

Thomas Anne  
Nasja van Straaten

Bepaling van organische kleurstoffen in industrieel afvalwater via UV-spectrofotometrie.

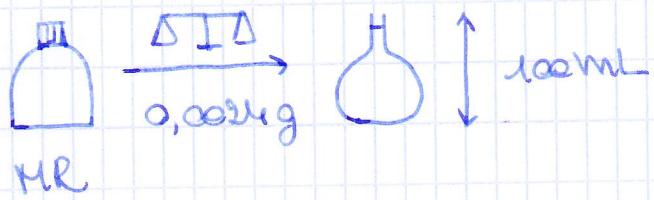
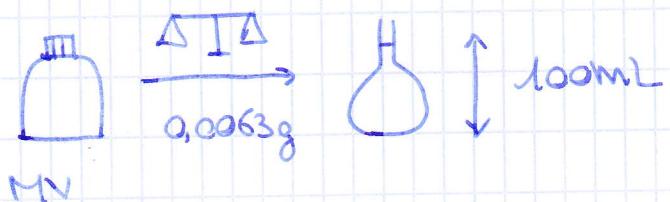
### Doelstelling

Bepaling van de concentratie van 2 organische kleurstoffen methylrood en methylgroen, in industrieel afvalwater aan de hand van UV-spectrofotometrie.

We doen dit door eerst directe bepaling van beide kleurstoffen door meting van het mengsel bij 2 gelijngestelde standaardadditie. Dan bepaling van 1 kleurstof door voorvergelijking te doen en standaardadditie.

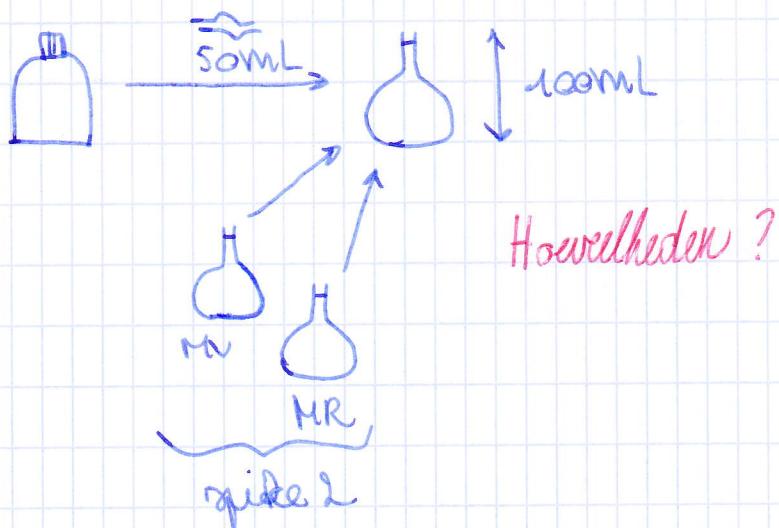
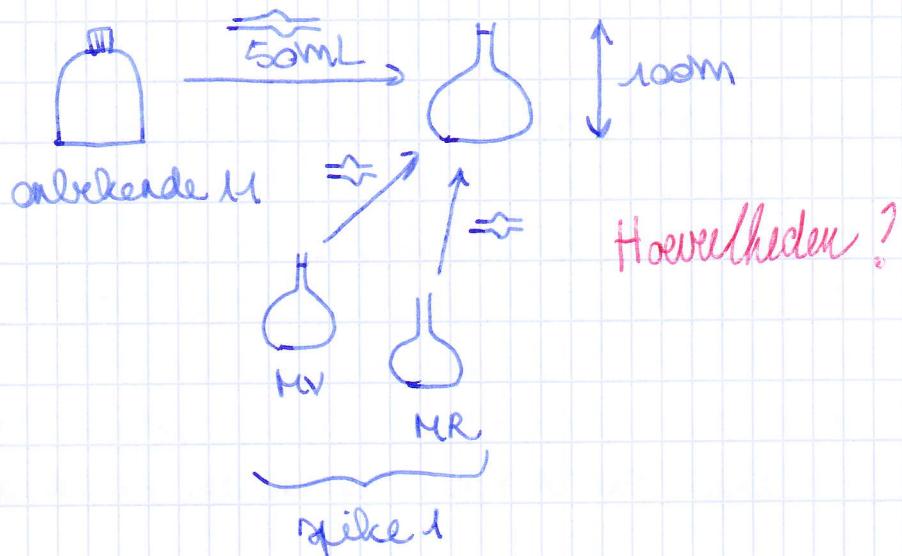
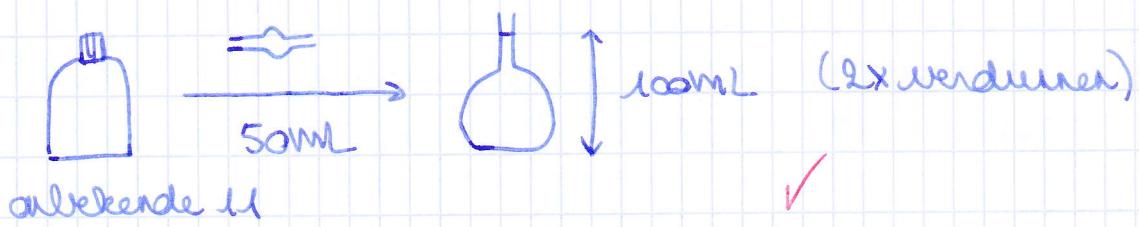
### Experimenteel schema

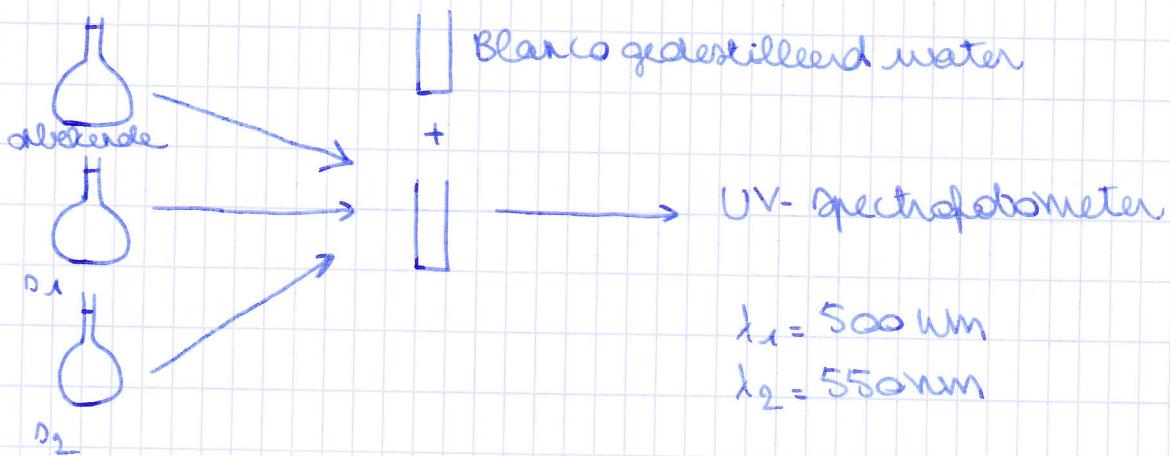
#### 2 stockoplossingen



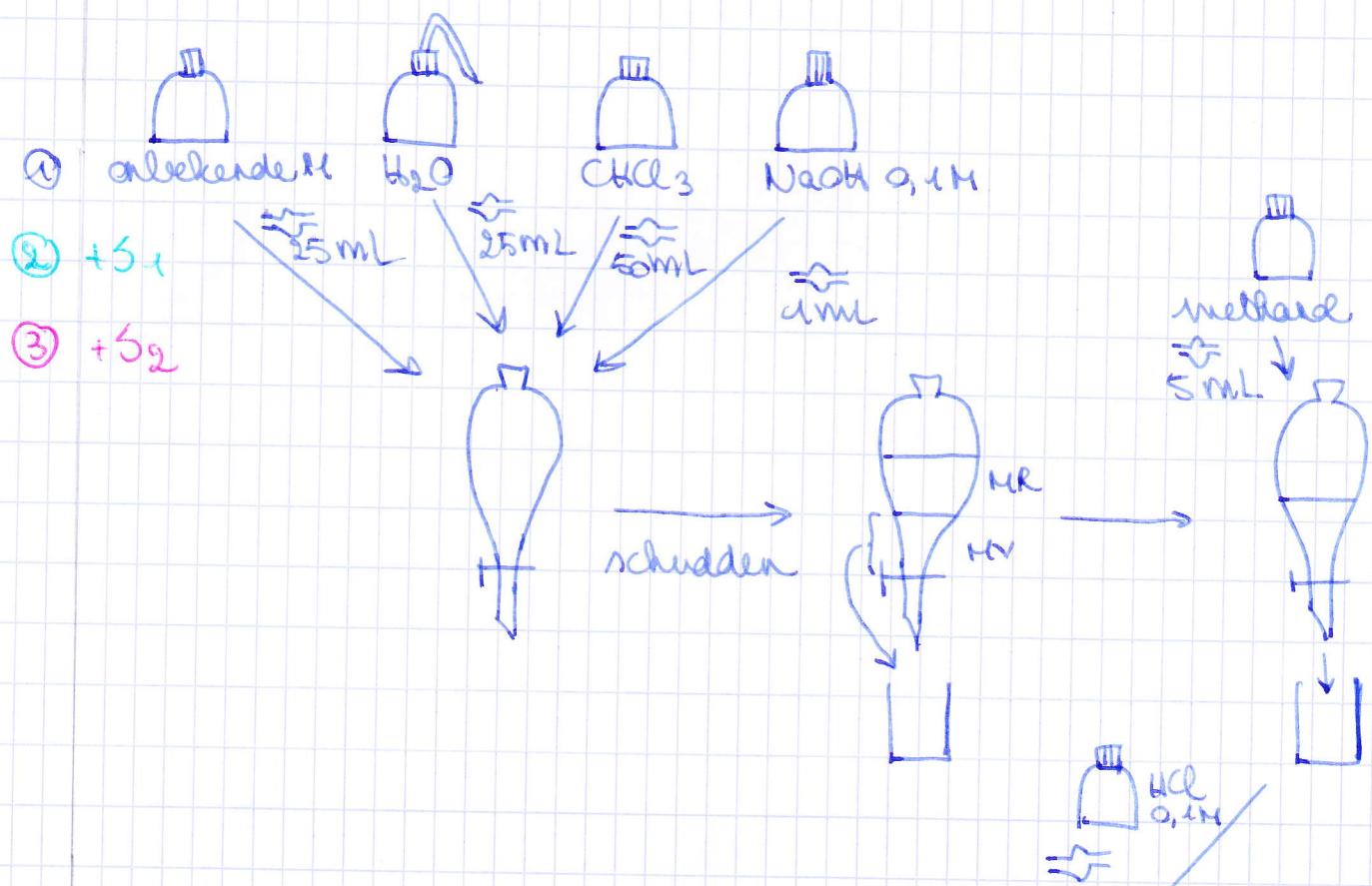
✓

## Meting





### Selectieve extractie



- ① enkel ontvlakende toegevoegd
- ② ontvlakende + ml HV en ml MR
- ③ ontvlakende + ml HV en ml MR



## Metingen en berekeningen

- De staal industrieel vervuild afvalwater wordt geanalyseerd op de concentratie van MR en MV achtv. UV-spectrofotometrie.

(500 μm)

| Mengsel        | A     |       |       | $\langle X \rangle$ | MF <del><math>\langle X \rangle</math></del> |
|----------------|-------|-------|-------|---------------------|--|
| Onbekende      | 0,226 | 0,227 | 0,226 | 0,226               | 0,001  |
| S <sub>1</sub> | 0,362 | 0,364 | 0,365 | 0,364               | 0,001  |
| S <sub>2</sub> | 0,426 | 0,430 | 0,431 | 0,419               | 0,002  |

Wat verandert er tussen de drie metingen?

(550 μm)

| Mengsel        | A     |       |       | $\langle X \rangle$ | MF <del><math>\langle X \rangle</math></del> |
|----------------|-------|-------|-------|---------------------|--|
| Onbekende      | 0,401 | 0,408 | 0,412 | 0,407               | 0,003  |
| S <sub>1</sub> | 0,688 | 0,685 | 0,688 | 0,687               | 0,001  |
| S <sub>2</sub> | 0,811 | 0,813 | 0,817 | 0,814               | 0,002  |

- De foutberekening maakt gebruik van de volgende formules:

$$\langle X \rangle = \frac{\sum_i X_i}{N} \quad MF_{\langle X \rangle} = \sqrt{\frac{\sum_i (x_i - \langle X \rangle)^2}{N(N-1)}}$$

Indien de gevonden fout kleiner is ~~als~~ dan de fout van het meettoestel, wordt de fout v/h meettoestel genomen.

- Om de concentraties MR en MV te bepalen meten we de oplossingen bij 2 verschillende golflengtes. De 2 oplossingen (S<sub>1</sub>, S<sub>2</sub>) bevatten beide een verschillende concentratie tegengestelde MR en MV.

Dit geeft 4 vergelijkingen:

$$\begin{cases} \lambda_1 & A_1 = E_1 MV C_{MV} d + E_1 MR C_{MR} d \\ \lambda_2 & A_2 = E_2 MV C_{MV} d + E_2 MR C_{MR} d \end{cases} \quad (1) \quad (2)$$

$$\begin{cases} \lambda_1 & A_1 S_1 = E_1 MV (C_{MV} + S_1 MV) d + E_1 MR (C_{MR} + S_1 MR) d \\ \lambda_1 & A_1 S_2 = E_1 MV (C_{MV} + S_2 MV) d + E_1 MR (C_{MR} + S_2 MR) d \end{cases} \quad (3) \quad (4)$$

Door vergelijking (1) van vergelijking (3) en (4) af te trekken kan  $E_1 MV$  en  $E_1 MR$  berekend worden. Analog kunnen  $E_2 MV$  en  $E_2 MR$  bepaald worden.

→ opmerking:  $E_1 = E_{500 \text{ nm}}$   
 $E_2 = E_{550 \text{ nm}}$

$$E_1 MV = 0,0386 \text{ (ppm} \cdot \text{cm})^{-1}$$

$$E_1 MR = 0,0272 \text{ (ppm} \cdot \text{cm})^{-1}$$

$$E_2 MV = 0,0810 \text{ (ppm} \cdot \text{cm})^{-1}$$

$$E_2 MR = 0,0417 \text{ (ppm} \cdot \text{cm})^{-1} \quad \checkmark$$

→ opmerking: Door fouten bij het afwegen, zijn de concentratie van de kleurstoffen 63 ppm ipv. 60 ppm MV en 24 ppm ipv. 20 ppm MR. De concentratie van de spikes zijn dan:

$$S_1 MR = 0,6 \text{ ppm}$$

$$S_1 MV = 3,15 \text{ ppm}$$

$$S_2 MR = 1,2 \text{ ppm}$$

$$S_2 MV = 4,41 \text{ ppm}$$

Met de waarden voor de  $E$ 's, kunnen we het stelsel van vergelijkingen (1) en (2) uitrekenen en zo  $C_{MV}$  en  $C_{MR}$  bepalen.

$$CMV = 3,615 \text{ ppm}$$

$$CMR = 3,189 \text{ ppm}$$

Omdat in de proef de onbekende  $\Delta x$  verdund is, zijn de uiteindelijke concentraties:

$$CMV = 7,150 \text{ ppm} \quad || \quad 8,7 \text{ ppm}$$

$$CMR = 6,378 \text{ ppm} \quad || \quad 5,6 \text{ ppm}$$

- Verwolgens onderzoeken we de onbekend ophoudtijd, maar deze keer maken we gebruik van voorstelling. MR blijft in de waterfase, MV gaat naar de organische fase. De waterfase wordt gemeten op 450 nm.

| (450 nm)       | Mengsel | A     |       | $\langle x \rangle$ | MF $\langle x \rangle$ |
|----------------|---------|-------|-------|---------------------|------------------------|
| onbekende      | 0,113   | 0,110 | 0,110 | 0,111               | 0,001                  |
| S <sub>2</sub> | 0,210   | 0,211 | 0,211 | 0,211               | 0,001                  |
| S <sub>1</sub> | 0,155   | 0,155 | 0,155 | 0,155               | 0,001                  |

### absorptie

We maken gebruik van standaardadditie. We zetten de ~~absorptie~~ waarden uit t.o.v. de concentratie toegevoegde MR. Dmv. lineaire regressie stellen we een gelyk op.

De grafiek voor de standaardadditie is te vinden in de bijlage. De vergelijking is:

$$y = 0,0831x + 0,1091$$

Om de concentratie MR in de waterige fase te vinden afkomstig van de oorspronkelijke hoeveelheid MR, berekenen we het snijpunt van de

yklijn met de x-as:

$$y = 0 \rightarrow x = -1,313$$
$$\Rightarrow [MR] = \frac{\Delta x \text{ (verdrukking!)}}{\Delta x} = 1,313 \text{ ppm}$$

~~Deze uitschatte fout niet~~

- De fout op de yklijn wordt als volgt berekend:

$$MF_a = \sqrt{\frac{\sum_i (y_i - ax_i - b)^2}{(N-2) \Delta x}} = 0,09$$

$$\Delta x = \sqrt{\sum_i x_i^2 - \frac{(\sum_i x_i)^2}{N}} = 0,7$$

$$MF_b = MF_a \sqrt{\frac{(\sum_i x_i^2)}{N}} = 0,07$$

$$\Rightarrow y = (0,08 \pm 0,09) x + (0,11 \pm 0,07)$$

- De fout op  $[MR]$  wordt dan:

$$\begin{aligned} RF_1 &= 1,185 \\ RF_2 &= 0,6364 \end{aligned} \quad \left. \right\} RF_f = 1,29$$

$$\Rightarrow MF_f = 1,7$$

dit klopt niet  
→ te groot

## Besluit

### Metingen

De resultaten voor de concentraties MV en MR met of zonder voorschijding kunnen niet overeen. Dit kan aan heel wat factoren liggen. Omdat de  $[MR]$  bepaald met voorschijding ~~is~~ is eniger de helft is van deze rechtstreeks bepaald, kan een verdunningfout de oorzaak kunnen zijn.

Twijfelachtig  
wel ligt  
de  
oorzaak

bij de extractie De foutberekening voor de ~~lineaire~~ lineaire regressie geeft ook bij grote waarden, wat op een fout wijst.

### Voor-/nadeelen van voorschijding

Door het gebruik van voorschijding meten we nog maar 1 stof via absorptie. Dit maakt de berekeningen eenvoudiger.

Emissieconstructie

Een nadeel aan het slechts meten van 1 stof is dat indien info over de 2de stof gevraagd wordt moet de proef herhaald moeten worden, waardoor meer tijd komt te liggen.

Een tweede nadeel is dat indien de voorschijding niet perfect verloopt, er nog MV wordt gemeten, waar in de berekening fouten door ontstaan.  $\rightarrow$  en minder MR

## Standaardadditie / externe calibratie

Een eerste reden om hier ~~om~~ voor standaardadditie te kiezen is de hoeveelheid werk. Externe calibratie zonder voorbereiding vraagt namelijk het opstellen van 4 gelijmen.

Een 2de reden is dat standaardadditie interferentie in rekening brengt. ✓

### Fouten

#### Systematische fouten

- weegschaal
- spectrometer } calibratie
- glaswerk → calibratie + resten

#### Toevallige fouten

- fouten tijdens extractie
- morsen
- Cuvet niet recht in spectrometer
- vingerafdrukken op cuvet

## Standaardadditie

$$y = 0,0831x + 0,1091$$

$$R^2 = 0,9955$$

