

Stanovení kinetiky reakce vzniku koloidní síry za pomoci měření intenzity rozptýleného záření

TEORIE

➤ ROZPTYL ZÁŘENÍ

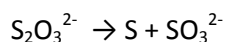
Při kontaktu záření s pevnou částicí dochází k rozptylu světla na jejím povrchu. Množství a směr takto odraženého záření je závislé na vlnové délce světla, velikost a struktuře povrchu částice. Krom odrazu světla lze pozorovat i vznik difrakčních obrazců za částicí v původním směru záření. Moderní přístroje pro určování velikosti a tvarů částic pracující na principu DLS (dynamic light scattering) zachycují a vyhodnocují oba jevy za pomoci složitých matematických algoritmů. Metoda nachází uplatnění v hodnocení velikosti a tvaru širokého spektra částic, jakými jsou např. proteiny, polymery, micelární útvary, cukry a nanočástice.

Specifickým a jednoduchým využitím rozptylu světla je nefelometrická metoda. Při ní záření prochází zkoumaným vzorkem a zaznamenává se intenzita záření rozptýleného v úhlu 90°. Pro nekomplikované vzorky s úzkým rozpětím velikosti částic platí, že intenzita rozptýleného světla je úměrná koncentraci částic ve vzorku.

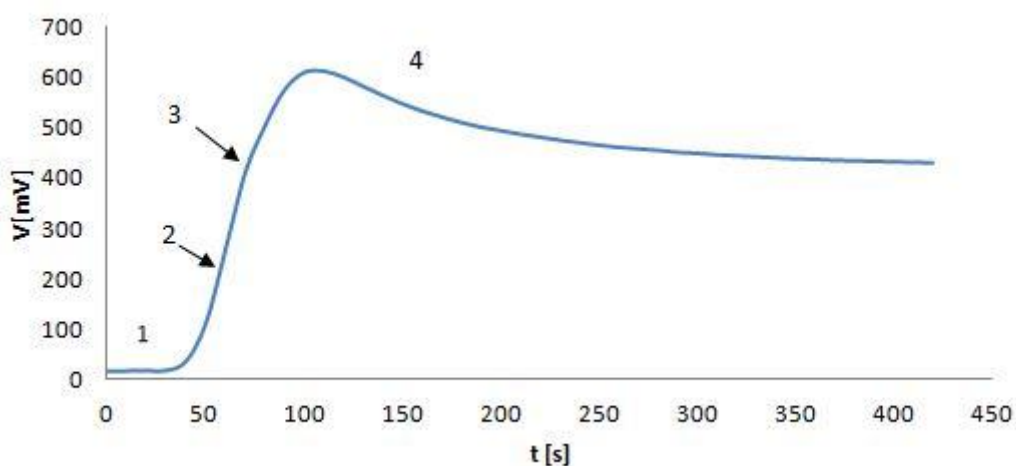
Intenzita rozptýleného záření je obvykle zaznamenávána fotodiodou. Signál je následně zesilovačem zesílen na měřitelnou velikost a zaznamenán jako napětí.

➤ PŘÍPRAVA KOLOIDNÍ SÍRY

Koloidní síru lze připravit disproportionační reakcí:



Reakce probíhá v kyselém prostředí. Časový průběh reakce z pohledu napětí na fotodiodě udává graf. Po počáteční klidové fázi (1) vznikají koloidní částice síry s relativně malým rozmezím velikostí (2), které se následně spojují do větších útvarů (3). Zároveň přestává platit linearita vztahu napětí/koncentrace částic a postupně dochází k sedimentaci (4). Druhou fázi lze tedy hodnotit pomocí nefelometrie.



Reakci lze hodnotit kinetikou prvního řádu, kdy rychlost závisí pouze na koncentraci výchozí látky:

$$\frac{x}{a} = kt$$

Kde x je pro zjednodušení koncentrace síry na přechodu 2. a 3. fáze reakce, a je koncentrace výchozí látky, k je rychlostní konstanta reakce a t udává čas. Za předpokladu, že x je konstantní dostáváme zjednodušenou rovnici tvaru

$$\frac{1}{a} = kt$$

z něž vyplývá, že rychlostní konstantu lze vyjádřit jako směrnici přímky závislosti převrácené hodnoty výchozí koncentrace na čase.

ÚKOL

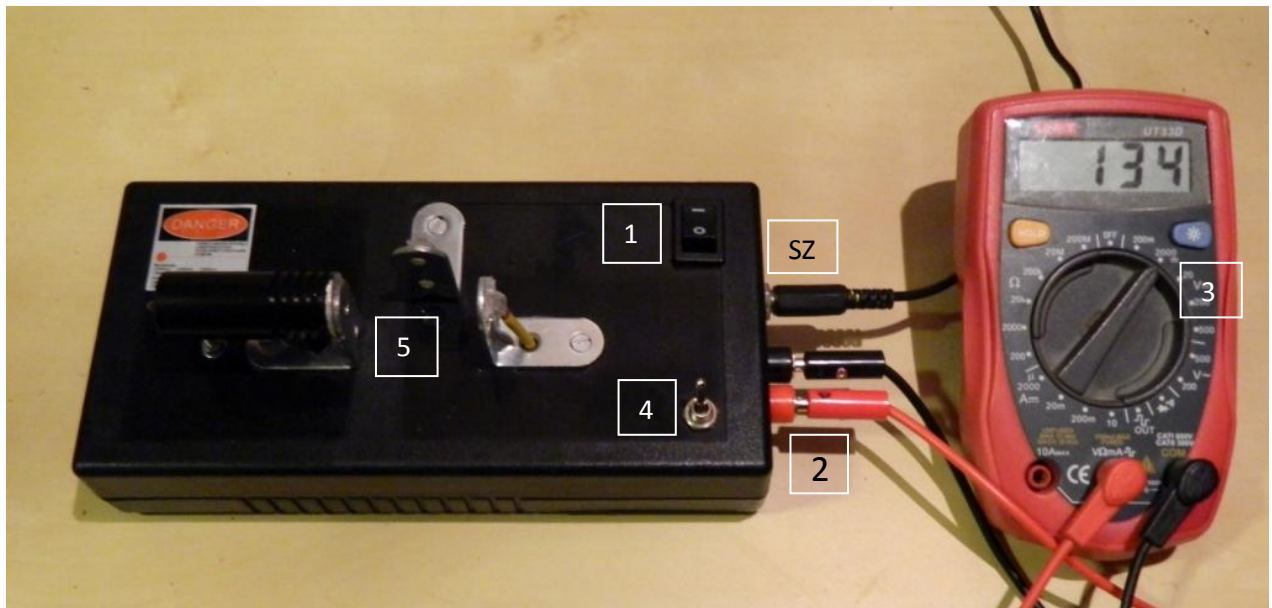
- Stanovte rychlostní konstantu disproportionační reakce vzniku koloidní síry nefelometrickým stanovením.

POMŮCKY A CHEMIKÁLIE

- Zařízení pro měření rozptýleného světla, stopky, 30ml kyveta, 5x25ml odměrná baňka, pipety, kádinky, čištěná voda, thiosíran sodný, 1M HCL.

POSTUP

- Připravíme 5 roztoků thiosíranu sodného odvážením 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 a 0,5 g thiosíranu do 25ml odměrné baňky a doplníme vodou.
- Měřicí zařízení uvedeme do chodu zapojením síťového zdroje laseru (SZ) a spuštěním měřicího zesilovače (1). Sonda voltmetru zapojíme do příslušných barevných zdírek (2, 3) a nastavíme rozpětí měření **2000 mV** (3)
- Páčkovým přepínačem (4) nastavíme do horní polohy - snímání intenzity záření ve směru 90°.
- Do držáku (5) umístíme kyvetu s 20 ml nejzředěnějšího roztoku thiosíranu. Zaznamenáme hodnotu napětí (hodnota napětí v čase 0s).
- Do kyvety připipetujeme 5 ml 1M HCL a spustíme stopky. Zaznamenáváme napětí v intervalech 10 vteřin.
- Měření ukončíme po zaznamenání dvanácti po sobě klesajících hodnotách napětí.
- Provedeme měření pro zbývající roztoky thiosíranu. Po ukončení měření důkladně vyčistíme kyvetu a vypneme zařízení.
- Ze zjištěných křivek napětí zjistíme čas potřebný k dosažení inflexního bodu a sestrojíme graf závislosti převrácené výchozí koncentrace thiosíranu na čase.



PROTOKOL

- Tabulka s naměřeným napětím a jeho první a druhou derivací v jednotlivých časech pro všechny koncentrace roztoků.
- Graf průběhu napětí v čase pro jednotlivé koncentrace roztoků.
- Graf závislosti převrácené koncentrace na čase v inflexním bodě křivek s vloženou přímkou a rovnicí lineární regrese.
- Výslednou rychlostní konstantu **včetně jednotky**.