

Ćwiczenie Nr 409

Temat: Wyznaczanie stężenia roztworu za pomocą kolorymetru fotoelektrycznego SPEKOL

1. Literatura:

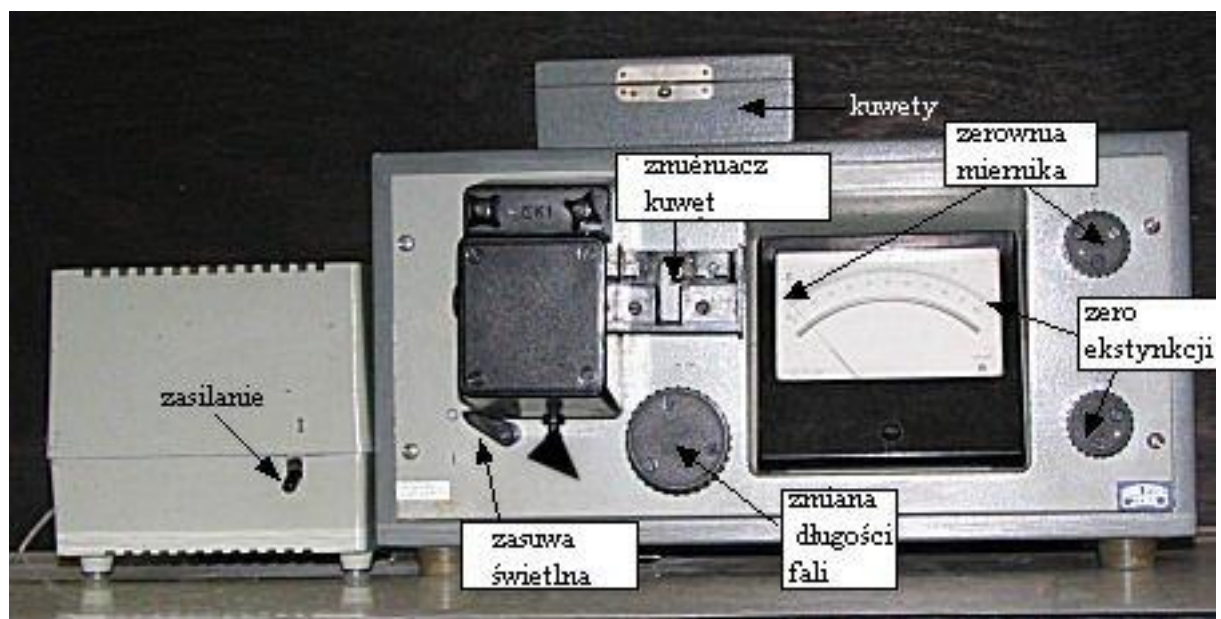
Ćwiczenia laboratoryjne z fizyki w politechnice, praca zbiorowa pod red. T. Rewaja, PWN, W-wa 1978.

1. Prawo Lamberta-Beera, ekstynkcja i transmisja światła.
2. Zasada działania kolorymetru fotoelektrycznego, rozszczepienie światła białego przez siatkę dyfrakcyjną.

2. Wykaz przyrządów:

- a) kolorymetr spektralny "SPEKOL",
- b) źródło światła (lampa rtęciowa)- zamontowana na trwale z tyłu przyrządu,
- c) stabilizator napięcia MK 6/6 (zasilanie przyrządu),
- d) kuwety,
- e) dozowniki z roztworem badanym i wodą destylowaną,
- f) probówki do odmierzania roztworów.

3. Przygotowanie przyrządu do pracy (w tekście wyróżniono elementy opisane na zdjęciu)



- a) **zasiwke świetlną** ustawić w położeniu "0" (zasiwka znajduje się pod zmiennaczem kuwet),
- b) włączyć **zasilanie** (stabilizator napięcia),
- c) przeprowadzić **zerowanie miernika** przyrządu:
 - pokrętko wzmacniacza "100" (**zero ekstynkcji**) przekręcić w prawo (3-4 obroty),
 - pokrętkiem "0" (**zerowanie miernika**) ustawić zero na mierniku wychyłowym (0 na skali przepuszczalności 9 %)
 - pokrętko wzmacniacza "100" (**zero ekstynkcji**) przekręcić z powrotem w lewo,
- d) napełnić jedną kuwetę wodą destylowaną (odmierzyć dozownikiem $2\text{ml}=2\text{cm}^3$) i umieścić ją w **zmiennaczu kuwet** po prawej jego stronie (patrz rysunek),
- e) otworzyć **zasiwkę świetlną** (ustawić w położeniu "I"),

Uwaga: Czynności wymienione poniżej muszą być powtórzone przed każdym pomiarem

- f) przesunąć zmieniaacz kuwet w lewo tak, by kuweta z wodą znalazła się na drodze promieni świetlnych wychodzących z monochromatora,
- g) nastawić długość fali (np. 480nm) pokrętle **zmiana długości fali** umieszczonym na płycie czołowej,
- i) pokrętle wzmacniacza "100" (**zero ekstynkcji**) ustawić przyrząd pomiarowy na wartość 100 skali przepuszczalności dla wody destylowanej- tym samym ustawiamy umowną wartość ekstynkcji równą zeru dla wody destylowanej,
- j) napełnić drugą kuwetę cieczą badaną (odmierzyć dozownikiem 2ml=2cm³), wstawić ją do lewej części zmieniaacza kuwet i ustawić na drodze promieni świetlnych (przesunąć zmieniaacz w prawo),
- k) odczytać absorpcję mierzonego roztworu (na skali E),
- l) wykonanie pomiaru absorpcji dla innej długości fali światła wymaga każdorazowego ustawiania **zera ekstynkcji** dla wody destylowanej, czyli powtórzenia czynności od "f" do "k".

4. Pomiary:

- a) Wykonać pomiary absorpcji roztworu wzorcowego dla długości fal od 480 nm do 580 nm co 10 nm. Badaną cieczą jest roztwór wodny Co(NO₃)₂ o stężeniu 50 g/l.
- b) Wyniki wpisać do **tabeli nr 1** i odczytać długość fali odpowiadającą maksymalnej absorpcji. Ustawić tę wartość na bębnie zmiany długości fali. Pozostałe pomiary będą wykonywane dla tej jednej długości fali.
- c) W probówkach przygotować dziewięć roztworów o stężeniach mniejszych od wzorcowego wg przepisu podanego w tabeli nr 2. W tym celu:
 - do próbki wlewamy z dozownika ilość roztworu podanego w kolumnie pierwszej tabeli nr 2
 - do tej samej próbki dolewamy przy pomocy drugiego dozownika wodę destylowaną w ilości podanej w drugiej kolumnie tabeli nr 2
 - Powtarzamy te czynności dla kolejnych wierszy tabeli nr 2W ten sposób otrzymamy 10 roztworów o stężeniach podanych w tabeli nr 2.
- d) Zmierzyć po kolei absorpcję przygotowanych roztworów przy długości fali, odpowiadającej maksymalnej ekstynkcji roztworu (patrz punkt "b")
Każdy pomiar powtórzyć trzykrotnie. Zmierzony roztwór wylać do zlewu.
Wyniki wpisać do **tabeli nr 3**.
- e) Sporządzić ciecz o nieznanym stężeniu, mieszając przypadkowe ilości wody i roztworu wzorcowego.
Wykonać pomiary ekstynkcji tego roztworu.
- f) Z podziałki miernika określić niepewność maksymalną ΔE dla pomiaru ekstynkcji w obszarze, w którym odczytano maksymalną absorpcję nieznanego roztworu.

Po skończonych pomiarach umyć kuwety i próbki.

5. Opracowanie wyników pomiarów.

- a) Na podstawie tabeli nr 1 sporządzić wykres $E = f(\lambda)$ – zależności ekstynkcji roztworu od długości fali,
- b) Na podstawie tabeli nr 3 wykreślić zależność absorpcji od stężenia roztworu $E = f(c)$. Ponieważ oczekiwana zależność jest liniowa, zastosować **metodę regresji liniowej** aby znaleźć współczynniki **a** i **b** optymalnej dla naszych punktów pomiarowych prostej oraz ich niepewności standardowe **u(a)** i **u(b)**. Równanie tej prostej ma postać:

$$\begin{array}{c} \mathbf{E} = \mathbf{a} \cdot \mathbf{c} + \mathbf{b} \\ \uparrow \qquad \qquad \uparrow \qquad \uparrow \\ \mathbf{y} = \mathbf{a} \cdot \mathbf{x} + \mathbf{b} \end{array}$$

- c) Korzystając z uzyskanej powyżej prostej (tzw. krzywej kalibracji) i zmierzonej ekstynkcji E nieznanego roztworu obliczyć wartość stężenia nieznanego roztworu.

$$c = \frac{E - b}{a}$$

oraz jego niepewność pomiarową:

$$\begin{aligned} u(c) &= \sqrt{\left(\frac{\partial c}{\partial E}\right)^2 \cdot u^2(E) + \left(\frac{\partial c}{\partial a}\right)^2 \cdot u^2(a) + \left(\frac{\partial c}{\partial b}\right)^2 \cdot u^2(b)} = \\ &= c \cdot \sqrt{\frac{u^2(E) + u^2(b)}{(E - b)^2} + \frac{u^2(a)}{a^2}} \end{aligned}$$

Niepewność standardową współczynnika ekstynkcji $u(E)$ obliczamy korzystając z niepewności maksymalnej ΔE .

$$u(E) = \frac{\Delta E}{\sqrt{3}}$$

Niepewność maksymalna zależy tutaj od skali użytego kolorymetru i jest największa dla maksymalnej wartości ekstynkcji (dla roztworu o stężeniu 50g/l).

6. Wzory tabelki do wpisywania pomiarów:

Tabela nr 1.

| λ [nm] | E |
|----------------|-----|
| 480 | |
| 490 | |
| 500 | |
| 510 | |
| 520 | |
| 530 | |
| 540 | |
| 550 | |
| 560 | |
| 570 | |
| 580 | |

Tabela 2 (Ta tabela jest tabelą pomocniczą i nie trzeba jej przepisywać)

| Objętość roztworu o stężeniu 50 g/l [cm ³] | Objętość wody destylowanej [cm ³] | Stężenie roztworu c [g/l] |
|---|---|--|
| 2,5 <i>(ten roztwór już jest w kuwecie i nie trzeba go sporządzać)</i> | 0 <i>(ten roztwór już jest w kuwecie i nie trzeba go sporządzać)</i> | 50 <i>(ten roztwór już jest w kuwecie i nie trzeba go sporządzać)</i> |
| 2,25 | 0,25 | 45 |
| 2,00 | 0,50 | 40 |
| 1,75 | 0,75 | 35 |
| 1,50 | 1,00 | 30 |
| 1,25 | 1,25 | 25 |
| 1,00 | 1,50 | 20 |
| 0,75 | 1,75 | 15 |
| 0,50 | 2,00 | 10 |
| 0,25 | 2,25 | 5 |

Tabela nr 3

| C [g/l] | E | | | |
|--------------|-----|---|---|-------------|
| | 1 | 2 | 3 | E średnia |
| 50 | | | | |
| 45 | | | | |
| 40 | | | | |
| 35 | | | | |
| 30 | | | | |
| 25 | | | | |
| 20 | | | | |
| 15 | | | | |
| 10 | | | | |
| 5 | | | | |
| | | | | |

$\Delta E = \dots\dots\dots$ (dokładność odczytu E dla stężenia 50g/l)