlettel végeztük, mivel c_0 hibája nem meghatározható.

4.2 Eltérő töménységű alapoldatok



A pontokra a mérés leírás alapján görbét illesztettünk, melynek paraméterei:

$$k = 76.959 \pm 125.320$$

$$d = 0.840 \pm 0.074$$

$$a = 5.756 \pm 0.613$$

ahol a az a_* és z közti arányossági tényező. A d paraméter értéke kisebb mint 1, ebből arra következtethetünk, hogy a vas tömegegysége kisebb volt a savénál. Jelen esetben $k = \kappa$, és $K = \frac{\kappa}{C_0}$, ezek alapján a reakcióállandó:

$$K = 30.783 \pm 50.128 \left[\frac{\text{dm}^3}{\text{mM}} \right]$$

Ahol a hiba szintén: $\Delta K = K \cdot \left(\frac{\Delta k}{k} \right)$

4.3 Az oldat extinkciós állandója

A mérés leírás alapján az extinkciós együttható értéke:

$$\varepsilon = \frac{a}{c_0 l}$$

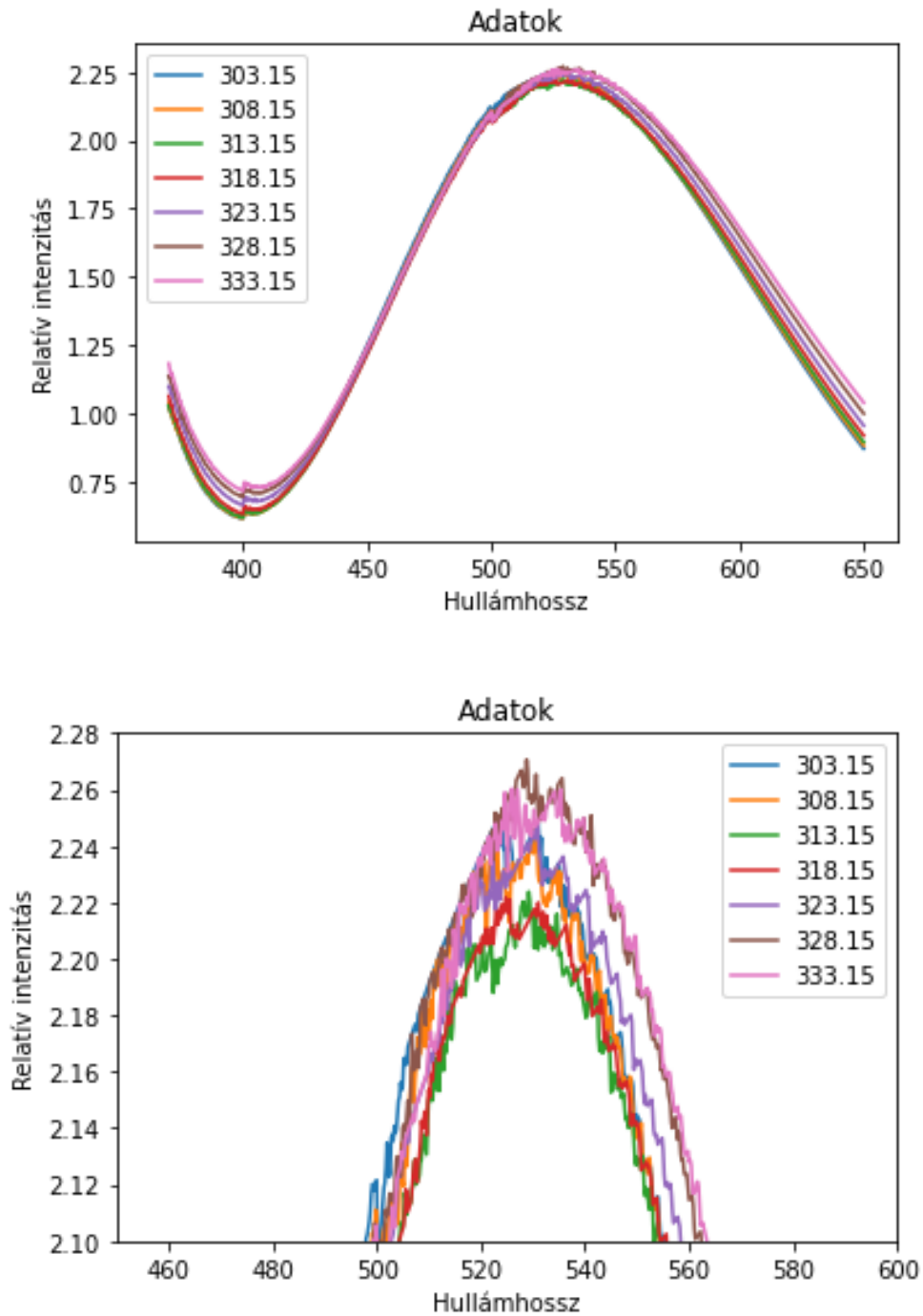
ahol az optikai úthossz $l = 1 \text{ cm}$ volt. Ennek alapján:

$$\varepsilon = 2.302 \pm 0.245 \left[\frac{\text{dm}^3}{\text{mM} \cdot \text{cm}} \right]$$

A hibát a hibaterjedés képletével számoltuk:

$$\Delta\varepsilon = \varepsilon \cdot \left(\frac{\Delta a}{a} \right)$$

4.4 A reakcióállandó hőmérsékletfüggése



z számításához felhasználtuk a görbeillesztésből származó a paramétert.

$$z = \frac{a - c_0}{a}$$

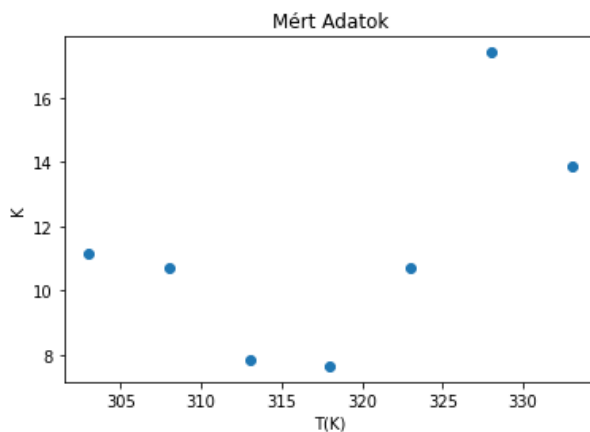
$$z = K(x - y)(y - z)$$

ahol x a vas, y pedig a szalicil koncentrációja. Ebből az egyensúlyi állandó:

$$K = \frac{z}{(x - z)(y - z)}$$

Fontos megjegyezni, hogy a vas koncentrációja 0.8 - szorosa a szalicilénak: $x = 0.8 \cdot y = 0.8 \cdot 0.5 \cdot c_0 = 1mM$
 A reakcióhőt a van't Hoff-összefüggés segítségével határoztuk volna meg, miszerint $K \sim e^{\frac{-Q}{kT}}$, ahol k a

T(K)	a_*	z	K
303.15	2.248	0.976	11.142
308.15	2.246	0.975	10.724
313.15	2.223	0.965	7.854
318.15	2.221	0.964	7.658
323.15	2.247	0.975	10.724
328.15	2.270	0.985	17.401
333.15	2.260	0.981	13.888



Boltzmann-állandó. Ezek után az adatokra egy $f(T) = a \cdot e^{-b/T}$ alakú görbét kellett volna illesztettünk, melynek segítségével megkaptuk volna a reakció hőt.

5 Diszkusszió

A kiértékelés során kiszámolt adatok alapján azt láthatjuk, hogy voltak sikeres méréseink, viszont számos hiba is adódott, melynek megnyilvánulásai a nagy hiba értékek. Részünkről a hiba valószínűleg az oldatok keveréséből származott.

5.1 Mérési hibák

- Emberi hiba (oldat keverés)
- Mérőberendezés hibája (hőmérséklet függés)
- Illesztési hiba (eltérő tömegmennyiségű oldatok)