

Приклад оформлення протоколу.

Лабораторна робота № 3.

Визначення флуориду методом прямої потенціометрії з використанням LaF_3 -електроду

Мета роботи:

Встановити область рН, оптимальну для роботи флуорид-селективного електроду ОР-F-7113Д.

Визначити вміст флуориду в зубній пасті методом прямої потенціометрії.

Необхідні розчини

1. Стандартний розчин NaF , $1 \cdot 10^{-1}$ моль-екв·л⁻¹.
2. Розчин KNO_3 , 1 моль·л⁻¹.
3. HNO_3 , конц.
4. Розчин KOH , конц.
5. Буферний ацетатно-цитратний розчин, 0,15 моль·л⁻¹ HAc , 0,45 моль·л⁻¹ NaAc , 0,014 моль·л⁻¹ NaH_2Cit , $8 \cdot 10^{-5}$ моль·л⁻¹ комплексон III, рН=5,0±0,5.

Необхідне обладнання

1. Аналітичні терези.
2. рН-метр рН 340 або іншої моделі.
3. Хлорид-срібний електрод порівняння ЭВЛ-1 МЗ.
4. Флуоридселективний електрод ОР-F-7113Д.
5. Скляний рН-чутливий електрод.
6. Магнітна мішалка.

Необхідний посуд

1. Мірні колби ємністю 25,0 мл 4 шт.
2. Стакани ємністю 50 мл 5 шт.
3. Піпетки з поділками на 1,0 мл 1 шт., 5,0 мл 3 шт.

Методика

1. Дослідження впливу рН розчину на флуоридну функцію мембранного електрода.
В стакан, ємністю 50 мл, вміщую 1,0 мл стандартного розчину NaF , 3,0 мл розчину KNO_3 та 5,0 мл дистильованої води. Розчин ретельно перемішую на магнітній мішалці і вимірюю рН та потенціал F^- -селективного електроду (E_F). Додаю в розчин нітратну кислоту краплями до зміни рН приблизно на одиницю і вимірюю відповідне значення потенціалу F^- -селективного електроду. Операцію повторюю до досягнення рН≈1.
Аналогічно досліджую вплив луку (до рН≈11) на сигнал флуоридселективного електроду.

Таблиця 1.

Результати вивчення впливу рН на флуоридну функцію іон селективного електроду ОР-F-7113Д. $V = 9,0$ мл, $C(\text{F}^-) = 7,1 \cdot 10^{-2}$ моль·л⁻¹. $I = 0,65$.

рН	E_F , мВ
1,6	20
2,2	-10
3,5	-35
5,9	-40
8,5	-40
9,4	-40
10,4	-45
12	-70

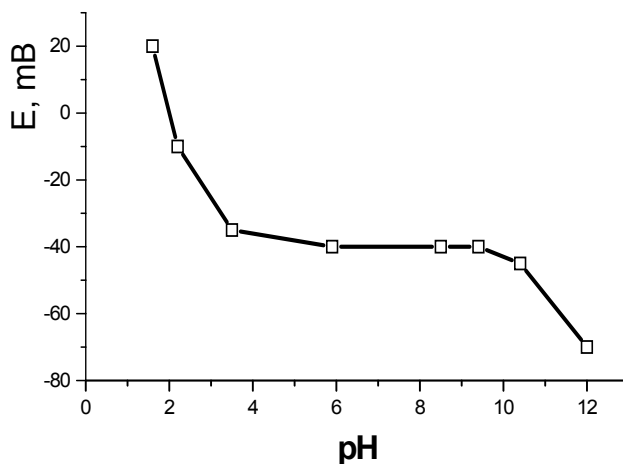


Рис.1. Залежність потенціалу флуорид-селективного електроду від рН.
 $C(F^-) = 7,1 \cdot 10^{-2}$ моль·л⁻¹. $I = 0,65$.

З рис.1. видно, що кислотність середовища не впливає на аналітичний сигнал (потенціал) флуоридселективного електроду в умовах дослідження при рН 3-10.

Висновок: Оптимальним інтервалом рН для визначення F^- потенціометричним методом із застосуванням іон селективного електроду ОР-F-7113Д є 3-10. В подальшому, в розчинах підтримували рН 5,5 ацетатно-цитратним буфером.

2. Визначення вмісту флуориду в зубній пасті.

Побудова градувального графіку.

В мірних колбах ємністю 25,0 мл готують стандартні розчини NaF з концентраціями, моль-екв·л⁻¹: $2,0 \cdot 10^{-2}$, $2,0 \cdot 10^{-3}$, $2,0 \cdot 10^{-4}$, $2,0 \cdot 10^{-5}$. В стакани, ємністю 50 мл, вміщують по 10,0 мл приготованих розчинів NaF та 10,0 мл ацетатно-цитратного буферу, ретельно перемішують та вимірюють потенціал флуорид-селективного електроду.

Таблица 2.

Вихідні дані для побудови градувального графіку.
 $V_{заг} = 25$ мл, $C_{станд.розч.F^-} = 1 \cdot 10^{-1}$ моль-екв·л⁻¹, $I = 0,62$.

№ розчину	$V_{станд.розчину F^-}$, мл	C_{F^-} , моль-екв·л ⁻¹	$C_{F^-}^*$, моль-екв·л ⁻¹	pC_{F^-}	E_{F^-} , мВ
1	0,50**	$2,0 \cdot 10^{-5}$	$1,0 \cdot 10^{-5}$	5	110
2	0,05	$2,0 \cdot 10^{-4}$	$1,0 \cdot 10^{-4}$	4	52
3	0,50	$2,0 \cdot 10^{-3}$	$1,0 \cdot 10^{-3}$	3	-4
4	5,00	$2,0 \cdot 10^{-2}$	$1,0 \cdot 10^{-2}$	2	-53

- з урахуванням розбавлення розчину внаслідок додавання буферного розчину.

** - стандартний розчин F^- з концентрацією $1,0 \cdot 10^{-3}$ моль-екв·л⁻¹.

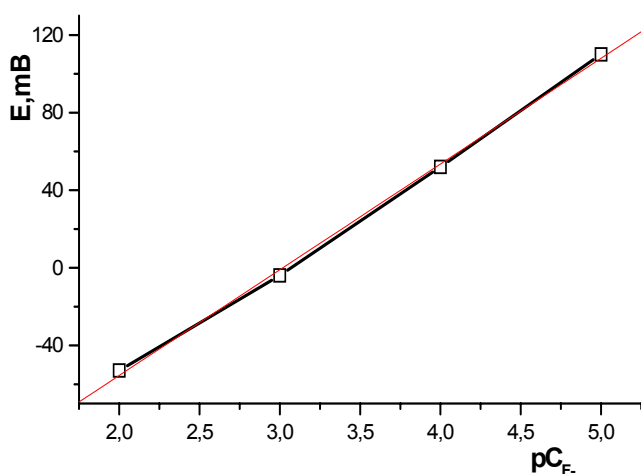


Рис.2. Градувальний графік для визначення флуоридів потенціометричним методом.

Рівняння прямої, обробленої за МНК
 $E(\text{мВ}) = -164,5 + 54,5 pC_{F^-}$

Підготовка зразка зубної пасти („Фтородент плюс”, оголошений вміст натрію монофторфосфату 0,65%) до аналізу.

Наважку пасти вміщую в термостійкий стакан ємністю 50 мл, змішую з 15,0 мл буферного розчину, кип`ячу протягом 2 хв. Охолоджений розчин кількісно переносу в мірну колбу на 25,0 мл, розбавляю до мітки водою та визначаю $C(F^-)$ за градувальним графіком рис.2.

Таблиця 3.

Результати визначення вмісту F^- в зубній пасті „Фтородент плюс”.

$V_{заг}=25,0$ мл.

№ проби	$m_{наважки}$, г	E_{F^-} , мВ	pC_F	C_{F^-} , моль-екв·л ⁻¹	g , мг·г ⁻¹
1	0,1032	42	3,8	$1,6 \cdot 10^{-4}$	0,75
2	0,1107	39	3,7	$1,8 \cdot 10^{-4}$	0,79
3	0,9882	-12	2,8	$1,6 \cdot 10^{-3}$	0,77

Розрахунки проводили за формулами:

$$\text{концентрація флуориду в розчині } C = 10^{-pC_{F^-}},$$

$$\text{вміст флуориду в зубній пасті } g = \frac{C \cdot Mr \cdot V_{заг}}{m},$$

де Mr - маса моль-еквівалента флуориду, г·моль-екв⁻¹; $V_{заг}$ – об`єм витяжки, мл; m – маса наважки, г.

Отримані результати не містять грубих помилок, отже статистичну обробку проводять з урахуванням їх усіх.

Таблиця 4.

Результати статистичної обробки результатів. $n=3$, $P=0,95$.

№	X	\bar{X}	d_i	s^2	s_x	ΔX
1	0,75	0,77	-0,02	0,0004	0,011547	0,049652
2	0,79		0,02			
3	0,77		0			

Висновок. Методом прямої потенціометрії з використанням F^- селективного електроду знайдено, що вміст флуориду в зубній пасті „Фтородент плюс” становить $0,77 \pm 0,05$ мг·г⁻¹. Це співпадає з оголошеним його вмістом в межах статистичної похибки (0,65% монофторфосфату натрію відповідає вмісту F^- 0,77 мг·г⁻¹).