

实验 12 氟离子选择性电极测定水中 F^- 含量

1. 目的要求

- (1) 掌握氟离子选择电极测定水中 F^- 浓度的原理和方法;
- (2) 了解总离子强度调节缓冲溶液的意文和作用;
- (3) 熟悉用标准曲线法和标准加入法测定水中 F^- 的浓度。

2. 仪器与试剂

(1) 仪器：酸度计或离子活度计，氟离子选择电极，饱和甘汞电极，电磁搅拌器，吸量管，100mL容量瓶等。

(2) 试剂：

① 氟标准贮备溶液：称取于110℃干燥2h并冷却的NaF 0.2210g，用水溶解后转入1000mL容量瓶中，稀释至刻度,摇匀。贮于聚乙烯瓶中。此溶液每1mL含 F^- 100 μ g。

② 氟标准溶液：吸取10.00mL氟标准贮备溶液于100mL容量瓶中，用水稀释至刻度,摇匀。此溶液每1mL含 F^- 10.0 μ g。

③ 总离子强度调节缓冲溶液(TISAB)：加入500mL与57mL冰醋酸，58gNaCl，12g柠檬酸钠($Na_3C_6H_5O_7 \cdot 2H_2O$)，搅拌至溶解。将烧杯放冷后，缓慢加入6mol/LNaOH溶液(约125mL)，直到pH在5.0~5.5之间，冷至室温，转入1000mL容量瓶中，用去离子水稀释至刻度。

3. 实验步骤

(1) 氟电极的准备：电极在使用前应 10^{-3} mol/LNaF溶液浸泡1~2h，进行活化，再用去离子水清洗电极到空白电位，即氟电极在去离子水中的电位约-300mV(此值各支电极不一样)。

(2) 标准曲线法：吸取10 μ g/mL的氟标准溶液0.00，0.50，1.00，3.00，5.00，8.00，10.00及水样20.00mL(或适量水样)，分别放入8个100mL容量瓶中，各加入20mL TISAB溶液，用水稀释至标线，摇匀。由低浓度到高浓度依次移入塑料烧杯

中(空白溶液除外),插入氟电极和参比电极,放入一只塑料搅拌子,电磁搅拌 2min,静置 1min 后读取平衡电位(达平衡电位所需时间与电极状况、溶液浓度和温度等有关,视实际情况掌握),最后测定水样电位值。在每一次测量之前,都要用水将电极冲洗干净,并用滤纸吸干。

根据所测标准系列数据,在半对数坐标纸上作E - c_{F^-} -标准曲线或在普通方格坐标纸上作E - pH标准曲线。在标准曲线上查出稀释后水样的 F^- 浓度(或pF值),然后计算出水样中 F^- 含量。

(3) 一次标准加入法:取 20.00mL水样(或适量)于 100mL容量瓶中,加入 20mL TISAB溶液,用水稀释至刻度,摇匀后全部转入 200mL的干燥烧杯中,测定电位值 E_1 。

向被测溶液中加入 1.00mL浓度为 100 $\mu\text{g/mL}$ 的氟标准溶液,搅拌均匀,测定其电位值为 E_2 。将标准系列中的空白溶液全部加到上面测过 E_2 试液中,搅拌均匀,测定其电位值为 E_3 。

水样试液中 F^- 浓度为:

$$c_{F^-} = \frac{c_s V_s}{c_s + V_x} \left(10^{\frac{|E_2 - E_1|}{S}} \right)^{-1} \mu\text{g/mL}$$

水样中 F^- 含量为:

$$\rho_{F^-} = \frac{c_{F^-} \times 100.00}{20.00} \times \frac{1000}{1000} \text{ mg/L}$$

式中S为电极响应斜率,理论值为 $2.303RT/nF$ 和实际值有一定的差别,为避免引入误差,可由计算标准曲线的斜率求得,也可借稀释一倍的方法测得。在测出 E_1 和 E_2 后的溶液中加入同体积空白溶液,测其电位为 E_3 ,则实际响应斜率为:

$$S = \frac{E_3 - E_2}{-\lg 2}$$

思考题

1. 用氟电极测定 F^- 浓度的原理是什么?

2. 用氟电极测得的电位是 F^- 的浓度还是活度的响应值？在什么条件下才能测 F^- 浓度？
3. 总离子强度调节缓冲溶液由哪些组分组成，各组分的作用是什么？
4. 标准系列法测量电位值，为什么测定顺序要由稀到浓？