

IONSKO-SELEKTIVNE ELEKTRODE ZA ODREĐIVANJE ŽELJEZOVIH(III) KATIONA

ION-SELECTIVE ELECTRODES FOR FERRIC CATIONS DETERMINATION

Andrea Paut¹, Ante Prkić¹, Ivana Mitar², Josipa Giljanović¹, Lucija Guć¹
¹Kemijsko-tehnološki fakultet, Zavod za analitičku kemiju, Ulica Rudera Boškovića 35,
 21 000 Split
²Prirodoslovno-matematički fakultet, Odjel za kemiju, Ulica Rudera Boškovića 33,
 21 000 Split

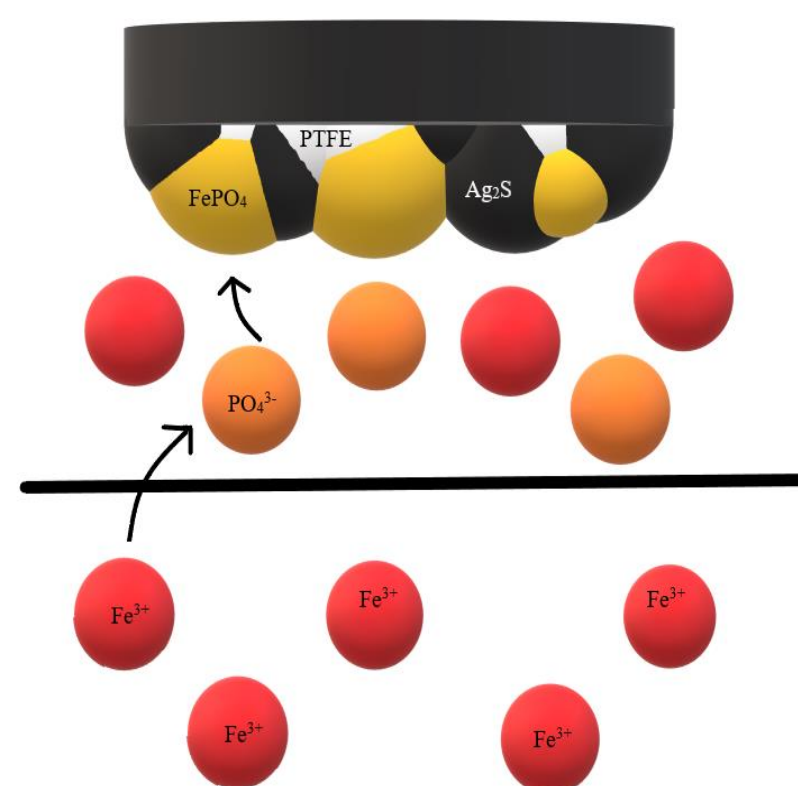
međunarodni znanstveno-stručni skup
18 RUŽIČKINI DANI
 DANAS ZNANOST – SUTRA INDUSTRIJA
 16. – 18. rujna 2020. | Vukovar, Hrvatska

Ionsko-selektivne membrane u svrhu potenciometrijskog određivanja koncentracije željezovih(III) kationa u otopinama, sastavljene su od laboratorijski pripremljenih taloga željezovog(III) fosfata i srebrvog sulfida uz dodatak komercijalnog politetrafluoretilena (PTFE). S obzirom da je senzor (M1) sastava $\text{FePO}_4 : \text{Ag}_2\text{S} : \text{PTFE} = 1:1:2$ prilikom testiranja u laboratorijski pripremljenoj otopini željezovih(III) kationa prema istima pokazao promjenu potencijala u ovisnosti o promjeni koncentracije Fe^{3+} kationa u skladu sa zahtjevima Nernstove jednadžbe. Membrana je zatim primijenjena za određivanje Fe^{3+} kationa u otopinama realnih uzoraka lijekova koji se koriste za nadomještanje manjka koncentracije željeza u krvi.

Željezo je neophodno za normalan razvoj i funkcioniranje ljudskog organizma te ukoliko dođe do koncentrijskog odstupanja od referentnih vrijednosti unutar organizma, bilo da se radi o višku ili manjku, može doći do razvoja brojnih poremećaja pa tako i bolesti. Prema tome, razvoj novih analitičkih alata za precizno mjerenje koncentracije željeza na selektivan i brz način, bit će od velike pomoći i kao dijagnostički alat poremećaja rada ljudskog metabolizma.

Potenciometrijski senzori odlikuju se jednostavnošću pripreme i korištenja te su postali atraktivan način određivanja prisutnosti različitih ionskih vrsta u otopinama.

Na Slici 1. prikazana je ilustracija odziva senzora prema željezovim(III) kationima.



Slika 1. Ilustracija odziva membrane prema Fe^{3+} kationima

Za selektivno određivanje prisutnosti željezovih(III) kationa u otopini, korištene su ionsko-selektivne membrane pripravljene u laboratoriju. Kako bi elektroda bila selektivna prema Fe^{3+} kationima, površina konstruirane membrane u svom sastavu mora sadržavati željezove(III) katione, ili komponentu koja će s istima formirati teško topljivi talog. Tako su ove membrane izrađene od laboratorijski istaloženog željezovog(III) fosfata, srebrvog sulfida te teflona i to u omjerima od 1:1:2 do 1:5:6. Na ovakav način dobiveno je 5 membrana različitog sastava, prikazanih u Tablici 1.

Naziv senzora	Udio komponenti		
	FePO_4	Ag_2S	PTFE
M1	1	1	2
M2	1	2	3
M3	1	3	4
M4	1	4	5
M5	1	5	6



Tablica 1. Prikaz sastava različitih ionsko-selektivnih membrana

Slika 2. Ionsko-selektivne membrane

Prilikom testiranja, pripravljena membrana je umetnuta u posebno dizajnirano tijelo elektrode koje je zajedno s referentnom elektrodom uronjeno u sadržaj elektrokemijske ćelije.

Svi su senzori testirani u otopinama željezovog(III) nitrata te željezovog(III) klorida pri pH vrijednostima otopina 1 i 1,5.

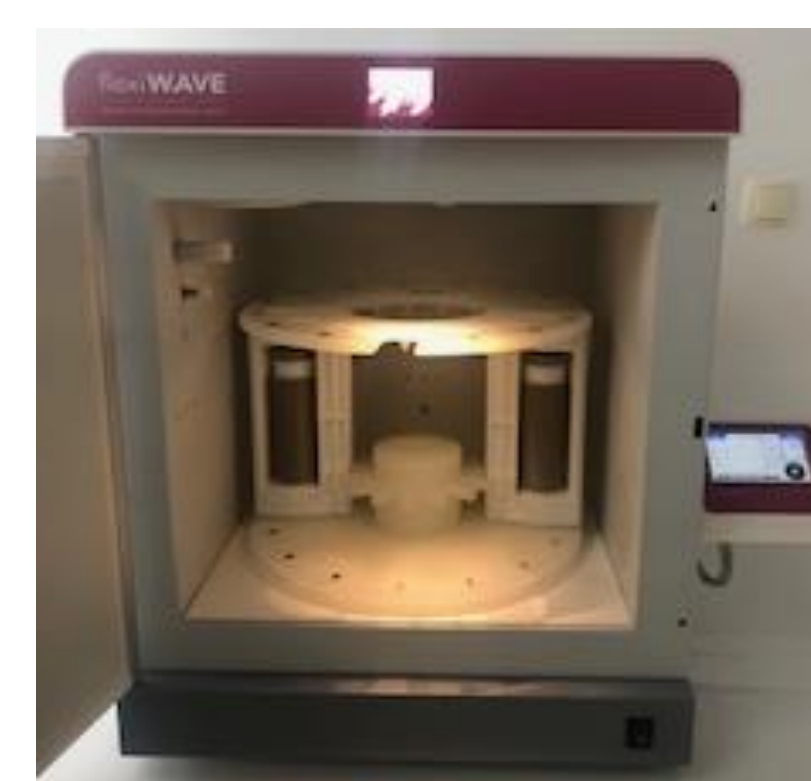
Na Slici 3. prikazano je posebno dizajnirano tijelo elektrode, a na Slici 4. korištena aparatura.



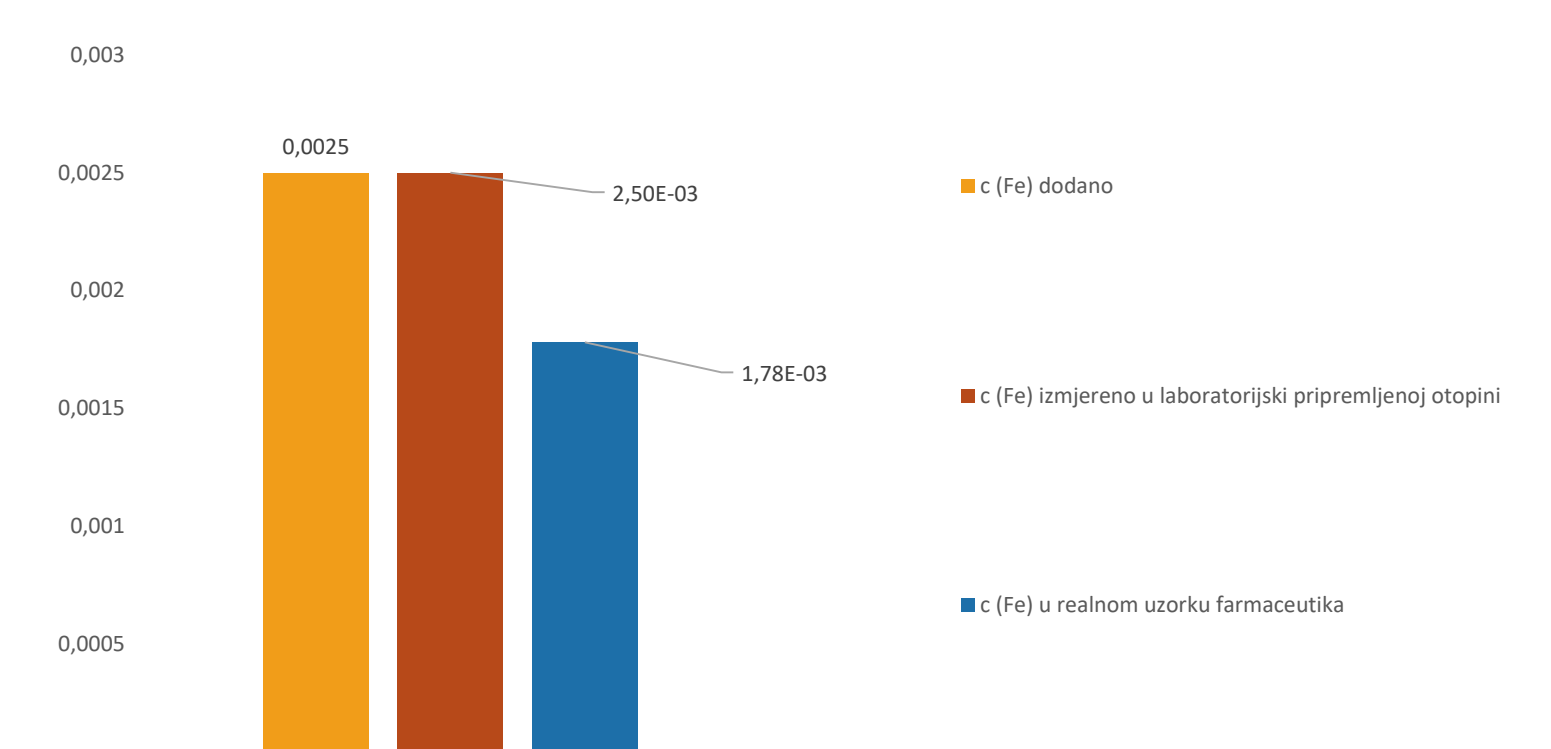
Slika 3. Tijelo elektrode



Slika 4. Aparatura

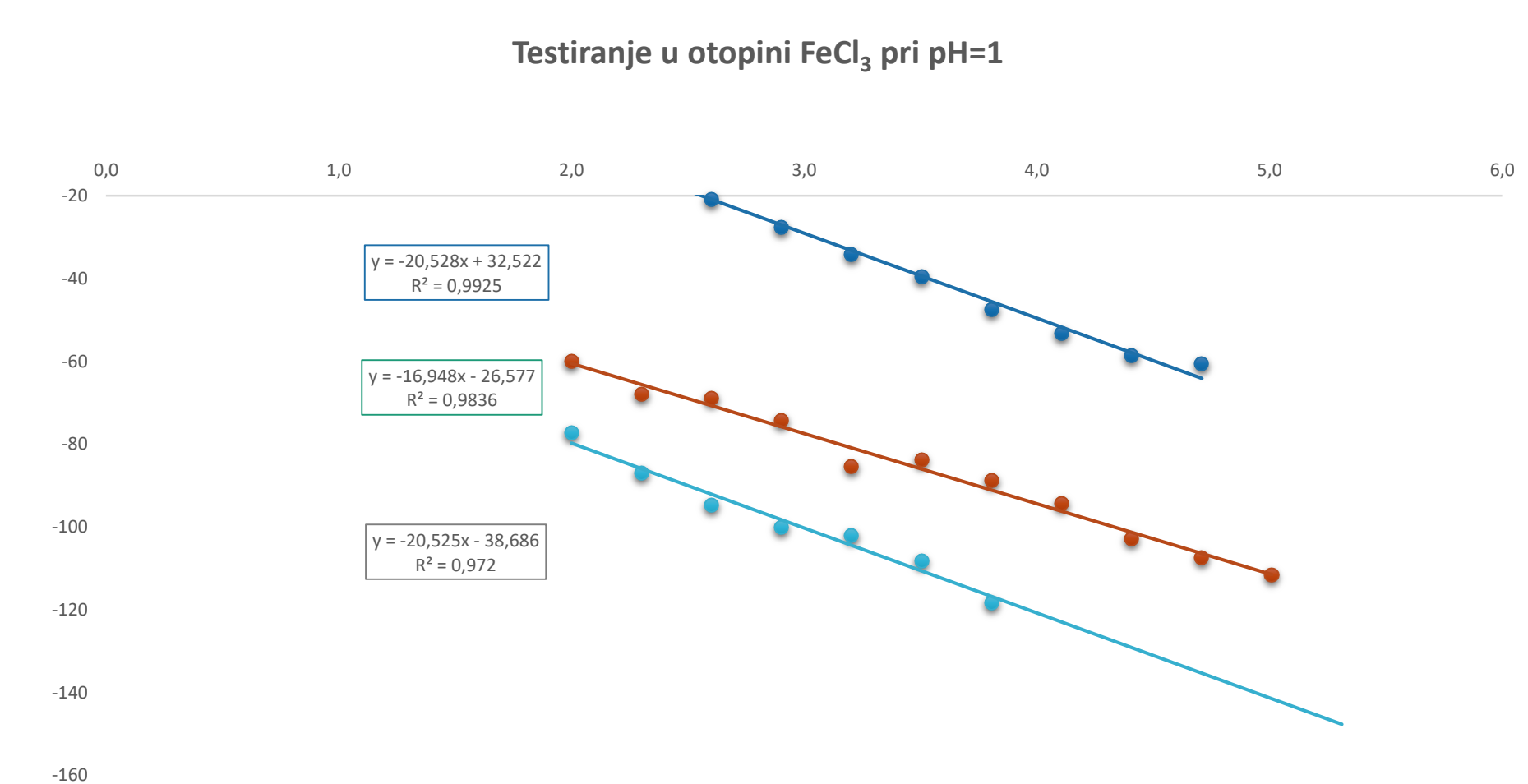


Slika 5. Mikrovalna digestija

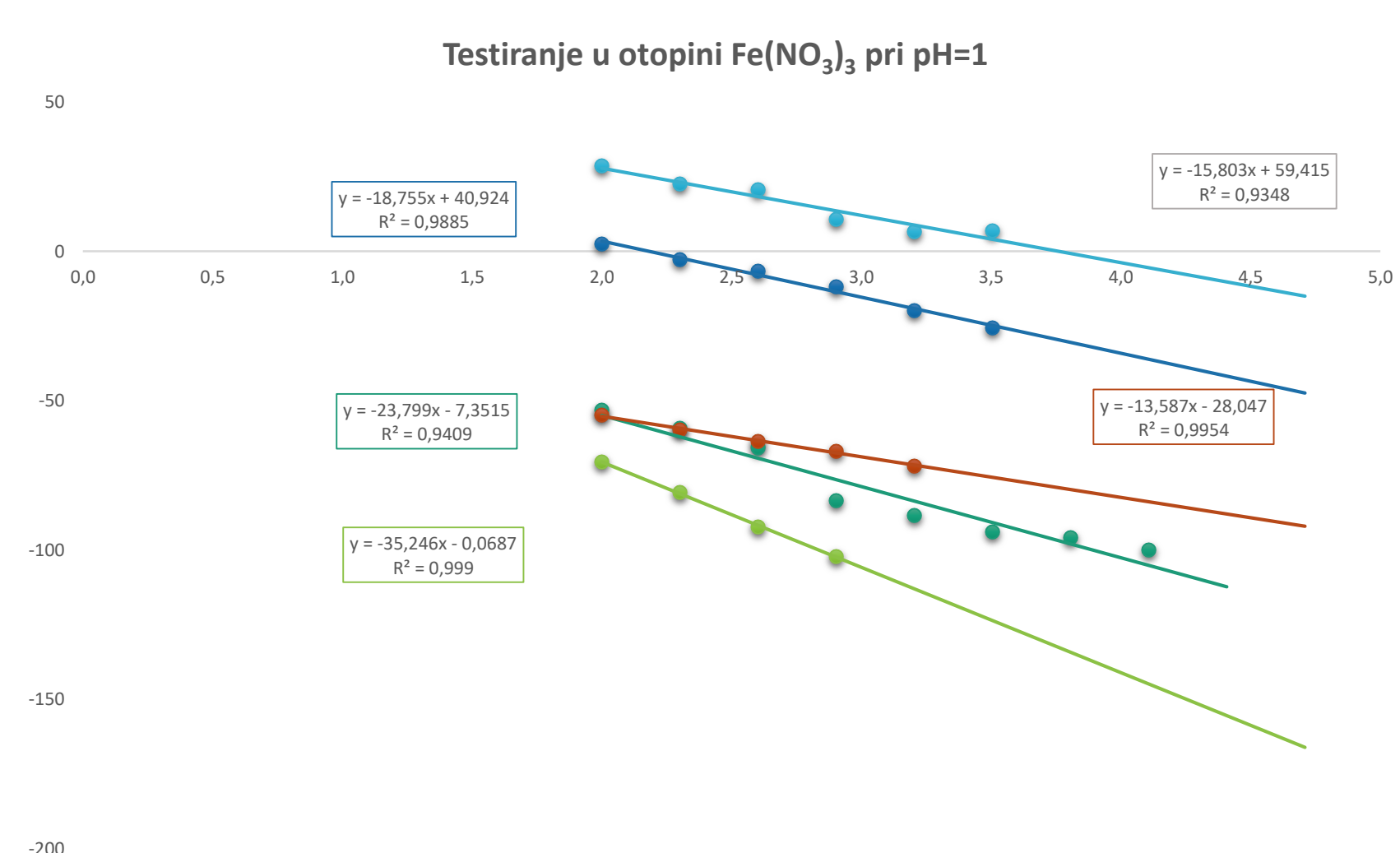


Graf 3. Rezultati testiranja M1 u realnom uzorku

Posebno su istaknuti rezultati dobiveni ispitivanjem senzora sastava $\text{FePO}_4 : \text{Ag}_2\text{S} : \text{PTFE} = 1:1:2$ koji su u otopinama $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ i FeCl_3 pokazali promjenu potencijala u ovisnosti o promjeni Fe^{3+} kationa u skladu sa zahtjevima Nernstove jednadžbe. Rezultati su detaljnije prikazani na Grafovima 1. i 2. te Tablici 2.



Graf 1. Rezultati testiranja u otopini FeCl_3



Graf 2. Rezultati testiranja u otopini $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$

Senzor	Granica dokazivanja	Granica određivanja
M1 U otopini FeCl_3	$4,9 \cdot 10^{-6}$	$8,1 \cdot 10^{-6}$
M1 U otopini $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$	$2,6 \cdot 10^{-4}$	$4,8 \cdot 10^{-4}$

Tablica 2. Rezultati testiranja senzora M1

Predstavljeni senzor je testiran i dodatkom standarda u laboratorijski pripremljenu otopinu željezovog(III) nitrata pri pH=1 te u u realnom uzorku, farmaceutskom pripravku koji se koristi u svrhu nadomještanja nedostatka željeza u organizmu koji je pripremljen mikrovalnom digestijom tableta (Slika 5.).

Rezultati su prikazani u Grafikonu 3.

Senzori za potenciometrijsko određivanje prisutnosti željezovih(III) kationa u otopinama izrađeni su u našem laboratoriju od prvog do posljednjeg koraka. Uz nisku cijenu izrade te visoku jednostavnost korištenja, obradom dobivenih rezultata je potvrđena mogućnost korištenja istih ne samo u laboratorijski pripremljenim otopinama već i u otopinama realnih uzoraka. Iznimni rezultati granice određivanja Fe^{3+} kationa u iznosu od $8,1 \cdot 10^{-6}$ mol L⁻¹ te granice dokazivanja $4,9 \cdot 10^{-6}$ uz obnovljivost od 100% prilikom određivanja nasumične koncentracije željezovih(III) kationa u laboratorijski pripremljenoj otopini dokazuju prethodnu tvrdnju. Obnovljivost prilikom analize realnog uzorka iznosi 71,2 % , što je objašnjeno nepotpunom oksidacijom Fe^{2+} (prisutnog u tableti) u Fe^{3+} kojeg je na ovaj način moguće odrediti.