

Pékáru NaCl-tartalmának meghatározása direkt potenciometriával

A mérés elve

A kloridionok direkt potenciometriás meghatározása során a kloridionszelektív elektródból és vonatkozási elektródból álló galvancia cellafeszültségét mérjük először standard oldatokban majd az ismeretlen mintában. Az elektródpotenciál alakulása a Nernst-egyenlet alapján:

$$E = \text{konstans} - 0,0591 \log [\text{Cl}^-] = \text{konstans} + 0,0591 \cdot \text{pCl}$$

Az elektródpotenciál, ezzel együtt a mérhető elektromotoros erő lineárisan változik a kloridion-koncentráció logaritmusának mínusz egyszerűsével, azaz az oldat pCl értékével. ($\text{pCl} = -\lg [\text{Cl}^-]$)

Eszközök

pH/mV-mérő, megfelelő elektródokkal (kloridszelektív ISE elektród + kalomel elektród), 250 cm³-es mérőlombik, 100 cm³-es mérőlombikok, 10 ml-es pipetta, 250 cm³-es, 50-100 cm³-es főzőpohár, analitikai mérleg, ioncserélt víz, papírvatta, vegyszerek

Oldatok

- (1) 100 mg/dm³ kloridion-törzsoldat
1,4625 g NaCl-ot analitikai bemérünk és egy 250 mL-es mérőlombikba bemossuk, jelig töltjük, homogenizáljuk.
- (2) Standard oldatok:
10,0 mL törzsoldatot kivéve 100 mL-es mérőlombikba töltve 10-szeres hígítást készítünk.
A 10-szeres hígítású oldatból 10,0 mL kivéve 100 mL-es mérőlombikba töltve 100-szoros hígítást készítünk.
A 100-szoros hígítású oldatból 10,0 mL kivéve 100 mL-es mérőlombikba töltve 1000-szeres hígítást készítünk.
Az 1000-szeres hígítású oldatból 10,0 mL kivéve 100 mL-es mérőlombikba töltve 10000-szeres hígítást készítünk.
Így törzsoldattal együtt 5 db standardból álló oldatsorozatot kapunk.
- (3) Számítsuk ki a standard oldatok koncentrációit és a pCl értékeit!

A minta előkészítése

Pékáru törzsoldat készítése

Két törzsoldatot készítsünk a következők szerint:

Aprított és szárított (légszáraz állapotú) mintából mérjük be analitikai mérlegen kb. $4 \text{ g} \pm 1 \text{ mg}$ mintát. Szórjuk bele egy 250 mL-es mérőlombikba. Töltsük fel kb. félig ioncserélt vízzel és hagyjuk állni kb. 15 percig. Közben időnként rázzuk össze. Ezt követően töltjük jelig.

Az egyik törzsoldatot adjuk be, majd a kivét után ismét töltjük jelig. Ez lesz az ismeretlen oldat.

A mérés menete

Bekapcsoljuk a pH/mV-mérő készüléket és mV-üzemmódban dolgozunk. Ellenőrizzük az elektródok csatlakozását. A klorid-érzékeny ISE elektród nagyon drága, óvatosan bánjunk vele. Kézzel az érzékelőt ne érintsük! Mérések közben az elektródot ioncserélt vízzel öblítsük le, papírvattával óvatosan itassuk le.

A törzsoldatból és mindegyik standard oldatból ill. a mintákból 10 cm³-t 100 cm³-es főzőpoharakba töltünk. Mindegyikhez hozzáadunk 10,0 cm³ 2 mol/dm³-es KNO₃-oldatot (ionerősség beállítása). Ebbe merítsük az elektródokat (kb. 2 cm mélyen). Leolvassuk a mért potenciálokat (az egyensúlyi potenciál 1 percen belül beáll). A mérések befejezése után az elektródokat desztillált vízzel leöblítjük, és visszahelyezzük az elektródokra a védőkupakot.

A mérési adatok kiértékelése

1. Ábrázoljuk a mért potenciál (mV) értékeket pCl függvényében (EXCEL program).
2. Egyenes illesztés (lin. regresszió) a mért pontokra.
3. Az ismert és az ismeretlen minta NaCl-tartalmának meghatározása.
4. Beadandó az ismert és az ismeretlen minta nátrium-klorid-tartalma tömegszázalékban (+ a kalibrációs görbe).