

Bepaling van organische kleurstoffen in industrieel afvalwater via uv spectrofotometrie

Namen: Xavier Verbeke & Kathleen Wuyts

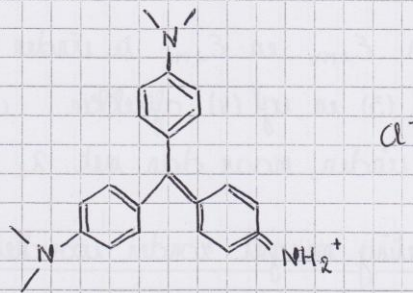
Richting: 3^e Ba BIR

Datum: 06/12/10

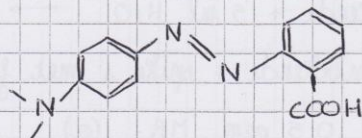
1. Doelstelling

We bepalen de concentratie van methylrood en methylviolet in staal 22 van industrieel veruuld afvalwater via uv spectrofotometrie.

methylviolet:



methylrood:



2. Stockoplossingen

• 60 ppm MV in water:

$$\frac{60 \mu\text{g MV}}{1 \text{ g H}_2\text{O}} \quad \text{en} \quad \rho_{\text{H}_2\text{O}} = 1000 \text{ g/l}$$

$$100 \text{ ml} \cdot \frac{1000 \text{ g}}{1000 \text{ ml}} = 100 \text{ g H}_2\text{O}$$

$$60 \text{ ppm} = \frac{6 \text{ mg MV}}{100 \text{ g H}_2\text{O}} \longrightarrow \text{afgewogen: } (0,0055 \pm 0,0001) \text{ g}$$

= 20 ppm MR in water.

$$20 \text{ ppm} = \frac{20 \mu\text{g MR}}{1 \text{ g H}_2\text{O}} = \frac{2 \text{ mg MR}}{100 \text{ g H}_2\text{O}}$$

→ afgewogen: $(0,0022 \pm 0,0001) \text{ g}$

3. Principe

$$\lambda_1: A_1 = \epsilon_{1MV} \cdot C_{MV} \cdot d + \epsilon_{1MR} \cdot C_{MR} \cdot d \quad (1)$$

$$\lambda_2: A_2 = \epsilon_{2MV} \cdot C_{MV} \cdot d + \epsilon_{2MR} \cdot C_{MR} \cdot d \quad (2)$$

$$\lambda_1: A_1 \lambda_1 = \epsilon_{1MV} \cdot (C_{MV} + S_{1MV}) \cdot d + \epsilon_{1MR} \cdot (C_{MR} + S_{1MR}) \cdot d \quad (3)$$

$$\lambda_2: A_2 \lambda_2 = \epsilon_{2MV} \cdot (C_{MV} + S_{2MV}) \cdot d + \epsilon_{2MR} \cdot (C_{MR} + S_{2MR}) \cdot d \quad (4)$$

Om ϵ_{1MV} en ϵ_{1MR} te vinden, moeten we vgl (1) van vgl (3) en vgl (2) en vgl (4) aftrekken. Analooz voor ϵ_{2MV} en ϵ_{2MR} te vinden, maar dan met λ_2 .

4. Meting mengsel zonder voorverediging

4.1. Voorverediging

① verdunde onbekende met factor 2:

5 ml onbekende + 5 ml H_2O → staal '0'

② verdunde onbekende + spike 1 met factor 2:

spike 1: 0,5 ppm MR (a)

3 ppm MV (b)

(a) Stel 25 ml onbekende → verdunnen: 50 ml

$$C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2 \quad \Leftrightarrow \quad 20 \text{ ppm} \cdot V_1 = 0,5 \text{ ppm} \cdot 50 \text{ ml}$$

$$\Leftrightarrow \quad V_1 = 1,25 \text{ ml}$$

(b) Stel 25 ml onbekende → verdunnen: 50 ml

$$C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2 \quad \Leftrightarrow \quad 20 \text{ ppm} \cdot V_1 = 3 \text{ ppm} \cdot 50 \text{ ml}$$

$$\Leftrightarrow \quad V_1 = 7,5 \text{ ml}$$

Onhandige volumes om te pipetteren, dus
alles verdunnen.

50 ml onbekende + 2,5 ml MR + 5 ml MV

→ aanbrengen tot 100 ml → staal 'S₁'

③ bekende onbekende + spike 2 met factor 2:

50 ml onbekende + 4 ml MV + 5 ml MR

→ aanbrengen tot 100 ml → staal 'S₂'

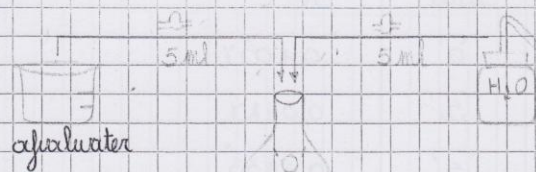
spike 2: 1 ppm MR
4,2 ppm MV

④ blanco:

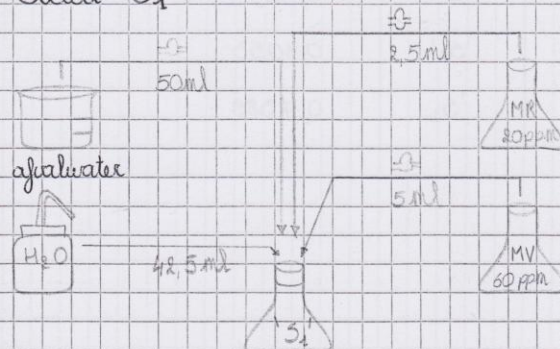
enkel H₂O → staal 'B'

4.2. Experimenteel schema

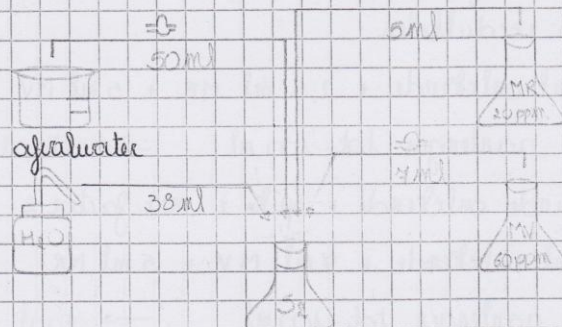
Staal '0':



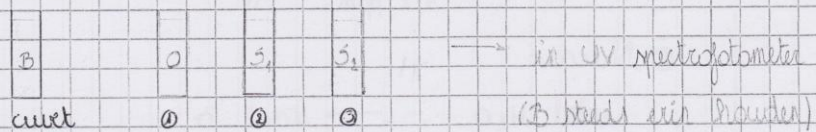
Staal 'S₁':



Staal 'S₂' :



UV spectrofotometer :



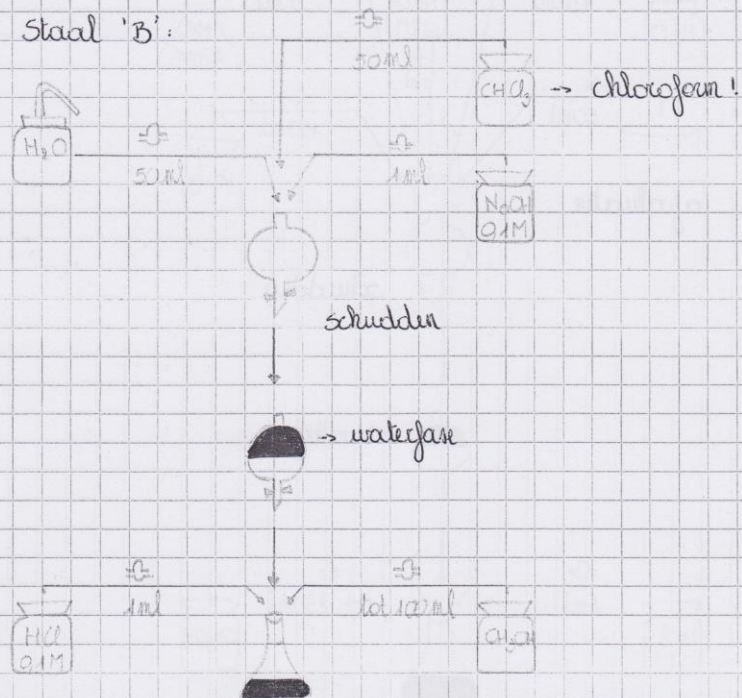
4.3. Metingen

| λ | Staal | A |
|-----------|-------------------|--------|
| 500 nm | '0' | 0,1007 |
| | 'S ₁ ' | 0,3124 |
| | 'S ₂ ' | 0,3833 |
| 550 nm | '0' | 0,1879 |
| | 'S ₁ ' | 0,6053 |
| | 'S ₂ ' | 0,7389 |

5. Meting van enkelvoudige component na verscheiding

5.1. Experimenteel schema

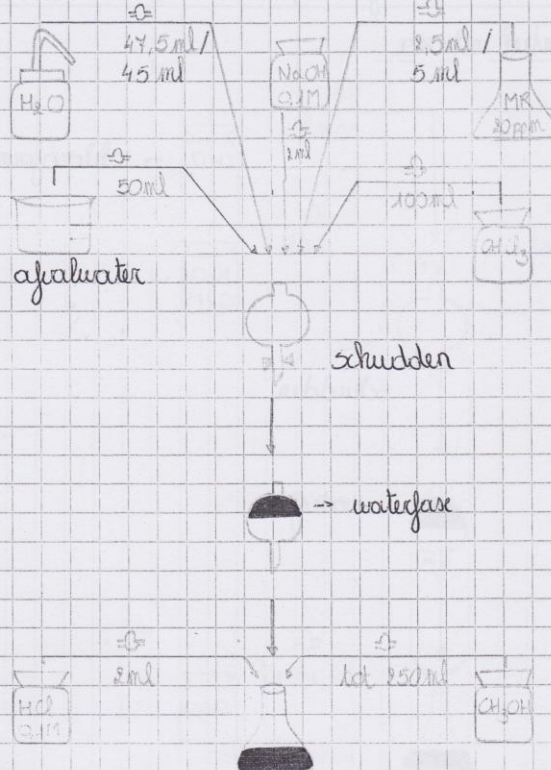
Staal 'B':



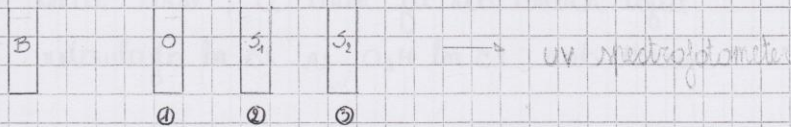
Staal 'D':

zelfde schema als bij staal 'B', enkel 50 ml H_2O
wordt dan 25 ml H_2O en 25 ml afvalwater

staal 'S₁' / staal 'S₂':



uv spectrofotometer:



5.2. metingen

| λ | staal | A |
|-----------|-------------------|---------|
| 500 nm | '0' | 0,0218 |
| | 'S ₁ ' | -0,0060 |
| | 'S ₂ ' | -0,0 |
| 550 nm | '0' | 0,0396 |
| | 'S ₁ ' | -0,0082 |
| | 'S ₂ ' | -0,0 |

6. Berekeningen

ϵ_{IMV} en ϵ_{IMR} berekenen zoals in 'principe' uitgelegd.

(3) - (1):

$$0,3127 - 0,1007 = \epsilon_{\text{IMV}} (C_{\text{MV}} + 3 \text{ ppm}) d + \epsilon_{\text{IMR}} (C_{\text{MR}} + 0,5 \text{ ppm}) d$$

$$- \epsilon_{\text{IMV}} C_{\text{MV}} d - \epsilon_{\text{IMR}} C_{\text{MR}} d$$

$$\Leftrightarrow 0,212 = \epsilon_{\text{IMV}} d \cdot 3 \text{ ppm} + \epsilon_{\text{IMR}} d \cdot 0,5 \text{ ppm}$$

$$d = 10,00 \text{ mm} = 1,000 \text{ cm}$$

$$\Leftrightarrow 0,212 = \epsilon_{\text{IMV}} 3 \text{ ppm} + \epsilon_{\text{IMR}} \cdot 0,5 \text{ ppm} \quad (5)$$

(4) - (1):

$$0,3833 - 0,1007 = \epsilon_{\text{IMV}} \cdot 4,2 \text{ ppm} d + \epsilon_{\text{IMR}} 1 \text{ ppm} \cdot d$$

$$\Leftrightarrow 0,2826 = \epsilon_{\text{IMV}} \cdot 4,2 \text{ ppm} + \epsilon_{\text{IMR}} \cdot 1 \text{ ppm}$$

$$\Leftrightarrow \epsilon_{\text{IMV}} = \frac{0,2826 - \epsilon_{\text{IMR}} \cdot 1 \text{ ppm}}{4,2 \text{ ppm}} \quad (6)$$

(6) invullen in (5):

$$0,212 = \left(\frac{0,2826 - \epsilon_{\text{IMR}} \cdot 1 \text{ ppm}}{4,2 \text{ ppm}} \right) \cdot 3 \text{ ppm} + \epsilon_{\text{IMR}} \cdot 0,5 \text{ ppm}$$

$$\Leftrightarrow 0,212 = \frac{0,8478 \text{ ppm}}{4,2 \text{ ppm}} - \frac{3 \text{ ppm}^2 \epsilon_{\text{IMR}}}{4,2 \text{ ppm}} + \epsilon_{\text{IMR}} \cdot 0,5 \text{ ppm}$$

$$\Leftrightarrow 0,212 = 0,20186 - 0,714286 \text{ ppm} \cdot \epsilon_{\text{IMR}} + 0,5 \text{ ppm} \epsilon_{\text{IMR}}$$

$$\Leftrightarrow 0,010143 = -0,214286 \cdot \epsilon_{\text{IMR}}$$

$$\Leftrightarrow \epsilon_{\text{IMR}} = -0,04733 \text{ ppm}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$$

$$\epsilon_{\text{IMV}} = \frac{0,2826 + 0,04733 \text{ ppm}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1} \cdot 1 \text{ ppm}}{4,2 \text{ ppm}} = 0,07855 \text{ ppm}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$$

ϵ_{MV} en ϵ_{MR} berekenen we op analoge manier.

| | $\epsilon_1 (\text{ppm}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1})$ | $\epsilon_2 (\text{ppm}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1})$ |
|----|---|---|
| MV | 0,07855 | 0,15767 |
| MR | -0,04733 | -0,11121 |

We gaan nu de concentraties van methylrood en methylviolet berekenen.

$$\lambda_{500}: 0,1007 = 0,07855 \cdot C_{\text{MV}} \cdot 1\text{cm} + (-0,04733) \cdot C_{\text{MR}} \cdot 1\text{cm} \quad (7)$$

$$\lambda_{550}: 0,1879 = 0,15767 \cdot C_{\text{MV}} \cdot 1\text{cm} + (-0,11121) \cdot C_{\text{MR}} \cdot 1\text{cm} \quad (8)$$

$$(7) \Rightarrow C_{\text{MV}} = \frac{0,1007 + 0,04733 \cdot C_{\text{MR}}}{0,07855} \quad (9)$$

(9) invullen in (8):

$$0,1879 = 0,15767 \cdot \left(\frac{0,1007 + 0,04733 \cdot C_{\text{MR}}}{0,07855} \right) - 0,11121 \cdot C_{\text{MR}}$$

$$\Leftrightarrow -0,01422 = -0,01620 \cdot C_{\text{MR}}$$

$$\Leftrightarrow C_{\text{MR}} = (0,87727 \text{ ppm}) \times 2 \quad \leftarrow \text{vermenigvuldigen met 2}$$

$$\Rightarrow C_{\text{MR}} = 1,75455 \text{ ppm}$$

$$C_{\text{MV}} = \frac{0,1007 + 0,04733 \cdot 1,75455 \text{ ppm}}{0,07855} = (2,35918 \text{ ppm}) \times 2$$

$$\Rightarrow C_{\text{MV}} = 4,71837 \text{ ppm}$$

Met deze
x-je
kun je
het
toetsen

In de bijlage vind je de grafiek met absorptiewaarden van MR na extractie terug. In normale omstandigheden zouden deze 2 lijnen moeten snijden om en bij de x-as, waar we dan de concentratie methylrood kunnen aflezen. Bij ons is dit niet het geval, vandaar dat

we de trendlijnen hebben toegevoegd. Zoeken we hier het snijpunt van dan vinden we de x -waarde 2,75. Als we de vergetfactor in rekening brengen, geeft dit 5,5 ppm MR, wat niet overeenstemt met voorgaande berekeningen. Dit grote verschil konden we verwachten, aangezien onze trendlijnen zeer kleine R^2 -waarden hebben.

7. Bespreking

Allereerst willen we een opmerken dat de epsilon-waarden van methylrood negatief zijn. Toch als we kijken naar de berekende concentraties ($C_{MR} = 1,75$ ppm en $C_{MV} = 4,68$ ppm) dan komen we zeer acceptabele waarden uit.

We vinden de selectieve meting na voorscheiding geen goede methode, aangezien we zeer slechte trendlijnen hebben. Zoals hierboven reeds vermeld.

We vinden het beter om standaardadditie toe te passen dan externe calibratie. Bij dit laatste kan je ofwel 2 ijklijnen voor elke stof apart opstellen ofwel 1 ijklijn voor beide stoffen tekenen. Het probleem bij beide mogelijkheden (ijklijnen) is dat voor 1 bepaalde absorptie er meerdere combinaties van MR en MV mogelijk zijn. We zullen dit aantonen met een voorbeeld. Stel we hebben een absorptie van 0,55, dan kan dit komen ten gevolge van 4 ppm MV en 4 ppm MR, maar evenwel ook van 3 ppm MV en 5 ppm MR. Een oplossing is om met voorscheiding te werken, maar we

Daarom
meet je tot
bij 0,1
zodat je 2 E
bij 0,1
steek 1
oplossen

stellen onze twijfels aan deze methode.

Foutenanalyse:

| toevallige fouten | systematische fouten |
|--|--|
| <ul style="list-style-type: none">• aflezen van de meniscus van de pipetten• druppel CHCl_3 die naar beneden viel• scheiding extractie | <ul style="list-style-type: none">• altijd hetzelfde cuet gebruikt• fout op de pipetten |