Potenciometrijsko određivanje smjese anionskih tenzida koristeći senzor s funkcionaliziranim ugljikovim nanocjevčicama

Kelrajter, Melita

Undergraduate thesis / Završni rad

2019

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **Josip Juraj Strossmayer University of Osijek, Department of Chemistry / Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku, Odjel za kemiju**

Permanent link / Trajna poveznica: https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:182:573079

Rights / Prava: In copyright / Zaštićeno autorskim pravom.

Download date / Datum preuzimanja: **2024-03-28**

Repository / Repozitorij:

Repository of the Department of Chemistry, Osijek



Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku

Odjel za kemiju

Sveučilišni preddiplomski studij kemije

Melita Kelrajter

Potenciometrijsko određivanje smjese anionskih tenzida koristeći senzor s funkcionaliziranim ugljikovim nanocjevčicama

(Potentiometric determination of anionic surfactants mixture using sensor with functionalized carbon nanotubes)

Završni rad

Mentor: izv. prof. dr. sc. Mirela Samardžić

Neposredni voditelj: dr. sc. Mateja Budetić

Osijek, 2019.

SAŽETAK:

Tenzidi su površinski aktivne tvari koje imaju sposobnost snižavanja površinske napetosti tekućine u kojoj se nalaze. Po kemijskom sastavu, tenzidi su organski spojevi sastavljeni od polarne glave i nepolarnog repa. Ako je tekućina u kojoj se nalaze voda, tada je glava hidrofilna, a rep hidrofoban. U vodenim otopinama, anionski tenzidi disociraju i daju negativno nabijene površinski aktivne organske ione. Tenzidi su obično sastavni dijelovi sredstva za čišćenje i pranje, odnosno to su detergenti.

Kod potenciometrijskog određivanja smjese anionskih tenzida korištena je tenzidno selektivna elektroda čija membrana je kao senzorski materijal imala ionski par tetrafenilborata (TPB) i funkcionaliziranih višestjenčanih ugljikovih nanocjevčica (MWCNT, eng. *multiwalled carbon nanotubes*). Napravljene su potenciometrijske titracije natrijeva dekansulfonata (C_{10}, $c = 4 \cdot 10^{-3}$ M), natrijeva dodecilsulfonata (C_{12}, $c = 4 \cdot 10^{-3}$ M) i natrijeva tetradecilsulfonata (C_{14}, $c = 1 \cdot 10^{-3}$ M) najprije svakog zasebno, a zatim u smjesi. Titracije su izvođene s cetilpiridinijevim kloridom kao kationskim titrantom (CPC, $c = 4 \cdot 10^{-3}$ M).

Ključne riječi: smjesa anionskih tenzida, potenciometrijska titracija, ion-selektivna elektroda, ugljikove nanocjevčice

ABSTRACT:

Surfactants are surface active compounds that have the ability to lower the surface tension of the liquid in which they are present. By chemical composition, surfactants are organic compounds composed of polar heads and non-polar tails. If they are contained in water, then the head is hydrophilic and a tail is hydrophobic. Anionic surfactants dissociate in aqueous solutions and form negatively charged surface-active organic ions. Surfactants are usually components of cleaning and washing agents, so they are detergents.

For potentiometric determination of anionic surfactants mixture, a surfactant selective electrode with membrane with ionic pair tetraphenylborate (TPB) and functionalized multiwalled carbon nanotubes (MWCNT) as sensor material, was used. Sodium decanesulphonate (C_{10}, $c = 4 \cdot 10^{-3}$ M), sodium dodecylsulphonate (C_{12}, $c = 4 \cdot 10^{-3}$ M) and sodium tetradecylsulphonate (C_{14}, $c = 1 \cdot 10^{-3}$ M) were titrated first separately and then into the mixture. Titrations were performed with cetylpyridinium chloride as cationic titrant (CPC, $c = 4 \cdot 10^{-3}$ M).

Keywords: anionic surfactants mixture, potentiometric titration, ion-selective electrode, carbon nanotubes

S A D R Ž A J

1. UVOD 1

2. TEORIJSKI DIO 2

2.1. Tenzidi 2

2.1.1. Karakteristike tenzida 3

2.1.2. Klasifikacija tenzida 3

2.1.3. Anionski tenzidi 5

2.2. Potenciometrija 6

2.2.1. Potenciometrijska titracija 7

2.2.2. Osobine ion-selektivnih elektroda 8

2.3. Nanotehnologija 10

3. EKSPERIMENTALNI DIO 11

3.1. Korišteni reagensi 11

3.2. Aparatura i pribor 11

3.3. Senzor 12

3.4. Postupak eksperimenta 12

4. REZULTATI I RASPRAVA 13

5. ZAKLJUČAK 18

6. POPIS LITERATURE 19

1. UVOD

Područje primjene anionskih tenzida obuhvaća njihovu upotrebu kod uklanjanja nečistoća. Anionski tenzidi se u tu svrhu koriste u obliku sredstava za pranje i čišćenje te preparata za osobnu higijenu i njegu. Djeluju na način da povećavaju topljivost spojeva koji su slabo topivi ili nisu topivi u vodi (masnoće).

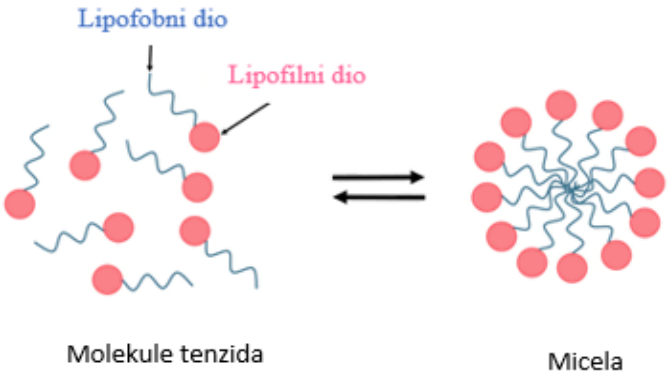
Cilj ovog završnog rada bio je kvantitativno odrediti anionske tenzide, prvo zasebno, a zatim zajedno u smjesi, principom potenciometrijske titracije. Potenciometrijska titracija je elektroanalitička metoda određivanja analita (anionski tenzid) kojom se točka ekvivalencije određuje mjerenjem razlike potencijala između dvije elektrode (referentne i indikatorske). Kod referentne elektrode se potencijal tijekom mjerenja ne mijenja, dok kod indikatorske elektrode dolazi do promjene potencijala dodatkom titranta (kationski tenzid).

2. TEORIJSKI DIO

2.1. Tenzidi

Organske tvari specifičnih svojstava koje smanjuju površinsku napetost tekućina poznate su pod nazivom tenzidi ili površinski aktivne tvari. Najčešće se dobivaju sintetskim putem, ali također se nalaze i u prirodi u obliku fosfolipida od kojih su građene stanične membrane. Sastoje od polarnog (hidrofilnog, lipofobnog) dijela (glave) i nepolarnog (hidrofobnog, lipofilnog) dijela (repa) [1]. Hidrofilni dio čini tenzid topivim u polarnim otapalima (npr. voda) i obično je sastavljen od iona (sulfonati, sulfati, kabonati, fosfati i kvaterne amonijeve soli), polarnih funkciolannih grupa (amini, aminoksidi, sulfoksidi i fosfoksidi) te nepolarnih grupa koje sadržavaju elektronegativan atom (kisik – eteri, aldehidi, ketoni, esteri, dušik – amini, amidi, nitroalkani). Hidrofobni dio molekula tenzida čini ga topivim u nepolarnim otapalima (npr. ulja) i on je obično sastavljen od dugih alifatskih ugljikovodika netopivih u vodi [2].

Lipofilni dijelovi tenzida nisu topivi u polarnim otapalima poput vode pa se tenzidi u vodenim otopina udružuju tako da repovi ostaju u unutrašnjosti kapljice ulja, a lipofobne glave stvaraju jake interakcije s vodom i na taj način se stvaraju micele (Slika 1.).



Slika 1. Shematski prikaz formiranja micele [3]

2.1.1. Karakteristike tenzida

Karkteristike tenzida proizlaze iz njihove molekulske strukture, a mogu se podijeliti u dvije kategorije: adsorpciju (eng. *adsorption*) i molekulsko samoudruživanje (eng. *self-assembly*).

Adsorpcija je svojstvo kod kojeg su molekule tenzida usmjerene tako da se skupljaju na granici između dviju faza. Ovo molekulsko svojstvo rezultira makroskopskim svojstvima poput kvašenja, pjenjenja i emulgiranja. Rezultira adsorpcijom molekule tenzida na površini kapljice ulja [4].

S druge strane, tenzidi u vrlo malim koncentracijama stvaraju prave otopine, a tenzidi se u takvim otopinama nalaze kao pojedinačne molekule ili monomeri. Povećanjem njihove koncentracije, na površini ima sve manje raspoloživog prostora za tenzide i površinski monomeri se počinju udruživati u agregate (micele). Ta granična koncentracija, koja predstavlja jedno od bitnijih svojstva tenzida je kritična micelarna koncentracija ili CMC (eng. *Critical Micelle Concentration*), a koristi se kod određivanja hoće li se tenzid u otopini pojaviti kao pojedinačna molekula ili u obliku micela [5]. Formiranjem micela, hidrofobni repovi se usmjeravaju izvan vode dok se hidrofilne glave usmjeravaju prema vodi. Veličina micela obično se izražava brojem monomernih jedinica od kojih su građene. Veličina micela se također može izraziti i micelarnom masom, koja predstavlja masu svih molekula od kojih se micela sastoji.

2.1.2. Klasifikacija tenzida

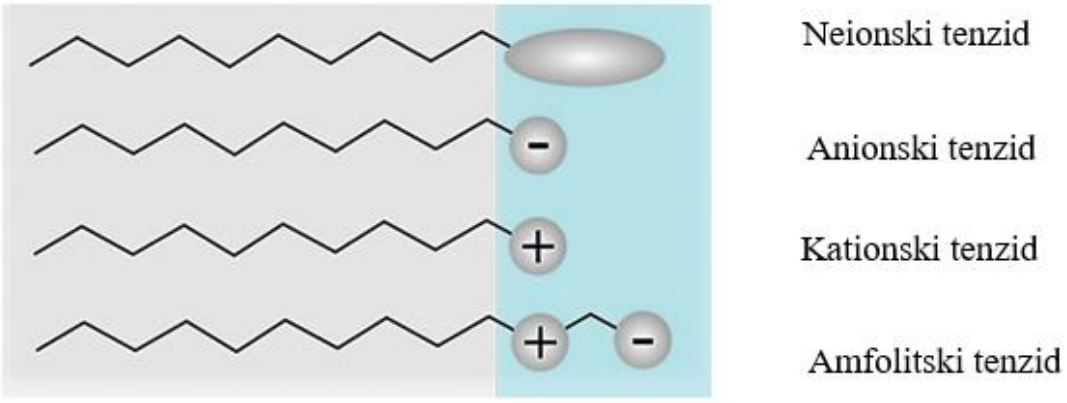
Nepolarni dijelovi molekula tenzida obično se ne razlikuju dok se s obzirom na skupinu vezanu na polarni dio molekule, tenzidi klasificiraju u četiri grupe: anionski, kationski, neionski te amfolitski (Slika 2.).

Anionski tenzidi su površinski aktivne tvari s jednom ili više funkcionalnih grupa, koje u vodenim otopinama disociraju dajući negativno nabijene površinski aktivne organske ione. Oni su najstariji i najviše upotrebljavani detergenti [4]. Hidrofilni dio anionskih tenzida često sadrži jako elektronegativne atome koje mu povećavaju polarnost [1].

Suprotno tomu, kationski tenzidi u vodenim otopinama disociraju dajući pozitivno nabijene površinski aktivne organske ione. Zbog pozitivno nabijene organske skupine, kationski tenzidi adsorbiraju na negativno nabijene površine kao što su tkanina, kosa te stanične membrane i zato se najčešće koriste u sredstvima za omekšivanje, za uređivanje kose te u antibakterijskim sredstvima [2].

Neionski tenzidi su površinski aktivne tvari koje u vodenim otopinama ne disociraju. Njihova hidrofilna glava nema naboj. Njihova topljivost u vodi potječe od funkcionalnih grupa u strukturi koje imaju veliki afinitet prema vodi. Blago djeluju na kožu te imaju visoku moć pjenjenja. Najrasprostanjeniji neionski tenzidi su oni dobiveni od masnih alkohola i etilen oksida.

Amfolitski tenzidi su površinski aktivne tvari s jednom ili više funkcionalnih skupina, koje u ovisnosti o pH sredine u kojoj se nalaze mogu disocirati u vodenoj otopini tako da spoj dobije karakteristike anionskih ili kationskih tenzida [4]. Hidrofilna glava amfolitskih tenzida sadrži pozitivan i negativan naboj, koji mu daju svojstva zwitteriona [7].

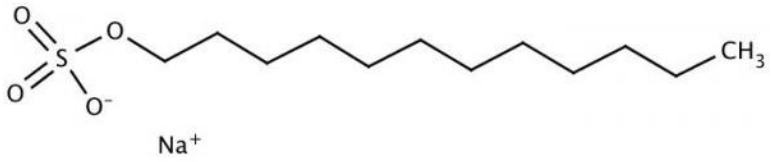


Slika 2. Shematski prikaz molekula tenzida [6]

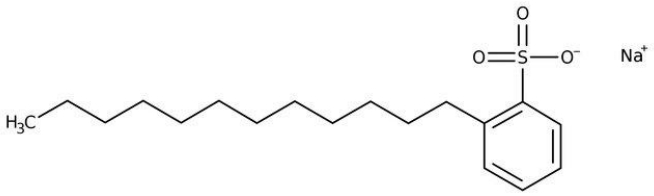
2.1.3. Anionski tenzidi

Anionski tenzidi su najstarija i naviše upotrebljavana vrsta tenzida. Njihova primjena je vrlo široka. Koriste se u obliku praškastih detergenta za uklanjanje nečistoća, za čišćenje i pranje te u sredstvima za osobnu higijenu. Hidrofilna glava anionskih tenzida se sastoji od negativno nabijene skupine (sulfonat, sulfat ili karboksilat). U anionske tenzide svrstavaju se sapuni, natrijeve ili kalijeve soli viših masnih kiselina koje se dobivaju iz životinjskih ili biljnih izvora. Anionski tenzidi imaju izraženo svojstvo pjenjenja te su efikasniji od preostalih vrsta tenzida (posebno za uklanjanje prljavština s prirodnih tkanina) [8]. Vrlo se lako raspršuju. U tvrdoj vodi sapuni slabo peru jer ona sadrži veliku količinu kalcijevih i magnezijevih iona koji talože sapun. Pri tome nastaje bijeli talog koji nije koristan za pranje.

Primjeri anionskih tenzida su natrij dodecilsulfonat (NaDDS) i natrij dodecilbenzensulfonat (NaDBS) čije su strukture prikazane na Slikama 3. i 4.



Slika 3. Struktura NaDDS [9]



Slika 4. Struktura NaDBS [10]

2.2. Potenciometrija

Elektroanalitičke metode su analitičke metode određivanja koncentracije ili aktiviteta kemijskih vrsta koje se temelje na mjerenju razmjernih električnih veličina. Kao analitički signal kod ovih metoda mjere se električni potencijal, naboj, struja ili otpor i prema tome se elektroanalitičke metode dijele na potenciometriju, kulometriju, amperometriju i konduktometriju [11].

Potenciometrija je elektroanalitička metoda kod koje se mjeri razlika potencijala između referentne i indikatorske elektrode uz ravnotežne uvjete. Referentne elektrode su elektrode točno poznatog potencijala i njihov potencijal nije ovisan o koncentraciji analita i drugih iona prisutnih u otopini. Prema dogovoru, referentna elektroda je uvijek anoda, a standardna vodikova elektroda se koristi kao univerzalna referentna elektroda čiji standardni elektrodni potencijal (E^o) iznosi 0 V. U odnosu na standardnu vodikovu elektrodu se određuju potencijali ostalih referentnih elektroda. Umjesto standardne vodikove elektrode najčešće se koriste sekundarne referentne elektrode kao što su kalomelova (Hg/Hg_2Cl_2) ili srebro/srebrov klorid (Ag/AgCl) referentna elektroda. Indikatorske elektrode su elektrode čiji potencijal ovisi o aktivitetu ili koncentraciji analita [11]. Potencijal elektrokemijske ćelije prikazuje se jednadžbom 1:

$$E_{\text{ćelije}} = E_{\text{ind}} - E_{\text{ref}} + E_{\text{pren}} \quad (1)$$

$E_{\text{ćelije}}$ – potencijal elektrokemijske ćelije (elektromotorna sila)
E_{ind} – potencijal indikatorske elektrode
E_{ref} – potencijal referentne elektrode
E_{pren} – prenapon.

Potencijal indikatorske elektrode odgovor je na promjenu aktiviteta analita i dan je Nernstovim izrazom (jednadžba 2):

$$E = E^o + \frac{RT}{zF}\ln\frac{a_{(\text{oks})}}{a_{(\text{red})}} = E^o + \frac{2{,}303RT}{zF}\log\frac{a_{(\text{oks})}}{a_{(\text{red})}} \quad (2)$$

E – potencijal
E^o – standardni elektrodni potencijal
R – opća plinska konstanta, 8,3143 $JK^{-1}mol^{-1}$

F – Faradeyeva konstanta, 96 487 $Cmol^{-1}$

T – apsolutna temperatura [K]

$a_{(oks)}$ – $a$ktivitet oksidiranog oblika iona

$a_{(red)}$ – aktivitet reduciranog oblika iona

z – naboj iona.

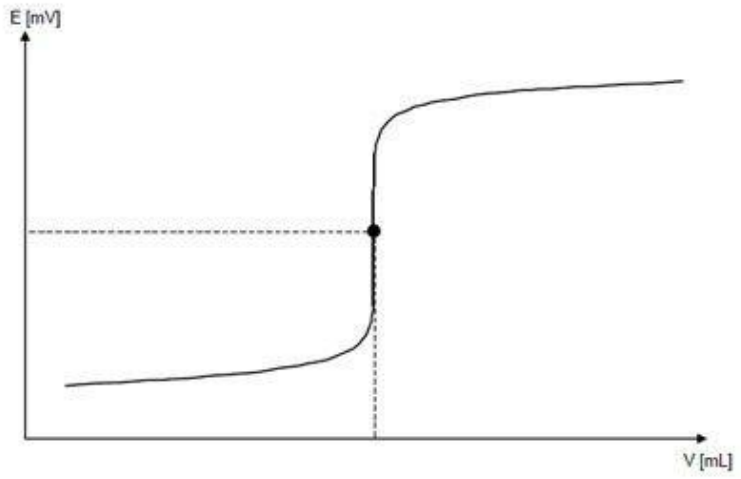
Potenciometrijska mjerenja dijele se na direktnu potenciometriju i potenciometrijske titracije.

2.2.1. Potenciometrijska titracija

Potenciometrijska titracija je volumetrijska metoda kojom se mjeri potencijal između referentne i indikatorske elektrode kao funkcija dodanog volumena titranta [13]. Temelji se na određivanju nepoznate koncentracije analita titracijom sa standardnom otopinom poznate koncentracije pri čemu nagla promjena potencijala indikatorske elektrode određuje završnu točku titracije [11].

Određivanje završne točke promjenom boje ili nekom drugom vizualnom promjenom ne može se primijeniti u mutnim i obojenim otopinama, pa je pogodnije instrumentalno određivanje završne točke. Potenciometrijske metode određivanja točke ekvivalencije se mogu primijeniti kod kiselo-baznih titracija, taložnih, redoks i drugih titracija [13].

Titracijska krivulja (Slika 5.) sigmoidnog je oblika (oblik slova S). Dio krivulje kod koje je promjena potencijala ćelije u maksimumu odgovara ekvivalentnoj točki titracije. Točka ekvivalencije može se grafički odrediti iz diferencijalne krivulje $\Delta E/\Delta V$ gdje maksimum krivulje određuje točku ekvivalencije.



Slika 5. Prikaz titracijske krivulje [12]

2.2.2. Osobine ion-selektivnih elektroda

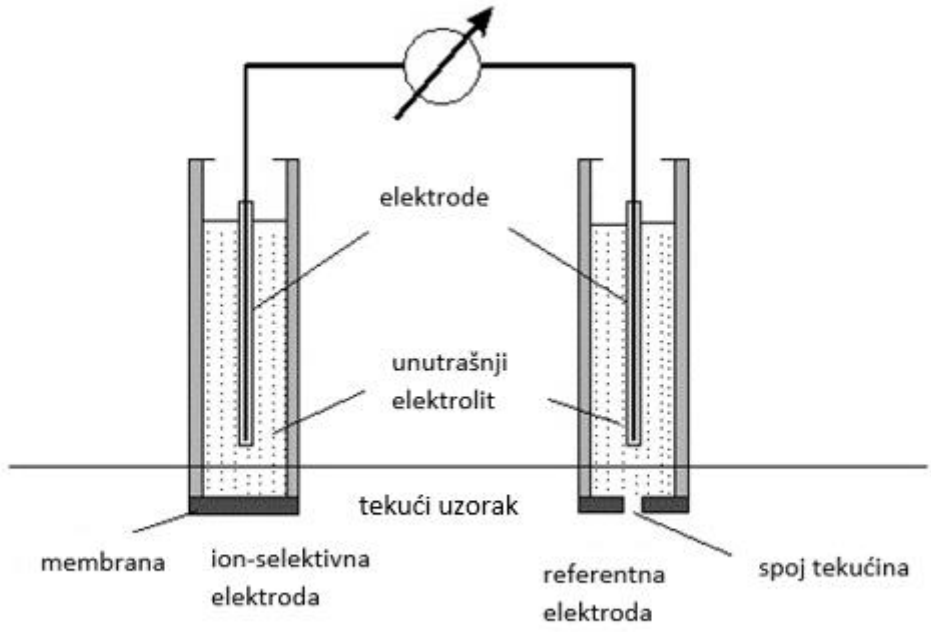
Ion-selektivne elektrode (ISE, eng. *ion selective electrode*) su elektrokemijski senzori koji se koriste za potenciometrijsko određivanje aktiviteta ili koncentracije ionskih vrsta [14]. Njihov je potencijal primarno ovisan samo o jednoj ionskoj vrsti. Kao element za prepoznavanje određivane ionske vrste služi ion-selektivna membrana koja je najčešće izrađena od stakla ili polimernog materijala i uz referentnu elektrodu omogućuje pretvaranje kemijske reakcije u električni potencijal (Slika 6.).

Danas, ion-selektivne elektrode, su jedne od najšire upotrebljavanih kemijskih senzora u raznim medicinskim, ekološkim i industrijskim analizama. Imaju brojne prednosti u odnosu na druge analilitičke senzore, a to su: brz odziv, jednostavna upotreba, ekološka prihvatiljivost, niska cijena, rad bez utjecaja boje i mutnoće medija te vrlo široko koncentracijsko područje [19].

Ion-selektivne elektrode se primarno djele na elektrode s kristalnom i elektrode s nekristalnom membranom. Danas se najviše koriste ion-selektivne elektrode koje se sastoje od ionskog asocijata (ionofora), plastikatora i PVC matrice. Ionofor je odgovoran za aktivnost membrane.

Podjela ISE:

1. Primarne elektrode:
   a) kristalne
   b) nekristalne
2. Složene (višeslojne) elektrode:
   a) elektrode osjetljive na plin
   b) enzimske elektrode (biosenzori)
3. Elektrode s metalnim kontaktom.



Slika 6. Shematski prikaz ion-selektivne elektrode [15]

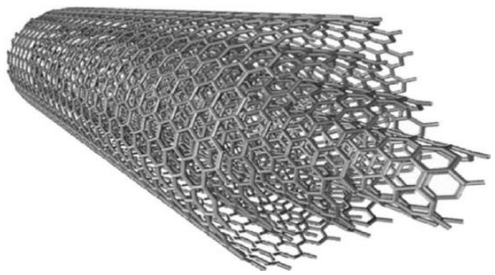
2.3. Nanotehnologija

Nanotehnologija je znanost koja se bavi proučavanjem molekula reda veličine između 1 i 100 nm. Temelji se na činjenici da molekule pri nano veličinama imaju drugačija svojstva u odnosu na ona koja imaju pri makro veličinama. Iako relativno nova tehnologija, nanotehnologija je pronašla široku primjenu u različitim područjima znanosti, a i u svakodnevnom životu.

Nanomaterijali su vrste materijala kojima se može upravljati na atomskoj ili molekulskoj razini. Sastoje se od elemenata s jednom ili više dimenzija manjih od 100 nm. Mogu se klasificirati prema kemijskom sastavu, veličini, obliku ili svojstvima poput termičke ili električne vodljivosti te optičkih svojstava. Često se koriste kao sastavni dijelovi kemijskih senzora [16].

Prema broju nano dimenzija koje imaju, nanomaterijali se dijele na: nultidimenzionalne (0D), jednodimenzionalne (1D), dvodimenzionalne (2D) i trodimenzionalne (3D). Postoje kao samostalni ili spojeni oblici te kao agregati ili aglomerati koji mogu imati nepravilan, cjevasti ili sferni oblik. Najčešće upotrebljavani nanomaterijali su: nanocjevčice, dendrimeri, grafen i fulereni [17].

U eksperimentu upotrebljene, višestjenčane ugljikove nanocjevčice (MWCNT) se sastoje od višestrukih koncentričnih nanocjevčica promjera 0.34 nm po cjevčici gdje konačni nanomaterijal ima promjer 2 – 100 nm (Slika 7.). Provodljivost cijevi, kao posljedica njihovih električnih svojstava, je važna za njihovu ulogu kao nanomaterijal u elektrokemiji te se MWCNT materijali smatraju dobrim vodičima, a to je poželjno svojstvo za upotrebu pri razvoju kemijskih senzora odnosno dijela membrane elektode.



Slika 7. Prikaz MWCNT ugljikovih nanocjevčica [18]

3. EKSPERIMENTALNI DIO

3.1. Korišteni reagensi

Kao titrant korišten je cetilpiridinijev klorid (CPC, Merck, Njemačka, $c = 4 \cdot 10^{-3}$ M), dok su se kao analiti koristili natrijev decilsulfat (C_{10}, Sigma-Aldrich, SAD, $c = 4 \cdot 10^{-3}$ M), natrijev dodecilsulfat (C_{12}, Sigma-Aldrich, SAD, $c = 4 \cdot 10^{-3}$ M) i natrijev tetradecilsulfat (C_{14}, Sigma-Aldrich, SAD, $c = 1 \cdot 10^{-3}$ M) prvo svaki posebno, a zatim zajedno u smjesi.

3.2. Aparatura i pribor

Za potenciometrijsku titraciju korišten je automatski titrator 794 Basic Titrino (Slika 8) uz pripadajuću izmjenjivanu jedinicu za doziranje (806 Exchange unit) i magnetsku mješalicu (728 Stirer). Uređaj je upravljan programom Tiamo 1.1. Sva Aparatura koja se koristila u eksperimentu proizvedena je u švicarskoj tvrtci Metrohm.



Slika 8. Automatski titrator 794 Basic Titrino [20]

3.3. Senzor

Za određivanje anionskih tenzida potenciometrijskom titracijom korištena je tenzidno selektivna elektroda s čvrstim kontaktom koja sadrži grafitni štapić promjera 6 mm čija je površina ispolirana te pokrivena tankim slojem grafena. Na grafenski sloj nanesena je tekuća, plastificirana PVC membrana čiji senzorski materijal čini ionski par višestjenčanih ugljikovih nanocjevčica kovalentno modificiranih s kvaternim amonijevim kationom i tetrafenilborata (MWCNT-TPB). Kao referentna elektroda korištena je srebro/srebrov klorid (Ag/AgCl) elektroda. Unutrašnji elektrolit referentne elektrode bila je otopina kalijeva klorida (KCl, c = 3 M).

3.4. Postupak eksperimenta

Sve titracije su izvedene pri sobnoj temperaturi uz miješanje na magnetskoj mješalici. Određivao se kemijski potencijal pri titracijama otopina pojedinačnih anionskih tenzida u ultra čistoj vodi, a zatim pri titraciji trokomponentne smjese anionskih tenzida.

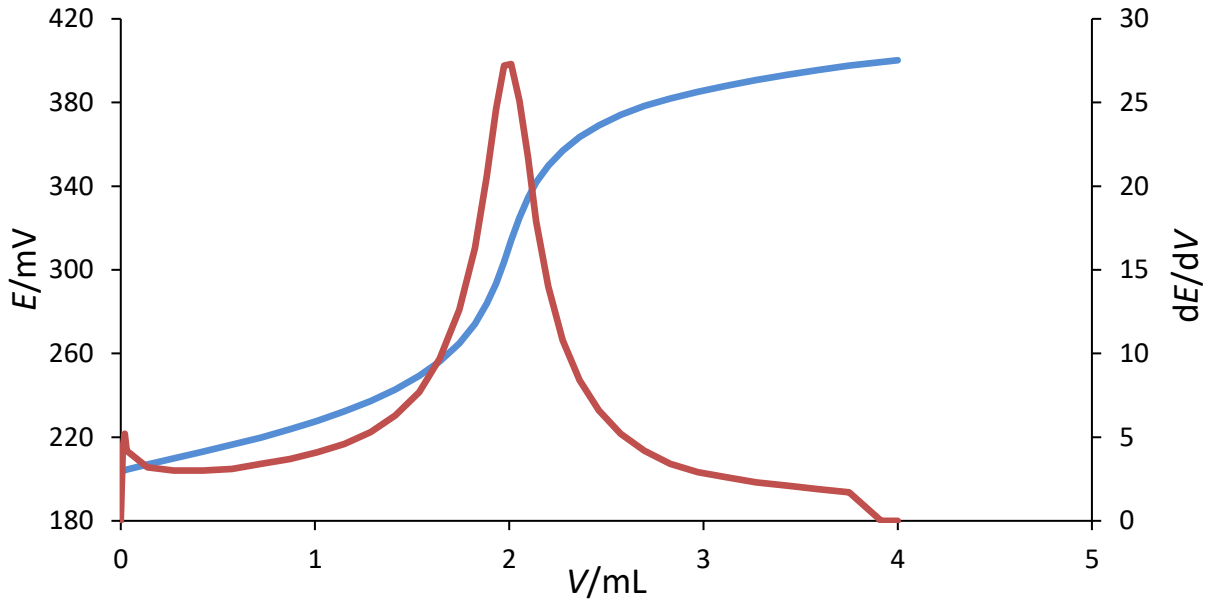
Titracijske krivulje su konstruirane kao ovisnost električnog potencijala (E/mV) o volumenu titranta (V/mL) pomoću računalnog programa Microsoft Office Excel 2010. Titracijama su se određivale točke ekvivalencije iz kojih su se kasnije mogle odrediti koncentracije anionskih tenzida.

Ukupni korišteni volumen otopina analita u ultra čistoj vodi bio je 25 mL.

4. REZULTATI I RASPRAVA

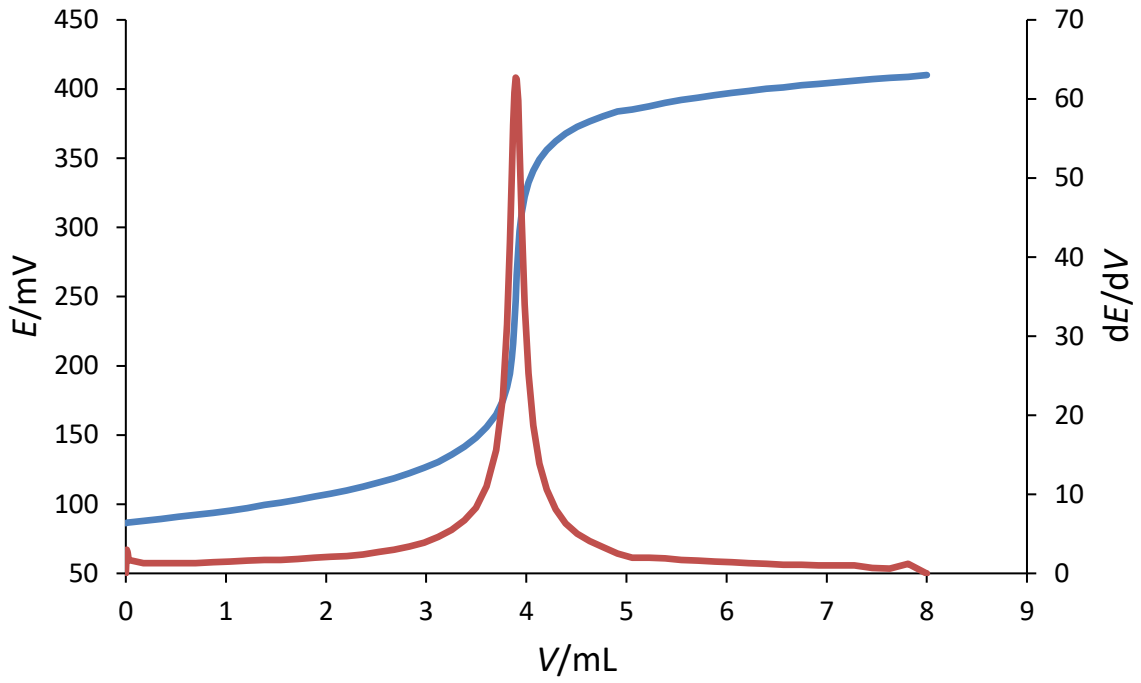
U svakoj od titracija koristila se MWCNT-TPB elektroda. Kao titrant koristio se CPC, $c = 4 \cdot 10^{-3}$ M.

U prvom mjerenju, kao analit koristila se otopina pripremljena od 2 mL natrijeva decilsulfata (C_{10}, $c = 4 \cdot 10^{-3}$ M) i 23 mL ultra čiste vode. Titracijska krivulja i krivulja prve derivacije su prikazane na Slici 9.



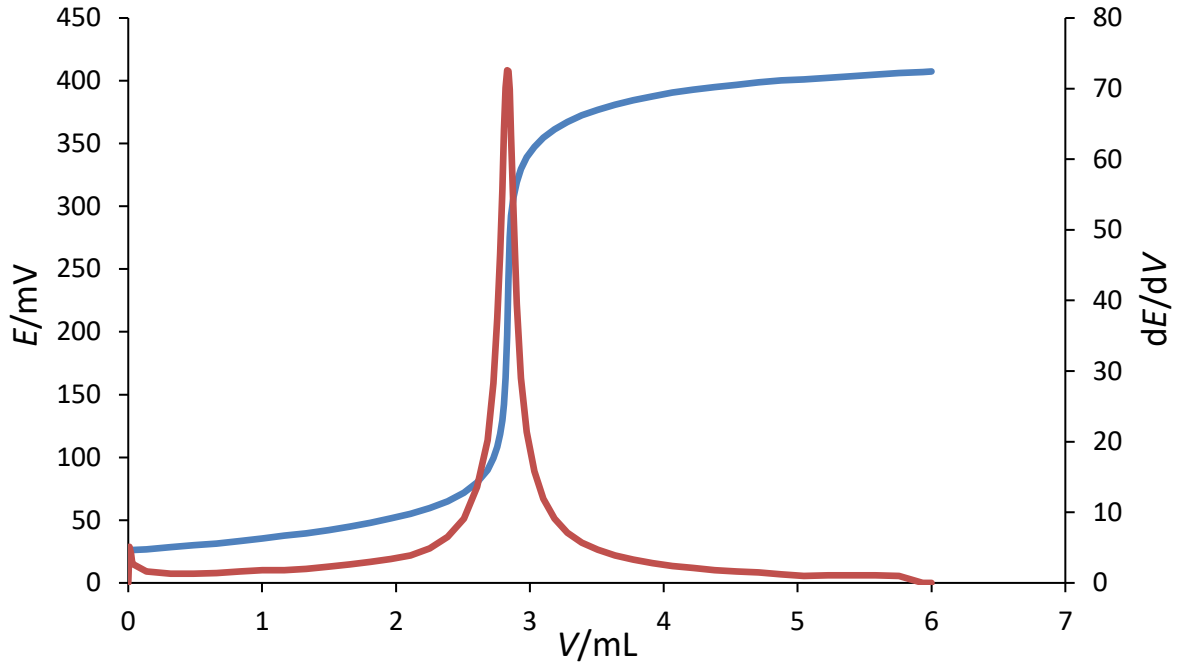
Slika 9. Krivulja potenciometrijske titracije C_{10} s CPC koncentracije $4 \cdot 10^{-3}$ M i krivulja prve derivacije

U drugom mjerenju, kao analit korištena je otopina pripremljena od 4 mL natrijeva dodecilsulfata (C_{12}, $c = 4 \cdot 10^{-3}$ M) i 21 mL ultra čiste vode. Titracijska krivulja i krivulja prve derivacije su prikazane na Slici 10.



Slika 10. Krivulja potenciometrijske titracije C_{12} s CPC koncentracije $4 \cdot 10^{-3}$ M i njena prva derivacija

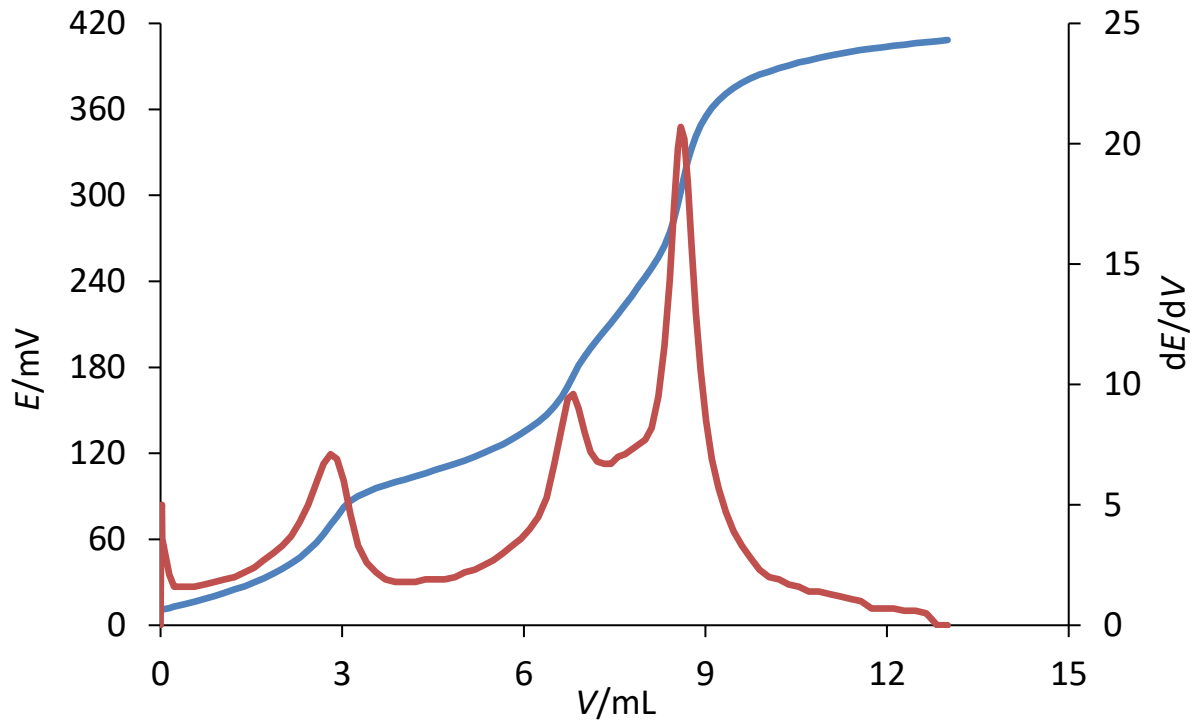
U trećem mjerenju, kao analit je korištena otopina pripremljena od 12 mL natrijeva tetradecilsulfata (C_{14}, $c = 1 \cdot 10^{-3}$ M) i 13 mL ultra čiste vode. Titracijska krivulja i krivulja prve derivacije su prikazane na Slici 11.



Slika 11. Krivulja potenciometrijske titracije C_{14} s CPC koncentracije $4 \cdot 10^{-3}$ M i njena prva dervacija

Kako bi se poboljšala svojstva detergentskih proizvoda, u formulacijama se često nalaze kombinacije nekoliko različitih anionskih tenzida. Stoga je jedno od vrlo važnih svojstava senzora njegova mogućnost razlikovanja pojedinih anionskih tenzida u smjesi.

Nakon određivanja pojedinačnih anionskih tenzida titrirana je trokomponentna smjesa anionskih tenzida (C_{10}, C_{12} i C_{14}). Smjesa analita sastojala se od 2 mL natrijeva decilsulfata (C_{10}, c = $4 \cdot 10^{-3}$ M), 4 mL natrijeva dodecilsulfata (C_{12}, c = $4 \cdot 10^{-3}$ M), 12 mL natrijeva tetradecilsulfata (C_{14}, c = $1 \cdot 10^{-3}$ M) te 7 mL ultra čiste vode. Titracijska krivulja i krivulja prve derivacije prikazane su na Slici 12. Iako je razlika između pojedinih anionskih tenzida u smjesi samo 2 C-atoma na titracijskoj krivulji su jasno izražena tri skoka potencijala tj. tri ekvivalentne točke.



Slika 12. Krivulja potenciometrijske titracije smjese anionskih tenzida s CPC koncentracije $4 \cdot 10^{-3}$ M i njena prva derivacija

Rezultati određivanja trokomponentne smjese anionskih tenzida ili alkansulfonata metodom potenciometrijske titracije koristeći MWCNT-TPB senzor prikazani su u tablici 1.

Tablica 1. Rezultati potenciometrijskog određivanja alkansulfonata u trokomponentnoj smjesi pomoću senzora MWCNT-TPB i CPC ($c = 4 \cdot 10^{-3}$ M) kao titranta.

alkansulfonat	**dodano [mol]**	**određeno [mol]**	**iskorištenje [%]**
C_{10}	$8.00 \cdot 10^{-6}$	$7.34 \cdot 10^{-6}$	91.70
C_{12}	$1.60 \cdot 10^{-5}$	$1.58 \cdot 10^{-5}$	98.52
C_{14}	$1.20 \cdot 10^{-5}$	$1.15 \cdot 10^{-5}$	95.66

Iz rezultata dobivenih eksperimentom i grafičkih prikaza može se zaključiti da se MWCNT senzor s prihvatljivom točnošću može upotrijebiti za diferencijalnu titraciju anionskih tenzida tj. za određivanje smjese triju alkansulfonata u vodi koji se međusobno razlikuju za samo 2 C atoma.

5. ZAKLJUČAK

U ovom završnom radu, eksperimentalno se određivala trokomponentna smjesa anionskih tenzida potenciometrijskim titracijama. Pri izvođenju eksperimenta korištena je tenzidno selektivna elektroda s čvrstim kontaktom i tekućom membranom čiji se senzorski materijal sastoji od tetrafenilborata i modificiranih višestjenčanih ugljikovih nanocjevčica. Određeni su prvo pojedinačni anionski tenzidi, a zatim zajedno u smjesi. Upotrebljeni senzor pokazao se kao dobar i učinkovit pri diferencijalnom određivanju anionskih tenzida u smjesi. Eksperimentom je uspješno, s prihvatljivom točnošću, određena smjesa triju anionskih tenzida koji se međusobno razlikuju za samo dva C atoma u strukturi. Iz grafičkih prikaza, odnosno titracijskih krivulja, koje pokazuju ovisnost elektrodnog potencijala (E/mV) o volumenu titranta (V/mL) jasno se vide tri dobro definirana skoka potencijala, a završna točka titracije može se odrediti iz grafa ovisnosti prve derivacije ($\mathrm{d}E/\mathrm{d}V$) o volumenu iskorištenog titranta (V/mL).

6. POPIS LITERATURE

[1] D. Myers, *Surfactant science and technology,* Wiley & Sons, Interscience publication, New Jersey, 2006.

[2] R. J. Farn, *Chemistry and technology of surfactants*, Blackwell publishing, Oxford, 2006.

[3] http://ipkitten.blogspot.com/2016/09/what-ph-closer-look-at-hospira-v-cubist.html (9.7.2019.)

[4] M. Sak-Bosnar, *Odabrana poglavlja analitičke kemije,* http://kemija.unios.hr/nastava/nastavni_materijali/odabrana_poglavlja_analiticke%20kemije/ODABRANA_POGLAVLJA_ANALITICKE_KEMIJE.ppt (9.7.2019.)

[5] http://documents.tips/documents/tenzidi-3-micelesolubilizacija.html (9.7.2019.)

[6] https://www.coatingsworld.com/issues/2018-08-01/view_features/100-renewable-ethoxylated-surfactants (9.7.2019.)

[7] L. Krišto, I. Križić, *Sinteza novih kinuklidinijevi spojeva kao mogućih površinski aktivnih tvari*, Prirodoslovno-matematički fakultet, Sveučilište u Zagrebu, Zagreb, 2015.

[8] T. Ivanković, J. Hrenović, *Surfactants in the environment*, Arh. Hig. Rada Toksikol. (2010) 95-110.

[9] https://www.genaxxon.com/shop/en/shop-all-products/biochemicals/detergents/1379/sodium-dodecyl-sulfate-sds-molecular-biology-grade (11.7.2019.)

[10] https://www.fishersci.com/shop/products/sodium-dodecylbenzenesulfonate-hard-type-mixture-tci-america-2/D099025G (11.7.2019.)

[11] D. A. Skoog, D. M. West, F. J. Holler, *Osnove analitičke kemije*, Školska knjiga, Zagreb, 1999.

[12] https://www.mt.com/hr/hr/home/library/FAQ/lab-analytical-instruments/titration.html (11.7.2019.)

[13] Morf WE, *The principlesof ion-selective electrodesandof membrane transport*, Elsevier, New York, 1981.

[14] A. Radu, T. Radu, C. M. McGraw, P. W. Dillingham, S. Anastazova-Ivanova, D. DiamonD, *Ion selective electodes in enviromental analysis*, J. Srb. Chem. Soc. 78 (2013) 1729-1761.

[15] http://www.thyrocare.com/Ion-Selective-Electrode (11.7.2019.)

[16] J. Ramsden, *Essentials of nanotechnology*, BookBoon, 2009

[17] https://www.researchgate.net/publication/259118068_Chapter_-_INTRODUCTION_TO_NANOMATERIALS (11.7.2019.)

[18] https://themarketresearchnews.com/2019/05/03/multiwall-carbon-nanotube-mwcnt-market-in-depth-analysis-report-2019-to-2025/ (11.7.2019.)

[19] O. Galović, *Razvoj i konstrukcija potenciometrijskog mikrosenzora za tenzide*, doktorski rad, Zagreb, 2014.

[20] https://www.google.hr/search?q=794+basic+titrino&rlz=1C1GTPM_hrHR555HR555&source=lnms&tbm=isch&sa=X&ved=0ahUKEwi_hryZ8_XNAhVIVhoKHYWPBjwQ_AUICCgB&biw=1366&bih=653#imgrc=tvlMsgkq3bgv2M%3A (11.7.2019.)