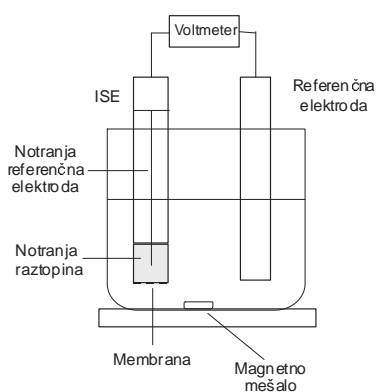


Potenciometrija

Pri potenciometriji določimo koncentracijo analita na osnovi merjenja napetosti člena, ki ga sestavljajo indikatorska elektroda, vzorec in referenčna elektroda. Indikatorska elektroda se odziva na spremembo aktivnosti merjene komponente. Referenčna elektroda ima znan potencial, ki je med merjenjem konstanten in neodvisen od sestave analita.

Ena od skupin indikatorskih elektrod so membranske elektrode, kamor sodi tudi fluoridna ionoselektivna elektroda (ISE). Sestavljajo jo membrana iz lantanovega(III) fluorida, notranja referenčna elektroda in notranja raztopina (navadno 0,1 mol/L NaCl in 0,1 mol/L NaF). Ko elektrodo potopimo v raztopino vzorca, se zaradi različne aktivnosti fluoridnih ionov na obeh straneh membrane ustvari potencialna razlika (običajno uporabljamo kar izraz potencial ionoselektivne elektrode). Izmerimo jo s pomočjo referenčne elektrode in voltmetra.



Shema aparature za potenciometrijo.

Potencial, ki ga odčitamo na voltmetru (E), je odvisen od aktivnosti prostih fluoridnih ionov v zunanji raztopini (raztopini vzorca):

$$E = E' - \frac{RT}{F} \cdot \ln a_F^{zun},$$

pri čemer je E' konstanta, karakteristična za indikatorsko in referenčno elektrodo, R je plinska konstanta, T temperatura, F Faradayeva konstanta, a_F^{zun} pa aktivnost prostih fluoridnih ionov v raztopini vzorca. Če v enačbi uporabimo namesto naravnega desetiški logaritem in če je temperatura 25 °C, potem gornjo enačbo lahko preoblikujemo in je strmina elektrode s enaka 0,059 V:

$$E = E' - 0,059 \cdot \log a_F^{zun}.$$

Za raztopine z nizko ionsko jakostjo je aktivnost fluoridnih ionov približno enaka njihovi koncentraciji, tako da enačbo lahko zapišemo v obliki:

$$E = E' - 0,059 \cdot \log c_F^{zun},$$

oz. bolj splošno:

$$E = E' - s \cdot \log c_F^{z/n}$$

Merimo v območju pH med 5 in 8. Pri nižjih vrednostih pH je fluorid v obliki HF, ki ga elektroda ne zaznava. Pri višjih vrednostih pH pa je v raztopini že precej visoka koncentracija OH^- ionov, na katere je fluoridna elektroda tudi občutljiva. Koncentracijo fluoridnih ionov določimo relativno z metodo umeritvene krivulje ali standardnega dodatka.

6. vaja: DOLOČITEV FLUORIDNIH IONOV Z IONOSELEKTIVNO ELEKTRODO



Eksperimentalni del

Aparatura:

voltmeter, fluoridna ionoselektivna elektroda, srebro-srebrokloridna referenčna elektroda, magnetno mešalo

Postopek:

Določitev koncentracije fluoridnih ionov z metodo umeritvene krivulje

Pripravite po 100 mL standardnih raztopin z naslednjimi koncentracijami fluoridnih ionov: 10^{-2} mol/L, 10^{-3} mol/L, 10^{-4} mol/L, 10^{-5} mol/L in 10^{-6} mol/L. Osnovna standardna raztopina fluorida s koncentracijo 10^{-1} mol/L je že pripravljena. Raztopino s koncentracijo 10^{-2} mol/L pripravite z 10-kratnim redčenjem osnovne raztopine. Raztopino s koncentracijo 10^{-3} mol/L pripravite z 10-kratnim redčenjem raztopine s koncentracijo 10^{-2} mol/L itd. (stopenjsko redčenje).

Pripravljene raztopine iz bučk takoj prelijte v plastične posodice, saj se fluoridni ioni hitro adsorbirajo na steklene stene. Nato približno 30 mL vsake raztopine nalijte v polietilensko čašo, postavite na magnetno mešalo in po 5 minutah odčitajte potencial. Meritve začnite s standardno raztopino najnižje koncentracije.

Analizno raztopino pripravite tako, da 1 mL vzorca ustne vode odpipetirate v 100 mL bučko in dopolnite do oznake z deionizirano vodo. Analizno raztopino prelijte v polietilensko čašo in odčitajte potencial po 15 minutah.

Na pollogaritemski papir narišite odvisnost potenciala od desetiškega logaritma koncentracije in iz umeritvene krivulje odčitajte koncentracijo fluoridnih ionov. Kot rezultat podajte množinsko koncentracijo fluoridnih ionov v ustni vodi in vsebnost NaF v ustni vodi, izraženo v ppm. Upoštevajte, da je gostota ustne vode 1,032 g/mL.

Določitev koncentracije fluoridnih ionov z metodo standardnega dodatka

Analizno raztopino s standardnim dodatkom pripravite tako, da 1 mL vzorca odpipetirate v 100 mL bučko ter dodate 1 mL standardne raztopine fluorida s koncentracijo 0,1 mol/L. Nato dopolnite do oznake z deionizirano vodo.

Analizno raztopino s standardnim dodatkom prelijte v polietilensko čašo in odčitajte potencial po 15 minutah.

Za izračun množinske koncentracije fluoridnih ionov uporabite naslednji enačbi:

$$E_x = E' - s \cdot \log \frac{V_x \cdot c_x}{V},$$

$$E_s = E' - s \cdot \log \frac{V_x \cdot c_x + V_s \cdot c_s}{V},$$

pri čemer je

E_x – izmerjen potencial za analizno raztopino (mV),

E_s – izmerjen potencial za analizno raztopino s standardnim dodatkom (mV),

V_x – volumen vzorca (mL),

V_s – volumen dodane standardne raztopine (mL),

c_x – koncentracija fluorida v vzorcu (mol/L),

c_s – koncentracija fluorida v standardni raztopini (mol/L),

s – strmina krivulje, ki jo odčitamo z umeritvene krivulje, $\Delta E/\Delta \log c$,

V – volumen bučke (mL).

Kot rezultat podajte množinsko koncentracijo fluoridnih ionov v ustni vodi in vsebnost NaF v ustni vodi, izraženo v ppm.

Računska naloga:

Pri 25 °C je potencial fluoridne ionoselektivne elektrode, potopljene v vzorec podtalnice, za 40 mV bolj pozitiven kot potencial, izmerjen v vzorcu vodovodne vode. Kakšna je koncentracija fluoridnih ionov v podtalnici, če vemo, da vodovodna voda vsebuje $5 \cdot 10^{-5}$ mol/L fluoridnih ionov?

$$E_p = E' - 0,059 \cdot \log c_p$$

$$E_v = E' - 0,059 \cdot \log c_v$$

$$E_p - E_v = 0,059 \cdot \log \frac{c_v}{c_p} = 0,040$$

$$c_p = 1,05 \cdot 10^{-5} \text{ mol/L}$$

Koncentracija fluoridnih ionov v podtalnici je $1 \cdot 10^{-5}$ mol/L.