

ĆWICZENIE 2.2

Oznaczanie zawartości jonów fluorkowych za pomocą jonoselektywnej elektrody fluorkowej

<i>Aparatura:</i>	Wielofunkcyjny przyrząd komputerowy typu CX-721 lub CX-731 Elektroda jonoselektywna fluorkowa Elektroda chlorosrebrowa Waga laboratoryjna
<i>Szkło laboratoryjne:</i>	kolby miarowe, pipety, zlewki
<i>Roztwory:</i>	Roztwór NH_4F zawierający 125 mg F/ml Bufor TISAB (Total Ionic Strength Adjustment Buffer)

Cz. I. Kalibracja elektrody jonoselektywnej.

W kolbkach miarowych o poj. 25 ml należy przygotować serię wzorców zawierających fluorek amonu z roztworu wyjściowego o stężeniu 125 mg F/ml. Kolejno do kolbek należy dodać: 20 μl , 40 μl , 60 μl , 80 μl , 100 μl roztworu wyjściowego. Następnie wprowadzić po 10 ml buforu TISAB, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

W umieszczonym na statywie mieszadła uchwycie umocować elektrodę jonoselektywną i elektrodę chlorosrebrową. Obie elektrody dokładnie opłukać, osuszyć i podłączyć do wielofunkcyjnego przyrządu komputerowego (WPK). Do WPK podłączyć zasilacz i czujnik temperatury. Zasilacz podłączyć do sieci. Po włączeniu WPK przyciskiem znajdującym się na tylnej ściance ustawić na ekranie funkcję **"Ion"** i wywołać przyciskiem **"enter"**. Przejść do **"kalibracji"** i wywołać. W oknie „**kalibracja półauto**” nastawić na badany jon (F^-), wywołać. Do górnej części tabeli wpisać wartości stężeń (F^-) (w $\mu\text{mol/l}$) roztworów.

Roztwory wzorcowe przelać do zlewek o poj. 50 ml. Nacisnąć klawisz **"cal"**. Przyrząd przygotowany jest do kalibracji elektrody. Po zanurzeniu elektrod do roztworu wzorcowego nacisnąć klawisz **"start"**, a po ustaleniu się wyniku **"enter"** i odczytać wartość potencjału dla kolejnych roztworów zaczynając pomiary od roztworu o najmniejszym stężeniu. Elektrody powinny być zanurzone zawsze na tę samą głębokość, nie mogą dotykać siebie lub ścianki naczynia. Po zakończeniu kalibracji wpisać ją do pamięci WPK.

Wyniki pomiarów zanotować w tabeli.

Tabela 1.

C_{F^-} [$\mu\text{g/ml}$]	C_{F^-} [mol/l]	pF	E [mV]

W oparciu o powyższą tabelę sporządzić wykres $E = f(\text{pF})$, czyli charakterystykę stosowanej elektrody jonoselektywnej. Wykres taki nazywany jest również „krzywą wzorcową”, w oparciu o którą można wyznaczyć stężenie analizowanych jonów znając potencjał elektrody w badanym roztworze.

Cz. II. Oznaczenie zawartości jonów fluorkowych.

1. Oznaczanie jonów fluorkowych w roztworach kontrolnych:

Do dwóch kolbek o poj. 25 ml z analitem (wydanym przez Asystenta) należy dodać po 10 ml buforu TISAB i uzupełnić wodą do kreski. Roztwory przelać do zlewki o poj. 50 ml, zanurzyć elektrody i odczytać stężenia jonów fluorkowych w $\mu\text{gF}^-/\text{ml}$ (ppm).

2. Oznaczanie jonów fluorkowych w płynie do płukania jamy ustnej:

Do kolbki o poj. 25 ml pobrać 5 ml płynu do płukania jamy ustnej, następnie dodać 10 ml buforu TISAB i uzupełnić wodą do kreski. Roztwór przelać do zlewki o poj. 50 ml, zanurzyć elektrody i odczytać stężenie jonów fluorkowych w analizowanej próbce w $\mu\text{gF}^-/\text{ml}$ (ppm).

Następnie należy obliczyć stężenie jonów fluorkowych w płynie do płukania jamy ustnej w $\mu\text{gF}^-/\text{ml}$ (ppm).

Uwaga! Przy odmierzaniu i dozowaniu płynu do płukania jamy ustnej wszystkie czynności należy wykonywać ostrożnie (**roztwór pieni się!**)