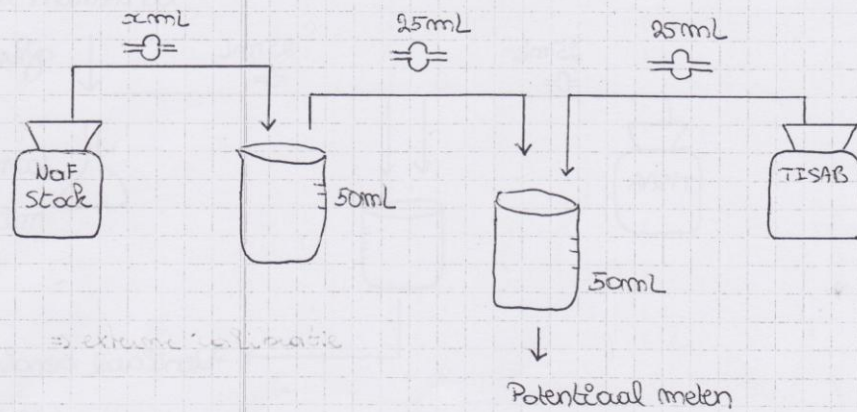
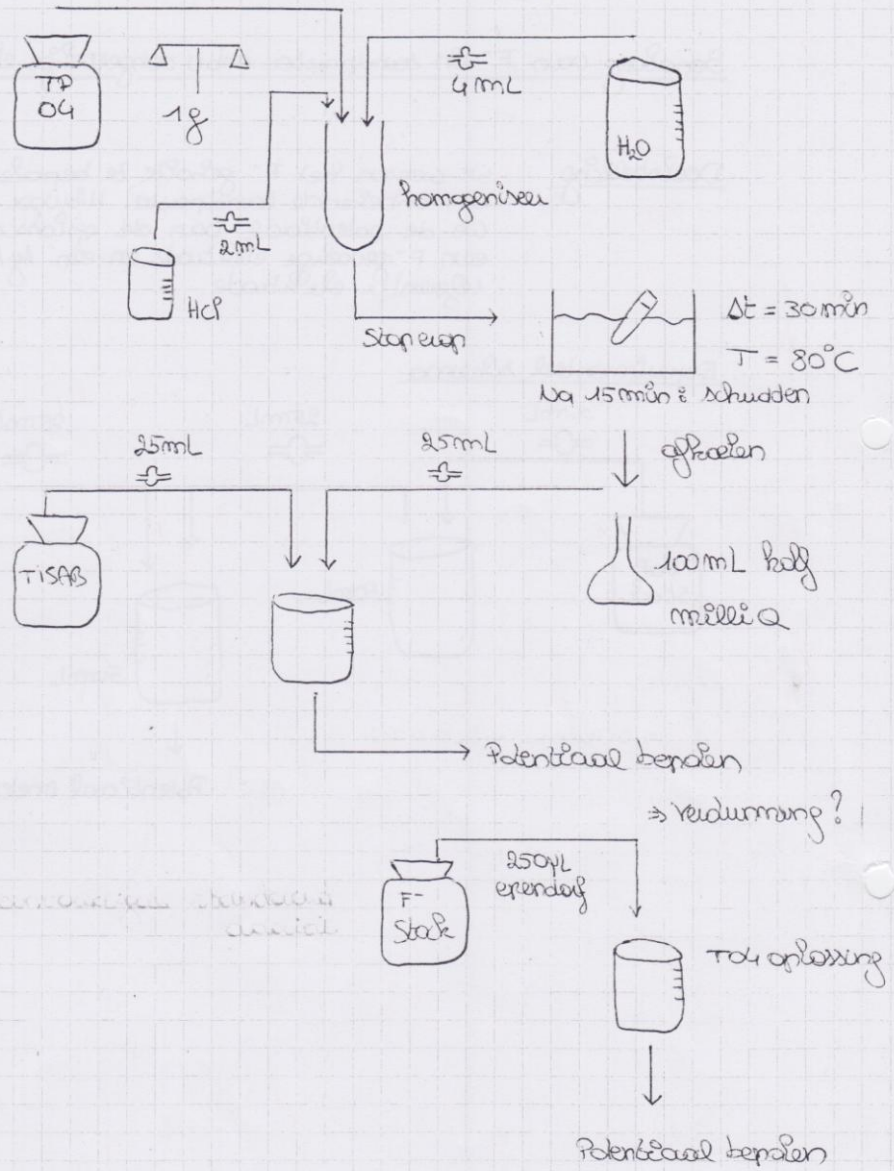


Practicum chemische analysetechniekenBepaling van  $F^-$  in tandpasta mbv convergente elektrodeDoelstelling

we wensen het  $F^-$  gehalte te bepalen in een onbekende tandpasta. Hiervoor meten we de potentiaal van de oplossing mbv een  $F^-$  gevoelige elektrode en een  $Ag/AgCl$  referentie elektrode.

Experimenteel schema

3. Aufgabe: Bestimmung des Fluoridgehalts



## Berekeningen

### ③ externe calibratie

om een ijflijm op te stellen maken we een verdunningsreeks vanuit een fluïde standaard. Hierbij zorgen we dat de bijhorende concentraties gelegen zijn tussen 1000  $\mu\text{m}$  en 10  $\mu\text{m}$

	$V_{\text{stake F}^-}$ (mL)	$V_{\text{water}}$ (mL)	$V_{\text{ totaal}}$ (mL)	$\mu\text{m} (\text{g/g})$
1	$50,00 \pm 0,06$	0	$50,00 \pm 0,06$	950,3
2	$40,00 \pm 0,06$	$10,00 \pm 0,03$	$50,00 \pm 0,07$	760
3	$30,00 \pm 0,05$	$20,00 \pm 0,05$	$50,00 \pm 0,07$	570
4	$20,00 \pm 0,05$	$30,00 \pm 0,05$	$50,00 \pm 0,07$	380
5	$10,00 \pm 0,03$	$40,00 \pm 0,06$	$50,00 \pm 0,07$	190
6	$0,5 \pm 0,3$	$49,50 \pm 0,06$	$50,00 \pm 0,3$	$9,5 \pm 0,6$

#### • Berekening aantal $\mu\text{m}$ :

$$C(\text{NaF}) = 4,2005 \text{ g/l} = 2,10025 \text{ g/l}$$

$$MG(\text{NaF}) = 41,9882 \text{ g/mol}$$

$$\Rightarrow 2,1 \text{ g/l} / 42 \text{ g/mol} = 0,05002 \text{ mol/l NaF}$$

$$MG(\text{F}) = 18,9984 \text{ g/mol}$$

$$\Rightarrow 0,05 \text{ mol/l} \cdot 18,9984 \text{ g/mol} = 0,9503 \text{ g/l F}^-$$

$$\# \mu\text{m F}^- = 0,9503 \text{ g F}^- / 1000 \text{ g} = 950,3 \mu\text{m F}^-$$



- Bepaling van fout bij de gebruikte volumes:

Hiervoor kijken we naar de tolerantie van gebruikte pipetten.

$$V_b \ 50 \text{ mL} \Rightarrow 2 \times (25 \pm 0,075) \text{ mL}$$

$$MF = \sqrt{(0,075)^2 + (0,075)^2} = 0,06 \text{ mL}$$

(fouten andere pipetten)

- Bepaling van fout bij berekening concentratie  $F^-$  (ppm)

$$f = \frac{V_{\text{stat}} F^-}{V_{\text{tot}}} \cdot \text{ppm}$$

$$RF_{f,2} = \sqrt{\left(\frac{MF V_{\text{stat}}}{V_{\text{stat}}}\right)^2 + \left(\frac{MF V_{\text{tot}}}{V_{\text{tot}}}\right)^2} = 0,002$$

$$MF_{f,2} = f \cdot RF_{f,2} = 760,24 \cdot 0,002 = 1,55 \text{ ppm} \Rightarrow 2 \text{ ppm}$$

- Opstellen van de gelyk

	1	2	3	4	5	6
ppm	350,30	760,24	570,18	380,12	190,06	9,05
ppm/2	475,15	380,12	285,09	190,06	95,03	4,53
$\Delta V (\pm 0,1)$ mV	-106,4	-100,9	-93,5	-83,2	-65,7	10,1
log ppm	2,58	2,88	2,76	2,58	2,28	1,00

Voor de gelyk: zie bijlage 1

$$a = \frac{N \sum x_i y_i - \sum x_i \cdot \sum y_i}{N \cdot \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2} = -58$$

$$\text{met } MF_a = \sqrt{\frac{\sum (y_i - ax_i - b)^2}{(N-2) \Delta x}} = 0,2$$

$$b = \frac{\sum (y_i - ax_i)}{N} = 67,127$$

$$\text{met } MF_b = MF_a \sqrt{\frac{\sum x_i^2}{N}} = 0,5$$

$$\Rightarrow Y = (-58,3 \pm 0,2)x + (67,1 \pm$$

gressie rechte met bijhorende onzekerheid om  
on nmet meettoestel etc. Hierdoor zal

① extracte en fluïde in de tandpasta

$$m \text{ tandpasta (TP04)} = (1,01211 \pm 0,0001) \text{ g}$$

⇒ Hieraan krijgen we na behandeling een signaal van:

ligte ←

$$59,9 \pm 0,1 \text{ mV}$$

nu

Volgens ons regressieverband geldt er dan:

nd

$$Y = ax + b \Leftrightarrow x = \frac{Y - b}{a} = \frac{59,9 - 67,1}{-58,3}$$

$$\frac{y}{a} - \frac{b}{a} = 0,1235$$

worden

volgelyk

Met als fout:

Kijk dat?

$$MF_x = \sqrt{\sum \left( \frac{\partial f}{\partial x_i} MF_i \right)^2}$$

$$= \sqrt{\left( \frac{1}{a} \cdot 0,1 \right)^2 + \left( -\frac{1}{a} \cdot 0,5 \right)^2 + \left( \frac{b - Y}{a^2} \cdot 0,2 \right)^2}$$

$$= 0,009$$

$$\Rightarrow x = (0,124 \pm 0,009) \log(\mu\text{g/g})$$

$$\Rightarrow \text{concentratie } F^- \text{ in het mengsel} = 10^{0,124} = 1,33 \text{ ppm}$$

Dit is het aantal ppm in de 100 mL oplossing  
(gelyk wordt opgesteld zonder rekening te houden  
met de verdunning door TeraB dat hier ook)

$$\Rightarrow 1,3 \mu\text{g } F^- / \text{g opl} \times 100 \text{ g opl} = 0,13 \text{ mg } F^- \text{ in oplossing}$$

$$\Rightarrow 0,13 \text{ mg } F^- \text{ in 6 mL oplossing (H}_2\text{O, HCl, TP04)}$$

$$\Rightarrow 0,13 \text{ mg } F^- \text{ in 1 g tandpasta (04)}$$

$$\Rightarrow (0,13 \pm 0,03) \text{ mg } F^- \text{ in } (1,01211 \pm 0,0001) \text{ g TP04}$$



De fout op de concentratie in tandpasta

$$\begin{aligned} f = 10^x &\Rightarrow HF_f = \sqrt{\frac{\partial f}{\partial x} HF_x} \\ &= \sqrt{10^x \ln 10 \cdot 0,009} \quad (x = 0,124 \pm 0,009) \\ &= 0,17 \end{aligned}$$

$\Rightarrow$  concentratie in tandpasta:

$$(13 \pm 3) \cdot 10^{-1} \text{ ppm}$$

① controle op onafhankelijk door eenen standaard additie

250  $\mu$ L toevoegen aan oplossing met  $\text{TP04}$

$$\Rightarrow \Delta V = 7,9 \text{ mV} \quad (7,9 \pm 0,1) \text{ mV}$$

Bijnaande concentratie moet gelijk:

$$x = \frac{y-b}{a} = \frac{7,9 - 67,1}{-58,3} = 1,015 \log(\mu\text{g/g})$$

$$HF_x = 0,04 \quad (\text{formule eerder gegeven})$$

$$\Rightarrow x = (1,02 \pm 0,04) \log(\mu\text{g/g})$$

$$\text{concentratie in mengsel} = 10^{1,02} = 10,47 \text{ ppm}$$

$$HF_{\text{ppm}} = 0,98 \quad (\text{formule eerder af gegeven})$$

$$\Rightarrow 10 \pm 1 \text{ ppm}$$

- experimentele stijging van het aantal ppm  $F^-$  door  
 vereenvoudigde standaard additie

$$10 - 1,3 = 8,7 \text{ ppm}$$

$$\text{met MF} = \sqrt{1^2 + 0,2^2} = 1,02$$

$$\Rightarrow \Delta \text{ppm exp} = (9 \pm 1) \text{ ppm}$$

- theoretische stijging van het aantal ppm  $F^-$  door  
 vereenvoudigde standaard additie

$$(264,6 \pm 0,3) \mu\text{L} + (50,00 \pm 0,06) \text{ mL} = (50,265 \pm 0,003) \text{ mL}$$

$$\Rightarrow 350,3 \text{ ppm } (264,6 \mu\text{L} / 50,265 \text{ mL}) = 5,264$$

$$\text{MF} = 5,26 \cdot \sqrt{\left(\frac{(0,3) \cdot 10^3}{(264,6) \cdot 10^3}\right)^2 + \left(\frac{0,06}{50}\right)^2} = 0,006$$

$$\Rightarrow \text{ppm } F^- = (-1,3 \pm 0,2) + (5,264 \pm 0,006) \\ = (6,6 \pm 0,2) \text{ ppm}$$

Welke potentiometrische zou je voorstellen maken of te maken?



- De foutenmarges van de twee methoden overlappen elkaar niet.

experimenteel	theoretisch
$(10 \pm 1) \text{ ppm}$	$(6,6 \pm 0,2) \text{ ppm}$

opmerking: In de theoretische berekening werd als volume voor erpendaafpijper de waarde  $(264,6 \pm 0,3) \text{ µl}$  gebruikt ipv de aangegeven  $250 \text{ µg}$   
 Dit omwille van volgend experiment:

Ingestelde hoeveelheid:  $250 \text{ µg}$

meting	gewicht $(\pm 0,1) \text{ µg}$
1	264,4
2	264,6
3	266,5
4	263,1
5	264,9
6	264,4
7	264,6
8	264,2
9	264,5
10	264,5

$$\langle \text{gewicht} \rangle = \frac{\sum_{i=1}^N (\text{gewicht})_i}{N} = 264,57$$

$$\text{MF}_{\text{gewicht}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (\text{gewicht}_i - \langle \text{gewicht} \rangle)^2}{N-1}} = 0,8$$

$\Rightarrow$  Toegewege gewicht =  $(264,6 \pm 0,8) \text{ µg}$  ipv  $250 \text{ µg}$

## Bespreking

De experimenteel bekomen waarde voor de concentratie  $F^-$  ligt nu onder hetgeen we zouden verwachten op basis van de theorie. Mogelijk is er dus nog iets misgegaan en het is dus zeer aangewezen naar potentiële fouten te zoeken.

We begonnen met de toevallige fouten. Absoluut is er een onnauwkeurigheid bij het aflezen van de TS. Een fout bij de aflezing van de weegschaal is ook mogelijk maar deze zou bijzonder klein zijn. Vermoedt u meerdere weegschalen aanwezig waren kunnen we spreken van een toevallige fout.

Een andere toevallige fout is het aflezen van de commeter. De eerste keer dat we de meting uitvoerden hebben we er niet gewacht op een stabiel resultaat. Wegens tijds gebrek hebben we dit niet elke keer zo kunnen doen en onderschatten we de meetfout als we enkel de fout van meettoestel in acht nemen.

De aflezing van de meniscus door de meetbuis is ook een toevallige fout die vanwege het gele pipettefout overduidelijk voorkomt.

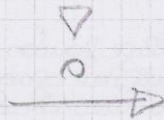
niet nodig?

Een 1<sup>ste</sup> systematische fout is de afwijking van de commeter door de meetbuis. Een 2<sup>de</sup> zeer belangrijke fout in deze categorie is de onzekerheid van NaF en TISAB. Deze wordt ontdekt met de tweevoudige standaard deviatie. Het verschil tussen de experimentele en de theoretische methode is groter dan de onzekerheden waardoor er geen overlap is. Dit doet vermoeden dat we effectief te maken hebben met onzekerheid. TISAB complexen slechts geleidelijk de aanwezige ionen en oplossing.

Verder is er een systematische fout bij het gebruik van het standaardpuffer. Deze had een kleine fout toe de metingen onderling maar hij wijkt wel af van de gevraagde waarde. Deze fout werd echter wel gecompenseerd.



(Als laatste fout hebben we nog de keuze van  
T-I-S-A-B als buffer. Daar even over een



Tenslotte is er nog een probleem met de  
positie van de glijdende de onbekende.  
Deze valt maar al te gemakkelijk op  
op tussen deze punten. Verdere van  
de oplossing hebben we geprobeerd maar  
had geen oplossing: de fout werd groter.  
Dus hebben we nog een extra glijdend  
begevoerd om de fout te beperken.  
Helorus was hier niet in staat om de  
onbekende effectief op de glijdende  
te laten vallen.



# Bijlage 1: Yklijn externe calibratie

