

# Ispitivanje utjecaja koncentracije titranata na potenciometrijsko određivanje anionskih tenzida koristeći senzor s funkcionaliziranim ugljikovim nanocjevčicama

---

Mirosavljević, Marija

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:182:518966>

*Rights / Prava:* [In copyright](#) / [Zaštićeno autorskim pravom.](#)

*Download date / Datum preuzimanja:* **2024-04-19**

*Repository / Repozitorij:*

[Repository of the Department of Chemistry, Osijek](#)



Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku

Odjel za kemiju

Sveučilišni preddiplomski studij kemije

Marija Mirosavljević

**Ispitivanje utjecaja koncentracije titranta na potencimetrijsko određivanje anionskih  
tenzida koristeći senzor s funkcionaliziranim ugljikovim nanocjevčicama**

(Investigation of the influence of titrant concentration on potentiometric determination of  
anionic surfactants using sensor with functionalized carbon nanotubes)

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

Neposredni voditelj: Dr. sc. Mateja Budetić

Osijek, 2019. godina

## Sažetak

Površinski aktivne tvari ili tenzidi bifunkcionalni su organski spojevi s hidrofilnim i hidrofobnim djelom koji imaju tendenciju nakupljanja između dvije faze. Dije se na anionske, kationske, amfolitske i neionske. Anionski tenzidi u vodi disociraju dajući negativno nabijene organske ione koji su površinski aktivni. Mogu se odrediti korištenjem kromatografskih, titracijskih, spektrofotometrijskih i drugih metoda. Prilikom određivanja anionskih tenzida titracijskim metodama, uglavnom se koriste ionsko-selektivne elektrode (ISE) koje služe kao potenciometrijski senzori.

Tijekom potenciometrijskog određivanja anionskih tenzida korišten je senzor temeljen na funkcionaliziranim ugljikovim nanocjevčicama i tetrafenilboratu (MWCNT-TPB). Određivan je utjecaj koncentracije titranta na oblik titracijskih krivulja kako bi se odredila najniža koncentracija titranta koja daje analitički uporabljivu završnu točku titracije. Kao titrant korišten je cetilpiridinijev klorid (CPC) koncentracija:  $4 \times 10^{-3} \text{ mol/dm}^3$ ,  $4 \times 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$ ,  $1 \times 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$  i  $4 \times 10^{-5} \text{ mol/dm}^3$ , a kao analit natrijev dodecilsulfat (NaDDS) istih koncentracija.

Ključne riječi: anionski tenzidi, potenciometrijska titracija, ionsko-selektivna elektroda, titrant

## Abstract

Surfactants or surface-active agents are bifunctional organic compounds composed of hydrophilic and hydrophobic groups which have tendency of accumulating between two phases. Surfactants are classified into four types: anionic, cationic, amphoteric and nonionic. Anionic surfactants ionize in water solution into the negatively charged surface active organic ions. Anionic surfactants can be determined using titration methods of analysis, chromatographic methods, spectrometric methods, etc. Nowadays, when determining anionic surfactants through the titration methods of analysis, ion-selective electrodes (ISE) are the most frequently used as potentiometric sensors.

For potentiometric determination of anionic surfactants, the sensor based on functionalized multi-walled carbon nanotubes and tetraphenylborate (MWCNT-TPB) was used. The effect of titrant concentration on the shape of titration curves was investigated in order to determine the lowest titrant concentration that enables reliable end-point location. Cetylpyridinium chloride (CPC) at concentrations:  $4 \times 10^{-3} \text{ mol/dm}^3$ ,  $4 \times 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$ ,  $1 \times 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$  and  $4 \times 10^{-5} \text{ mol/dm}^3$  was used as titrant and the same concentrations of sodium dodecyl sulfate (NaDDS) were used as the analytes.

Keywords: anionic surfactants, potentiometric titration, ion-selective electrode, titrant

## Sadržaj

|                                                                                                |                                     |
|------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------|
| 1. UVOD .....                                                                                  | 5                                   |
| 2. TEORIJSKI DIO .....                                                                         | 6                                   |
| 2.1 Tenzidi.....                                                                               | 6                                   |
| 2.2 Anionski tenzidi .....                                                                     | 7                                   |
| 2.3 Metode određivanja anionskih tenzida.....                                                  | 8                                   |
| 2.4 Potenciometrija .....                                                                      | 8                                   |
| 2.5 Ionsko-selektivne elektrode.....                                                           | 9                                   |
| 3. EKSPERIMENTALNI DIO.....                                                                    | 11                                  |
| 3.1 Reagensi .....                                                                             | 11                                  |
| 3.2 Aparatura.....                                                                             | 11                                  |
| 3.3 Postupak i uvjeti titracije.....                                                           | 13                                  |
| 4. REZULTATI I RASPRAVA .....                                                                  | <b>Error! Bookmark not defined.</b> |
| 4.1 Titracija anionskog tenzida CPC-om koncentracije $4 \times 10^{-3} \text{ mol/dm}^3$ ..... | <b>Error! Bookmark not defined.</b> |
| 4.2 Titracija anionskog tenzida CPC-om koncentracije $4 \times 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$ ..... | 16                                  |
| 4.3 Titracija anionskog tenzida CPC-om koncentracije $1 \times 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$ ..... | 19                                  |
| 4.4 Titracija anionskog tenzida CPC-om koncentracije $4 \times 10^{-5} \text{ mol/dm}^3$ ..... | 22                                  |
| 4.5 Usporedba ispitanih koncentracija analita i titranata.....                                 | 24                                  |
| 5. ZAKLJUČAK .....                                                                             | 27                                  |
| 6. LITERATURA.....                                                                             | <b>Error! Bookmark not defined.</b> |

## 1. UVOD

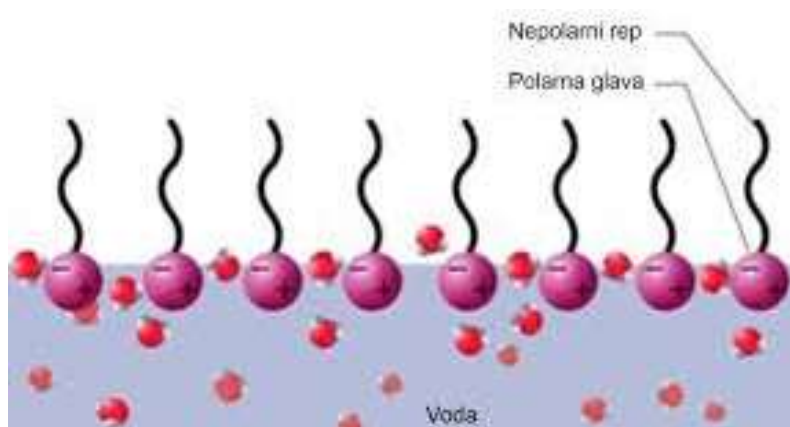
Površinski aktivne tvari ili tenzidi su skupina široko primjenjivih spojeva. Najviše se koriste anionski tenzidi koji su glavni aktivni sastojak proizvoda za pranje i čišćenje. Njihova koncentracija često se određuje potenciometrijski. Potenciometrija je elektroanalitička metoda kojom se mjeri razlika potencijala između indikatorske i referentne elektrode elektrokemijske ćelije uz ravnotežne uvjete.

Cilj ovog rada je bio odrediti najniže koncentracije analita i titranta koje se mogu koristiti za točno i precizno određivanje anionskih tenzida potenciometrijskim senzorom temeljenim na funkcionaliziranim ugljikovim nanocjevčicama i tetrafenilboratu (MWCNT-TPB).

## 2. TEORIJSKI DIO

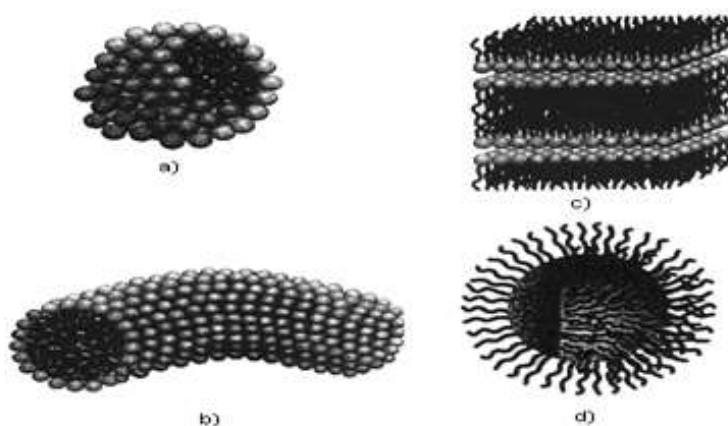
### 2.1 Tenzidi

Površinski aktivne tvari ili tenzidi su organski spojevi. Sastoje se od dva dijela: hidrofobnog „repa“ i hidrofilne „glave“ zbog čega teže nakupljanju na granici dviju faza (Slika 1). Hidrofilna glava može biti električki nabijena ili neutralna polarna skupina. Rep se sastoji od dugačkih ugljikovodikovih lanaca (8-20 C atoma). Površinski aktivne tvari dijele se na kationske (kvaterne amonije soli), anionske (alkilbenzosulfonati), amfolitske (alkilbetaini) i neionske (etoksilati masnih kiselina) [1].



Slika 1. Molekule tenzida [2].

Dva svojstva odlikuju tenzide, a to su: molekulsko samoudruživanje i adsorpcija. Adsorpcija je težnja nakupljanju molekula tenzida na granici dvije faze pri čemu se hidrofilni dio uvijek okreće prema vodi. Molekule tenzida mogu se udruživati međusobno u organizirane strukture (Slika 2).



Slika 2. Prikaz oblika micela: a) i d) sferna, b) cilindrična, c) dvosloj [3]

Formiranjem micela hidrofobni djelovi su okrenuti tako da budu izvan vode, a hidrofilne glave ostaju u vodi. Tenzidi postoje kao monomeri do granične koncentracije koja se naziva kritična micelarna koncentracija (CMC) [4].

## 2.2 Anionski tenzidi

Anionski tenzidi najstariji su tip tenzida i najčešće upotrebljavani. U vodenim otopinama mogu ionizirati i dati površinski aktivne organske ione koji su negativno nabijeni. Sadrže hidrofobni (alkilni lanci različitih duljina, alkilbenzeni, alkilfenil eteri i dr.) i hidrofilni dio (sulfati, sulfonati, fosfati, karboksilne skupine i dr.). Adsorpcijom mijenjaju površinska svojstva krutina i tako povećavaju topljivost spojeva teško topljivih u vodi. Anionski tenzidi se jako pjene i najdjelotvorniji su od svih tenzida za uklanjanje nečistoća s prirodnih tkanina. Zbog lakog raspršenja koriste se u praškastim deterdžentima. Zbog osjetljivosti anionskih tenzida na tvrdoću vode, tvrdoj vodi se dodaju tvari poput etilendiamintetraoctene kiseline (EDTA) za kompleksiranje kalcija (Ca) i magnezija (Mg) [5].

Prema kemijskoj strukturi lipofilnog dijela molekule, anionski tenzidi se dijele na: sapune, alkilbenzensulfonate, linearne alkilbenzensulfonate, alkilsulfate masnih alkohola, sekundarne alkansulfonate, olefinsulfonate, metiletersulfonate. Alkilbenzensulfonati (ABS) su anionski tenzidi s razgranatim alkilnim lancem i teško se razgrađuju dok se linearni alkilbenzensulfonati (LAS) lako i brzo razgrađuju u aerobnim uvjetima [1].

## 2.3 Metode određivanja anionskih tenzida

Anionski tenzidi se mogu određivati pomoću titracijskih metoda kao što su potenciometrijske, vizualne i turbidimetrijske titracije, pomoću spektrofotometrijskih metoda kao što je MBAS-metoda, pomoću kromatografskih metoda i analizom injektiranjem u protok. Titracijske metode široku primjenu pronašle su u kvantitativnoj analizi ionskih tenzida [1]. One se zasnivaju na stvaranju ionskih asocijata anionskih tenzida s kationskim titrantima (Jednadžba 1):



$\text{Cat}^+$ : veliki kationi

$\text{An}^-$ : anioni anionskih tenzida.

Završna točka se može odrediti vizualno (prisustvo nekog indikatora) ili instrumentalno (uz odgovarajući senzor - potenciometrijski, optički, turbidimetrijski, tenzidimetrijski) [6].

## 2.4 Potenciometrija

Elektroanalitička metoda koja služi za mjerenje razlike potencijala između referentne i indikatorske elektrode uz ravnotežne uvjete naziva se potenciometrija. Potenciometrijsko određivanje tenzida temeljeno je na sposobnosti oblikovanja ionskih parova s ionima suprotnog naboja (Jednadžba 1).

Ionski parovi nisu topljivi u vodi te se mogu ekstrahirati s nepolarnim otapalima. Tijekom mjerenja kroz sustav teče struja malog značaja te ne utječe na mjerljivo stanje ravnoteže na elektrodama. Izmjereni potencijal proporcionalan je logaritmu aktiviteta analita. Kalomelova elektroda i srebro/srebrov klorid elektroda se najčešće koriste kao referentne elektrode. To su elektrode poznatog potencijala i potpuno neovisne o koncentraciji analita. Pri prolasku malih struja one zadržavaju konstantni potencijal. Univerzalna referentna elektroda je standardna vodikova elektroda. Dogovoreno je da je anoda uvijek referentna elektroda, a umjesto standardne vodikove elektrode, radi jednostavnosti, u praksi se često koriste sekundarne referentne elektrode. Radna elektroda čiji potencijal ovisi o koncentraciji ispitivane vrste u otopini je indikatorska elektroda. Ona bi trebala dati reproducibilan i brz te visoko selektivan

odziv na ione analita. Razlikuju se metalne i membranske indikatorske elektrode. Prve djeluju prijelazom elektrona površinom kojom se dodiruju elektroda i otopina dok druge djeluju prijelazom iona s jedne na drugu stranu membrane [1]. Podgrupa membranskih elektroda su elektrode s tekućom membranom, kod kojih se naboj prenosi ionima između otopine analita i izmjenjivačke tvari u membrani, a potencijal nastaje kao rezultat razlike u aktivitetima između analita iz unutrašnje i vanjske otopine [6].

Nernstovim izrazom određen je potencijal indikatorske elektrode (Jednadžba 2):

$$E = E^{\circ} + \frac{2,303 \cdot RT}{nF} \log a$$

gdje je:

$E$  = izmjereni potencijal

$E^{\circ}$  = standardni elektrodni potencijal

$R$  = opća plinska konstanta, iznosi 8,314 J/Kmol

$T$  = temperatura (u Kelvinima)

$n$  = naboj iona

$F$  = Faradayeva konstanta, 96500 C

$a$  = aktivitet analita.

Izraz vrijedi pri idealnim uvjetima, tj. kada elektroda ima odziv samo na ione analita. Aktivitet predstavlja efektivnu koncentraciju iona koja je najčešće manja od stvarne koncentracije [6].

## 2.5 Ionsko selektivne elektrode

Ionsko selektivne elektrode, ISE (eng. *ion-selective electrode*) elektrokemijski su senzori za potenciometrijsko određivanje analita. Mjerenje se odvija u elektrokemijskoj mjernoj ćeliji. Ćelija se sastoji od ionsko-selektivne i referentne elektrode. Membrana ISE je odgovorna za selektivno i osjetljivo prepoznavanje određenog iona. S obzirom na membranu, ISE mogu se podijeliti na elektrode s ionsko-izmjenjivačkom membranom i na elektrode sa čvrstom membranom.

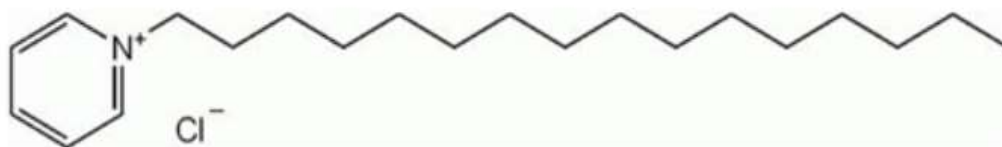
Elektrode sa čvrstom membranom imaju membrane sastavljene od jedne ili više kristalnih tvari. Njihov potencijal ovisi o koncentraciji iona koji prenose naboj uz njenu površinu. Membrane elektroda s ionsko-izmjenjivačkom membranom sadrže tvar koja može

izmjenjivati ione. One mogu biti napravljene od posebne vrste stakla (npr. staklena pH-elektroda) ili od organske ionsko-izmjenjivačke tvari koja je otopljena u pogodnom otapalu u plastičnom matriksu. Njihov potencijal se određuje izmjenom iona iz otopine s ionima koji su vezani za izmjenjivačku tvar u membrani [7].

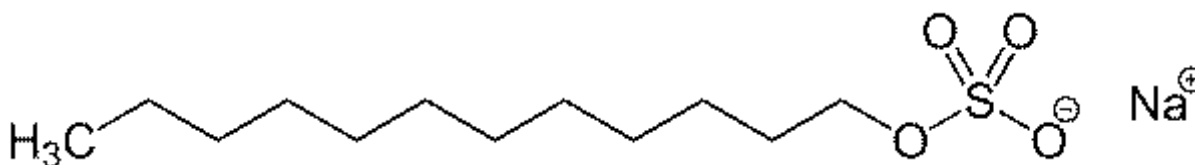
### 3. EKSPERIMENTALNI DIO

#### 3.1 Reagensi

Kao titrant koristio se cetilpiridinijev klorid (CPC, Merck, Njemačka, slika 3.) različitih koncentracija:  $4 \times 10^{-3} \text{ mol/dm}^3$ ,  $1 \times 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$ ,  $4 \times 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$ ,  $4 \times 10^{-5} \text{ mol/dm}^3$ . Kao analit korištena je otopina natrijevog dodecilsulfata (NaDDS, Fluka, Švicarska, slika 4.) istih koncentracija.



Slika 3. CPC,  $\text{C}_{21}\text{H}_{38}\text{ClN}$ ,  $M_r = 358,00$  [3].

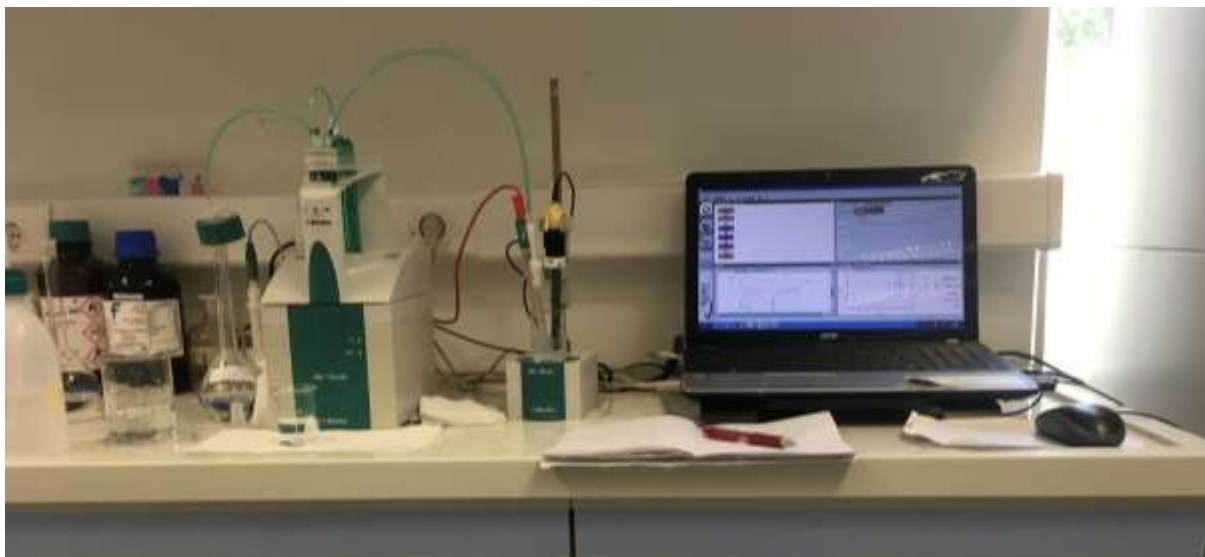


Slika 4. NaDDS,  $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_4\text{S}$ ,  $M_r = 288,38 \text{ g/mol}$  [8].

Otopine su priređene u deioniziranoj vodi.

#### 3.2 Aparatura

Za provedbu potenciometrijskih titracija upotrebljen je automatski univerzalni titrator (794 *Basic Titrino*, Metrohm, Švicarska) uz izmjenjivu jedinicu za doziranje (806 *Exchange unit*, Metrohm, Švicarska) i magnetsku mješalicu (801 *Stirrer Titration Stirrer*, Metrohm, Švicarska) (Slika 5.). Uređaj je kontroliran Tiamo 1.1. komercijalnim programom (Metrohm, Švicarska).



Slika 5. Korištena aparatura.

Za mjerenje je korištena ISE s plastificiranim djelom unutar kojeg je spektrografski grafitni štapić promjera 6 mm. Grafitna površina je ispolirana brusnim papirom nakon čega je na nju nanesen sloj grafena te membrana. Kao senzorski materijal te elektrode korišten je 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, a unutrašnji elektrolit bila je otopina kalijeva klorida (KCl) koncentracije  $3 \text{ mol/dm}^3$ . Na slici 6 prikazan je korišteni elektrodni sustav.



Slika 6. Korišten elektrodni sustav.

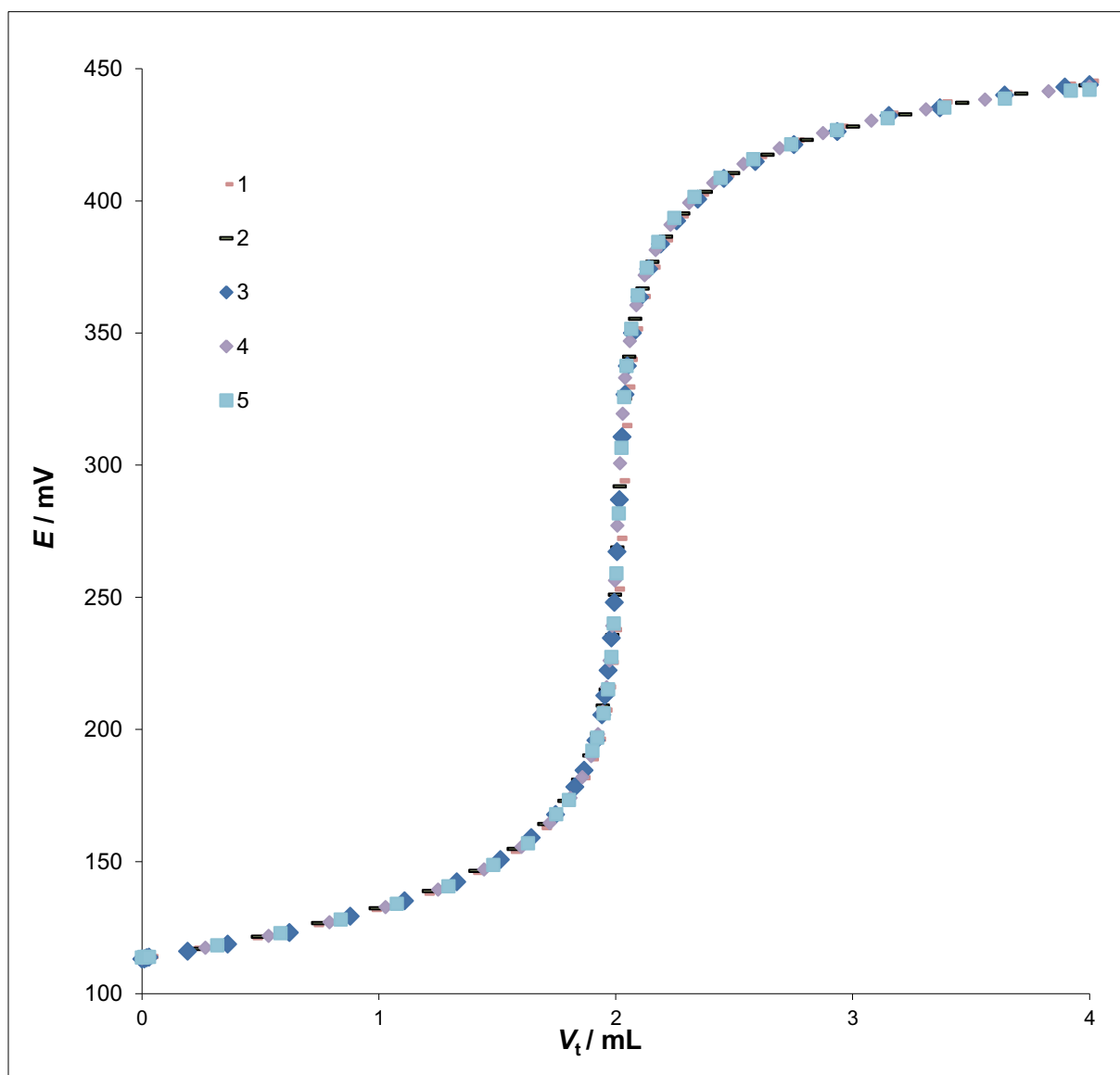
### 3.3 Postupak i uvjeti titracije

Ispitan je utjecaj titranta na određivanje anionskih tenzida u čistim sustavima s ionsko-selektivnom elektrodom koja sadrži MWCNT-TPB senzorski materijal. Mjerenja su izvršena pri sobnoj temperaturi uz upotrebu magnetske mješalice, bez podešavanja ionske jakosti i pH. Titracije su provedene tako da se u 2 mL NaDDS-a koncentracije  $4 \times 10^{-3} \text{ mol/dm}^3$  dodalo 23 mL destilirane vode. Kao titrant je upotrebljena otopina CPC-a koncentracije  $4 \times 10^{-3}$ . Isto je ponovljeno s ostalim koncentracijama navedenih otopina ( $1 \times 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$ ,  $4 \times 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$ ,  $4 \times 10^{-5} \text{ mol/dm}^3$ ). Titracijske krivulje konstruirane su kao ovisnost elektrodnog potencijala o volumenu titranta pomoću programa Microsoft Office Excell 2010. Za svaki uzorak NaDDS-a i CPC-a određenih koncentracija napravljena je serija od 5 titracija. Titrator je podešen za rad u DET i MET modu.

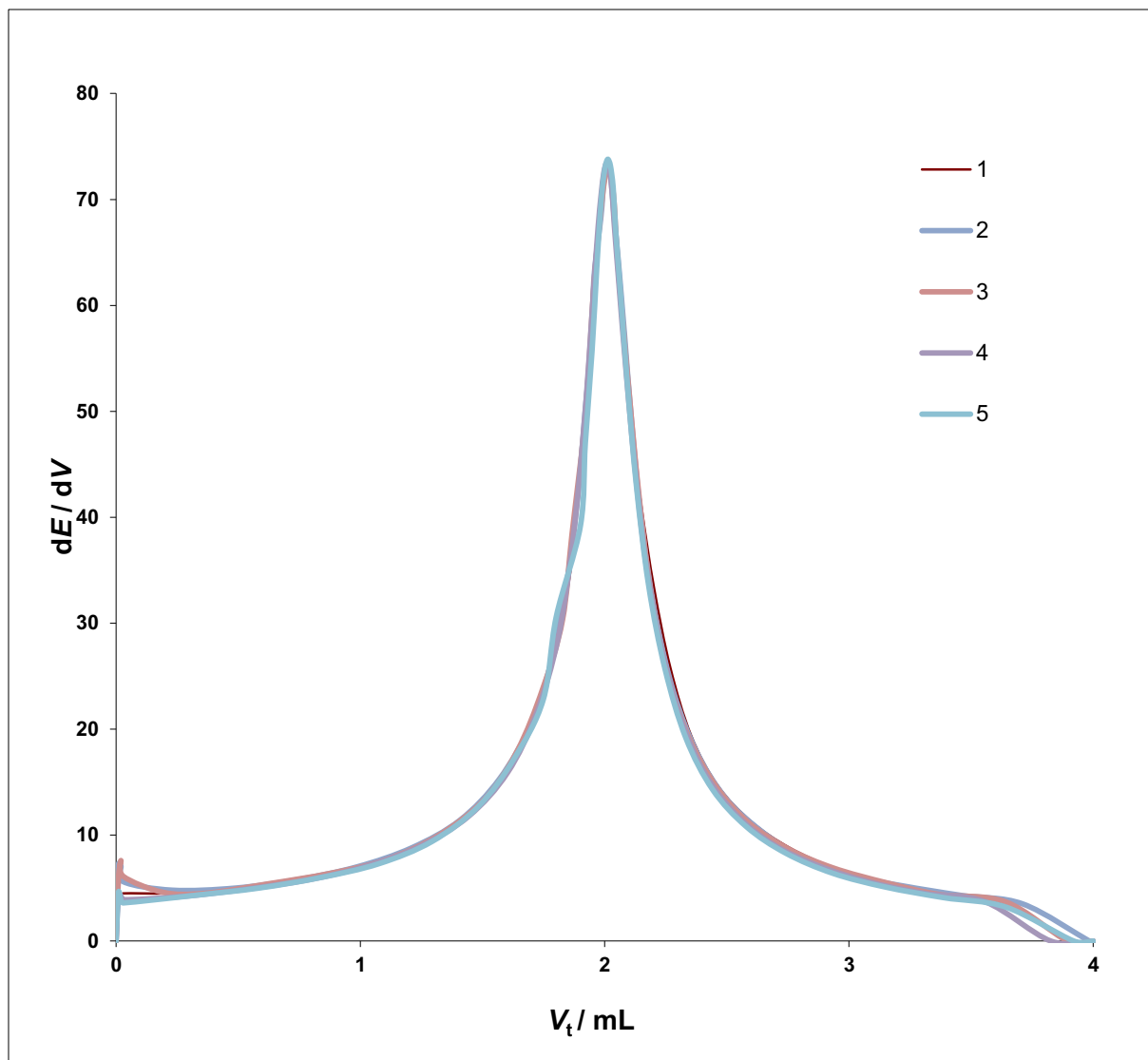
## 4. REZULTATI I RASPRAVA

### 4.1 Titracija anionskog tenzida CPC-om koncentracije $4 \times 10^{-3} \text{ mol/dm}^3$

Kao indikator točke ekvivalencije (EP) u potenciometrijskim titracijama korištena je MWCNT-TPB elektroda. Titrant je otopina CPC-a koncentracije  $4 \times 10^{-3} \text{ mol/dm}^3$  dok je analit NaDDS koncentracije  $4 \times 10^{-3} \text{ mol/dm}^3$ . Rezultati mjerenja prikazani su pomoću titracijskih i derivacijskih krivulja na slikama 7 i 8.



Slika 7. Titracijske krivulje dobivene korištenjem otopina NaDDS-a koncentracije  $c = 4 \times 10^{-3} \text{ mol/dm}^3$  kao analita i otopine CPC-a koncentracije  $c = 4 \times 10^{-3} \text{ mol/dm}^3$  kao titranta.



Slika 8. Derivacijske krivulje ( $\Delta E/\Delta V$ ) za određivanje točke ekvivalencije pri potenciometrijskoj titraciji otopine NaDDS-a ( $c = 4 \times 10^{-3} \text{ mol/dm}^3$ ) otopinom CPC-a ( $c = 4 \times 10^{-3} \text{ mol/dm}^3$ ).

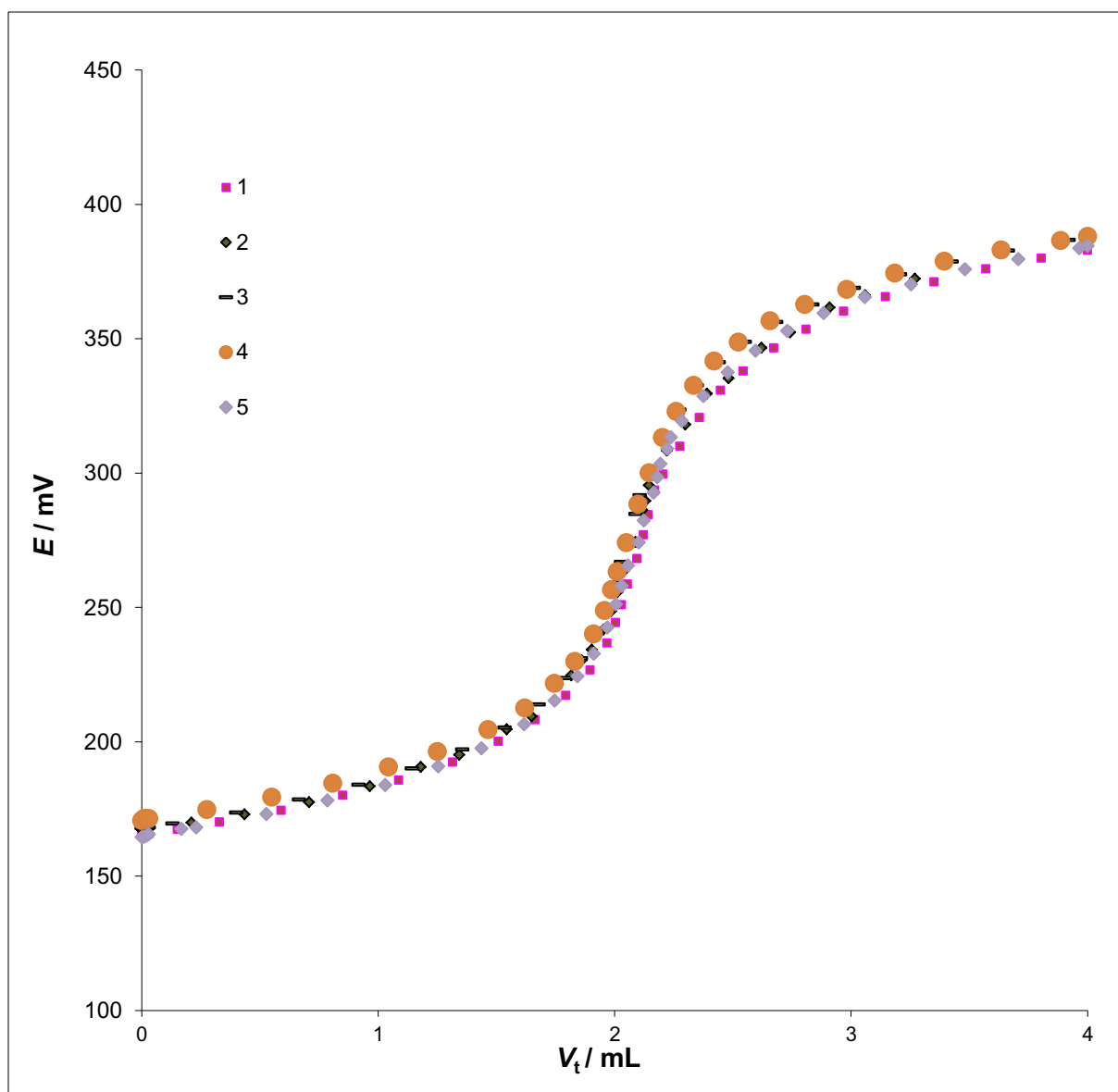
Rezultati mjerenja dani su u Tablici 1. Svi rezultati dobiveni su na temelju 5 mjerenja.

Tablica 1. Statistika vrijednosti dobivenih potenciometrijskim titracijama otopine NaDDS-a  $c = 4 \times 10^{-3} \text{ mol/dm}^3$  s otopinom CPC-a  $c = 4 \times 10^{-3} \text{ mol/dm}^3$ .

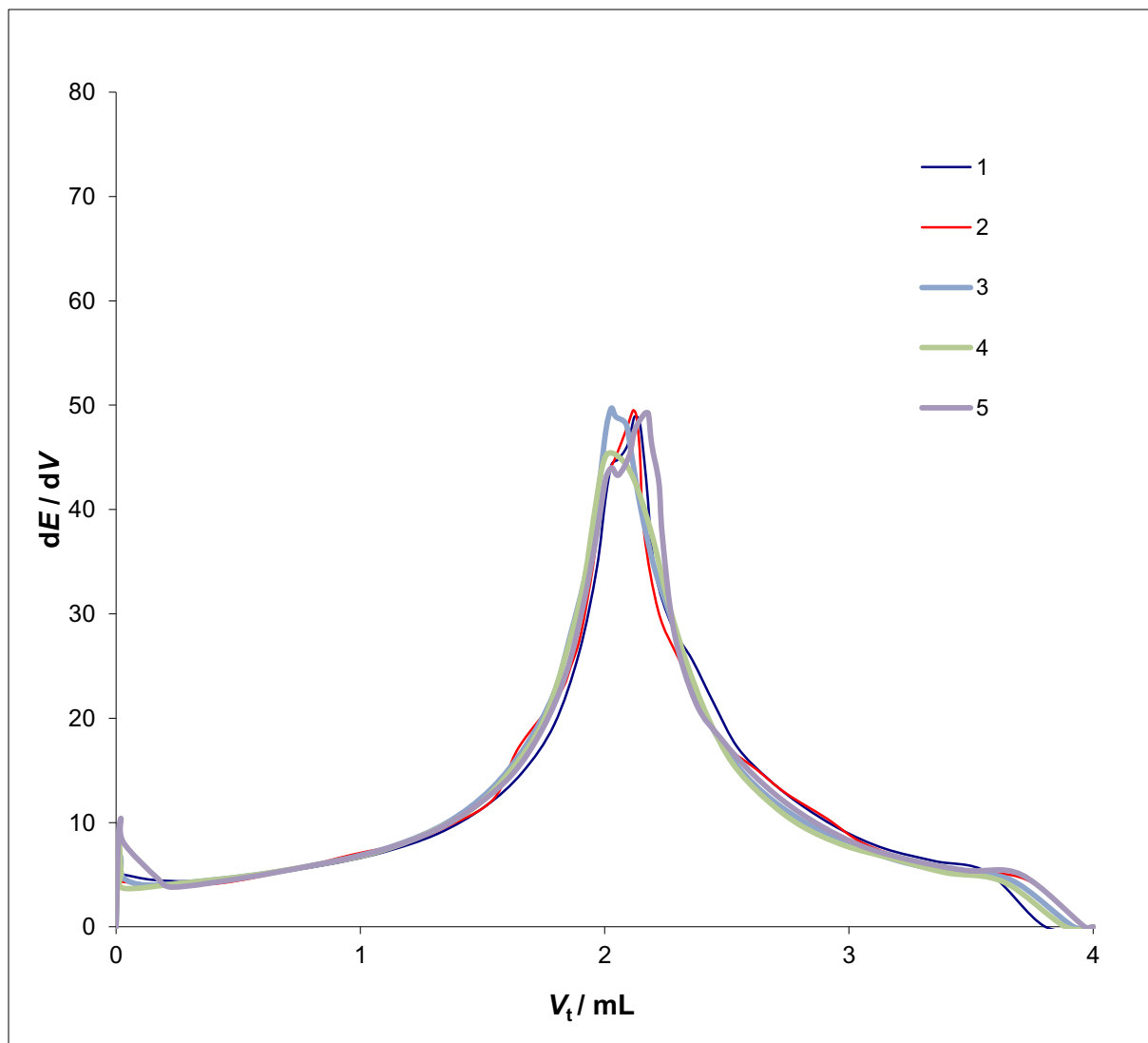
|                                 |     |                   |
|---------------------------------|-----|-------------------|
| <b>Koncentracija titranta/M</b> |     | $4 \cdot 10^{-3}$ |
| Skok potencijala u EP/mV        |     | 287,5             |
| Vrijednost potencijala u EP/mV  |     | $283,5 \pm 4,9$   |
| Vrijednost prve derivacija u EP |     | $73,2 \pm 0,5$    |
| Točnost/%                       |     | 100,69            |
| Preciznost                      | SD  | 0,1373            |
|                                 | RSD | 0,0014            |
|                                 | CV  | 0,1364            |

## 4.2 Titracija anionskog tenzida CPC-om koncentracije $4 \times 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$

Kao indikator točke ekvivalencije u potenciometrijskim titracijama korištena je MWCNT-TPB elektroda. Titrant je otopine CPC-a koncentracije  $c = 4 \times 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$ , a analit je otopina NaDDS-a koncentracije  $c = 4 \times 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$ . Rezultati mjerenja prikazani su pomoću titracijskih i derivacijskih krivulja na slikama 9 i 10.



Slika 9. Tiracijske krivulje dobivene korištenjem NaDDS-a koncentracije  $c = 4 \times 10^{-4}$  mol/dm<sup>3</sup> kao analita i otopine CPC-a koncentracije  $c = 4 \times 10^{-4}$  mol/dm<sup>3</sup> kao titranta.



Slika 10. Derivacijske krivulje ( $\Delta E/\Delta V$ ) za određivanje točke ekvivalencije pri potenciometrijskoj titraciji otopine NaDDS-a ( $c = 4 \times 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$ ) otopinom CPC-a ( $c = 4 \times 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$ ).

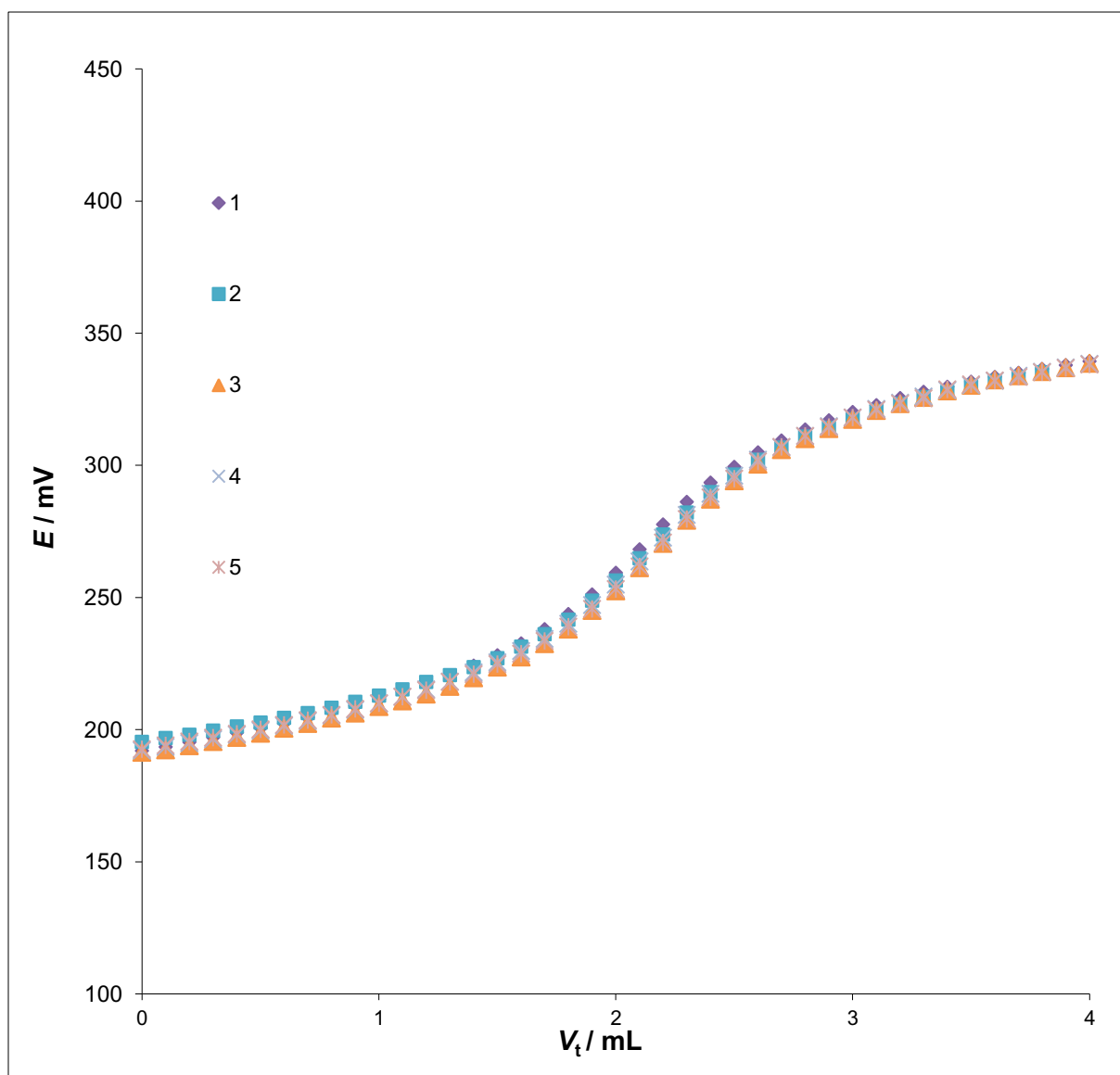
Rezultati mjerenja prikazani su u Tablici 2. Svi rezultati dobiveni su na temelju 5 mjerenja.

Tablica 2. Statistika vrijednosti dobivenih potenciometrijskim titracijama otopine NaDDS-a  $c = 4 \times 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$  s otopinom CPC-a  $c = 4 \times 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$ .

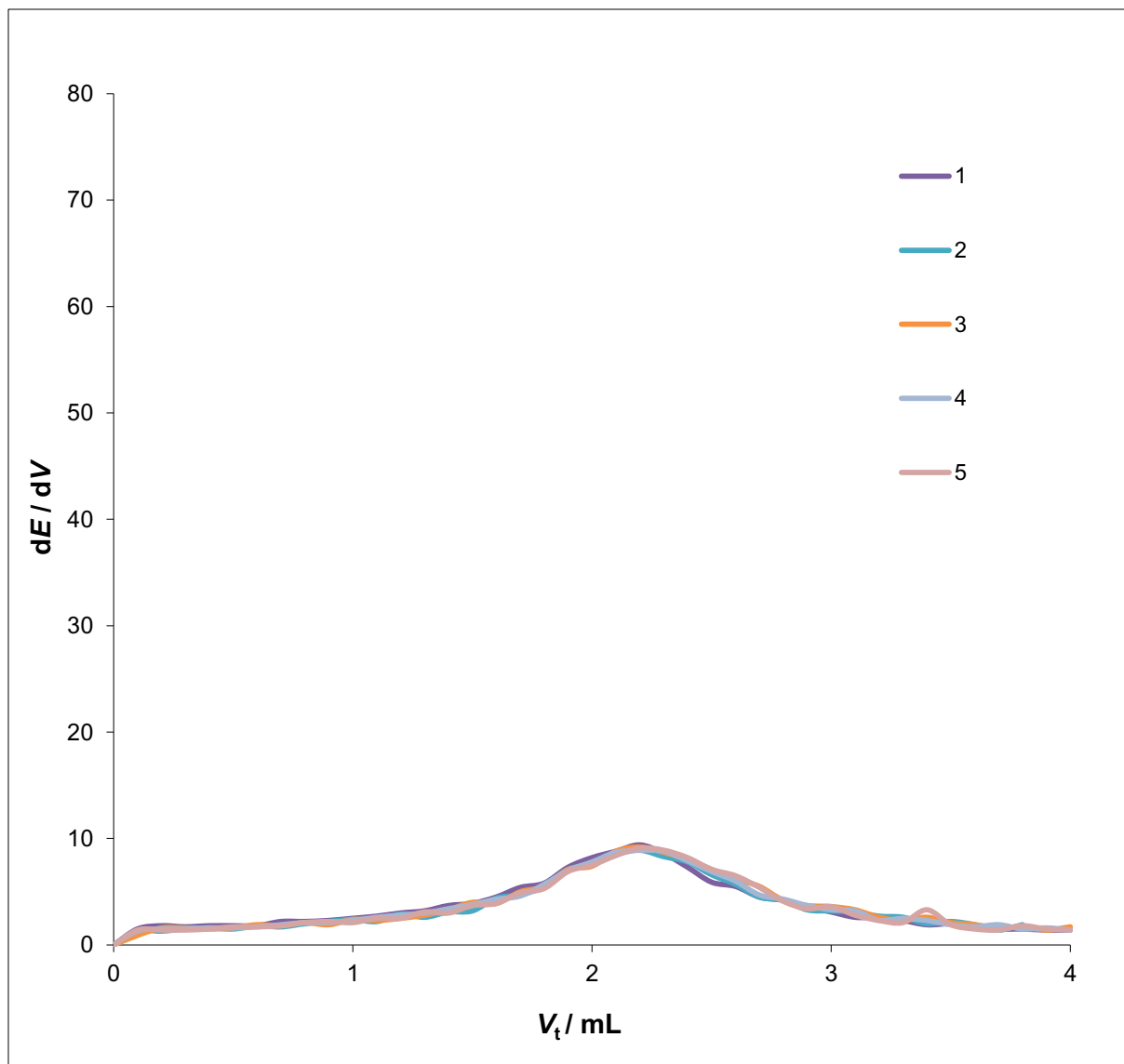
|                                 |     |                   |
|---------------------------------|-----|-------------------|
| <b>Koncentracija titranta/M</b> |     | $4 \cdot 10^{-4}$ |
| Skok potencijala u EP/mV        |     | 188,1             |
| Vrijednost potencijala u EP/mV  |     | $258,4 \pm 8,9$   |
| Vrijednost prve derivacija u EP |     | $48,5 \pm 2,2$    |
| Točnost/%                       |     | 100,87            |
| Preciznost                      | SD  | 0,5855            |
|                                 | RSD | 0,0058            |
|                                 | CV  | 0,5805            |

#### 4.3 Titracija anionskog tenzida CPC-om koncentracije $1 \times 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$

Kao indikator točke ekvivalencije u potenciometrijskim titracijama korištena je MWCNT-TPB elektroda. Titrant je otopina CPC-a koncentracije  $1 \times 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$ , a analit je otopina NaDDS-a koncentracije  $1 \times 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$ . Rezultati mjerenja prikazani su pomoću titracijskih i derivacijskih krivulja na slikama 11 i 12.



Slika 11. Titracijske krivulje dobivene korištenjem otopina NaDDS-a koncentracije  $c = 1 \times 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$  kao analita i otopine CPC-a koncentracije  $c = 1 \times 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$  kao titranta.



Slika 12. Derivacijske krivulje ( $\Delta E/\Delta V$ ) za određivanje točke ekvivalencije pri potencijometrijskoj titraciji otopine NaDDS-a ( $c = 1 \times 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$ ) otopinom CPC-a ( $c = 1 \times 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$ ).

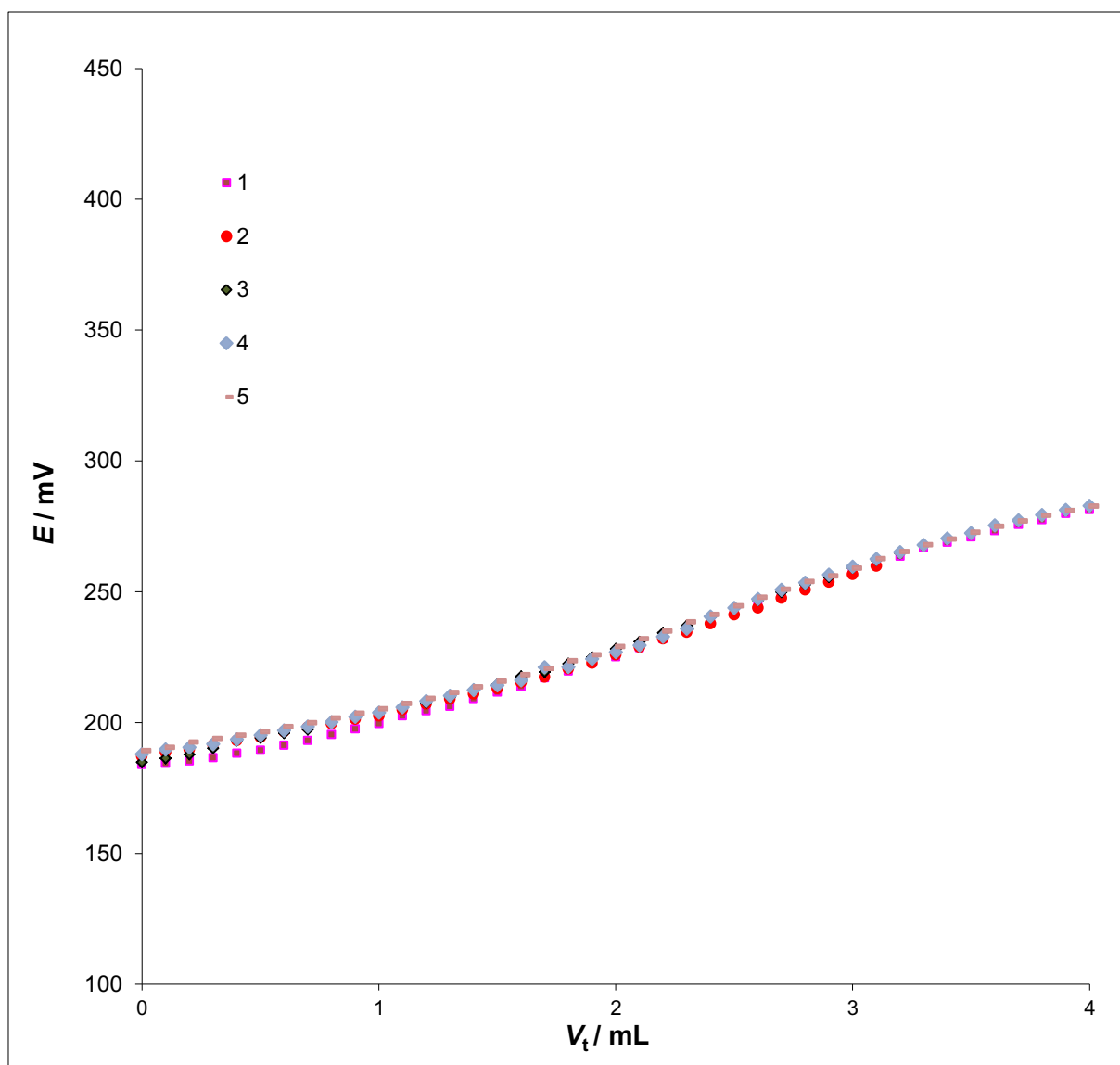
Rezultati mjerenja prikazani su u Tablici 3. Svi rezultati dobiveni su na temelju 5 mjerenja.

Tablica 3. Statistika vrijednosti dobivenih potenciometrijskim titracijama otopine NaDDS-a  $c = 1 \times 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$  s otopinom CPC-a  $c = 1 \times 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$ .

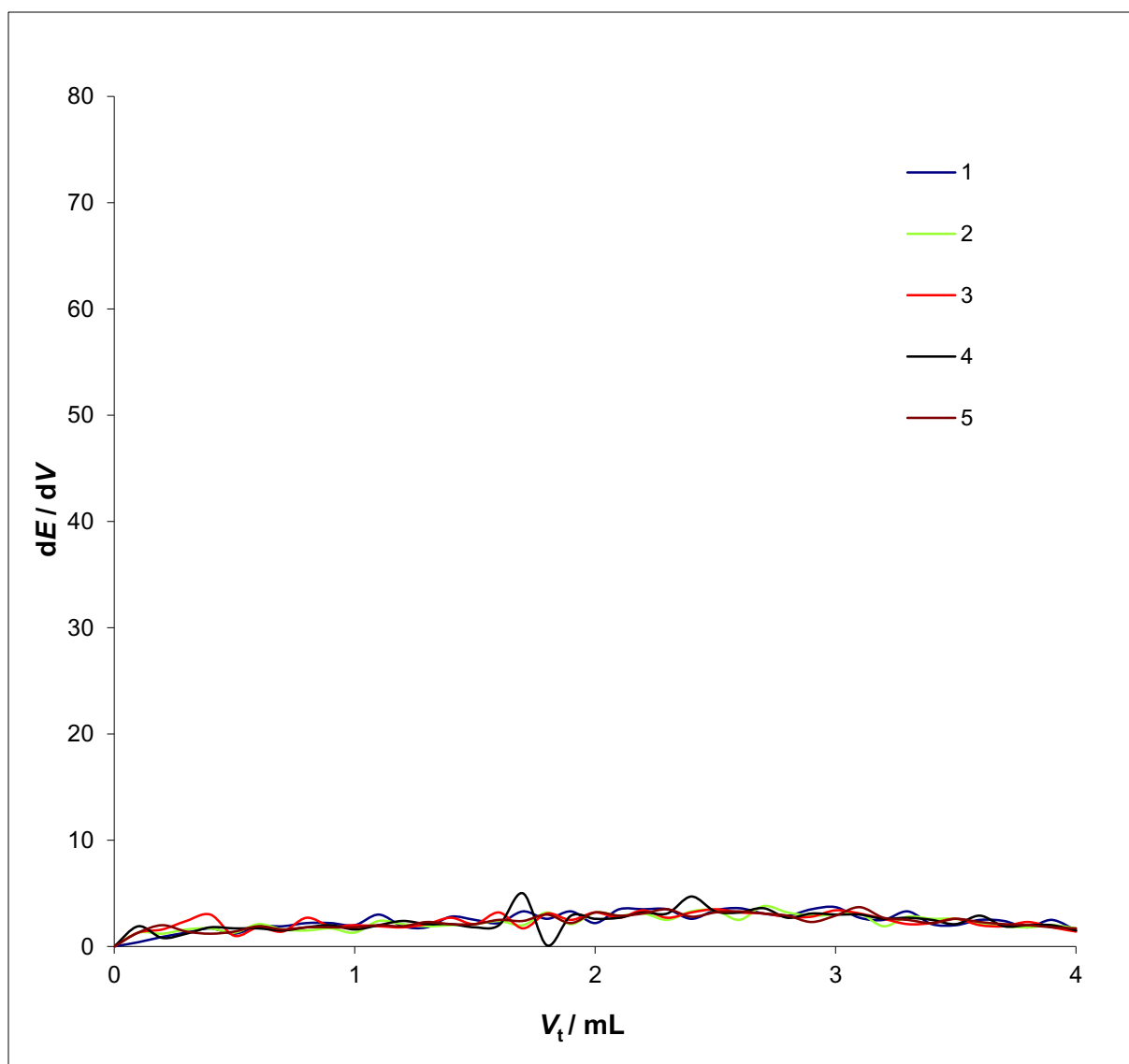
|                                 |     |                   |
|---------------------------------|-----|-------------------|
| <b>Koncentracija titranta/M</b> |     | $1 \cdot 10^{-4}$ |
| Skok potencijala u EP/mV        |     | 114,1             |
| Vrijednost potencijala u EP/mV  |     | $268,8 \pm 3,6$   |
| Vrijednost prve derivacija u EP |     | $9,1 \pm 0,25$    |
| Točnost/%                       |     | 107,68            |
| Preciznost                      | SD  | 0,8799            |
|                                 | RSD | 0,0082            |
|                                 | CV  | 0,8171            |

#### 4.4 Titracija anionskog tenzida CPC-om koncentracije $4 \times 10^{-5} \text{ mol/dm}^3$

Kao indikator točke ekvivalencije u potenciometrijskim titracijama korištena je MWCNT-TPB elektroda. Titrant je otopina CPC-a koncentracije  $c = 4 \times 10^{-5} \text{ mol/dm}^3$ , a analit je otopina NaDDS-a koncentracije  $c = 4 \times 10^{-5} \text{ mol/dm}^3$ . Rezultati mjerenja prikazani su pomoću titracijskih i derivacijskih krivulja na slikama 13 i 14. Iako krivulje prve derivacije ne pokazuju izražen skok, iz podataka je moguće odrediti točku ekvivalencije.



Slika 13. Titracijske krivulje dobivene korištenjem NaDDS-a koncentracije  $c = 4 \times 10^{-5} \text{ mol/dm}^3$  kao analita i otopine CPC-a koncentracije  $c = 4 \times 10^{-5} \text{ mol/dm}^3$  kao titranta.

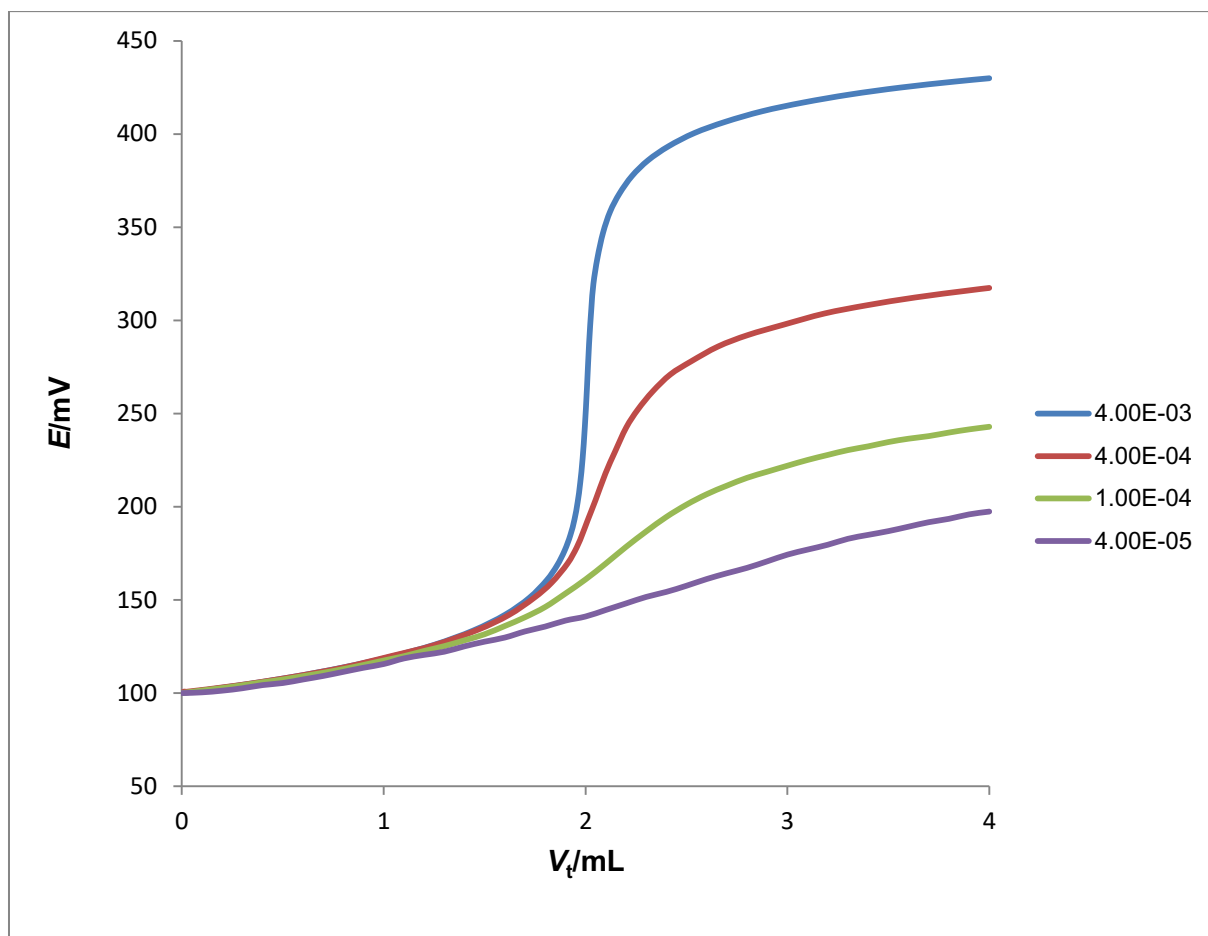


Slika 14. Derivacijske krivulje ( $\Delta E/\Delta V$ ) za određivanje točke ekvivalencije pri potenciometrijskoj titraciji otopine NaDDS-a ( $c = 4 \times 10^{-5} \text{ mol/dm}^3$ ) otopinom CPC-a ( $c = 4 \times 10^{-5} \text{ mol/dm}^3$ ).

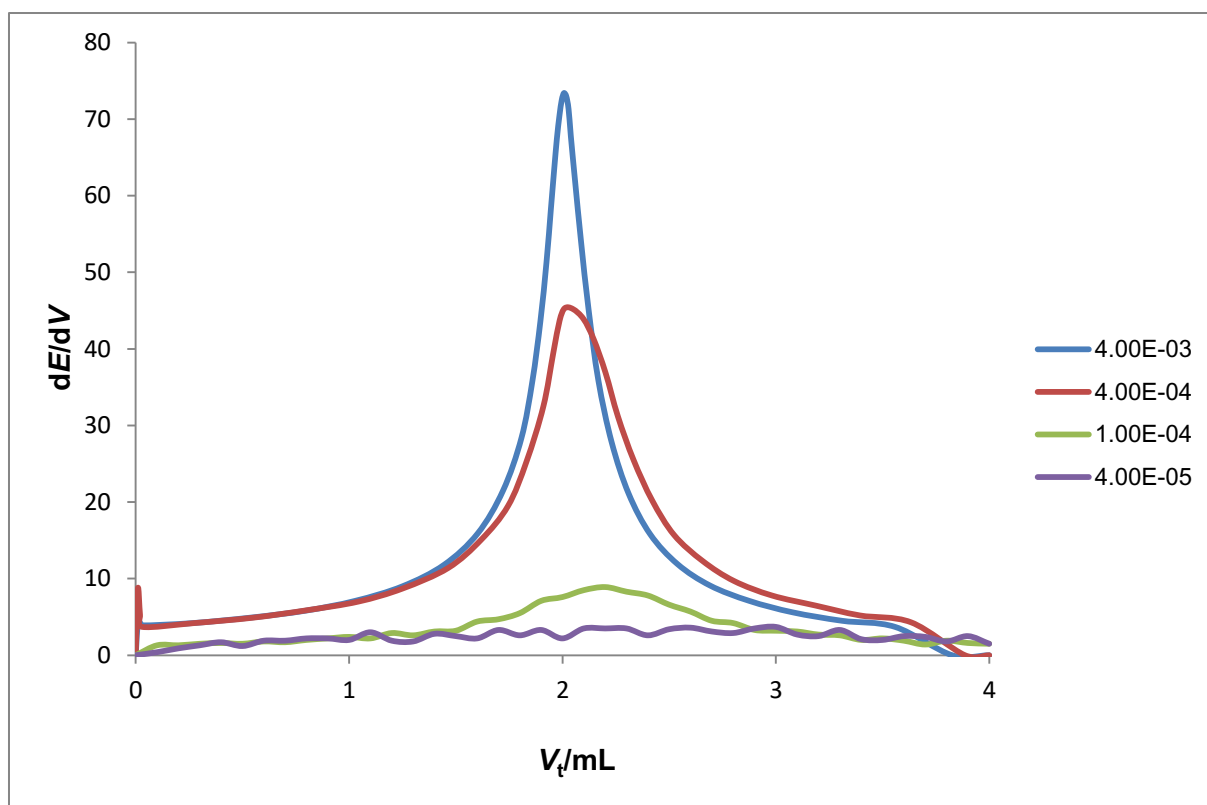
#### 4.5 Usporedba ispitanih koncentracija analita i titranata

Slike 15 i 16 te tablica 4 prikazuju usporedbe svih krivulja potenciometrijskih titracija anionskog tenzida s kationskim titrantom različitih koncentracija:  $4 \times 10^{-3} \text{ mol/dm}^3$ ,  $4 \times 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$ ,  $1 \times 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$ ,  $4 \times 10^{-5} \text{ mol/dm}^3$  te usporedbe dobivenih derivacijskih krivulja. Skokovi potencijala su bili u području od 59,8 mV do 287,5 mV. Od četiri ispitane koncentracije, ona najveća tj.  $4 \times 10^{-3} \text{ mol/dm}^3$  pokazala se kao najbolja. Sve ispitane koncentracije titranta osim najmanje daju izražen skok potencijala u završnoj točki te

analitički uporabljivu i pouzdanu točku infleksije. Čak i korištenjem najmanje ispitane koncentracije moguće je odrediti završnu točku titracije uz prihvatljivu točnost.



Slika 15. Titracijske krivulje NaDDS-a koncentracija:  $4 \times 10^{-3} \text{ mol/dm}^3$ ,  $4 \times 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$ ,  $1 \times 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$ ,  $4 \times 10^{-5} \text{ mol/dm}^3$  dobivene koristeći CPC istih koncentracija kao titrant.



Slika 16. Derivacijske krivulje ( $\Delta E/\Delta V$ ) za određivanje točke ekvivalencije pri potenciometrijskoj titraciji NaDDS-a koncentracija:  $4 \times 10^{-3} \text{ mol/dm}^3$ ,  $4 \times 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$ ,  $1 \times 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$ ,  $4 \times 10^{-5} \text{ mol/dm}^3$  dobivene koristeći kao titrant CPC istih koncentracija.

Tablica 4. Statistika određivanja NaDDS-a korištenjem različitih koncentracija titransa CPC-a.

| Koncentracija titranta/M       |     | $4 \cdot 10^{-3}$ | $4 \cdot 10^{-4}$ | $1 \cdot 10^{-4}$ | $4 \cdot 10^{-5}$ |
|--------------------------------|-----|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|
| Skok potencijala u EP/mV       |     | 287,5             | 188,1             | 114,1             | 59,8              |
| Vrijednost potencijala u EP/mV |     | $283,5 \pm 4,9$   | $258,4 \pm 8,9$   | $268,8 \pm 3,6$   | $232,9 \pm 1,2$   |
| Prva derivacija u EP           |     | $73,2 \pm 0,5$    | $48,5 \pm 2,2$    | $9,1 \pm 0,25$    | $3,8 \pm 0,7$     |
| Točnost/%                      |     | 100,69            | 100,87            | 107,68            | 110,00            |
| Preciznost                     | SD  | 0,1373            | 0,5855            | 0,8799            | -                 |
|                                | RSD | 0,0014            | 0,0058            | 0,0082            | -                 |
|                                | CV  | 0,1364            | 0,5805            | 0,8171            | -                 |

Na temelju podataka iz tablice 4, vidljivo je da ispitivani senzor čak i pri niskim koncentracijama titranta daje rezultate zadovoljavajuće točnosti.

## 5. ZAKLJUČAK

Ispitivan je utjecaj različitih koncentracija titranta na određivanje anionskih tenzida potenciometrijskom titracijom koristeći ISE sa senzorskim materijalom MWCNT-TPB. Izvedene su titracije NaDDS-a i CPC-a istih koncentracija:  $4 \times 10^{-3} \text{ mol/dm}^3$ ,  $4 \times 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$ ,  $1 \times 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$  i  $4 \times 10^{-5} \text{ mol/dm}^3$ . Proučavani su volumen titranta utrošen za postizanje ekvivalentne točke tj. točnost, skok potencijala i prva derivacija u točki ekvivalencije. Visine skokova potencijala u točkama ekvivalencije bile su u području od 59,8 mV do 287,5 mV. Najveći skok potencijala i najveća točnost dobiveni su korištenjem koncentracije  $c = 4 \times 10^{-3} \text{ mol/dm}^3$ . Najmanja, ali ipak prihvatljiva i analitički uporabljiva razina točnosti dobivena je korištenjem titranta koncentracije  $c = 4 \times 10^{-5} \text{ mol/dm}^3$ . Na temelju dobivenih podataka zaključeno je da ispitani senzor čak i pri vrlo niskim koncentracijama daje rezultate zadovoljavajuće točnosti.

## 6. LITERATURA

1. M. Sak-Bosnar, Odabrana poglavlja analitičke kemije, [http://kemija.unios.hr/nastava/nastavni\\_materijali/odabrana\\_poglavlja\\_analiticke%20kemije/ODABRANA\\_POGLAVLJA\\_ANALITICKE\\_KEMIJE.ppt](http://kemija.unios.hr/nastava/nastavni_materijali/odabrana_poglavlja_analiticke%20kemije/ODABRANA_POGLAVLJA_ANALITICKE_KEMIJE.ppt) (01.07.2019.)
2. <https://encrypted-tbn0.gstatic.com/images?q=tbn:ANd9GcQsIicF32TbOU0nYI3jSkV7hYxycGwoLM5bWqna701YT6RyJSF9Rw> (11.09.2019.)
3. T. Perković, Odabir titransa za određivanje anionskih tenzida novim potenciometrijskim senzorom, Završni rad, 2014.
4. S. Papić, *Tenzidi* [http://slidegur.com/doc/1544750/tenzidi\\_1---fakultet-kemijskog-inzenjerstva-i-tehnologije](http://slidegur.com/doc/1544750/tenzidi_1---fakultet-kemijskog-inzenjerstva-i-tehnologije) (01.07.2019.)
5. T. Ivanković, J. Hrenović, Surfactants in the environment, Arh. Hig. Rada Toksikol. 61 (2010) 95-109.
6. D. A. Skoog, F. J. Holler, *Osnove analitičke kemije*, Školska knjiga, Zagreb, 1999.
7. R. J. Farn, Chemistry and technology of surfactants, Blackwell publishing, Oxford, 2006.
8. [https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/thumb/e/e1/Sodium\\_laurylsulfonate\\_V.1.svg/1280px-Sodium\\_laurylsulfonate\\_V.1.svg.png](https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/thumb/e/e1/Sodium_laurylsulfonate_V.1.svg/1280px-Sodium_laurylsulfonate_V.1.svg.png) (11.09.2019.)