東海大學
Exp. 24 實驗報告
Tunghai University

系 姓名

Determination of Fluoride with Ion Selective Electrode

組別 學號

日期

目的：

使用離子選擇电极 (ISE) 測定 F^- 的电位和濃度。

原理：

可以被稱為薄膜电極。藉它的直接电位測定來快速和選擇性的決定感興的陽離子和陰離子。大部分的這些感測器具有高度選擇性。

目前已開展出的各式離子選擇电極，之間的差異僅止於薄膜的物理或化學組成的不同，裝置中產生離子選擇电位的一般机構是此薄膜的本質無關。

在薄膜电極中，所得到的电位是通過待分析溶液和參考溶液分開的薄膜所產生的的接面电位，完全不同於金屬指示电極电位的來源。

→ 離子選擇电極之种類：

A) 晶体薄膜电極
① 單晶 ② 多晶或混合晶

B) 非晶体之薄膜电極
① 玻璃 ② 液体 ③ 不动化液体於鈍固硬聚合物

以上的離子選擇薄膜电極皆具有共同的性質，影響其对某些陰、陽離子的選擇性和靈敏度。這些性質包括：

1. 極小的溶解度：一个離子選擇介質的必要性質是其在分析物溶液中的溶解度極近零。
2. 導电性：一个薄膜必須要有一些導电性。
3. 对分析物具選擇的反应性：離子交換、結晶、螯合是常見的三种結合形式。

東海大學 Exp. 實驗報告 Tunghai University

系級 姓名

組別 學號

日期

步驟：

1. 製備 TISAB

- 11.4 ml glacial acetic acid 醋酸緩衝劑
- 11.6 g sodium chloride NaCl 惰性電解質
- 0.2 g sodium hydroxide NaOH
- 0.4 g 1,2-cyclohexyl enediaminetetracetic acid (CDTA) 螯合劑

加入至 165 mL 的去離子水中

→ 攪拌均勻並冷卻至室溫

→ 以 5M 的 NaOH 調整 pH 值介於 5.0 ~ 5.5 之間

→ 將溶液倒入 200 mL 的量瓶中，用去離子水稀釋至標記處

2. 製備 fluoride standards

$1000\ ppm \cdot V = 50\ ppm \times 10.0\ ml \rightarrow V = 0.5\ ml$

從 1000ppm 的 F^- stock solution 中取 0.5 ml 以去離子水稀釋至 10.0 ml (50.0 ppm 10 ml F^- standard solution)

∋ 以此溶液製備標準溶液至 25mL 量瓶

0.5	50.0	$V_1 = 0.5$	25 ml	$\therefore V_1 = 0.25$	
1.0 ppm ∋	50.0	ppm · X	$V_2 = 1.0$	ppm X	25 ml $\therefore V_2 = 0.5$ ml
2.0	50.0		$V_3 = 2.0$		25 ml $\therefore V_3 = 1.0$
5.0	50.0		$V_4 = 5.0$		25 ml $\therefore V_4 = 2.5$

⇒ 加入 12.5 mL 的 TISAB 至各個量瓶中，以去離子水稀釋至標線處，調整標準 F^- 溶液至相同的離子強度.

3. 牙膏樣品：

取 200 mg 的樣品於含 25 mL 的 TISAB 的 100 mL 燒杯中

→ 消解 2 min 後冷卻

→ 將溶液轉移到 50 ml 量瓶中，以去離子水稀釋

4. 茶樣品：

取 12.5 mL 的茶樣品放入 25 mL 的量瓶中加入 TISAB 至標線處。

系級　　姓名

組別　　學號

日期

5、測量ISE的电位：

從最稀的F⁻标準品開始測量；fluoride电极浸入标準溶液中。平穩速度stir，測量速率一致，將pH/mV meter從stand by 轉到mV mode。电位至少持續10 min。用蒸餾水清洗电极並使用kimwipe擦乾→repeat.

儀器設定:

TISAB buffer: 11.4ml g/L CH_3COOH, 11.744g NaCl, 6.1221g NaOH 0.4002g CDTA 以去離子水稀釋至200ml, pH5.00

electrode: Fluoride ISE

結果：

牙膏重量: 0.2030 g

濃度 (ppm)	0.5	1.0	2.0	5.0	牙膏	茶
pF -log[F^-]	0.3010	0	-0.3010	-0.6990		
電位 (mv)	62.7	49.9	32.1	8.5	30.6	67.5
溫度(°C)	27.0	27.8	27.3	27.0	27.1	27.6

(1) Plot potential in **mV** versus pF (**-log** of fluoride concentration) of the standards. Use the method of least squares to find the best fitting line to the data.

pF ⇒ $-\log 0.5 = 0.3010$; $-\log 1.0 = 0$

$-\log 2.0 = -0.3010$; $-\log 5.0 = -0.6990$

Potential vs. pF^- ⇒ $y = 59.197x + 49.895$ $R^2 = 1.000$

(2) Determine F^- concentration(μg/g) of the toothpaste.

將 y = 30.6 代入

$30.6 = 59.197x + 49.895$

⇒ $x = -0.3259 = -\log[F^-]$ $= 10^{0.3259} = 2.118$ (ppm)

$2.118\ mg/mL \times 50\ mL = 105.9\ mg$

$105.9\ mg / 0.2030\ g = 521.67\ mg/g$ (每一克膏含有 521.67 mg 的 F^-)

(3)Determine F^- concentration (ppm) of the tea sample.

得到 $y = 67.5$ 代入 $y = 59.197x + 49.895$

$67.5 = 59.197x + 49.895$

$\Rightarrow x = 0.2994 = -\log[F^-] = 10^{-0.2994} = 0.5042\ ppm$

稀釋倍數：

$0.5042\ ppm \times 25\ mL = x' \times 12.5\ mL$

$\Rightarrow x' = 1.008\ (ppm)$ ✱

(4) What is the slope of your calibration curve and how is this related to the Nernst equation? Compare your slope with the Nernstian slope and comment on its closeness to theory.

$y = 59.197x + 49.895 \quad R^2 = 1.000$

Nernst equation：

$E_{F^-} = \text{constant} - \frac{RT}{nF} \ln[F^-]$

$\Rightarrow E_{F^-}(mV) = \text{constant} - \frac{8.3145 \times (273.15 + 27.275)}{1 \times 96.485} \times 2.3026 \log[F^-]$

$= \text{constant} + 59.622(-\log[F^-])$

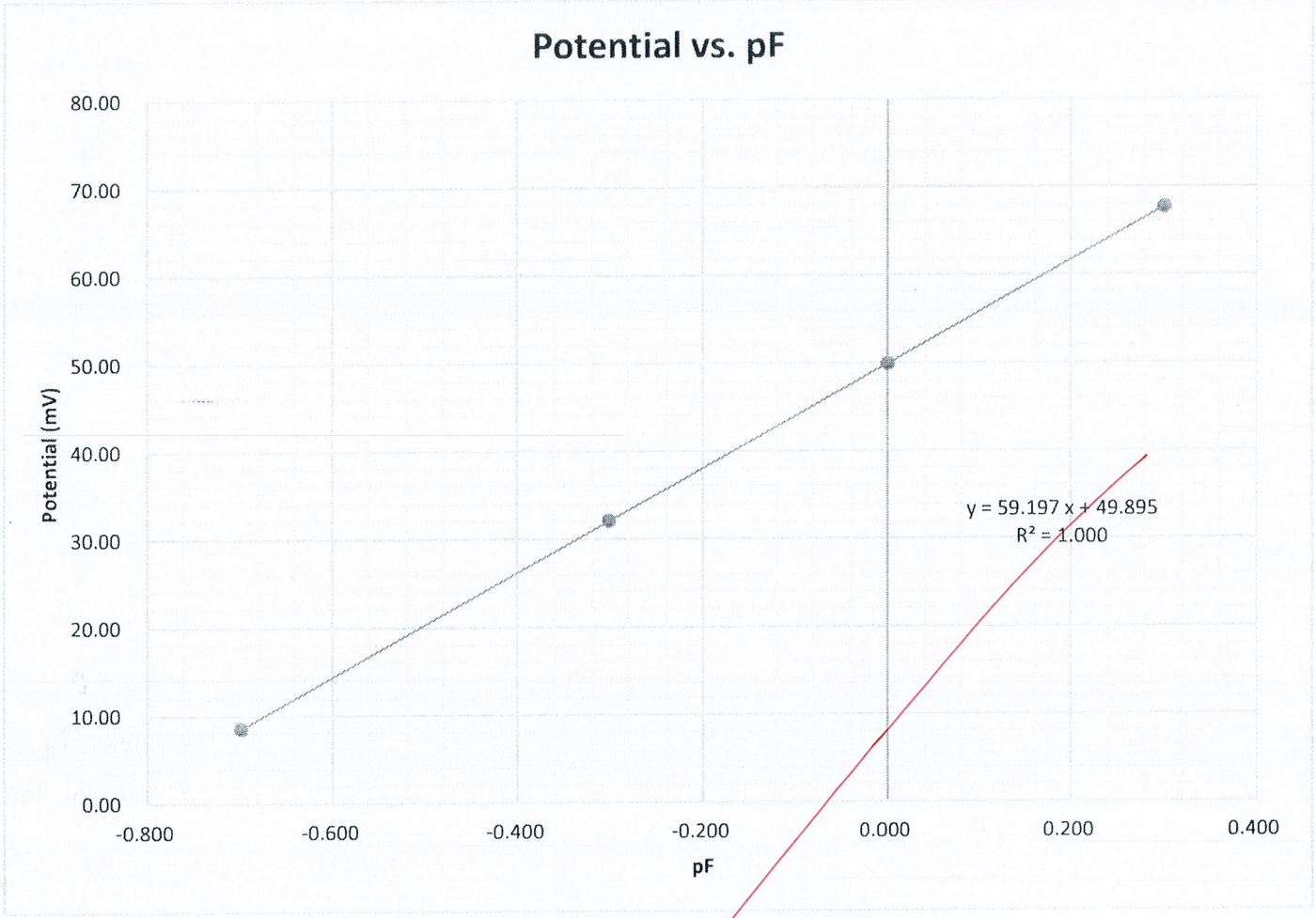
$(27.0 + 27.8 + 27.3 + 27.0) \times \frac{1}{4} = 27.275$

平均溫度 $= 27.275\,^\circ C$

$\begin{cases} E_{F^-} = \text{constant} + 59.197(-\log[F^-]) & \text{實驗值} \\ E_{F^-} = \text{constant} + 59.622(-\log[F^-]) & \text{理論值} \end{cases}$

誤差 $= \frac{|59.622 - 59.197|}{|59.622|} = 0.713\%$ ✱

濃度(ppm)	0.5	1.0	2.0	5.0	牙膏	烏龍茶
pF (-log[F^-])	0.3010	0.0000	-0.3010	-0.6990		
電位 (mV)	67.7	49.9	32.1	8.5	30.6	67.5
溫度(°C)	27.0	27.8	27.3	27.0	27.1	27.6



Potential vs. pF		slope	intercept	相關係數 r
		59.197	49.895	1.000
	potential	pF^-	濃度(ppm)	F^- concentration
烏龍茶	67.5	0.29739683	0.5042	0.1008 ppm
牙膏	30.6	-0.32594557	2.1181	521.698 ug/g