

ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΕΝΟΡΓΑΝΗΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ ΤΡΟΦΙΜΩΝ

Οδηγός Συγγραφής Εργαστηριακών Αναφορών

Βασιλεία Ι. Σινάνογλου

Ειρήνη Φ. Στρατή

Σωτήρης Μπρατάκος

Εξώφυλλο

- ❖ Εργαστηριακό Τμήμα (ημέρα – ώρα)
- ❖ Ονοματεπώνυμο φοιτητή και ομάδα εργασίας
- ❖ Τίτλος της εργαστηριακής άσκησης
- ❖ Ημερομηνίες εκτέλεσης του πειράματος και παράδοσης της αναφοράς.

Θεωρητικό μέρος

1. Σκοπός της άσκησης

Αναλυτικό πρόβλημα που πρέπει να επιλυθεί

2. Αρχή της μεθόδου

Συνοπτική αναφορά στην αρχή μεθόδου και στις τυχόν αντιδράσεις που λαμβάνουν χώρα

Πειραματικό μέρος

- 1) Περιγραφή του αναλυτικού οργάνου (είδος, μοντέλο, προέλευση)
- 2) Καταγραφή αντιδραστηρίων
- 3) Πειραματική διαδικασία ανάλυσης με τη μορφή διαγράμματος ροής

Αποτελέσματα και συζήτηση

Μετρήσεις

Πίνακας μετρήσεων που ελήφθησαν

➤ Για τα πρότυπα

Θα περιλαμβάνει τα εξής:

Είδος	Περιεκτικότητα μετρούμενου ΔM (X_i) με αναγραφή μονάδων	Μετρούμενο Μέγεθος (Y_i)		
		1 ^η Σειρά προτύπων	2 ^η Σειρά προτύπων	Μέσος όρος
Πρότυπο 1	X (προτ. 1)	Y1 α	Y1 β	Y1 μ
Πρότυπο 2	X (προτ. 1)	Y2 α	Y2 β	Y2 μ
Πρότυπο 3	X (προτ. 1)	Y3 α	Y3 β	Y3 μ
Πρότυπο 4	X (προτ. 1)	Y4 α	Y4 β	Y4 μ

Για το δείγμα θα καταγράφεται το μετρούμενο μέγεθος Y_δ

Εξαγωγή αποτελεσμάτων

1^{ον}: Τεχνική Χάραξης Πρότυπης Καμπύλης

Αναφοράς (Calibration Curve)

Η πρότυπη καμπύλη χαράσσεται από τις μετρήσεις των προτύπων διαλυμάτων.

Το μετρούμενο μέγεθος ή εξαρτημένη μεταβλητή Y (απορρόφηση, ισχύς φωταύγειας, γωνία στροφής πολωμένου φωτός, κλπ.) είναι γραμμική συνάρτηση της περιεκτικότητας ή της ανεξάρτητης μεταβλητής X του μετρούμενου διαλύματος (% w/v, g mL⁻¹, g L⁻¹, mg L⁻¹, κλπ.).

Η πρότυπη καμπύλη αντιστοιχεί στην εξίσωση ευθείας:

$$Y = aX + b$$



Προετοιμασία χάραξης πρότυπης καμπύλης

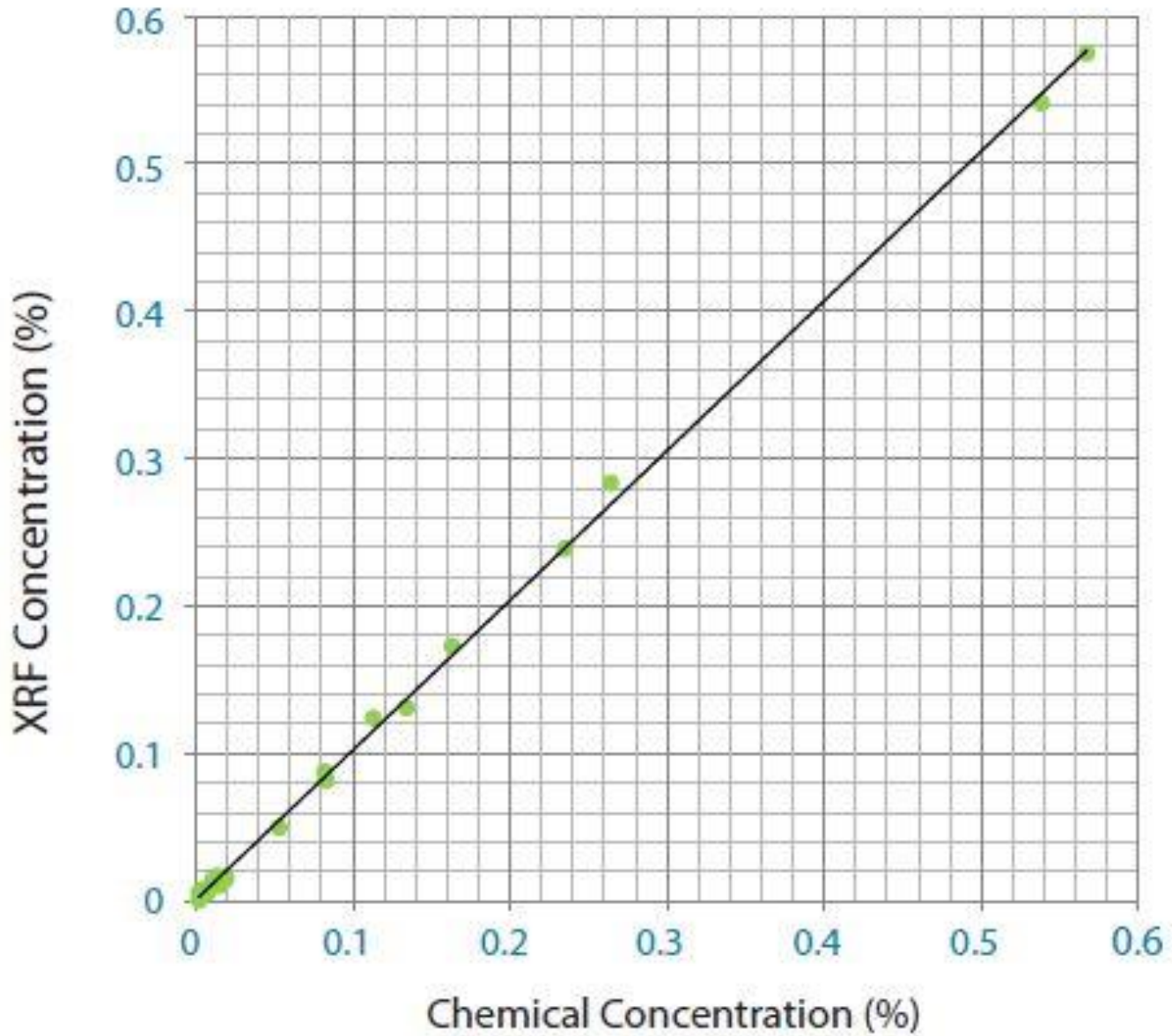
- ❖ Κατασκευάζεται γραφικά σε χιλιοστομετρικό χαρτί.
- ❖ Χαράζονται δύο ορθογώνιοι άξονες
- ❖ Στον κατακόρυφο άξονα των τεταγμένων τίθενται οι τιμές Y_i και στον οριζόντιο άξονα των τετμημένων οι τιμές X_i , με επιλογή κατάλληλης κλίμακας.

Επιλογή κλίμακας των X και Y

- Βρίσκουμε το συνολικό εύρος των τιμών των X και Y
- Επιλέγουμε ένα καθορισμένο μήκος από την αρχή των αξόνων, στο χιλιοστομετρικό χαρτί, για τα X και Y αντιστοίχως και μετράμε πόσα μικρά τετράγωνα περιέχει.
- Διαιρούμε το συνολικό εύρος των τιμών X και Y με το αντίστοιχο συνολικό πλήθος των μικρών τετραγώνων οπότε βρίσκουμε ποια τιμή X και Y αντιστοιχεί σε ένα μικρό τετράγωνο (κλίμακα X και Y).
- Τοποθετούμε στον άξονα των τεταγμένων τις τιμές Y_i ως εξής: κάθε τιμή Y_i τη διαιρούμε με την κλίμακα Y και το προκύπτον πηλίκο υποδηλώνει σε πόσα τετραγωνάκια από την αρχή των αξόνων πρέπει να σημειωθεί η τιμή Y_i .
- Επαναλαμβάνουμε την ίδια διαδικασία για την τοποθέτηση των τιμών X_i .

Χάραξη «βέλτιστης» ευθείας

- Χρήση διάφανου κανόνα ώστε η κατανομή όλων των πειραματικών σημείων να είναι ορατή.
- Αν τα πειραματικά σημεία δεν είναι συνευθειακά τότε η χάραξη γίνεται έτσι ώστε η ευθεία να διέρχεται από κάποια σημεία αφήνοντας τα υπόλοιπα σε ομοιόμορφη διασπορά εκατέρωθεν αυτής.
- Η ευθεία οριοθετείται από τα πειραματικά σημεία και δεν επεκτείνεται εκτός αυτών (χρήσιμη περιοχή συγκεντρώσεων).
- Η αρχή των αξόνων δεν θεωρείται απαραίτητως πειραματικό σημείο διότι αν στη μέθοδο υφίσταται τυχαίο σφάλμα $b \neq 0$.



Προσδιορισμός X_d δείγματος

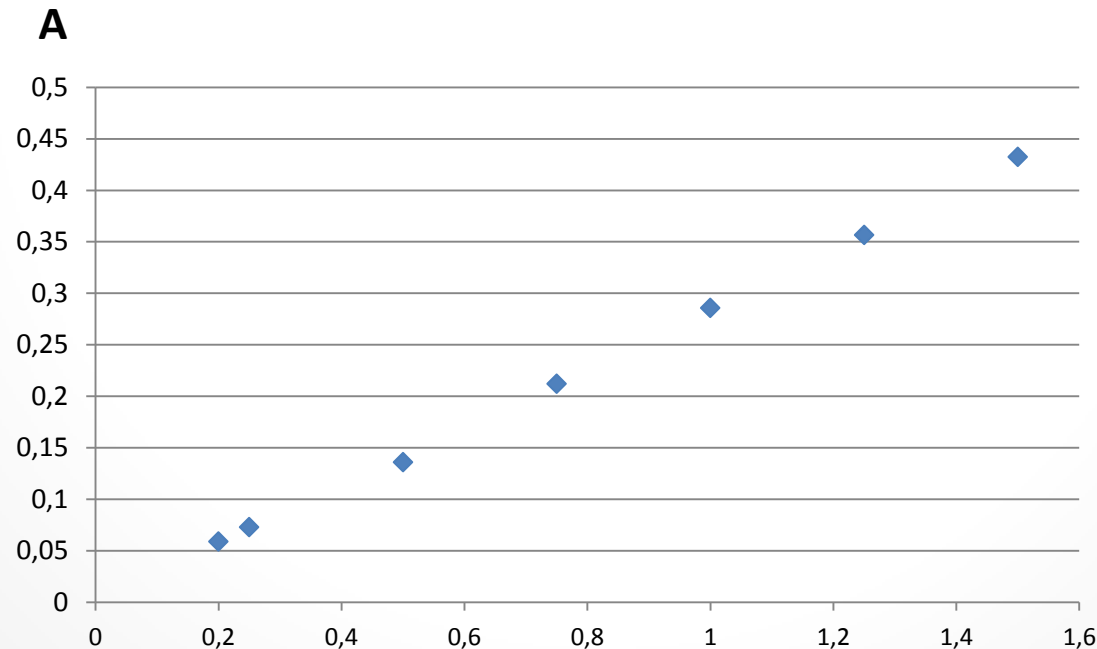
- Όταν ολοκληρωθεί η χάραξη της πρότυπης καμπύλης και με τη βοήθεια της σχετικής κλίμακας τοποθετούμε στον άξονα των τεταγμένων την τιμή Y_d του μετρούμενου μεγέθους για κάθε δείγμα.
- Επεκτείνουμε παράλληλα με τον άξονα των τετμημένων, βρίσκουμε το πειραματικό σημείο πάνω στην ευθεία, και επεκτείνοντας παράλληλα με τον άξονα των τεταγμένων βρίσκουμε την τιμή X_d .

2ον: Χρήση προγράμματος Excel για την εύρεση της Πρότυπης Καμπύλης Αναφοράς

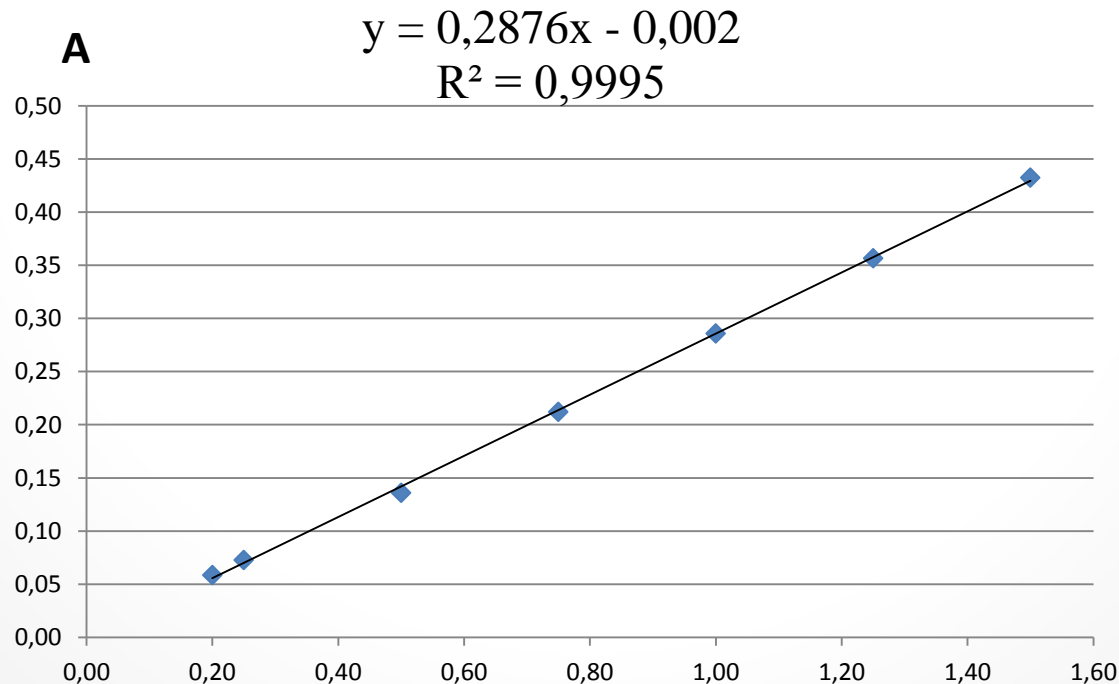
- Επιλογή νέου φύλλου εργασίας excel
- Καταχώρηση των τιμών X_i και των τιμών Y_i σε στήλες.

C (mM)	A
0,20	0,06
0,25	0,07
0,50	0,14
0,75	0,21
1,00	0,29
1,25	0,36
1,50	0,43

- Επιλογή των στηλών από τις οποίες θα προκύψει το γράφημα.
- Από το menu επιλέγουμε: Εισαγωγή, Γράφημα, X Y (Διασπορά) και Διασπορά μόνο με δείκτες και πατάμε ΟΚ.
- Προκύπτει το γράφημα



- Στη συνέχεια με δεξί κλικ πάνω σε οποιοδήποτε πειραματικό σημείο, ανοίγει παράθυρο και επιλέγεται η εντολή «μορφοποίηση γραμμής τάσης».
- Επιλέγουμε ως τύπο τάσης τη γραμμική, την προβολή της εξίσωσης στο γράφημα και την εμφάνιση της τιμής R^2 στο γράφημα.



Προσδιορισμός X_d δείγματος

- Έχοντας την εξίσωση ευθείας θέτουμε όπου y την τιμή Y_d του μετρούμενου μεγέθους για κάθε δείγμα, και λύνουμε ως προς x , οπότε βρίσκουμε την τιμή X_d .
- Το R^2 εκφράζει τη γραμμικότητα της πρότυπης καμπύλης.

3ον: Χρήση μεθόδου ελαχίστων τετραγώνων για την εύρεση της Πρότυπης Καμπύλης Αναφοράς

Με τη μέθοδο αυτή υπολογίζουμε μέσω κατάλληλων μαθηματικών εξισώσεων τη γραμμική σχέση $Y = aX + b$.

Η μέθοδος ελαχίστων τετραγώνων παρέχει τη βέλτιστη δυνατή ευθεία που διέρχεται από τα πειραματικά σημεία και δίνει τη δυνατότητα υπολογισμού της εξίσωσής της.

- Για την εφαρμογή της μεθόδου ακολουθούμε την διαδικασία που περιγράφεται στις σελ. 20-24 Μ. Σ. Μπρατάκος: «Εργαστηριακές Ασκήσεις Ενόργανης Χημικής Ανάλυσης σε Τρόφιμα και Ποτά», τόμος Α.
- Παρατίθεται πίνακας ανάλογος με αυτόν στη σελ. 23

Υπολογισμός των συντελεστών a και b

$$\alpha = \frac{\sum y_i \sum x_i^2 - \sum x_i \sum x_i y_i}{n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2}$$

$$b = \frac{n \sum x_i y_i - \sum x_i \sum y_i}{n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2}$$

Υπολογισμός περιεκτικότητας

Θέτοντας στην σχέση $Y = a X + b$ την μετρούμενη μεταβλητή Y υπολογίζουμε την άγνωστη περιεκτικότητα X του προσδιοριζόμενου διαλύματος.