

Štandardizácia spektrofotometrov Spekol 10

KATARÍNA DŽATKOVÁ-DUBAYOVÁ — ALEXANDER PRÍBELA

Súhrn. Cieľom práce bolo navrhnúť spôsob štandardizácie stupnice absorbancie (transmitancie), ktorý možno realizovať v každom laboratóriu a tak zistiť hodnoty odchýlok, s akými preskúšaný prístroj pracuje.

Ako štandard je vhodný síran kobaltnato-amónny, ktorý sa dá jednoducho pripraviť z dostupných chemikálií v každom laboratóriu. Z neho sa pripraví sada štandardných roztokov.

Kontrola stupnice absorbancie je nevyhnutná na získanie správnych hodnôt. Ako sa ukázalo, metóda korekcie dáva presnejšie výsledky a urýchľuje stanovenie. Ak už je prístroj štandardizovaný, netreba robiť kalibračnú krivku, čo má veľkú výhodu najmä pri charakteristike takých ukazovateľov, ktoré nie sú presne definované jedinou zložkou (napr. farba piva, sladú, jablkových nápojov a i.), resp. základné látky na prípravu štandardných roztokov sa ťažko získavajú a sú drahé.

Aplikácia spektrofotometrov pri kontrole akosti potravinárskych produktov patrí medzi základné techniky, pri ktorých sa využíva fyzikálnochemický princíp merania absorbancie alebo transmitancie. U nás najdostupnejšie sú spektrofotometre typu Spekol (vyrába C. Zeiss, Jena, NDR), z ktorých najuniverzálnejší je Spekol 10 s bohatým vybavením na meranie viacerých veličín, napr. fluorescencie, zákalu (nefelometria), remisie a i. V prevádzkových laboratóriách sa nevyužívajú vždy v celom rozsahu. Je to preto, že obsluha nepozná všetky spôsoby použitia alebo nevie prístroj správne nastaviť. Výsledky potom môžu byť zafarbené značnými chybami. Najčastejším problémom pri správnom meraní je kontrola vlnových dĺžok a stupnice absorbancie (transmitancie). Aj keď sú prístroje vo výrobnom závode nastavené, môže sa napr. transportom, dlhším používaním zmeniť teplota vlákna žiarovky (starnutie), kolísaním napätia napájacieho zdroja, pri výmene žiarovky zhoršiť správnosť a presnosť

Ing. Katarína Džatková-Dubayová, prof. Ing. Alexander Príbel, DrSc., Katedra chémie a technológie sacharidov a potravín, Chemickotechnologická fakulta SVŠT Radlinského 9, 812 37 Bratislava.

merania. Potom namerané hodnoty na rôznych prístrojoch poskytujú rozdielne údaje pri tej istej vzorke.

Ak možno pri stanovení sledovanej zložky zhotoviť kalibračnú krivku zo základnej látky, potom sa výsledky analýz dajú použiť aj pri nepresne nastavenom prístroji, pretože chyby sa do značnej miery kompenzujú. Zložitejšie je, ak sa základná látka na zhotovenie kalibračnej krivky musí práce izolovať z prírodného materiálu (napr. kapsantín z papriky) alebo sa na zafarbení zúčastňujú viaceré látky, ktorých štruktúra a pomer nie sú známe (napr. produkty Maillardových reakcií). Výsledky analýz sa v takýchto prípadoch budú líšiť v závislosti od citlivosti, resp. správneho nastavenia prístroja. Pretože v potravinárskej praxi sa často sledujú aj kvalitatívne ukazovatele, kde nie sú k dispozícii základné látky, pokúsili sme sa pre tento prípad navrhnúť vcelku jednoduchý spôsob, ako možno správne nastaviť (štandardizovať) spektrofotometer Spekol 10 [1].

Experimentálna časť

Chemikálie a roztoky

Na prípravu štandardných roztokov vhodných na kalibráciu spektrofotometrov sme použili kobaltnaté soli (síran kobaltnatý a síran kobaltnato-amónny), ktoré v prostredí kyseliny sírovej dávajú relatívne stále, definované farebné roztoky [3, 4].

Príprava kryštalického síranu kobaltnato-amónneho. Naváži sa 14,85 g $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ p.a., 31,65 g $\text{CoSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ p.a. a rozpustí v 85,8 ml vody. Roztok sa zahreje na 80 °C a prefiltruje za horúca cez vyhriaty lievik. Pomalým ochladením filtrátu na 25 °C vykryštalizuje 27 g $(\text{NH}_4)_2\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$. Kryštály sa odsajú cez Büchnerov lievik, vysušia medzi filtračným papierom, voľne sa dosušia na vzduchu a potom v exikátore do konštantnej hmotnosti.

Štandardný roztok síranu kobaltnato-amónneho sa pripraví rozpustením 1,4481 g $(\text{NH}_4)_2\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ (pripraveného predchádzajúcim postupom) v asi 70 ml destilovanej vody, pridá sa 1,0 ml H_2SO_4 p.a. ($\rho = 1835 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$), obsah sa ochladí na 20 °C, kvantitatívne prenesie do 100 ml odmernej banky a destilovanou vodou doplní po značku.

Štandardný roztok síranu kobaltnatého sa pripraví rozpustením 1,0300 g $\text{CoSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ postupom ako pri štandardnom roztoku síranu kobaltnato-amónneho. Na porovnanie sme použili 3 výrobné šarže síranu kobaltnatého, ktoré boli rekryštalizované.

Prístroje

Na preverenie navrhovaného spôsobu štandardizácie sme použili šesť spektrofotometrov Spekol (označené I—VI), ktoré sa bežne používali na výskumné a pedagogické účely na našej katedre, z nich dva (I a IV) boli novšie (Spekol 10) a ostatné používané 5—6 rokov (Spekol). Všetky majú fixnú štrbinu 11 nm.

Podmienky merania. Na každom prístroji sme nastavili polohu volfrámovej žiarovky podľa návodu [5]. Správnosť vlnových dĺžok sme preverili ortuťovou výbojkou, ktorá má známe čiarové spektrá (pozri tab. 1) podľa návodu [5]. Všetky merania sme robili s tými istými kvietami hrúbky 9,98 mm. Poloha kviet v nosiči bola vždy rovnaká. Ako porovnávaciu kvapalinu sme použili destilovanú vodu.

Výsledky a diskusia

Kontrola stupnice vlnovej dĺžky. Podľa uvedeného postupu sme premerali stupnicu vlnovej dĺžky. V tabuľke 1 sú tabelárne a namerané hodnoty vlnovej dĺžky Spekol 10 (I). Namerané hodnoty sú aritmetickým priemerom 10 me-

Tabuľka 1. Kontrola stupnice vlnovej dĺžky ortuťovou výbojkou
Table 1. Control of wavelength scale with mercury-arc lamp

Vlnová dĺžka ¹ [nm]			
tabelárna ²	nastavená ³	nameraná ⁴	Δ
365	365	364,3	+0,7
404,7/404,8	405	404,1	+0,9
435,8	436	435,1	+0,9
546,1	546	546,4	-0,4
577/579	578	578,4	-0,4

¹Wavelength; ²Tabelar value; ³Adjusted value; ⁴Measured value.

raní. Δ je rozdiel medzi nastavenou a nameranou hodnotou vlnovej dĺžky. Ako vidieť z tabuľky 1, odchýlky medzi nastavenými a nameranými hodnotami neprevyšovali ± 1 nm, čo pre tento typ prístroja zodpovedá deklarovanej triede presnosti. Ani pri ostatných prístrojoch sme nezistili odchýlky väčšie ako ± 1 nm.

Kontrola stupnice absorbancie. Kontrola stupnice absorbancie (resp. trans-

mitancie) je veľmi obťažná, pretože prakticky neexistujú absolútne reprodukovateľné absorpčné štandardy, ktoré by vo veľkom rozsahu vlnových dĺžok boli ideálne sivé (t. j. absorbancia je nezávislá od vlnovej dĺžky), nezávisle od vonkajších podmienok (teplota, žiarenie), časovo stále, s veľkou presnosťou a reprodukovateľnosťou absorbancie, ďalej by mali chod lúčov nezávislý od geometrických podmienok [2].

Na kontrolu stupnice absorbancie sa odporúčajú najmä sklené štandardy a štandardné roztoky.

Sklené štandardy sú stále, nezávisia od vonkajších podmienok, ale majú tú nevýhodu, že pri meraní absorbancie dochádza k stratám odrazom, ktoré závisia od chodu lúča. Pre bežnú laboratórnu prax sú však menej dostupné a drahé.

Štandardné roztoky sú chemicky indiferentné roztoky, ktoré vyhovujú Beerovmu zákonu a majú známe hodnoty spektra. Ich nevýhodou je obmedzená trvanlivosť, najmä vplyvom teploty, zmeny koncentrácie odparovaním rozpúšťadla, preto sa musia obnovovať. Naproti tomu ich veľkou výhodou je, že sa dajú veľmi jednoducho a kedykoľvek pripraviť z dostupných chemikálií v každom laboratóriu.

Na prípravu štandardných roztokov boli navrhnuté viaceré látky, ktoré sa dajú ľahko pripraviť čisté, z nich sa odporúčajú najmä síran kobaľtnato-amónny a síran kobaľtnatý [2, 3]. Obe štandardné roztoky majú rovnaký priebeh spektra a maximum absorbancie pri 510 nm. Zistili sme však, že štandardné roztoky síranu kobaľtnateho, pripravené z chemikálií rôznych výrobných šarží, vykazovali rôzne hodnoty absorbancií. Preto sme na kontrolu stupnice absorbancie Specku 10 použili štandardné roztoky síranu kobaľtnato-amónneho a navrhli spôsob korekcií v prípade, že citlivosť prístroja nie je postačujúca.

Premeraním spektra pripraveného štandardného roztoku sme získali hodnoty absorbancie, ktoré sme porovnali s tabelárnymi hodnotami (tab. 2). Aby sa získala správna hodnota, diferenciu medzi tabelárnou a nameranou hodnotou $\Delta A = A_t - A_x$ treba pripočítať, resp. odpočítať od nameranej absorbancie pre danú vlnovú dĺžku.

Vzhľadom na to, že absorbancia na Speckle 10 možno odčítať na 3 desatinné miesta, zaokrúhlili sme aj tabelárne hodnoty na rovnakú presnosť. Absorbancia (A_x) sa spravidla prepočíta na 10,00 mm kyvetu (A_{10}). Avšak pri hrúbkach kyviet od 9,98 do 10,02 mm sa vypočítané hodnoty A_{10} nelíšili na 3. desatinnom mieste od A_x .

S dostatočnou presnosťou možno celú stupnicu absorbancie prekontrolovať iba pre vlnovú dĺžku absorpčného maxima síranu kobaľtnato-amónneho (510 nm). Pri ostatných vlnových dĺžkach sa meria na hrane spektra, čo zafažuje meranie chybami, ktoré sú tým väčšie, čím je vlnová dĺžka vzdialenejšia od

Tabuľka 2. Kontrola stupnice absorbancie roztokom síranu kobaltnato-amónneho základnej koncentrácie
Table 2. Control of absorbance scale with solution of ammonium cobalt(II) sulphate in basic concentration

λ	A_t	A_t'	A_x	A_{10}	$\Delta A = A_t - A_{10}$	$\Delta A = A_t' - A_x$
400	0,0125	0,013	0,011	0,0110	+0,0015	+0,002
20	0,0224	0,022	0,024	0,0240	-0,0016	-0,002
40	0,0522	0,052	0,056	0,0561	-0,0039	-0,004
60	0,1031	0,103	0,105	0,1052	-0,0021	-0,002
80	0,1349	0,135	0,136	0,1363	-0,0014	-0,001
100	0,1635	0,164	0,166	0,1663	-0,0028	-0,002
10	0,1742	0,174	0,176	0,1764	-0,0022	-0,002
20	0,1689	0,169	0,169	0,1693	-0,0004	0,000
40	0,1113	0,111	0,115	0,1152	-0,0039	-0,004
60	0,0496	0,050	0,053	0,0531	-0,0035	-0,003
80	0,0207	0,021	0,022	0,0220	-0,0013	-0,001
100	0,0137	0,014	0,014	0,0140	-0,0003	0,000

λ — vlnová dĺžka; Wavelength;

A_t — tabelárna hodnota absorbancie základnej koncentrácie roztoku síranu kobaltnato-amónneho v 10,00 mm kyvete;
Tabular absorbance value of basic solution concentration of ammonium cobalt(II) sulphate in 10.00 mm cell;

A_t' — tabelárna hodnota zaokrúhlená na 3 desatinné miesta;
Tabular value rounded to 3 decimal places;

A_x — absorbancia základnej koncentrácie roztoku síranu kobaltnato-amónneho v 9,98 mm kyvete nameraná Spekolom 10 (I); Absorbance of basic concentration of ammonium cobalt(II) sulphate solution in 9.98 mm cell measured with Spekol 10 (I);

A_{10} — hodnota absorbancie A_x prepočítaná na 10,00 mm kyvetu;
Value of absorbance A_x recalculated for 10,00 mm cell;

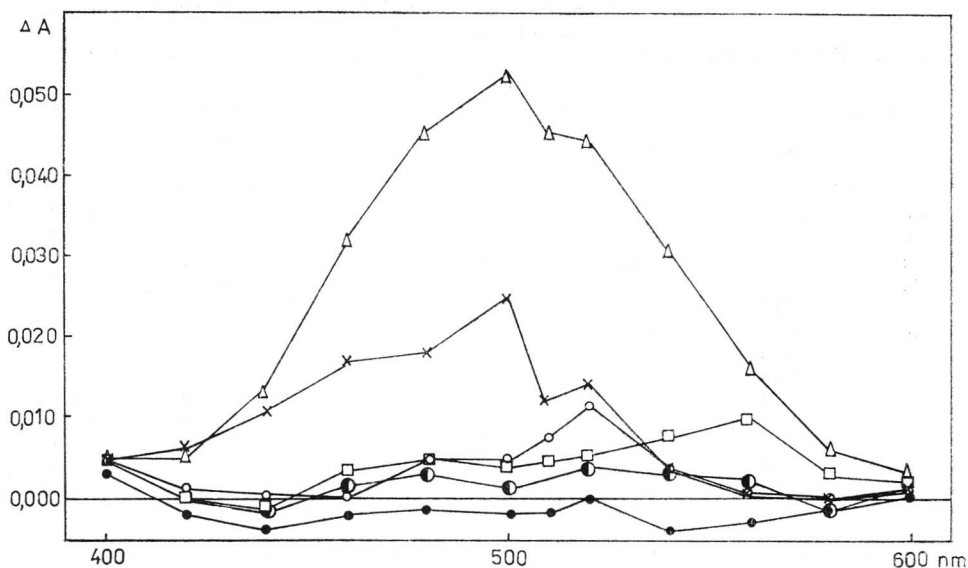
ΔA — oprava; Correction.

λ_{\max} . Preto treba jednu hodnotu absorbancie premerať viackrát (aspoň 10-krát), pričom nameraná absorbancia nemá byť menšia ako 0,1 a vyššia ako 1,0 (inak sa chyby pri odčítaní zvyšujú).

Pre zvolenú vlnovú dĺžku sa vypočítajú diferencie ΔA a závislosť $A_x = f(\Delta A)$. Ak je závislosť $A_x = f(\Delta A)$ lineárna, možno pre zvolenú pracovnú vlnovú dĺžku vypočítať opravu z rovnice priamky $A_x = a + b\Delta A$ (a , b sú konštanty), ktorá platí pre celé rozpätie stupnice absorbancie.

V prípade, že závislosť nie je lineárna, treba pre pracovnú vlnovú dĺžku zostaviť korekčnú tabuľku pre jednotlivé rozpätia hodnôt absorbancií.

Štandardným roztokom síranu kobaltnato-amónneho sme prekontrolovali stupnice absorbancií 6 spektrofotometrov Spekol 10. Odchýlky nameraných hodnôt absorbancie ΔA od tabelárnych hodnôt pre koncentráciu síranu kobaltnato-amónneho (14,481 g.l⁻¹) v rozsahu 400 až 600 nm pre jednotlivé prístroje sú na obrázku 1. Z výsledkov je zrejmé, že diferencie v absorbanciách medzi porovnávanými Spekolmi sú rozdielne. Mimoriadne vysoké sú najmä pri prístro-



Obr. 1. Differencie nameraných absorbiácií od tabelárnych hodnôt roztoku síranu kobalt-nato-amónneho na rôznych Spekoloch 10. ● — I, ○ — II, □ — III, ◐ — IV, △ — V × — VI.

Fig. 1. Differences of tabular values from absorbancies of the ammonium cobalt(II) sulphate solution measured on various Spekols 10.

ji V, o niečo nižšie pri prístroji VI. Pri týchto dvoch prístrojoch sa odchýlky so stúpajúcou vlnovou dĺžkou k λ_{\max} zvyšovali a potom opäť klesali. Pri ostatných prístrojoch boli tieto diferencie pomerne malé, najmä pri prístroji I a IV.

Zaujímavé sú aj výsledky v tabuľke 3, kde sme vypočítali odchýlky absorbiácií pri λ_{\max} , ale v rôzne koncentrovaných roztokoch (podľa tab. 4). Z výsledkov možno vidieť, že prístroje I a IV majú stupnice absorbiácií nastavené správne a relatívne chyby nepresahujú 1,3 %, prístroje II a III vykazovali relatívne chyby do 5 %. Prístroj VI vykazoval 11 % a prístroj V dokonca 34,2 % priemerné relatívne chyby. Ako vidieť z týchto príkladov, v bežnej praxi sa možno stretnúť s prístrojmi, ktoré majú odlišnú presnosť nastavenia absorpčnej stupnice. Preto overenie správnosti merania Spekolor 10, resp. ich štandardizácia je dôležitá.

Štandardizácia metódou kalibračnej krivky a metódou korekcie. Porovnávali sme dva spôsoby stanovenia obsahu sledovanej zložky, a to metódou kalibračnej krivky a výpočtom po korekcií nameranej hodnoty absorbiacie podľa korekčnej tabuľky pre stupnicu absorbiacie daného prístroja.

Kalibračnú krivku sme zhotovili zo štandardných roztokov síranu kobalt-

Tabuľka 3. Korekčná tabuľka stupnice absorbančie rôznych spektrofotometrov Spekol 10 pre vlnovú dĺžku 510 nm
Table 3. Correction of absorbance scale of various Spekol 10 spectrophotometers for 510 nm wavelength

Spekol 10	A^1	ΔA^2	Relatívna chyba ³	
			[%]	\varnothing
I	0,10—0,30	—0,001	—0,7	—0,65
	0,30—0,70	—0,003	—0,6	
II	0,10—0,20	+0,010	6,7	5,0
	0,20—0,70	+0,015	3,3	
III	0,10—0,25	+0,005	6,7	3,4
	0,25—0,40	+0,007	2,1	
	0,40—0,50	+0,010	2,2	
	0,50—0,70	+0,015	2,5	
IV	0,10—0,20	+0,002	1,3	1,25
	0,20—0,70	+0,005	1,2	
V	0,10—0,15	+0,050	40,0	34,2
	0,15—0,20	+0,70	40,0	
	0,20—0,25	+0,090	40,0	
	0,25—0,35	+0,100	33,3	
	0,35—0,50	+0,110	25,8	
	> 0,50	+0,130	26,0	
VI	0,10—0,20	+0,015	10,0	11,0
	0,20—0,30	+0,030	12,0	
	0,30—0,50	+0,040	10,0	
	> 0,50	+0,060	12,0	

¹Absorbance; ²Correction; ³Relative error.

nato-amónneho podľa tabuľky 4. Ako vzorku sme použili 1,0000 g $(\text{NH}_4)_2\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ v 50 ml roztoku. Absorbancie sme merali 6 Spekolmi pri 510 nm. Z nameraných hodnôt absorbančie sme vypočítali pre jednotlivé Spekoly (I—VI) rovnice kalibračných kriviek $A = f(m)$ (kde A je absorbancia pri 510 nm v 9,98 mm kyvete oproti destilovanej vode a m je hmotnosť síranu kobaltnato-amónneho v 50 ml roztoku). Hodnoty hmotnosti m_x síranu kobaltnato-amónneho sú v tabuľke 5a.

Pri metóde korekcie sme k nameranej hodnote absorbančie vzorky A_x pripočítali opravu ΔA (podľa tab. 3 pre jednotlivé prístroje) podľa vzťahu $A_{\text{kor}} = A_x + \Delta A$. Hmotnosť síranu kobaltnato-amónneho m_x sme vypočítali zo vzťahu

$$m_x = \frac{0,7241}{0,174} A_{\text{kor}} = 4,1615 A_{\text{kor}}$$

Tabuľka 4. Koncentrácia štandardných roztokov síranu kobaltnato-amónneho na zhotovenie kalibračnej krivky
 Table 4. Concentration of standard solutions of ammonium cobalt (II) sulphate for determination of calibration curve

Číslo ¹	$(\text{NH}_4)_2\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ [g]	H_2SO_4 p. a. [ml]	Objem doplnený do 100 ml destilovanou vodou ²
1	0,7241	0,5	
2	1,4481	1,0	
3	2,1722	1,5	
4	2,8962	2,0	
5	3,6203	2,5	
6	4,3443	3,0	
7	5,7924	4,0	
8	7,2405	5,0	
9	8,6886	6,0	

¹Number; ²Completed to 100 ml volume with distilled water.

Tabuľka 5. Porovnanie výsledkov pri použití metódy kalibračnej krivky a metódy korekcie pri stanovení síranu kobaltnato-amónneho
 Table 5. The comparison of results using the calibration curve method and correction method for the ammonium cobalt(II) sulphate determination

a) Metóda kalibračnej krivky
 Calibration curve method

Spekol 10	A_x ¹	Rovnica priamky ²	m_x ³	Chyba- [%]
I	0,240	$A = 0,2429m - 1,1378 \cdot 10^{-3}$	0,9927	0,73
II	0,226	$A = 0,2361m - 6,6841 \cdot 10^{-3}$	0,9856	1,44
III	0,234	$A = 0,2361m - 8,3660 \cdot 10^{-3}$	0,9948	0,52
IV	0,234	$A = 0,2391m - 2,5563 \cdot 10^{-3}$	0,9894	1,06
V	0,170	$A = 0,1918m - 0,0136$	0,9572	4,28
VI	0,210	$A = 0,2198m - 4,1749 \cdot 10^{-3}$	0,9744	2,56

b) Metóda korekcie
 Correction method

Spekol 10	A_x ¹	$A_{\text{kor}} = A_x + \Delta A$ ²	$m_x = 4,1615A_{\text{kor}}$ ³	Chyba ⁴ [%]
I	0,240	0,239	0,9946	0,54
II	0,226	0,241	1,0029	-0,29
III	0,234	0,239	0,9946	0,54
IV	0,234	0,239	0,9946	0,54
V	0,170	0,240	0,9988	0,12
VI	0,210	0,240	0,9988	0,12

¹See Table 2; ²Straight line equation; ³Ammonium cobalt(II) sulphate mass; ⁴Error.

kde 0,7241 sú g síranu kobaltnato-amónneho v 50 ml roztoku a 0,174 je tabe-
lárna hodnota absorbancie pri 510 nm v 10 mm kyvete.

Z výsledkov uvedených v tabuľke 5 vidieť, že hodnoty m_x stanovené metó-
dou kalibračnej krivky sa líšili od skutočnej hodnoty podľa použitého prístroja
od 0,77 do 4,3 %. Najväčšou chybou bolo zaťaženie stanovenie prístrojom V.
Pri ostatných prístrojoch relatívne chyby stanovení boli proporcionálne pres-
nostiam absorpčnej stupnice, diskutovaným v predchádzajúcich kapitolách.

Úplne odlišné výsledky poskytla metóda korekcií, kde sa relatívne chyby
stanovenia pohybovali od 0,1 do 0,5 %. Zaujímavé je zistenie, že aj prístrojom
V a VI sa touto metódou dosiahli veľmi presné výsledky (chyby boli dokonca
nižšie ako pri ostatných prístrojoch). Z uvedeného vyplýva, že pri štandardi-

Tabuľka 6. Hodnoty absorbancie A a transmitancie T pre štandardný roztok síranu
kobaltnato-amónneho [2]
Table 6. Absorbance (A) and transmittance (T) values for standard solution of ammonium
cobalt(II) sulphate [2]

Vlnová dĺžka ¹ [nm]	A	T	Vlnová dĺžka ¹ [nm]	A	T
350	0,0038	0,991	600	0,0137	0,969
60	0,0040	0,991	10	0,0124	0,972
70	0,0050	0,989	20	0,0115	0,974
80	0,0065	0,985	30	0,0112	0,975
90	0,0088	0,980	40	0,0110	0,975
400	0,0125	0,972	650	0,0105	0,976
10	0,0168	0,962	60	0,0097	0,978
20	0,0224	0,950	70	0,0087	0,980
30	0,0340	0,925	80	0,0076	0,983
40	0,0522	0,887	90	0,0066	0,985
450	0,0773	0,837	700	0,0054	0,988
60	0,1031	0,789	10	0,0046	0,989
70	0,1213	0,756	20	0,0038	0,991
80	0,1349	0,733	30	0,0032	0,993
90	0,1472	0,713	40	0,0030	0,993
500	0,1635	0,686	750	0,0028	0,994
10	0,1742	0,670	Hg 404,7	0,0144	0,967
20	0,1689	0,678	Hg 435,8	0,0437	0,904
30	0,1452	0,716	Hg 491,6	0,1497	0,708
40	0,1113	0,774	He 501,6	0,1661	0,682
550	0,0775	0,837	Hg 546,1	0,0901	0,813
60	0,0496	0,892	Hg 578,0	0,219	0,951
70	0,0308	0,932	He 587,6	0,0167	0,962
80	0,0207	0,953	He 667,8	0,0089	0,986
90	0,0158	0,964			

Koncentrácia: 14,481 g $(\text{NH}_4)_2\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 10 ml H_2SO_4 ($\rho = 1835 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$) doplnené
destilovanou vodou do 1000 ml, roztok nefiltrovaný, kyveta 10,00 mm, 25 °C.

Concentration: 14.481 g $(\text{NH}_4)_2\text{Co}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ + 10 ml H_2SO_4 ($\rho = 1835 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$) completed
with distilled water to 1000 ml, solution was not filtrated, 10.00 mm cell, 25°C.

¹Wavelength.

zácii stupnice absorbancie spektrofotometrov Spekol 10 je výhodnejšia metóda korekcie.

Postup pri štandardizácii stupnice absorbancie Spekolu 10.

1. Prekontroluje sa stupnica vlnových dĺžok ortuťovou lampou, nastaví sa poloha volfrámovej žiarovky podľa návodu k Spekolu 10.
2. Pripraví sa štandardné roztoky síranu kobaltnato-amónneho (podľa tab. 4).
3. Zmerajú sa absorbancie štandardných roztokov pri pracovnej vlnovej dĺžke.
4. Namerané hodnoty absorbancie (transmitancie) sa porovnávajú s tabelárnymi hodnotami, uvedenými v tabuľke 6, resp. ich násobkami.
5. Vypočítajú sa diferencie ΔA .
6. Ak závislosť $A_x = f(\Delta A)$ nie je lineárna, zhotoví sa korekčná tabuľka stupnice absorbancie pre rôzne intervaly koncentrácií.
7. Vypočíta sa korigovaný obsah sledovanej zložky.

Literatúra

1. DŽATKOVÁ, K. — PRÍBELA, A.: Symposium o nových smerech technologie a hodnocení potravin, Skalský Dvůr, 28.—30. 5. 1986.
2. KORTŮM, G.: Kolorimetrie, Photometrie und Spektrometrie. Berlin, Springer-Verlag 1955.
3. Standards for checking of spectrophotometers. Letter Circular LC-1017, January 1967.
4. KARIAKIN, Ju. V. — ANGELOV, I. I.: Čistyje chimičeskije reaktivy. Moskva, Izd. Chimija 1955.
5. VEB Carl Zeiss, Jena. Návod na použitie spektrofotometra Spekol 10.

Стандартизация спектрофотометров „Спекол 10“

Резюме

Целью работы было предложить способ стандартизации шкалы оптической плотности, реализуемый в любой лаборатории и таким образом определить значения отклонений, с которыми проверенный прибор работает.

В качестве стандарты годится кобальтистый сульфат аммония, легкоготавливаемый из доступных химикалий в любой лаборатории. Из него готовят набор стандартных растворов.

Контроль шкалы оптической плотности необходим для приобретения верных зна-

чений. Оказалось, что метод коррекции дает более точные результаты и ускоряет определение. Если прибор стандартизован, не требуется составлять калибровочную кривую, что очень выгодно особенно у характеристики таких показателей, которые не точно определены одной составляющей (напр. цвет пива, солода, яблочных напитков и др.) или же основные вещества для приготовления стандартных растворов трудно приобрести и дороги.

Standardization of spectrophotometers „Spekol 10”

Summary

The method of the standardization of absorbance (transmittance) scale which can be realized in all laboratories was proposed. In this way the deviation values of proofed instrument can be determined.

The ammonium cobalt(II) sulphate is useful for standard which can be easily prepared from accessible chemicals in each laboratory. It is used for the preparation of a set of standard solutions.

The control of absorbance scale is necessary to obtain correct values. It was shown the correction method gives chapter and verse and it accelerates an evaluation. It is not necessary to do the calibration curve if an instrument is already standardized. That has a great advantage especially for the characterization of such parameters which are not exactly defined only with one component (e. g. colour of beer, malt, apple juices, etc.) or when chemicals for the preparation of standard solutions are hardly accessible and expensive, too.