Pracovní úkol

1. Změřte absorpční spektrum roztoků kalmagitu s koncentracemi c_0, $c_0/2$, $c_0/4$ při pH=10 v celém oboru viditelného světla. Zpracujte graficky. Pro tři vybrané vlnové délky zkontrolujte platnost Beerova zákona. Zpracujte graficky.
2. Měření z bodu 1. pro koncentraci $c_0/2$ doplňte proměřením dvou roztoků kalmagitu téže koncentrace, které navíc obsahují $5.10^{-5}\,\mathrm{mol}\cdot\mathrm{l}^{-1}$ a $25.10^{-5}\,\mathrm{mol}\cdot\mathrm{l}^{-1}$ síranu hořečnatého $MgSO_4$. Získaná tři spektra zpracujte graficky, určete isobestické body.
3. Proměřte systém kalmagit + $MgSO_4$ metodou spojité variace při třech vhodně vybraných vlnových délkách. Výchozí koncentrace je pro kalmagit c_0, pro $MgSO_4$ $5.10^{-5}\,\mathrm{mol}\cdot\mathrm{l}^{-1}$. Určete koncentraci c_0 adisociační konstantu komplexu.
4. Změřte absorpční spektrum přiložených vzorků skleněných filtrů. Diskutujte procento maximální propustnosti a spektrální šířku propouštěné oblasti.
5. Ověřte platnost Beerova zákona pro různé tloušťky přiloženého pevného materiálu.
6. Proveďte odhad chyby transmitance a určete chybu nepřímého měření absorpčního koeficientu.

   Z Úkolů 1 a 5 vyberte jeden.
   Z Úkolů 2, 3 a 4 vyberte jeden.

Teorie

K popisu ztrát světla při průchodu látkou zavádíme veličinu transmitance definovanou jako

$$\vartheta = \frac{\Phi_t}{\Phi_0}\,, \tag{1}$$

což je poměr světelného toku prošlého látkou k toku dopadajícímu. Pokud zanedbáme ztráty způsobené odrazem, dostáváme tzv. vnitřní transmitanci.Pro monochromatické světlo platí v homogenní absorbující látce Lambertův zákon

$$\vartheta = 10^{-\kappa l} = e^{-\kappa_n l}\,, \tag{2}$$

kde l je tloušťka vzorku a κ je tzv. absorbační koeficient. Zavádíme veličinu absorbance A vztahem

$$A = \kappa l\,. \tag{3}$$

Uvažujeme-li absorbci způsobenou látkami v roztoku o nízké koncentraci, dle Lambert–Beerova zákona platí pro absorbanci

$$A = l\sum_{i=1}^{n}\varepsilon_i c_i\,, \tag{4}$$

kde c_i je molární koncentrace jednotlivých látek a ε_i nazýváme molární absorbční koeficienty.

Pro rovnovážný stav dvou reagujících látek A + B $\rightarrow$ AB platí zákon působení hmot

$$\frac{[\mathrm{A}]\cdot[\mathrm{B}]}{[\mathrm{AB}]} = K\,, \tag{5}$$

,kde K je rovnovážná disociační konstanta příslušné reakce. Vnašem případě je látka A kalmagit a látka B $MgSO_4$. Pokud budeme do roztoku přidávat $MgSO_4$, bude se reakční rovnováha měnit ve prospěch sloučeniny AB (při zachování koncentrace [A]+[AB]). Ze vztahu (4) plyne, že absorpční křvka se spojitě mění od spektra samotné látky A ke spektru sloučeniny AB. V případě, že mají obě látky pro vlnovou délku λ_i stejný absorbční koeficient, budou při této vlnové délce stejná absorbance pro všechny poměry A:B. Tento bod nazýváme isobestickým bodem.

Měření

Nejprve jsem namíchala roztoky požadované koncentrace a složení. Poměry jednotlivých složek byly přiloženy k úloze. Absorpční spektra roztoků jsem proměřila v rozsahu vlnových délek $400 - 700\,\mathrm{nm}$. Výsledky udává tabulka 1. Na spektrofotometru jsem odečítala přímo transmitanci. Přesnost měření této veličiny odhaduji na $\sigma_\theta = 2\%$. Chyba určení vlnové délky byla odhadnuta na $1\,\mathrm{nm}$. Graficky je měření pro roztoky o koncentraci c_0, $c_0/2$, $c_0/4$ zpracováno v Grafu 1, který je jako následující grafy přiložen na konci dokumentu.

Dále jsem ověřila Beerův zákon. Pro tři vlnové délky jsem změřila transmitanci třech roztoků o různé koncentraci. Vypočítané hodnoty absorbance dle vztahu (2) a (3) udává tabulka 2. Graficky je měření znázorněno v Grafu 2. Dle vzorce (4) očekávám pro danou vlnovou délku lineární průběh závislosti absorbance na relativní koncentraci. Přímkou je tedy vyneseno lineární proložení. Chybu jsem určila na základě chyby transmitance dle standardní teorie šíření chyb.

λ[nm]	ϑ_1[%]	ϑ_2[%]	ϑ_3[%]	ϑ_4[%]	ϑ_5[%]
400	31.5	59.5	78.5	61.5	63
420	39	64.5	81.5	62	62.5
440	40	65.5	81	56.5	56
460	37.5	63	80	48	46
480	32.5	57.5	76	36.5	34
500	21.5	47	70	22	19.5
520	11.5	35	61.5	15	13.5
540	6.5	27.5	56.5	14	13
560	5	26.5	57	25.5	26
580	3.5	24	56	46.5	51
600	2.5	22.5	55.5	63.5	73.5
620	3	24	58	73	87
640	4	27.5	60.5	77	91.5
660	10	39.5	69.5	81.5	95
680	33	67	84.5	89.5	96.5
700	65	83	92.5	96	99.5

Tabulka 1.: Měření transmitance v závislosti na vlnové délce

Výsledky měření transmitance pro roztoky obsahující kalgamit a $MgSO_4$ jsou zapsány v Tabulce 1. Graficky jsou absorbační křivky roztoků 2, 4 a 5 vyneseny v Grafu 3. Křivky se protínají ve dvou isobestických bodech

$$\lambda_{i1} = (410 \pm 10)\,\mathrm{nm}$$

$$\lambda_{i2} = (560 \pm 5)\,\mathrm{nm}\,.$$

	c_0	$c_0/2$	$c_0/4$
λ [nm]	A		
440	0.40 ± 0.02	0.18 ± 0.01	0.089 ± 0.002
550	1.30 ± 0.10	0.66 ± 0.06	0.256 ± 0.009
660	0.98 ± 0.08	0.46 ± 0.02	0.155 ± 0.004

Tabulka 2.: Absorbance pro tři vlnové délky a tři koncentrace

Diskuze

Výsledky měření se shodují s teoretickými předpoklady (viz Graf 1), podle nichž by sklesající koncentrací měla být vyšší transmitance.

Pro ověření Beerova zákona byly vybrány vlnové délky 440, 550 a 660 nm (viz Graf 2). Vtéto oblasti se závislosti chovají lineárně. Odlišení od přímek pro vlnovou délku 550 a 660 nm při nejnižší koncentraci připisuji velké chybě určení absorbance při nejvyšší koncentraci. V rámci chyby měření je tedy ověřen Beerův zákon. Pro přesnější měření by bylo nutné změřit transmitanci pro více vlnových délek.

Pro roztoky s manganistanem draselným jsem naměřila křivky v souladu s teorií. Protínají se ve dvou isobestických bodech, což jsem očekávala. Pro přesnější určení λ_{i2} by bylo třeba proměřit i kratší vlnové délky.

Závěr

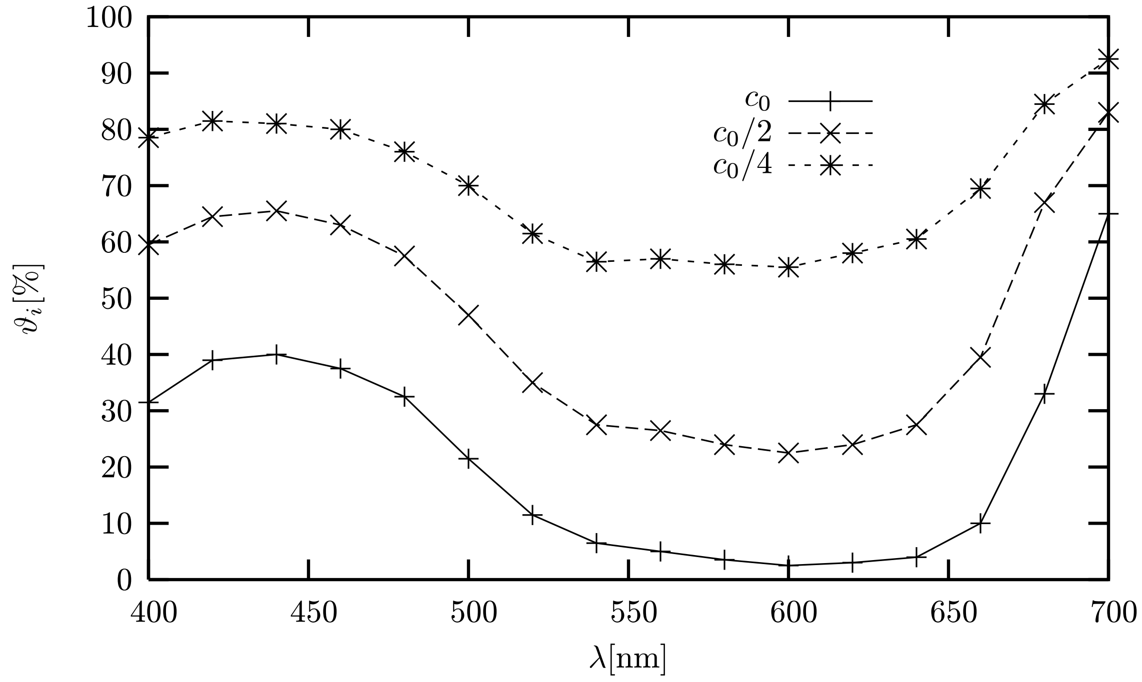
V tomto praktiku jsem se seznámila s měřením absorbce světla v roztocích. Proměřené absorpční spektrum kalmagitu pro tři různé koncentrace je vyneseno v Grafu 1. Pro vlnové délky 440, 550 a 660 nm jsem ověřila platnost Lambert-Beerova zákona (viz Graf 2). Změřila jsem absorbční spektrum roztoku kalgamitu a $MgSO_4$ (viz Graf 3) a určila jejich isobestické body

$$\lambda_{i1} = (410 \pm 10)\,\mathrm{nm}$$

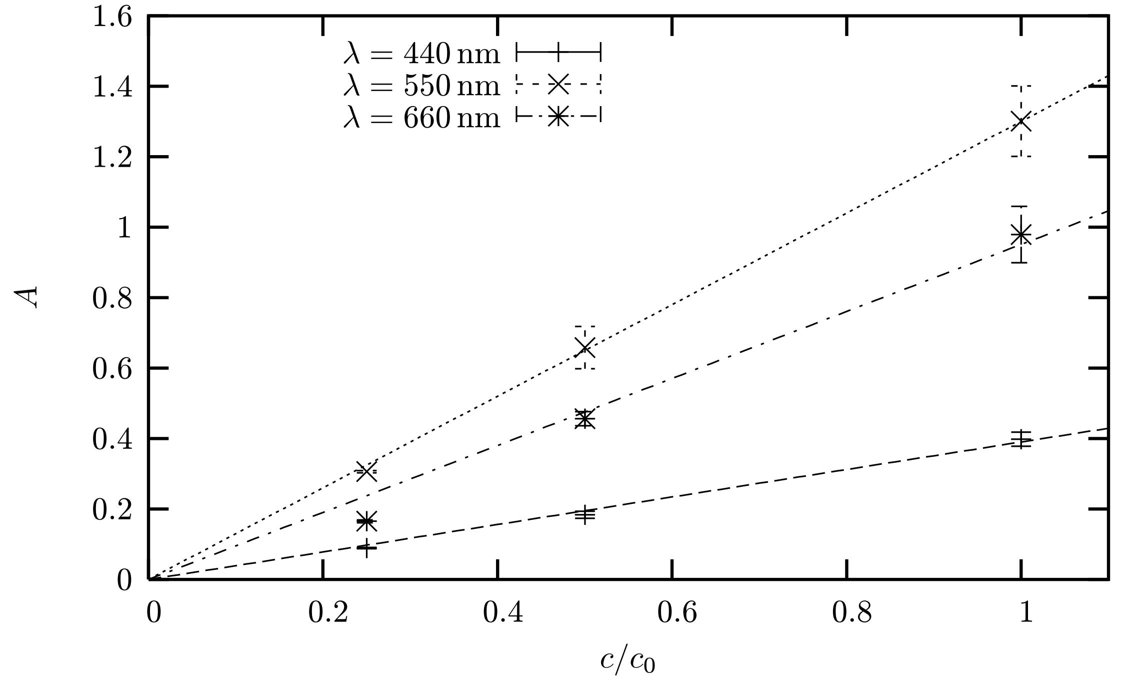
$$\lambda_{i2} = (560 \pm 5)\,\mathrm{nm}\,.$$

Literatura

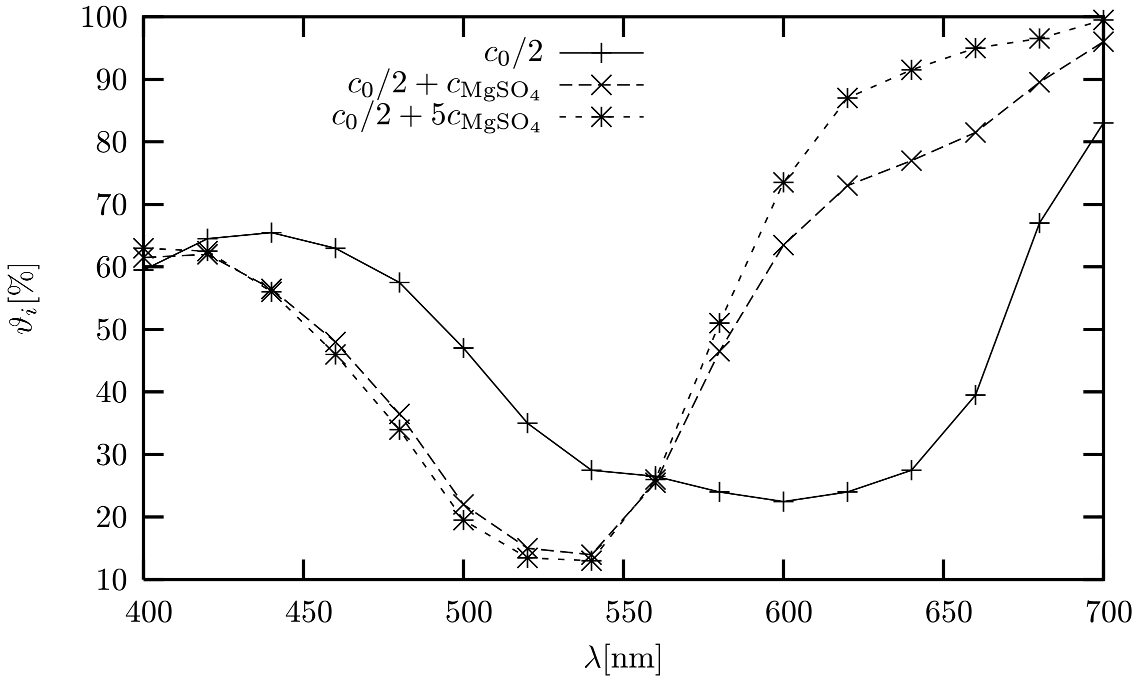
[1] Studijní texty, Úloha 17 `http://physics.mff.cuni.cz/vyuka/zfp/`



Graf 1.: Transmitance roztoků kalgamitu o různých koncentracích



Graf 2.: Ověření Beerova zákona. Přímkami je vynesen lineární fit



Graf 3.: Transmitance roztoků 2,4 a 5