

Določanje fluoridnega iona v raztopini z ionoselektivno elektrodo in spektrofotometrijo

Opis metode:

Vzorcju fluoridnih ionov (ustna voda Colgate) smo z digitalnim pH metrom, z ionoselektivno (fluoridno) in referenčno (kalome) elektrodo in z spektrofotometrom s pretočno kiveto določili množino fluoridnega iona.

Potek dela:

Z ionoselektivno elektrodo

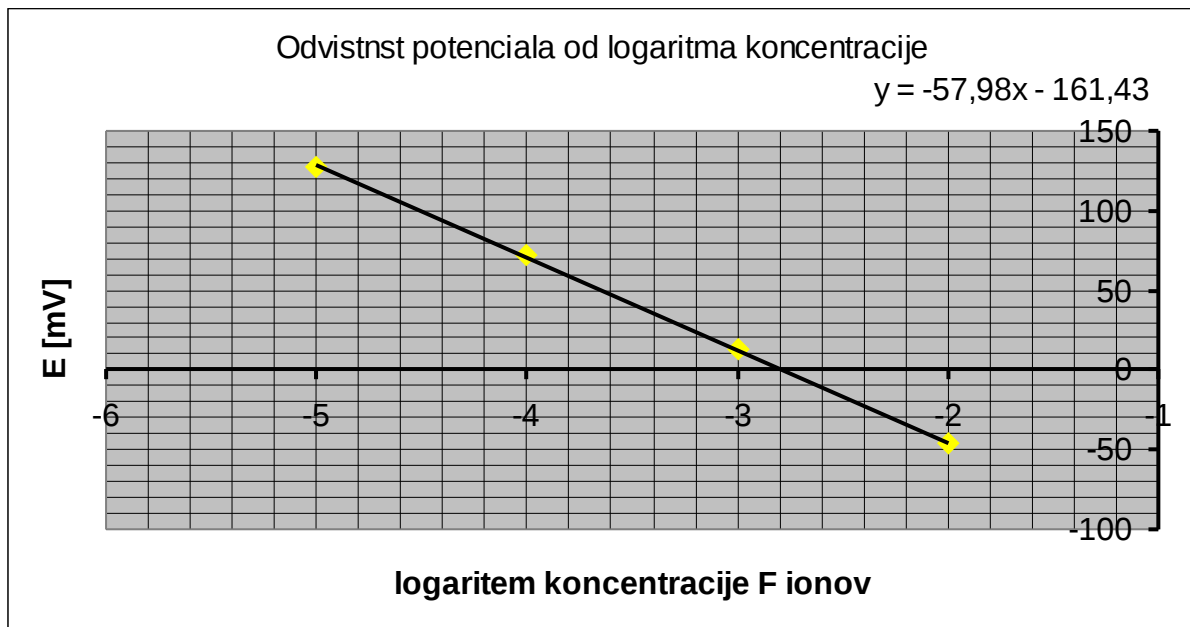
- Umeritvena krivulja: pripravili smo 5 raztopin fluoridnih ionov po 100ml s koncentracijami 10^{-2} do 10^{-6} M. Raztopine smo prelili v plastične čaše, ker fluor reagira z SiO_2 . Vsak vzorec smo mešali 5 min in izmerili potencial.
- Vzorec: 1mL ustne vode Colgate ($c(\text{F}^-)=225\text{ppm}$) smo v 100mL buči dopolnili z vodo do oznake. Merimo petkrat in izračunamo koncentracijo.

S spektrofotometrom

- Umeritvena krivulja: v 6 25mL bučk smo dali 0, 1.25, 2.5, 3.75, 5 in 6.25 mL 10^{-4} M raztopine fluoridnega iona, dodali 1mL pufra s pH 3.5, 2.5mL 10^{-3} M $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3$, 12,5mL 50% DMSO, 2,5mL alizarin kompleksona in dopolnimo do oznake z dH_2O .
- Vzorec: iz 100mL bučke damo po 2.5mL vzorca v 5 25mL bučk in dodamo enake reagente kot pri umeritveni. Počakamo 10min in merimo A_{625} .

Računi in grafi:

- Z ionoselektivno:



- Umeritvena krivulja-podatki

c	log(c)	E
[mol/L]		[mV]
1,00E-05	-5	127
1,00E-04	-4	72,7
1,00E-03	-3	12,5
1,00E-02	-2	-46,2

- Vzorec(c v 100ml bučki):

E	c
[mV]	[mol/L]
56,4	0,0001747
75,7	0,0000813
81,8	0,0000638
71,3133333	0,0000968

Računi:

$$y = -57,98x - 161,43$$

y ... E

x ... log(c)

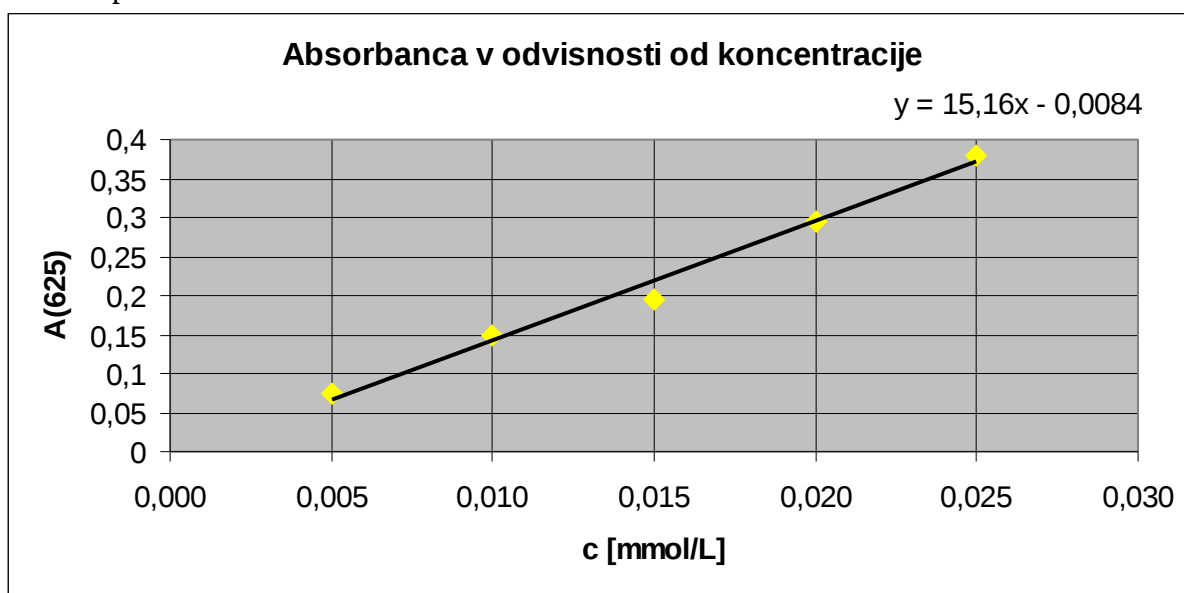
- meritev vzorca:

$$x = \frac{y + 161,43}{-57,98} = \frac{56,4 + 161,43}{-57,98} = -3,757$$

$$c = 10^x = 10^{-3,757} = 1,747 \cdot 10^{-4} \text{ mol/L}$$

(koncentracija je v 100 mL bučki)

- Spektrofotometrično



- Umeritvena krivulja-podatki:

V(dodatka) [mL]	A	c [mmol/L]
1,25	0,074	0,005
2,50	0,150	0,010
3,75	0,195	0,015
5,00	0,296	0,020
6,25	0,380	0,025

- Vzorec (c v 100 mL bučki):

A(vzorca)	c(v bučki) [mmol/L]	c(vzorca) [mol/L]
0,0810	0,005897	0,00005897
0,0900	0,006491	0,00006491
0,0910	0,006557	0,00006557
0,0880	0,006359	0,00006359
0,0920	0,006623	0,00006623
0,0884	0,006385	0,00006385

Računi:

$$y = 15,16x - 0,0084$$

y ... A

x ... c[mmol/L]

- meritev vzorca:

$$x = \frac{y + 0,0084}{15,16} = \frac{0,0810 + 0,0084}{15,16} = 5,897 \cdot 10^{-3} \text{ mmol/L} = 5,897 \cdot 10^{-6} \text{ mol/L}$$

Koncentracija F⁻ iz ustne vodice v 100mL bučki:

c₁ = ?

V₁ = 2,5mL

c₂ = 5,897 · 10⁻⁶ mol/L

V₂ = 25mL

$$c_1 = \frac{c_2 \cdot V_2}{V_1} = \frac{5,897 \cdot 10^{-6} \text{ mol/L} \cdot 25 \text{ mL}}{2,5 \text{ mL}} = 5,897 \cdot 10^{-5} \text{ mol/L}$$

- Preračuni za vzorec:

$$c(\text{F}^-)_{\text{v vodici}} = 225 \text{ ppm} = 0,225 \text{ g/L}$$

$$V(\text{vodice}) = 250 \text{ mL}$$

$$M(\text{NaF}) = 41,889 \text{ g/mol}$$

$$m(\text{F}^-) = c(\text{F}^-) \cdot V(\text{vodice}) = 0,225 \text{ g/L} \cdot 0,25 \text{ L} = 0,05625 \text{ g}$$

$$n(\text{F}^-)_{\text{vodica}} = \frac{m(\text{F}^-)}{M(\text{F}^-)} = \frac{0,05625 \text{ g}}{41,889 \text{ g/mol}} = 1,328 \cdot 10^{-3} \text{ mol}$$

- Z ionoselektivno:

$$c_2(\text{F}^-) = 1,747 \cdot 10^{-4} \text{ mol/L}$$

$$V_2 = 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

$$V_{\text{vodice}} = 250 \text{ mL}$$

$$c_1 = \frac{c_2 \cdot V_2}{V_1} = \frac{1,747 \cdot 10^{-4} \cdot 0,1 \text{ L}}{0,001 \text{ L}} = 0,01747 \text{ mol/L}$$

$$n_{\text{v vodici}} = c_1 \cdot V_{\text{vodice}} = 0,01747 \text{ mol/L} \cdot 0,25 \text{ L} = 4,367 \cdot 10^{-3} \text{ mol}$$

- Spektrofotometrično:

$$c_2(\text{F}^-) = 5,897 \cdot 10^{-5} \text{ mol/L}$$

$$V_2 = 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

$$V_{\text{vodice}} = 250 \text{ mL}$$

$$c_1 = \frac{c_2 \cdot V_2}{V_1} = \frac{5,897 \cdot 10^{-5} \cdot 0,1 \text{ L}}{0,001 \text{ L}} = 0,005897 \text{ mol/L}$$

$$n_{\text{v vodici}} = c_1 \cdot V_{\text{vodice}} = 0,005897 \text{ mol/L} \cdot 0,25 \text{ L} = 1,474 \cdot 10^{-3} \text{ mol}$$

Rezultati preračuna:

- ionoselektivno

E	c	n
[mV]	[mol/L]	[mol]
56,4	0,0001747	0,004368
75,7	0,0000813	0,002033
81,8	0,0000638	0,001595
71,3133333	0,0000968	0,002420

Napaka:

$$n_{\text{vzorca}} = 1,328 \cdot 10^{-3} \text{ mol}$$

- spektrofotometrično

A(vzorca)	c(v bučki)	c(vzorca)	n
	[mmol/L]	[mol/L]	[mol]
0,0810	0,005897	0,00005897	0,001474
0,0900	0,006491	0,00006491	0,001623
0,0910	0,006557	0,00006557	0,001639
0,0880	0,006359	0,00006359	0,001590
0,0920	0,006623	0,00006623	0,001656
0,0884	0,006385	0,00006385	0,001596

$$n_{\text{vzorca ionos.}} = 2,420 \cdot 10^{-3} \text{ mol}$$

$$n_{\text{vzorca spekt.}} = 1,596 \cdot 10^{-3} \text{ mol}$$

Absolutna napaka

Ionoselektivna:

$$\Delta n = \bar{n} - n_{\text{vzorca}} = 2,420 \cdot 10^{-3} \text{ mol} - 1,328 \cdot 10^{-3} \text{ mol} = 1,092 \cdot 10^{-3} \text{ mol}$$

Spektrofotometrična:

$$\Delta n = \bar{n} - n_{\text{vzorca}} = 1,596 \cdot 10^{-3} \text{ mol} - 1,328 \cdot 10^{-3} \text{ mol} = 0,268 \cdot 10^{-3} \text{ mol}$$

Relativna napaka:

Ionoselektivna:

$$\Delta n_r = \frac{\Delta n}{n} = \frac{1,09 \cdot 10^{-3} \text{ mol}}{1,328 \cdot 10^{-3} \text{ mol}} = 0,82$$

Spektrofotometrična:

$$\Delta n_r = \frac{\Delta n}{n} = \frac{0,268 \cdot 10^{-3} \text{ mol}}{1,328 \cdot 10^{-3} \text{ mol}} = 0,20$$

Rezultat:

Ionoselektivna metoda: $n_{(\text{F})} = 2,420 \cdot 10^{-3} (1 \pm 0,82) \text{ mol}$

Spektrofotometrična metoda: $n_{(\text{F})} = 1,596 \cdot 10^{-3} (1 \pm 0,20) \text{ mol}$

Spektrofotometrična metoda je bolj natančna kot metoda z ionoselektivno elektrodo.