Odabir titranta za potenciometrijsko određivanje anionskih tenzida koristeći senzor s funkcionaliziranim ugljikovim nanocjevčicama

Bubnjar, Karlo

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:182:755579

Rights / Prava: In copyright / Zaštićeno autorskim pravom.

Download date / Datum preuzimanja: **2024-03-29**

Repository / Repozitorij:

Repository of the Department of Chemistry, Osijek



Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku

Odjel za Kemiju

Sveučilišni preddiplomski studij kemije

Karlo Bubnjar

Odabir titranta za potenciometrijsko određivanje anionskih tenzida koristeći senzor s funkcionaliziranim ugljikovim nanocjevčicama

(Selection of the titrant for potentiometric determination of anionic surfactants using sensor with functionalized carbon nanotubes)

Završni rad

Mentor: Doc. dr. sc. Mirela Samardžić

Neposredni voditelj: Dr. sc. Mateja Budetić

Osijek, 2019. godina

Sažetak:

Tenzidi su bifunkcionalni organski spojevi koji smanjuju površinsku napetost tekućina. Sastoje se od hidrofilnog i hidrofobnog dijela. U vodenim otopinama disociraju kationski, anionski i amfolitski tenzidi, dok neionski tenzidi ne disociraju. Anionski tenzidi su glavni sastojak deterdženata te se u kućanstvima najčešće koriste, no bitna je njihova kontrola jer mogu djelovati štetno na okoliš i otpadne vode. Metoda kojom se tenzidi vrlo često određuju naziva se potenciometrijska titracija. Sustav za potenciometrijsku titraciju se sastoji od potenciometra, referentne i indikatorske elektrode. Preko potencijala indikatorske elektrode može se odrediti koncentracija iona u otopini u koju je elektroda uronjena.

U ovom radu je kao indikatorska elektroda korištena ionsko-selektivna elektroda s čvrstim kontaktom u kojoj je kao senzorski materijal korišten ionski par izgrađen od funkcionaliziranih višestjenčanih ugljikovih nanocjevčica i tetrafenilborata (MWCNT-TPB). Pri potenciometrijskoj titraciji natrijeva dodecil sulfata koncentracije 4 x 10^{-3} mol/dm^3 su kao titranti korišteni cetilpiridinijev klorid (CPC), 1,3-didecil-2-metilimidazolijev klorid (DMIC), diizobutil-fenoksietoksi-etil-dimetil-benzil-amonijev klorid (Hyamine) i heksadecil-trimetil-amonijev bromid (CTAB) koncentracije 4 x 10^{-3} mol/dm^3. Najbolji rezultati su uočeni korištenjem CPC-a i DMIC-a, dok su CTAB i Hyamine pokazali nešto lošije rezultate. Iako je DMIC imao najveći skok potencijala u točki ekvivalencije, kao titrant je izabran CPC s obzirom na točnije rezultate.

Ključne riječi: anionski tenzidi, potenciometrijska titracija, ionsko-selektivne elektrode, MWCNT

Abstract:

Surfactants are bifunctional organic compounds that lower the surface tension between liquids. They contain hydrophilic and hydrophobic groups. Cationic, anionic and amphoteric surfactants dissociate in aqueous solutions, while nonionic surfactants don't dissociate. Anionic surfactants are the main ingredients in detergents and they are mostly used in households, but it's necessary to control them because they can be dangerous to the environment and the wastewaters. They are most often determinated by potentiometric titration. The system for potentiometric titration is composed of potentiometer, reference and indicator electrode. Concentrations of ions are determinated by using the potential of indicator electrode in the solution that the electrode is put in.

In this paper, the solid-state ion-selective electrode was used as the indicator electrode. Ionic pair used as a sensor material was functionalized multiwalled carbon nanotubes and tetraphenilborate (MWCNT-TPB). In potentiometric titration of sodium dodecyl sulfate concentration of 4 x 10^{-3} mol/dm^3, cetylpyridinium chloride (CPC), 1,3-didecyl-2-methylimidazolium chloride (DMIC), diisobutyl-phenoxyethoxy-ethyl-dimethylbenzyl ammonium chloride (Hyamine) and hexadecyltrimethylammonium bromide (CTAB) were used as titrants. All concentrations were 4 x 10^{-3} mol/dm^3. CPC and DMIC showed the best performances. Although DMIC had a slightly higher potential jump in equivalence point, CPC was selected as a titrant due to more accurate results.

Keywords: anionic surfactants, potentiometric titration, ion-selective electrodes, MWCNT

Sadržaj

1. Uvod 1
2. Teorijski dio 2
2.1. Tenzidi 2
2.2. Anionski tenzidi 4
2.3. Potenciometrija 4
2.4. Ionsko-selektivne elektrode 5
3. Eksperimentalni dio 7
3.1. Reagensi i korišteni instrumenti 7
3.2. Priprava otopina i postupak titracije 10
4. Rezultati i rasprava 11
4.1. Titracija anionskog tenzida CPC-om 11
4.2. Titracija anionskog tenzida DMIC-om 13
4.3. Titracija anionskog tenzida CTAB-om 15
4.4. Titracija anionskog tenzida Hyamine-om 17
4.5. Usporedba rezultata provedenih mjerenja 20
5. Zaključak 22
6. Literatura 23

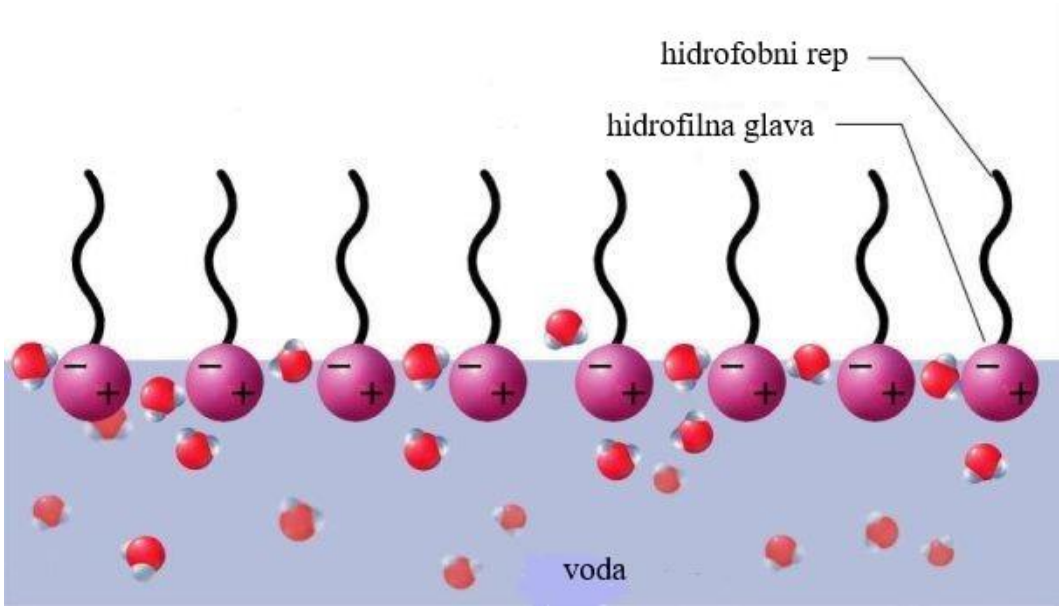
1. Uvod

Tenzidi ili surfaktanti su tvari koje svojim prisustvom u malim koncentracijama smanjuju površinsku napetost tekućina. Vrlo se često koriste i imaju vrlo široku primjenu u kemijskoj industriji. Nalaze se u motornim uljima, deterdžentima, sapunima i sredstvima za čišćenje. Najčešće se primjenjuju u praškastim deterdžentima. Njihova glavna podjela je na kationske, anionske, neionske i amfolitske. Najveću primjenu imaju anionski tenzidi koji se najčešće nalaze u deterdžentima u kućanstvima. Zato je bitno njihovo proučavanje u svrhu zaštite okoliša i kontrole otpadnih voda. To je dovelo do sve češćeg analitičkog određivanja anionskih tenzida uz pomoć ionsko-selektivnih elektroda koje se koriste kao senzori u potenciometrijskim titracijama. Potencijal tih senzora ovisi o aktivitetu ionske vrste koja se nalazi u elektrokemijskoj ćeliji [1, 2]. Cilj ovog rada je potenciometrijskom titracijom uz pomoć ionsko selektivne elektrode s čvrstim kontaktom i ionskim parom izgrađenim od funkcionaliziranih višestjenčanih ugljikovih nanocjevčica i tetrafenilborata (MWCNT-TPB) kao senzorskim materijalom odabrati najprikladniji titrant za određivanje anionskih tenzida.

2. Teorijski dio

2.1. Tenzidi

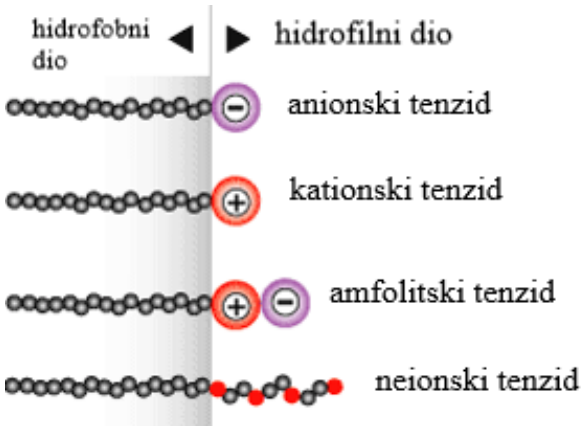
Tenzidi su površinski aktivne tvari koji se sastoje od hidrofilnog i hidrofobnog dijela (slika 1). Još se nazivaju i surfaktanti što je izvedenica iz engleskog jezika (*surface active agent*). Hidrofilni dio molekule se još naziva i hidrofilna glava. Taj dio tenzida se u otopini okreće prema polarnom dijelu otopine, najčešće vodi, dok se hidrofobni dio molekule, koji se još naziva i hidrofobni rep, okreće prema nepolarnom dijelu otopine, najčešće je to dugi ugljikovodični lanac. Ovakva struktura tenzida se još naziva i amfipatska struktura. Hidrofilni dio može biti neutralan ili nabijen pozitivno ili negativno. Kada se tenzid nađe u otopini s vodom, hidrofobni dio tenzida kida vodikove veze u molekuli vode što dovodi do pomicanja hidrofobnog dijela na površinu otopine i njegovog premještanja na način da se smanji kontakt s molekulama vode. Na taj način su samo hidrofilne glave tenzida u dodiru s molekulama vode, spriječeno je njihovo odvajanje od vode kao zasebne faze te dolazi do smanjenja površinske napetosti [1, 2].



Slika 1. Tenzid u polarnom okruženju [3]

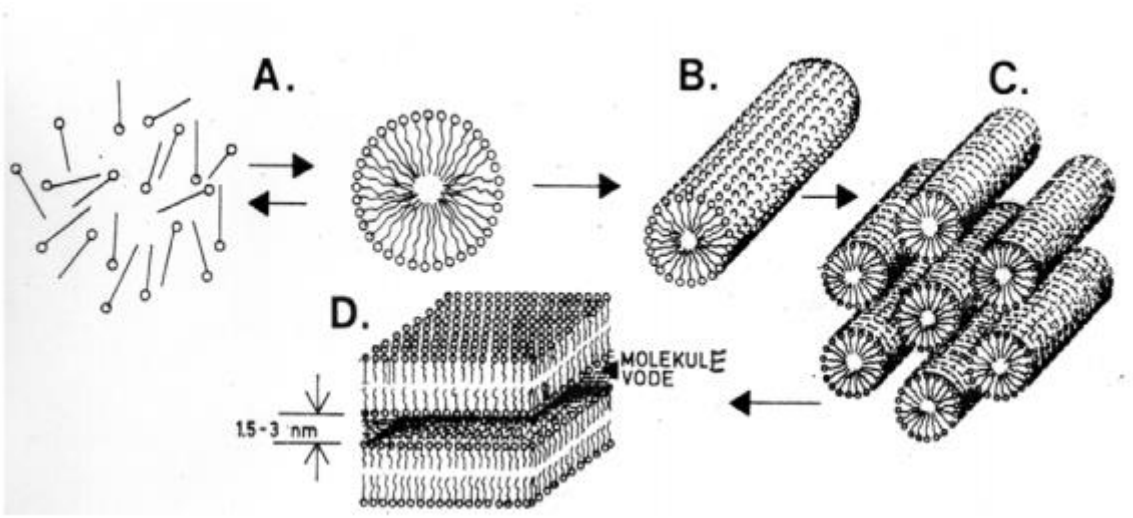
Prema prirodi hidrofilne skupine, tenzidi se mogu podijeliti na anionske, kationske, neionske i amfolitske što je i prikazano na slici 2. Anionski tenzidi disociraju na aktivni dio molekule koji ima negativan naboj, kod kationskih ima pozitivan naboj, kod neionskih nema naboj, dok kod amfolitskih ima i pozitivan i negativan naboj, no ukupan naboj tenzida je jednak

0. U anionske tenzide se ubrajaju alkilbenzensulfonati, sapuni (soli masnih kiselina i lužina) i alkil sulfati, u kationske kvaterne amonijeve soli, imidazolne soli i amini, u neionske alkilfenol etoksilati, alkilamin oksidi i alkil poliglikozidi, dok se u amfolitske ubrajaju alkilbetaini i alkilsulfobetaini [1, 2].



Slika 2. Podjela tenzida prema prirodi hidrofilne skupine [4]

Molekule tenzida se u vodi nalaze pojedinačno ili su udružene u skupine različitih oblika. Mogu formirati micele, dvosloje i tekuće kristale. Najčešće se formiraju micele kod kojih molekule tenzida mogu biti udružene u četiri različita oblika (slika 3). Hidrofobni repovi su izvan vode, a hidrofilan dio tenzida unutar vode. Unutar jedne micele se može nalaziti do nekoliko stotina molekule tenzida [1, 2].

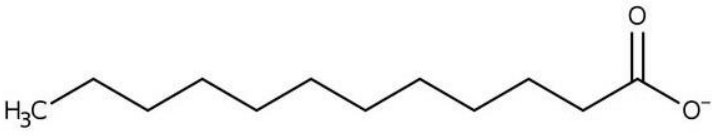
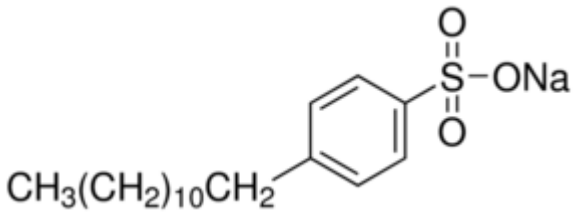
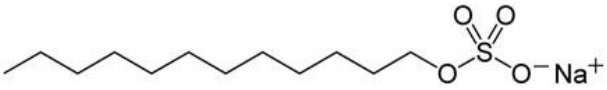
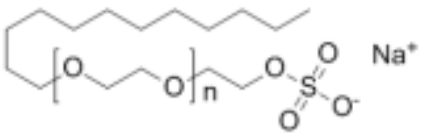


Slika 3. Oblici micela u vodenim otopina: A. Monomeri, B. Cilindar, C. Heksagonalni cilindar, D. Lamelarni oblik [5]

2.2. Anionski tenzidi

Anionski tenzidi u vodenim otopinama ioniziraju i na taj način daju negativno nabijene organske ione. Najčešće se koriste u praškastim deterdžentima te su vrlo djelotvorni za uklanjanje teških i masnih mrlja. Također su prisutni u brojnim farmaceutskim i kozmetičkim pripravcima te u sredstvima za zaštitu bilja i okoliša. U današnje vrijeme se vrlo često proučavaju jer imaju vrlo široku primjenu u mnogim industrijama, no također je bitna i njihova kontrola u analitičkoj kemiji jer mogu štetno djelovati na biosustav, okoliš i otpadne vode. Postoji mnogo vrsta anionskih tenzida, a neke od poznatijih i primjenjivanijih su sapuni, alkilbenzenosulfonati (ABS), alkilsulfati (AS) i alkiletersulfati (AES) (tablica 1) [1,2].

Tablica 1. Najčešće hidrofilne skupine u anionskim tenzidima

Anionski tenzid	Hidrofilna skupina	Primjer strukture
Sapuni	**$-COO^-$**	
Alkilbenzensulfonati	**$-SO_3^-$**	
Alkilsulfati	**$-OSO_3^-$**	
Alkiletersulfati	**$-O-(CH_2)_n-SO_3^-$**	

2.3. Potenciometrija

Potenciometrija je analitička metoda koja se temelji na mjerenju električnog potencijala u sustavu bez prolaska električne struje. U prošlosti se koristila za uočavanje završne točke u titracijama, no u današnje vrijeme se češće koristi za određivanje i mjerenje koncentracija iona

preko potencijala ionsko-selektivnih membrana. Sustav za potenciometrijsku titraciju se sastoji od referentne elektrode, indikatorske elektrode i uređaja za mjerenje potencijala. Kod potenciometrijske titracije mjeri se potencijal indikatorske elektrode kao funkcija volumena titranta. Pouzdanija je od ostalih kemijskih titracija i često se koristi kod obojenih otopina. Potenciometar signalizira točku ekvivalencije i djeluje isto kao kemijski indikator. Točka ekvivalencije se može odrediti iz ovisnosti potencijala ili prve derivacije potencijala o volumenu titranta. Referentna elektroda ima poznati i konstantni potencijal koji nije osjetljiv na sastav otopine. Kao referentne elektrode se najčešće koriste kalomelova elektroda (Hg | $HgCl_2$) ili srebro/srebrov klorid elektroda. Referentna elektroda je uvijek anoda, dok je indikatorska elektroda katoda. Indikatorska elektroda je osjetljiva na promjenu koncentracije jednog iona ili grupe njih u otopini, a odzivi su brzi. Najčešći tipovi indikatorskih elektroda su metalne, membranske i staklene. Stalno se razvijaju novi tipovi indikatorskih elektroda, a takva je korištena i u ovom eksperimentu – ionsko selektivna elektroda s funkcionaliziranim ugljikovim nanocjevčicama [6]. Potencijal indikatorske elektrode je dan Nernstovom jednadžbom (1):

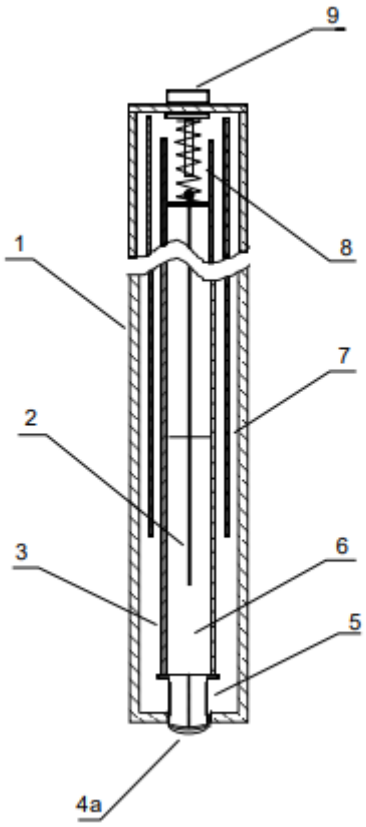
$$E = E^{\theta} + \frac{R \cdot T}{z \cdot F} ln \frac{a_w}{a_m} \quad (1)$$

gdje su: E – elektromotorna sila [V], E^{θ} – standardna elektromotorna sila [V], R – opća plinska konstanta, 8,314 $JK^{-1}mol^{-1}$, T – termodinamička temperatura [K], z – naboj iona, F – Faradayeva konstanta 96 500 $Cmol^{-1}$, a_w - aktivitet iona analita u vodenoj otopini (w) [mol/dm^3], a_m – aktivitet iona u membranskoj fazi [mol/dm^3].

2.4. Ionsko-selektivne elektrode

Ionsko-selektivne elektrode (ISE) su elektrokemijski senzori koji se često primjenjuju u potenciometrijskim titracijama. Potencijal im ovisi o aktivitetu iona prisutnog u elektrokemijskoj ćeliji. Visoko su selektivne za određene ione u otopini. Ove elektrode poprimaju određen potencijal kao odgovor na aktivitet iona. Dijele se na ISE s kristaličnom membranom i ISE s nekristaličnom (polimernom) membranom. Elektrode s kristaličnom membranom sadrže teško topljivu sol metala koja se ponaša kao vodič električne struje. Selektivne su na koncentraciju iona koji su sadržani u membrani. Elektrode s polimernom membranom sadrže ionske ili neionske vrste koje mogu izmjenjivati ione. Kod ovih elektroda je ionsko-izmjenjivačka tvar otopljena u otapalu i zatim spojena u plastičnu osnovu (PVC)

(slika 4). Kada se elektroda uroni u otopinu, čestice prelaze u onaj dio otopine u kojem je niži aktivitet. Time dolazi do razlike potencijala pa prijenos čestica traje sve dok se ne uspostavi ravnoteža potencijala [7, 8].



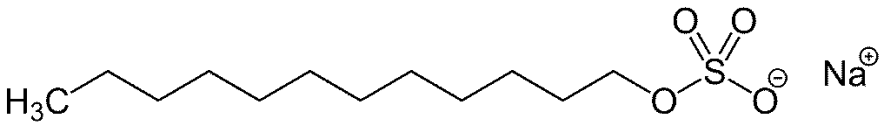
Slika 4. Ionsko-selektivna elektroda s polimernom membranom, 1 - tijelo elektrode, 2 – Ag | AgCl žica, 3 - tijelo unutarnje referentne elektrode, 4a - PVC membrana, 5 - nosač membrane (brtva), 6 - unutarnji elektrolit, 7 - čelični oklop, 8 - spoj s referentnom elektrodom, 9 – konektor [8]

3. Eksperimentalni dio

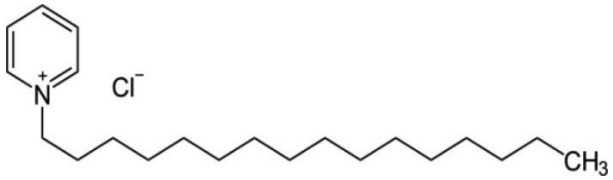
3.1. Reagensi i korišteni instrumenti

Reagensi

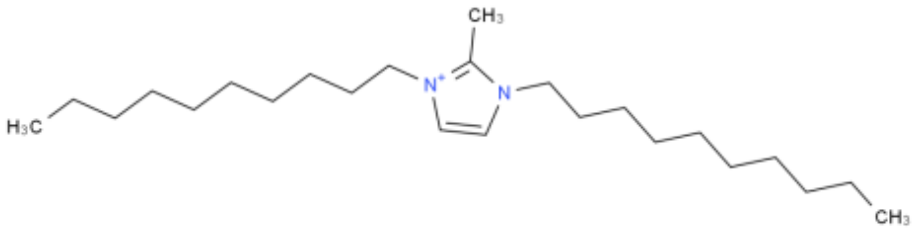
- natrijev dodecil sulfat (NaDDS, Fluka, Švicarska, slika 5)
- cetilpiridinijev klorid (CPC, Merck, Njemačka, slika 6)
- 1,3-didecil-2-metilimidazolijev klorid (DMIC, Fluka, Švicarska, slika 7)
- heksadecil-trimetil-amonijev bromid (CTAB, Fluka, Švicarska, slika 8)
- diizobutil-fenoksietoksi-etil-dimetil-benzil-amonijev klorid (Hyamine, Fluka, Švicarska, slika 9)
- deionizirana voda



Slika 5. Struktura NaDDS-a, $NaC_{12}H_{25}SO_4$, *Mr* = 288,37g/mol, $w \geq 99,0$ %



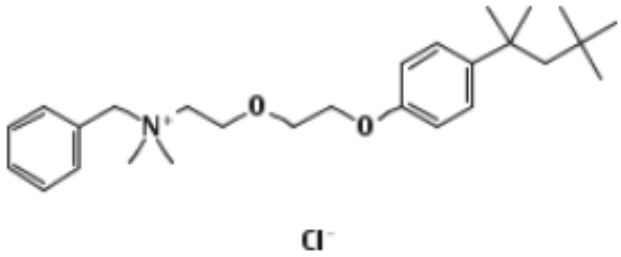
Slika 6. Struktura CPC-a, $C_{21}H_{38}ClN$, *Mr* = 358,00g/mol, $w \geq 99,0$ %



Slika 7. Struktura DMIC-a, $C_{24}H_{47}ClN_2$, *Mr* = 399,10g/mol, $w \geq 96,0$ %



Slika 8. Struktura CTAB-a, $C_{19}H_{42}BrN$, $Mr = 364{,}45$, $w \geq 99{,}0$ %



Slika 9. Struktura Hyamine-a, $C_{27}H_{42}ClNO_2$, $Mr = 448{,}08$, $w \geq 96{,}0\%$

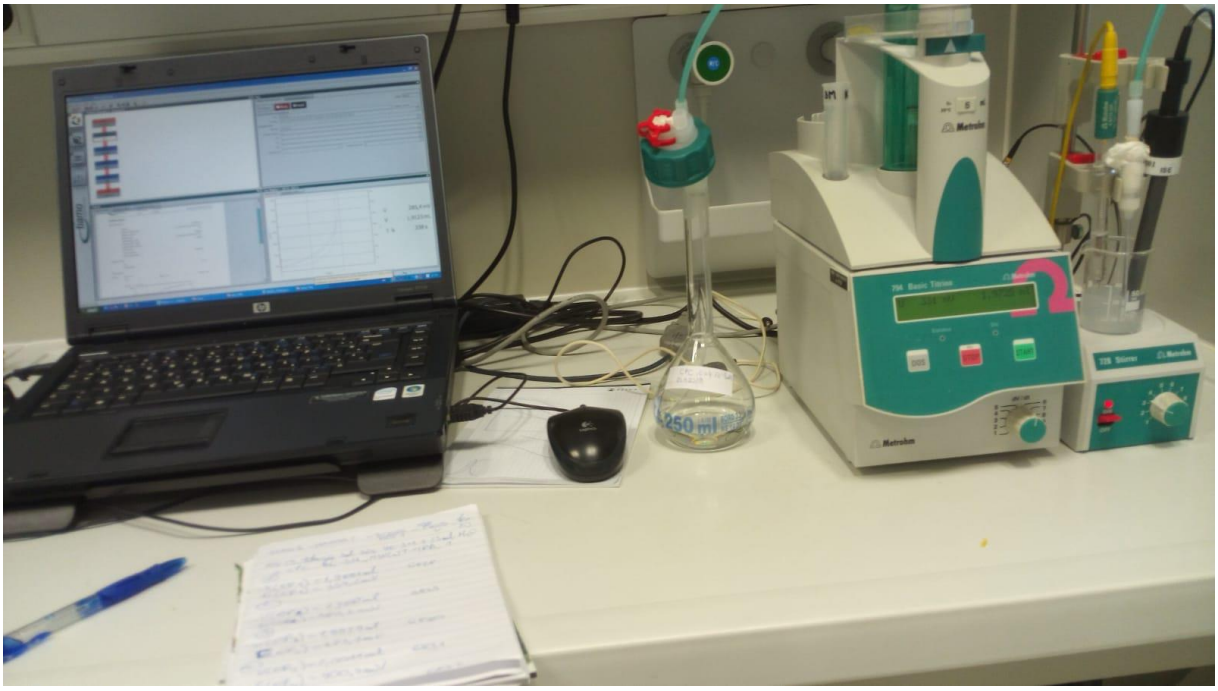
Svi titranti i analit su bili analitičke čistoće. Otopine su pripremane u deioniziranoj vodi.

Instrumentacija

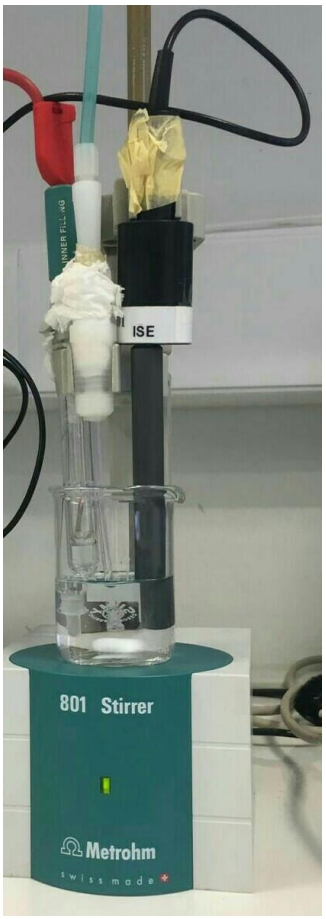
Za izvođenje potenciometrijskih titracija korišten je automatski univerzalni titrator (*794 Basic Titrino*) uz pripadajuću izmjenjivu jedinicu za doziranje (*806 Exchange unit*) i magnetsku miješalicu (*728 Titration Stirrer*). Uređaj je kontroliran komercijalnim programom *Tiamo 1.1.*. Sva aparatura korištena u eksperimentu je proizvodnje Metrohm, Švicarska (slika 10).

Elektrodni sustav

Indikatorska elektroda izgrađena je od plastificiranog dijela SIMONA® PVC-C CORZAN dugog 12 mm unutar kojeg se nalazi spektrografski grafitni štapić promjera 6 mm. Površina grafitne elektrode je ispolirana brusnim papirom te je na grafitni dio nanesen tanak sloj grafenske paste. Plastificirana PVC membrana ionsko selektivne elektrode koja sadrži višestjenčane ugljikove nanocjevčice kovalentno modificirane s kvaternim amonijevim kationom i tetrafenilborat (MWCNT-TPB) kao ionski par, *o*-nitrofeniloktileter (*o* – NPOE) kao plastifikator, dimetilformamid (DMF), tetrahidrofuran (THF) i PVC nanesena je na senzor "*drop-casting"* metodom. Kao referentna elektroda korištena je srebro/srebrov klorid elektroda s KCl, koncentracije 3 mol/dm^3 kao unutrašnjim elektrolitom. Elektrodni sustav korišten pri mjerenjima prikazan je na slici 11.



Slika 10. Korištena aparatura



Slika 11. Korišten elektrodni sustav

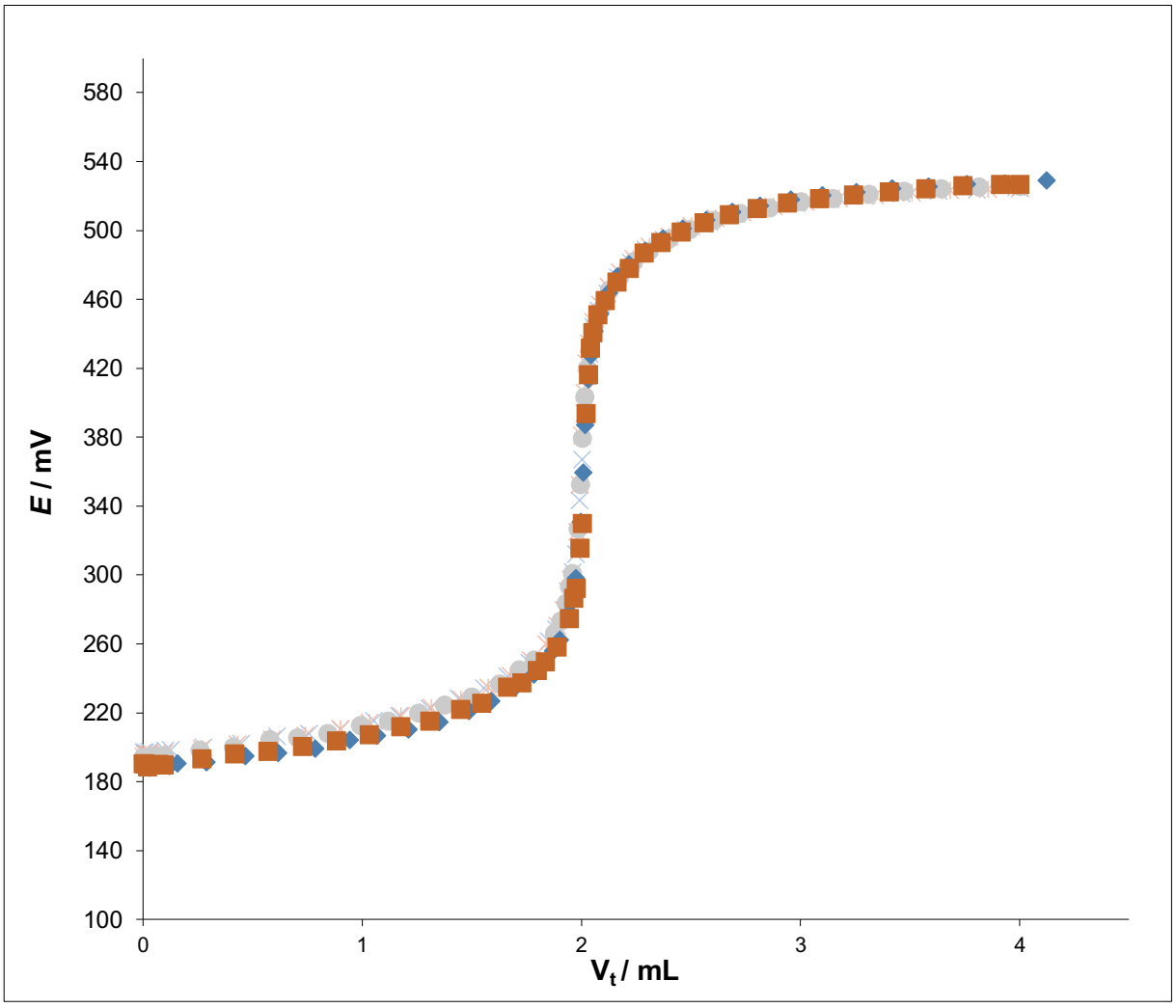
3.2. Priprava otopina i postupak titracije

Kao titranti su korišteni CPC, DMIC, CTAB i Hyamine. Prvo su pripremljene otopine titranata koncentracije 0,01 mol/dm^3 iz kojih su razrjeđivanjem s deioniziranom vodom priređene otopine koncentracije 4 x 10^{-3} mol/dm^3. Na isti način je pripremljena i otopina NaDDS jednake koncentracije. Titracije su rađene na način da se u staklenu čašu dodalo 2 mL NaDDS-a i 23 mL deionizirane vode i titralo s 5 mL titranta. Titracijske krivulje su konstruirane kao ovisnost elektrodnog potencijala o volumenu titranta, a derivacijske krivulje kao ovisnost prve derivacije potencijala o volumenu titranta pomoću programa *Microsoft Office Excel 2003*. Za svaki titrant je rađeno bar pet mjerenja kako bi se dobili pouzdani rezultati.

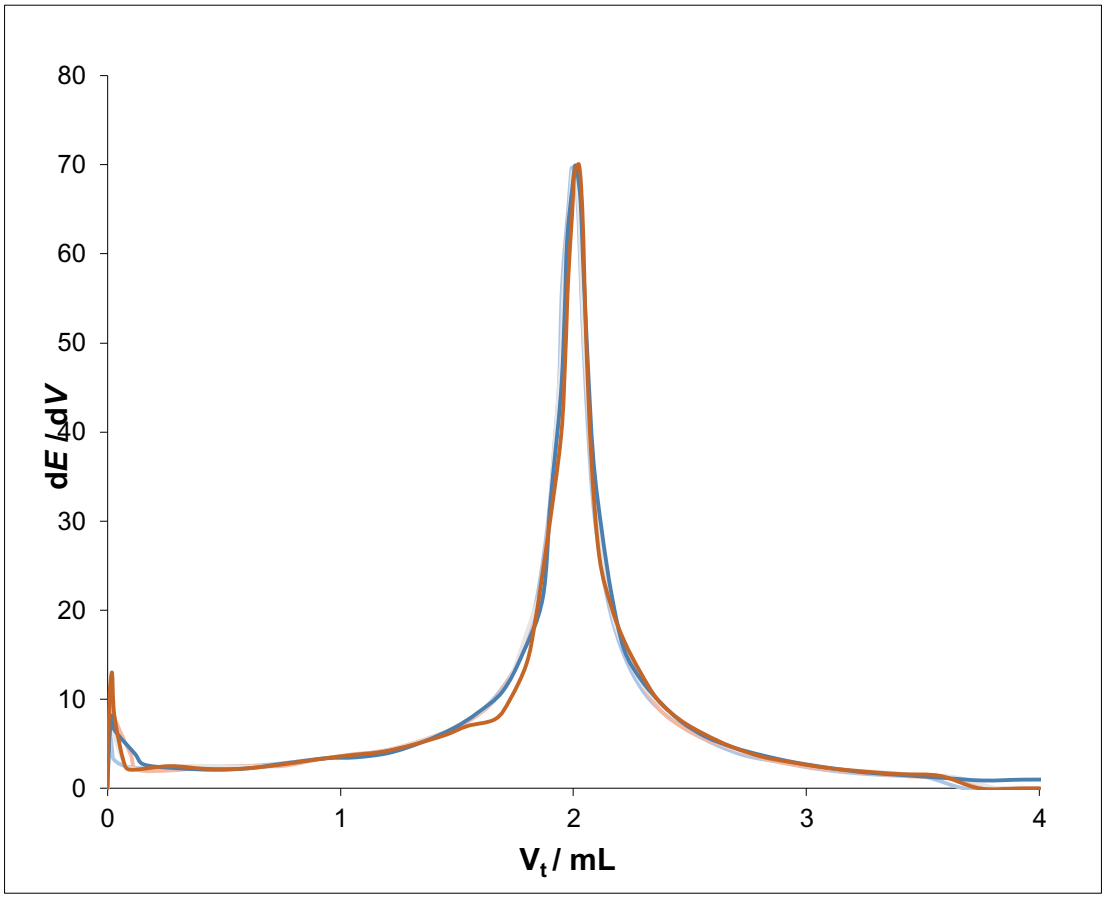
4. Rezultati i rasprava

4.1. Titracija anionskog tenzida CPC-om

Otopina NaDDS-a koncentracije 4 x 10^{-3} mol/dm^3 titrirana je s CPC-om koncentracije 4 x 10^{-3} mol/dm^3. Za određivanje točke ekvivalencije korištena je elektroda MWCNT-TPB koja je služila kao indikatorska elektroda. Rezultati mjerenja vidljivi su na titracijskim krivuljama gdje je prikazana ovisnost potencijala o volumenu dodanog CPC-a (slika 12) i derivacijskim krivuljama gdje je prikazana ovisnost prve derivacije potencijala o volumenu dodanog CPC-a (slika 13).



Slika 12. Titracijske krivulje dobivene pri potenciometrijskoj titraciji otopine NaDDS-a (c = 4 x 10^{-3} mol/$dm^{3)}$ otopinom CPC-a (c = 4 x 10^{-3} mol/dm^3)



Slika 13. Derivacijske krivulje (Δ E / Δ V) dobivene pri potenciometrijskoj titraciji otopine NaDDS-a (c = 4 x 10^{-3} mol/dm^3) otopinom CPC-a (c = 4 x 10^{-3} mol/dm^3)

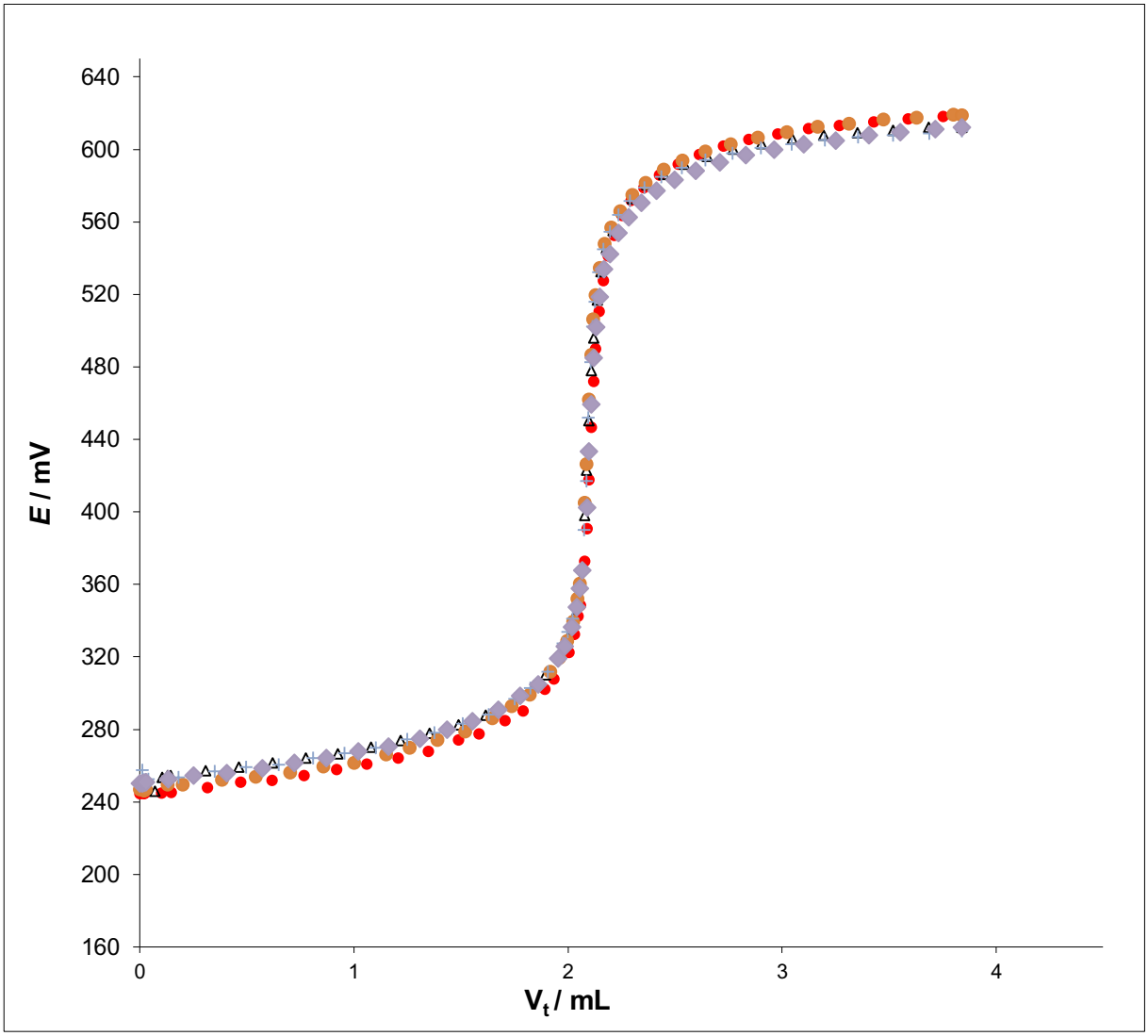
Statistička obrada podataka pri titraciji otopine NaDDS-a otopinom CPC-a dana je u tablici 2. Uzeto je 5 mjerenja. Prosječan volumen utrošenog CPC-a u točki ekvivalencije je 2,0078 mL, a prosječna vrijednost potencijala u točki ekvivalencije 374,6 mV.

Tablica 2. Statistička obrada podataka dobivenih potenciometrijskom titracijom otopine NaDDS-a (c = 4 x 10^{-3} mol/dm^3) otopinom CPC-a (c = 4 x 10^{-3} mol/dm^3)

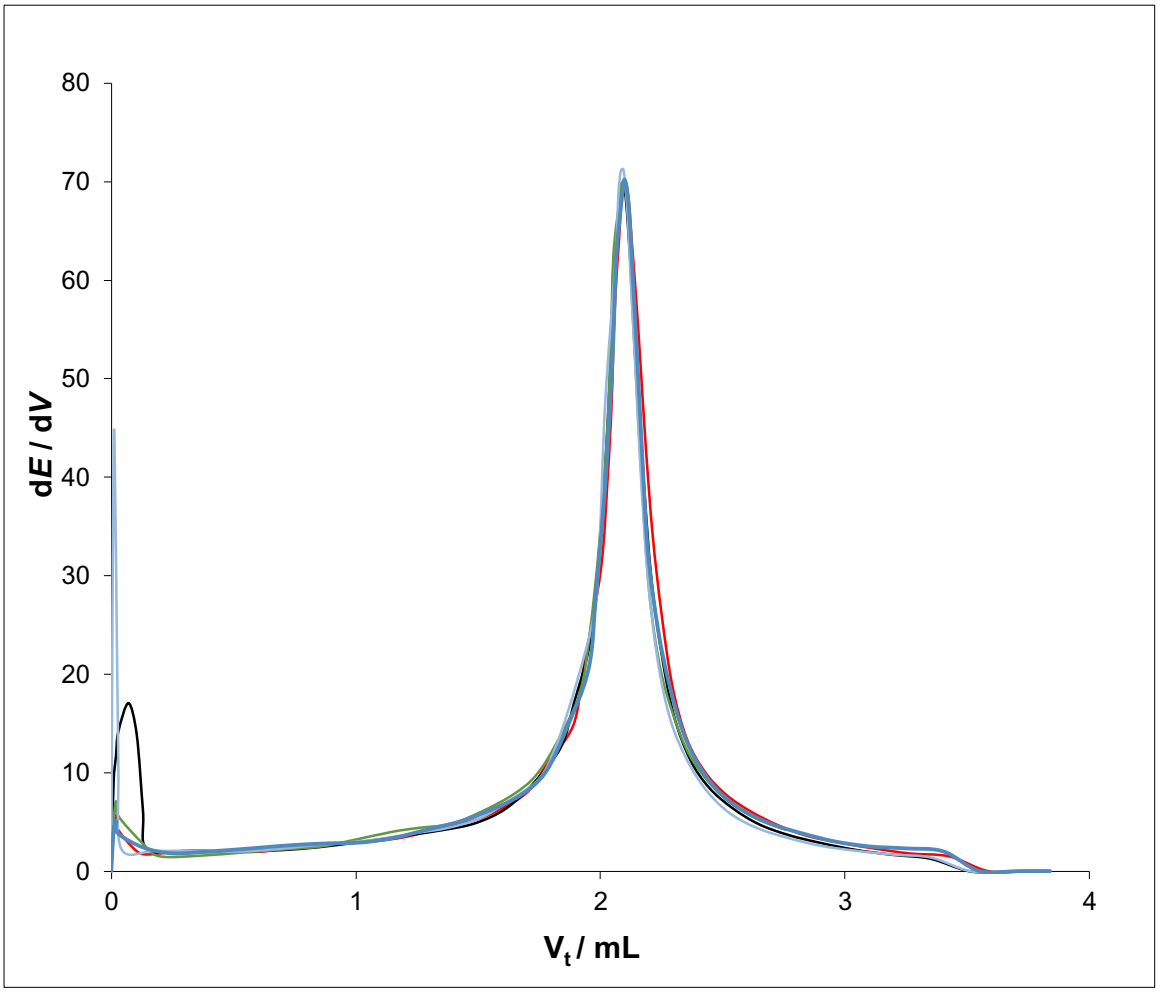
V(CPC) u EP / mL	E (EP) / mV	Δ E u EP / mV	Δ E / mV	Δ E / Δ V u EP	Točnost / %	Preciznost		
						SD	RSD	CV
2,0078±0,01	**374,6±5,8**	**290,9±3,1**	**333,5±7,5**	**69,6±0,6**	**100,4**	**0,2214**	**0,0022**	**0,2206**

4.2. Titracija anionskog tenzida DMIC-om

Otopina NaDDS-a koncentracije 4 x 10^{-3} mol/dm^3 titrirana je s DMIC-om koncentracije 4 x 10^{-3} mol/dm^3. Za određivanje točke ekvivalencije korištena je elektroda MWCNT-TPB koja je služila kao indikatorska elektroda. Rezultati mjerenja su prikazani na slikama 14 i 15.



Slika 14. Titracijske krivulje dobivene pri potenciometrijskoj titraciji otopine NaDDS-a (c = 4 x 10^{-3} mol/dm^3) otopinom DMIC-a (c = 4 x 10^{-3} mol/dm^3)



Slika 15. Derivacijske krivulje (Δ E / Δ V) dobivene pri potenciometrijskoj titraciji otopine NaDDS-a (c = 4 x 10^{-3} mol/dm^3) otopinom DMIC-a (c = 4 x 10^{-3} mol/dm^3)

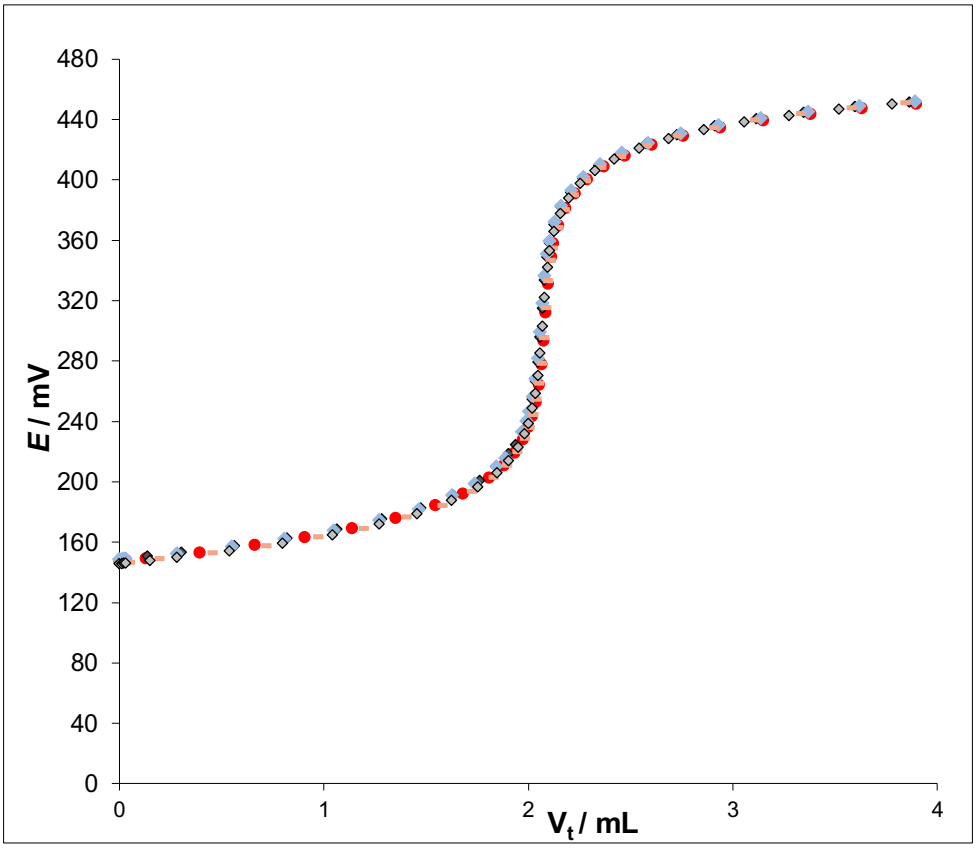
Statistička obrada podataka pri titraciji otopine NaDDS-a otopinom DMIC-a dana je u tablici 3. Uzeto je 5 mjerenja. Prosječan volumen utrošenog DMIC-a u točki ekvivalencije je 2,0957 mL, a prosječna vrijednost potencijala u točki ekvivalencije 439,0 mV.

Tablica 3. Statistička obrada podataka dobivenih potenciometrijskom titracijom otopine NaDDS-a (c = 4 x 10^{-3} mol/dm^3) otopinom DMIC-a (c = 4 x 10^{-3} mol/dm^3)

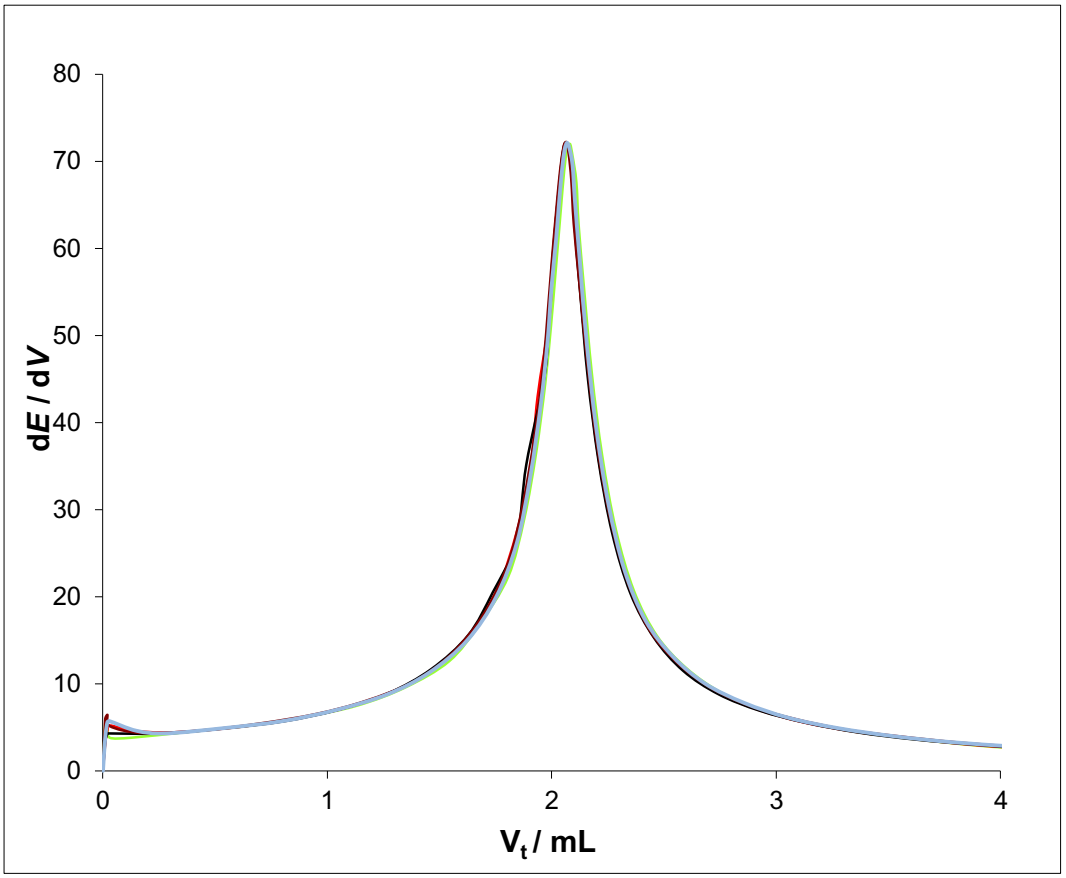
V(DMIC) u EP / mL	E (EP) / mV	Δ E u EP / mV	Δ E / mV	Δ E / Δ V u EP	Točnost / %	Preciznost		
						SD	RSD	CV
2,0957±0,01	**439,0±15,2**	**324,3±8,6**	**366±8,7**	**70,3±1,0**	**104,8**	**0,2107**	**0,0020**	**0,2011**

4.3. Titracija anionskog tenzida CTAB-om

Otopina NaDDS-a koncentracije 4 x 10^{-3} mol/dm^3 titrirana je s CTAB-om koncentracije 4 x 10^{-3} mol/dm^3. Za određivanje točke ekvivalencije korištena je elektroda MWCNT-TPB koja je služila kao indikatorska elektroda. Rezultati mjerenja su prikazani na slikama 16 i 17.



Slika 16. Titracijske krivulje dobivene pri potenciometrijskoj titraciji otopine NaDDS-a (c = 4 x 10^{-3} mol/dm^3) otopinom CTAB-a (c = 4 x 10^{-3} mol/dm^3)



Slika 17. Derivacijske krivulje (Δ E / Δ V) dobivene pri potenciometrijskoj titraciji otopine NaDDS-a (c = 4 x 10^{-3} mol/dm^3) otopinom CTAB-a (c = 4 x 10^{-3} mol/dm^3)

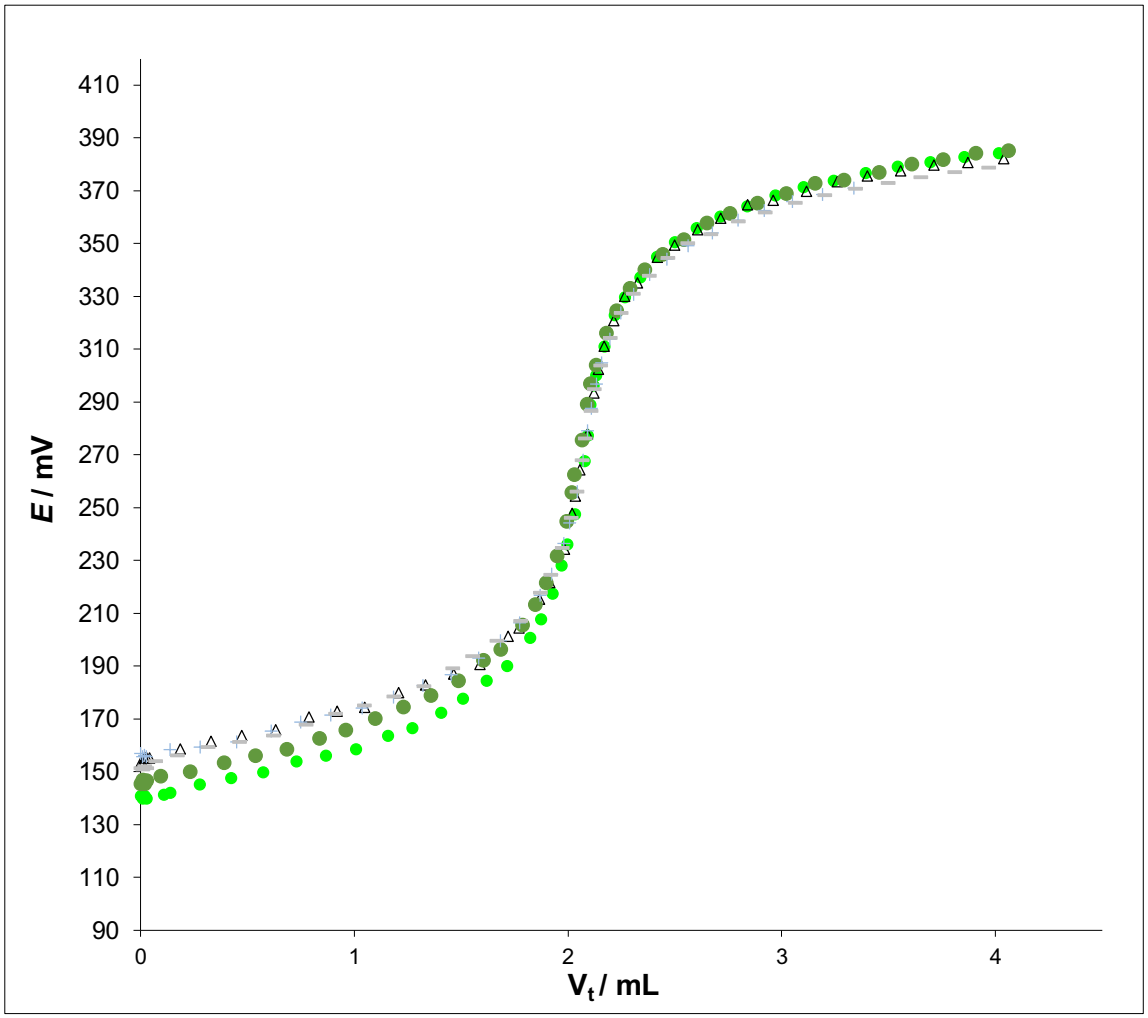
Statistička obrada podataka pri titraciji otopine NaDDS-a otopinom CTAB-a dana je u tablici 4. Uzeto je 5 mjerenja. Prosječan volumen utrošenog CTAB-a u točki ekvivalencije je 2,0678 mL, a prosječna vrijednost potencijala u točki ekvivalencije 308,3 mV.

Tablica 4. Statistička obrada podataka dobivenih potenciometrijskom titracijom otopine NaDDS-a (c = 4 x 10^{-3} mol/dm^3) otopinom CTAB-a (c = 4 x 10^{-3} mol/dm^3)

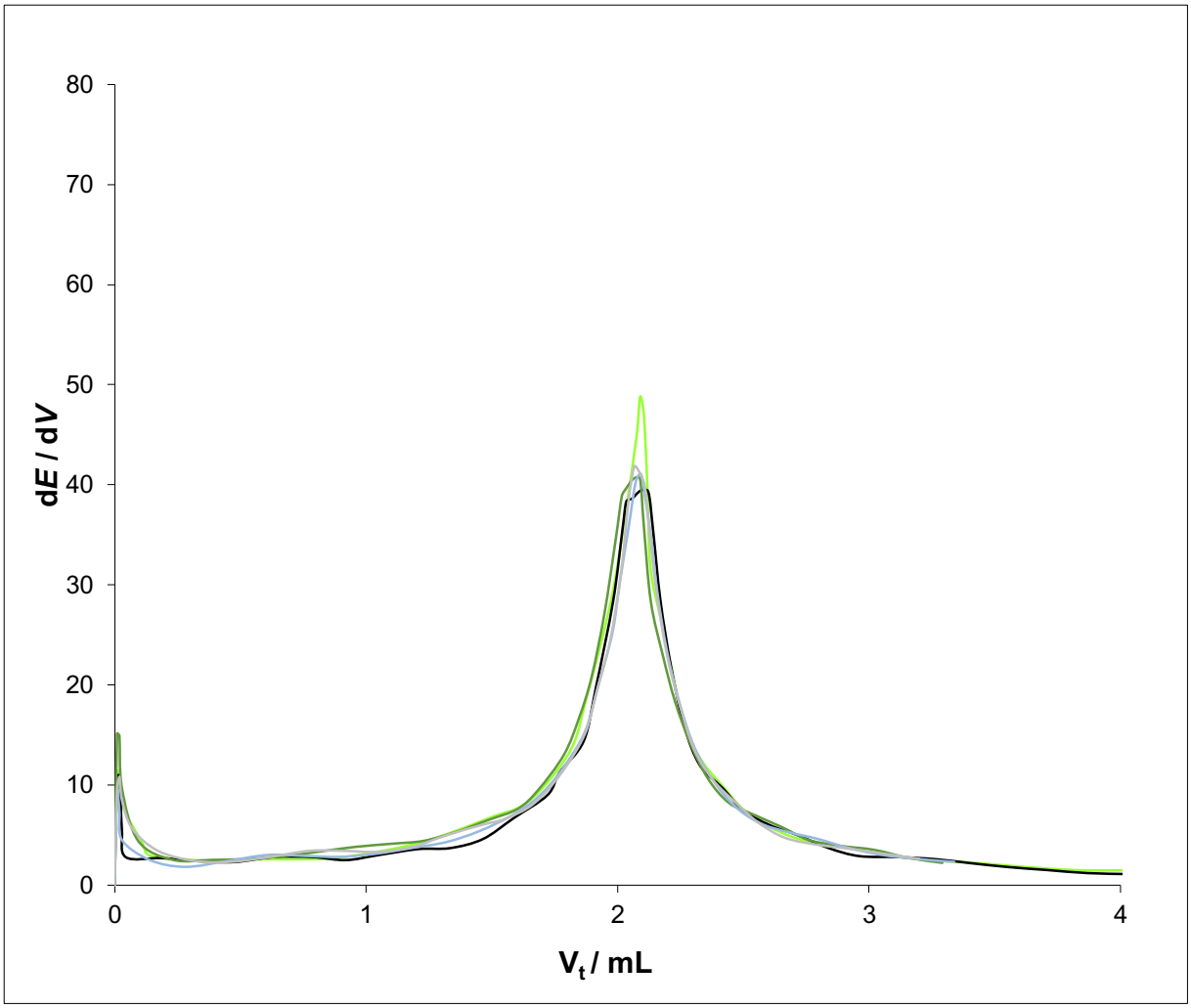
V(CTAB) u EP / mL	E (EP) / mV	Δ E u EP / mV	Δ E / mV	Δ E / Δ V u EP	Točnost / %	Preciznost		
						SD	RSD	CV
2,0678±0,01	**308,3±5,1**	**257,3±2,8**	**312,6±2,2**	**72,1±0,1**	**103,4**	**0,3108**	**0,0030**	**0,3006**

4.4. Titracija anionskog tenzida Hyamine-om

Otopina NaDDS-a koncentracije 4 x 10^{-3} mol/dm^3 titrirana je s Hyamine-om koncentracije 4 x 10^{-3} mol/dm^3. Za određivanje točke ekvivalencije korištena je elektroda MWCNT-TPB koja je služila kao indikatorska elektroda. Rezultati mjerenja su prikazani na slikama 18 i 19.



Slika 18. Titracijske krivulje dobivene pri potenciometrijskoj titraciji otopine NaDDS-a (c = 4 x 10^{-3} mol/dm^3) otopinom Hyamine-a (c = 4 x 10^{-3} mol/dm^3)



Slika 19. Derivacijske krivulje (Δ E / Δ V) dobivene pri potenciometrijskoj titraciji otopine NaDDS-a (c = 4 x 10^{-3} mol/dm^3) otopinom Hyamine-a (c = 4 x 10^{-3} mol/dm^3)

Statistička obrada podataka pri titraciji otopine NaDDS-a otopinom Hyamine-a dana je u tablici 5. Uzeto je 5 mjerenja. Prosječan volumen utrošenog Hyamine-a u točki ekvivalencije je 2,0872 mL, a prosječna vrijednost potencijala u točki ekvivalencije 279,3 mV.

Tablica 5. Statistička obrada podataka dobivenih potenciometrijskom titracijom otopine NaDDS-a (c = 4 x 10^{-3} mol/dm^3) otopinom Hyamine-a (c = 4 x 10^{-3} mol/dm^3)

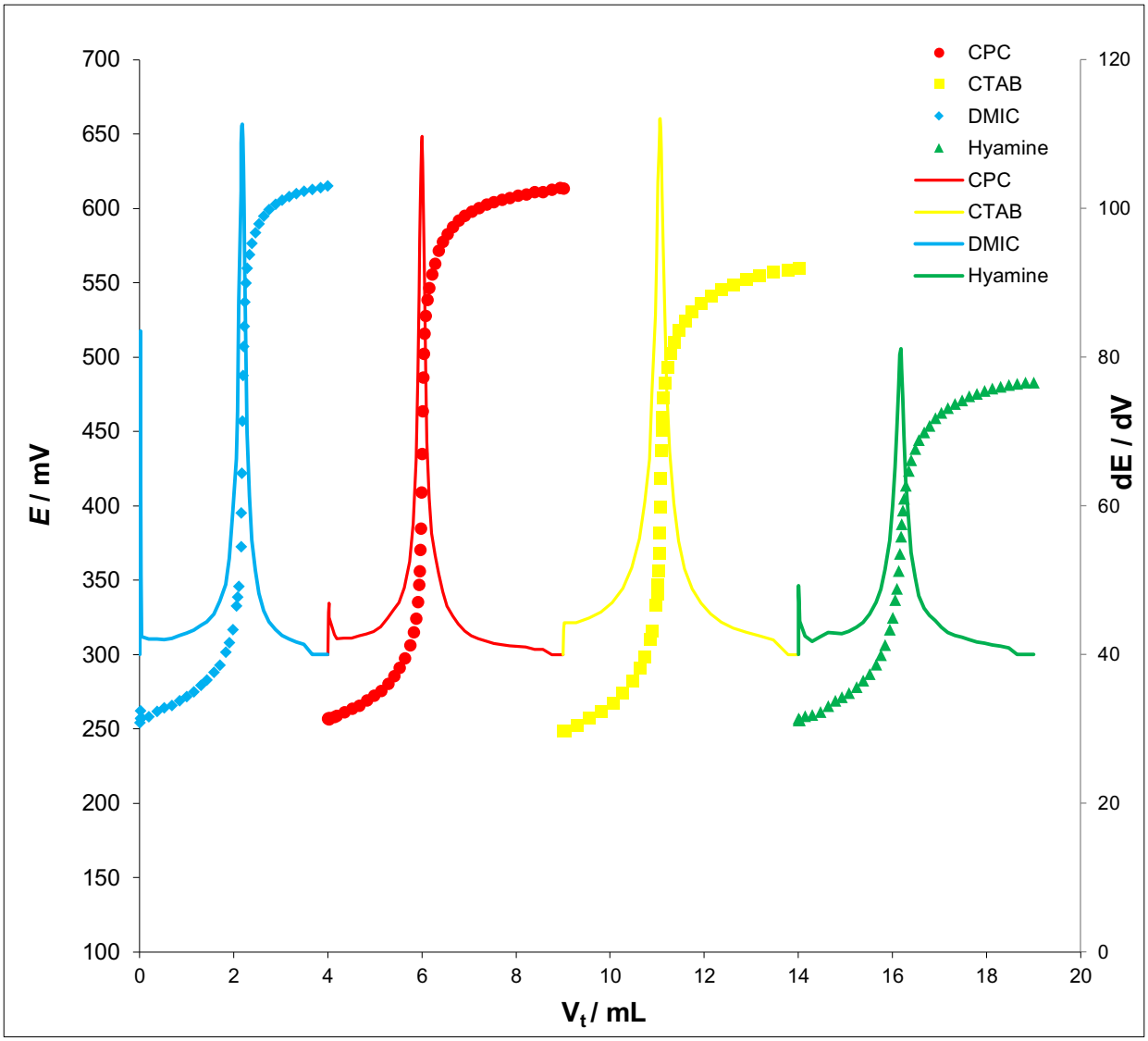
V(Hyamine) u EP / mL	E (EP) / mV	Δ E u EP / mV	Δ E / mV	Δ E / Δ V u EP	Točnost / %	Preciznost		
						SD	RSD	CV
2,0872±0,01	**279,3±5,5**	**181,9±11,7**	**237,1±12,1**	**42,3±6,5**	**104,4**	**0,5769**	**0,0055**	**0,5528**

4.5. Usporedba rezultata provedenih mjerenja

Prethodno navedena mjerenja su statistički obrađena u tablici 6 u kojoj su uspoređeni potencijali, skokovi potencijala i prve derivacije potencijala u točkama ekvivalencije dobivenim korištenjem četiriju titranata korištenih u mjerenjima. Slika 20 prikazuje usporedbu svih titracijskih i derivacijskih krivulja ispitanih titranata iste koncentracije. Titranti su poredani po opadajućim vrijednostima skoka potencijala: DMIC > CPC > CTAB > Hyamine. Titracijske krivulje NaDDS imaju oštre infleksije u završnim točkama. Skokovi potencijala su u području od 220 do 370 mV dok su skokovi potencijala u točki ekvivalencije u području od 180 do 325 mV (tablica 6). Od četiri titranata koji su korišteni najbolje rezultate su dali CPC i DMIC.

Tablica 6. Statistika titranata korištenih u mjerenjima

Titranti		CPC	DMIC	CTAB	Hyamine
Skok potencijala u T.E. /mV		**290,9 ± 5,1**	**324,3 ± 8,6**	**257,3 ± 2,8**	**181,9 ± 11,7**
Potencijal u T.E./mV		**374,6 ± 4,7**	**439,0 ± 15,2**	**308,3 ± 5,1**	**279,3 ± 5,5**
Prva derivacija u T.E.		**69,6 ± 0,6**	**70,3 ± 1,0**	**72,1 ± 0,1**	**42,3 ± 6,5**
Točnost /%		**100,4**	**104,8**	**103,4**	**104,4**
Preciznost	**SD**	**0,3835**	**0,2107**	**0,3108**	**0,5769**
	CV	**0,3820**	**0,2011**	**0,3006**	**0,5528**
	RSD	**0,0038**	**0,0020**	**0,0030**	**0,0055**



Slika 20. Titracijske i derivacijske krivulje NaDDS-a dobivene koristeći CPC, DMIC, CTAB i Hyamine (c = 4 x 10^{-3} mol/dm^3) kao titrante

5. Zaključak

Proučavan je utjecaj četiriju različitih titranata (CPC, DMIC, CTAB i Hyamine) na određivanje anionskog tenzida NaDDS. Sve otopine su bile jednake koncentracije (c = 4 x 10^{-3} mol/dm^3). Mjerenja su rađena potenciometrijskom titracijom s ionsko-selektivnom elektrodom MWCNT-TPB. Proučavani su volumen titranta utrošen za postizanje ekvivalentne točke, potencijal, skok potencijala i prva derivacija potencijala u točki ekvivalencije. Najveći skokovi potencijala u točki ekvivalencije su zapaženi kod DMIC-a i CPC-a, dok su CTAB i Hyamine pokazali prilično manje vrijednosti. Najveća točnost mjerenja je zapažena kod CPC-a, dok su najpreciznija mjerenja rađena s CPC-om i DMIC-om. Hyamine je pokazao najveća odstupanja od idealnih mjerenja i najmanju točnost. Iako je DMIC pokazao najveći skok potencijala u točki ekvivalencije, kao titrant je odabran CPC zbog veće točnosti.

6. Literatura

1. M. J. Rosen, *Surfactants and Interfacial Phenomena*, Third Edition, John Wiley, Sons Inc., New Jersey, 2004.
2. M. Sak-Bosnar, Odabrana poglavlja analitičke kemije, http://kemija.unios.hr/nastava/nastavni_materijali/odabrana_poglavlja_analiticke%20kemije/ODABRANA_POGLAVLJA_ANALITICKE_KEMIJE.ppt (05.07.2019.)
3. https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/0/03/Surfactant.jpg (06.07.2019.)
4. https://knowledge.ulprospector.com/3106/pc-surface-active-agents-surfactants/ (11.07.2019.)
5. https://www.fkit.unizg.hr/_download/repository/DETERDZENTI.pdf (06.07.2019.)
6. D. A. Skoog, F. J. Holler, *Fundamentals of analytical chemistry,* 9th Edition, Brooks/Cole, Belmont, 2014.
7. D. Myers, *Surfaces, Interfaces and Colloids, Principles and Applications*, 2nd Edittion, Wiley-VCH, New York, 1999.
8. https://www.fkit.unizg.hr/_download/repository/skripta-kemija-finalno.pdf (08.07.2019.)