

Sprawozdanie z wykonanego ćwiczenia nr 409			
Temat:	<b>Wyznaczanie stężenia roztworów barwnych za pomocą kolorymetru fotoelektrycznego SPEKOL</b>		
Imię i nazwisko:	Marcin Otorowski		
Wydział Inżynierii Mechanicznej i Mechatroniki	Semestr I	Rok I	
Zespół: 28	Data wykonania ćwiczenia: 28.10.2009	Ocena:	Podpis:

### Opis teoretyczny

.....  
 .....  
 .....

$$hv = \frac{hc}{\lambda}$$

.....  
 .....  
 .....

$$I = I_0 e^{-kd}$$

.....  
 .....

$$k = ac$$

.....  
 .....

$$I = I_0 e^{-acd}$$

.....

$$E = \log \frac{I_0}{I}$$

.....

$$E = kd * \log e = 0,43kd = 0,43acd$$

$$T = \frac{I_0}{I} * 100\%$$

$$E = 2 - \log T$$

## Doświadczenie

W zmieniaczu kuwet umieszczono dwie kuwety – jedna zawierała wzorec w postaci wody destylowanej, w drugiej umieszczono wodny roztwór o stężeniu 50g/l. Za pomocą wody destylowanej skalibrowano urządzenie tak, by kolorymetr wskazywał zero ekstynkcji (100% transmisji). Dla takiej konfiguracji zbadano wartość ekstynkcji dla wodnego roztworu. Pomiar powtórzono dziesięciokrotnie, za każdym razem dla innej długości fali (przed każdym pomiarem ponownie kalibrowano urządzenie dla zera ekstynkcji wody destylowanej).

Otrzymane wartości ekstynkcji wodnego roztworu o znanym stężeniu dla fal o długościach od 480 do 580 nanometrów (interwał 10 nm) przedstawia poniższa tabela:

**TABELA 1: WYZNACZONE WARTOŚCI EKSTYNKCJI WODNEGO ROZTWORU**

długość fali [nm]	E
480	0,565
490	0,650
500	0,725
510	0,780
520	0,750
530	0,650
540	0,490
550	0,325
560	0,200

570	0,125
580	0,098

Źródło: badanie własne

Z otrzymanych wyników wykreślono wykres zależności ekstynkcji badanej substancji od długości fali. Wykres ten dołączono jako załącznik do sprawozdania (Wykres 1). Z kształtu uzyskanej krzywej wyznaczono taką długość fali, dla której wartość ekstynkcji była największa. Tą wartością była długość fali 510 nm, i dla światła o tej długości przeprowadzono dalsze badania.

W celu wyznaczenia parametrów krzywej kalibracji przygotowano 10 roztworów o objętości 2,5 cm<sup>3</sup> każdy i stężeniach 50g/l, 45g/l, 40g/l, 35g/l, 30g/l, 25g/l, 20g/l, 15g/l, 10g/l oraz 5g/l. Dla każdej z próbek przeprowadzono trzykrotne badanie ekstynkcji roztworu, za każdym razem kalibrując wskazania przyrządu dla wody destylowanej. Otrzymano następujące wyniki:

**TABELA 2: OTRZYMANE WYNIKI EKSTYNKCJI WODNEGO ROZTWORU DLA ROZTWORÓW O ZNANYCH STĘŻENIACH**

Stężenie [g/l]	E <sub>1</sub>	E <sub>2</sub>	E <sub>3</sub>	E <sub>śr</sub>
50	0,7800	0,7800	0,7800	0,780000
45	0,7000	0,7000	0,6950	0,698333
40	0,5700	0,5750	0,5750	0,573333
35	0,5150	0,5150	0,5150	0,515000
30	0,4400	0,4350	0,4350	0,436667
25	0,3600	0,3600	0,3550	0,358333
20	0,2900	0,2900	0,2900	0,290000
15	0,2050	0,2025	0,2025	0,203333
10	0,1350	0,1350	0,1400	0,136667
5	0,0650	0,0650	0,0600	0,063333

Źródło: badanie własne

Każdy roztwór badano trzykrotnie, a następnie obliczono średnią wartość ekstynkcji dla danego stężenia. Następnie, w celu wyznaczenia zależności ekstynkcji od stężenia wykreślono wykres numer 2 (dołączony do sprawozdania), na który naniesiono wartości ekstynkcji na osi Y a stężenia na osi X. Ponieważ zależność ta powinna być liniowa, obliczono parametry prostej najlepiej dopasowanej do otrzymanych wyników. W tym celu skorzystano z metod aproksymacji klasyczną metodą najmniejszych kwadratów. Za pomocą pakietu MS Excel i funkcji REGLINP obliczono, że równanie tej prostej w postaci  $E(c)=ac+b$  ma postać:

$$E(c) = 0,015739394c - 0,027333333$$

a niepewności wyznaczenia parametrów a i b:

$$\Delta a \approx 0,000346136$$

$$\Delta b \approx 0,010738591$$

Poniższy zrzut ekranu przedstawia wyniki, zwrócone przez tablicową funkcję REGLINP (w komórkach A33 i B33 znajdują się wartości parametrów a i b, w komórkach poniżej odpowiadające im błędy standardowe. Pozostałe liczby nie zostały użyte w przeprowadzonych obliczeniach).

**RYSUNEK 1: ZRZUT EKRANU Z WYNIKÓW DZIAŁANIA FUNKCJI REGLINP W PROGRAMIE MS EXCEL 2007:**

	A	B
33	0,0157394	-0,027333
34	0,0003461	0,0039
35	0,0016113	0,0572
36	2,0676743	8
37	0,5109401	0,001977

Źródło: obliczenia własne w programie MS Excel

Po wyznaczeniu parametrów krzywej kalibracji obliczono stężenie roztworu nieznanego, dla którego ekstynkcja (badana w identycznych warunkach jak poprzednio) wyniosła 0,611666667:

$$c = \frac{E - b}{a} = \frac{0,611666667 + 0,027333333}{0,015739394} \approx 40,59876781 \left[ \frac{g}{l} \right]$$

W celu wyznaczenia niepewności pomiaru, skorzystano z niepewności standardowej złożonej, liczonej za pomocą wzoru:

$$u(c) = \sqrt{\left[ \frac{\partial c}{\partial E} * u(E) \right]^2 + \left[ \frac{\partial c}{\partial b} * u(b) \right]^2 + \left[ \frac{\partial c}{\partial a} * u(a) \right]^2}$$

gdzie wartości  $u(a)$  i  $u(b)$  pochodzą z standardowego błędu wyznaczonych parametrów, opisujących prostą kalibracyjną. Niepewność  $u(E)$  to niepewność typu B – dla wyznaczonej wartości ekstynkcji, dokładność skali podziałki wynosiła 0,01. Zakładając, że rozkład wartości rzeczywistych ma parametry rozkładu prostokątnego, niepewność cząstkowa wyznaczonej ekstynkcji to:

$$u(E) = \frac{0,01}{\sqrt{3}} \approx 0,005773503$$

Ostatecznie, uzyskano następującą niepewność stężenia:

$$u(c) = \sqrt{\left[ \frac{\partial c}{\partial E} * u(E) \right]^2 + \left[ \frac{\partial c}{\partial b} * u(b) \right]^2 + \left[ \frac{\partial c}{\partial a} * u(a) \right]^2} = \sqrt{\left[ \frac{u(E)}{a} \right]^2 + \left[ \frac{-u(b)}{a} \right]^2 + \left[ \frac{-(E - b) * u(a)}{a^2} \right]^2} \approx 1,182036888$$

A zatem, obliczone stężenie roztworu wynosi  $40,6 \pm 1,2$  g/l. Błąd względny wyniósł zatem ok. 2,91%

## Wyniki i interpretacja:

Z przeprowadzonego doświadczenia wynika, że stężenie roztworu nieznanego wyniosło  $40,6 \pm 1,2$  g/l. Porównanie wartości ekstynkcji dla roztworów o podobnych stężeniach jest wskazówką, że wynik badania jest zgodny z oczekiwaniami. Doświadczenie pozwoliło na wykreślenie krzywej kalibracji zależności ekstynkcji od stężenia roztworu. Udowodniono graficznie i analitycznie, że jest to zależność liniowa (patrz wykres 2 oraz obliczenia w sprawozdaniu). Wykreślono również zależność ekstynkcji od długości fali padającej na badaną ciecz. Zależność ta ma

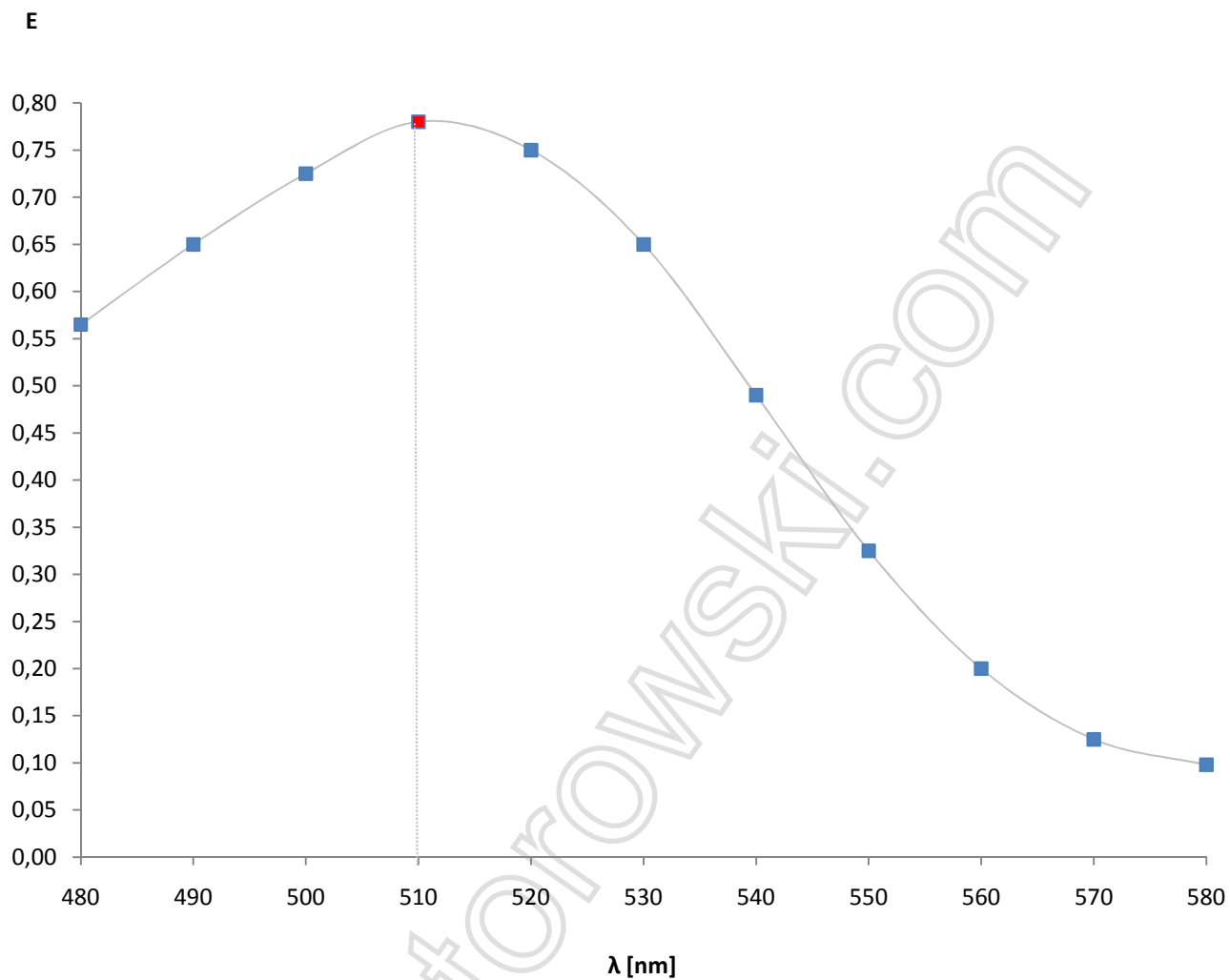
graficzną postać, przedstawioną na wykresie 1. Maksymalna ekstynkcyjność badanego roztworu została osiągnięta dla długości fali 510 nm.

Wynik doświadczenia podano z błędem standardowym, wynoszącym 1,2g/l, czyli względnie ok. 2,91%. Dokładność tę wyznaczono na zadowalającym poziomie. Głównym czynnikiem, wpływającym na błąd pomiaru był rozrzut wyników wokół aproksymowanej metodą najmniejszych kwadratów prostej. Im bardziej byłaby ona dopasowana, tym mniejsze były by niepewności wyznaczonych parametrów a i b. Niepewność pomiaru ekstynkcyjności nieznanego roztworu została przyjęta jako niepewność typu B. Dokładność podziałki zależała tylko i wyłącznie od aktualnie wskazywanej ekstynkcyjności, a zatem niewiele w tej kwestii można było usprawnić w warunkach przeprowadzonego doświadczenia. Zwiększenie liczby odczytów ekstynkcyjności dla roztworów o znanym stężeniu pozwoliło by z kolei na wyznaczenie wartości średniej bliżej odpowiadającej wartości rzeczywistej – jest to jedna z proponowanych metod ulepszenia dokładności przeprowadzonego doświadczenia. Drugą z nich byłoby zastosowanie fotokolorymetru o dokładniejszej podziałce. Przy obliczaniu niepewności wyznaczonego stężenia zaniedbano niedokładności pomiaru cieczy, ustawionego zera ekstynkcyjności i odczytu długości fali ze względu na zbytnią złożoność matematyczną problemu.

WWW.OTOROWSKI.COM

## ZAŁĄCZNIK DO SPRAWOZDANIA

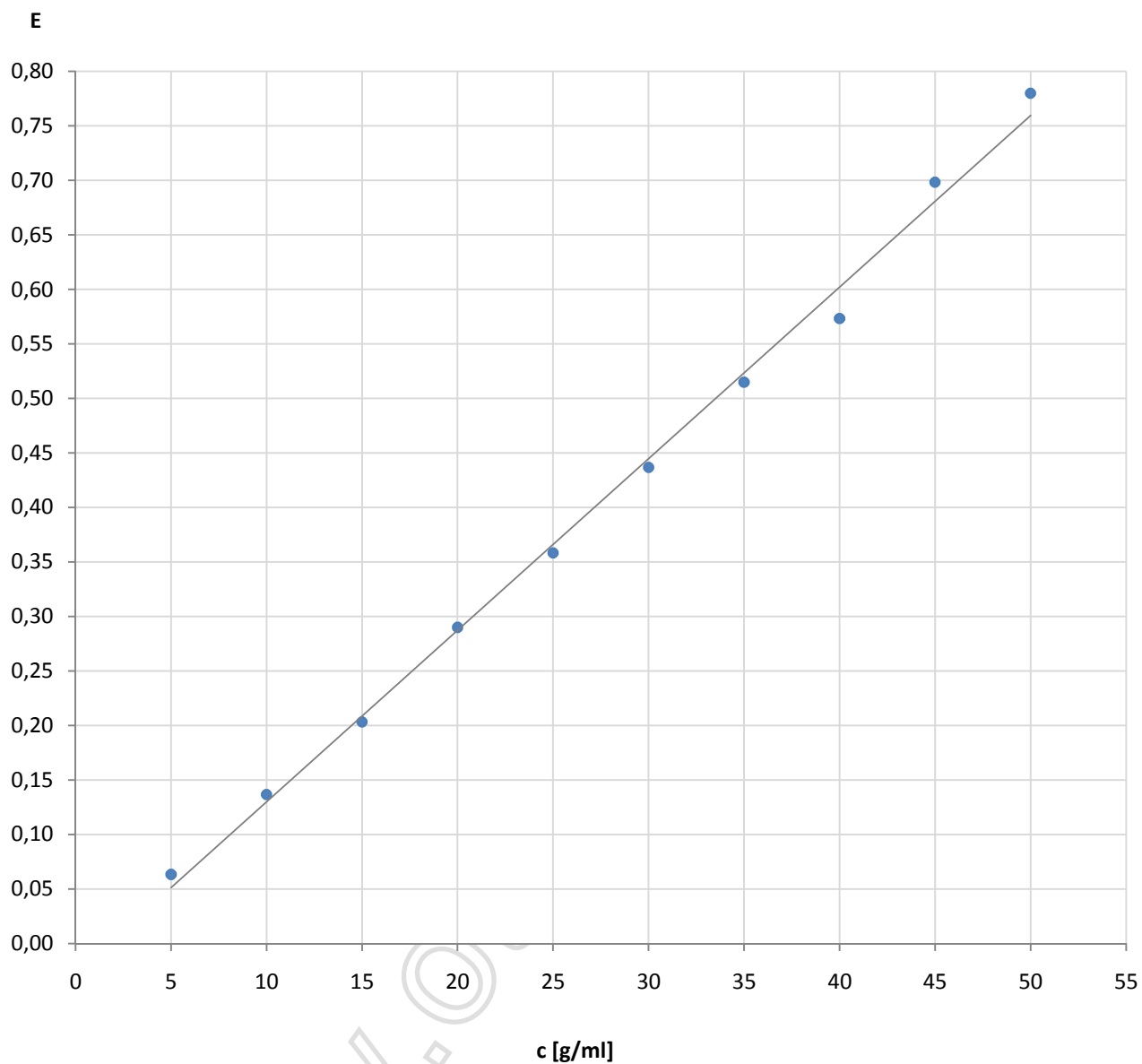
Wykres 1: Krzywa absorpcji dla różnych długości fal dla roztworu wodnego o stężeniu 50g/l



źródło: obliczenia własne w programie MS Excel 2007

## ZAŁĄCZNIK DO SPRAWOZDANIA

Wykres 2: Wartości ekstynkcji wodnych roztworów o znanych stężeniach dla długości fali 510 nm z prostą regresji liniowej, minimalizującej odchylenia od wartości empirycznych za pomocą KMNK



źródło: obliczenia własne w programie MS Excel 2007