TEMAT ĆWICZENIA:

OZNACZANIE ZAWARTOŚCI FLUORU W WYBRANYCH PASTACH I PŁYNACH.

METODA:

Potencjometria

WPROWADZENIE

Związki fluoru w przyrodzie występują dość powszechnie. Obecne są w wodzie naturalnej, w glebie, w głębokich pokładach geologicznych, żywych organizmach, oraz roślinach. Największe stężenia związków fluoru występują w wodzie, która styka się z fosforytami lub apatytami. Stężenie fluoru może dochodzić nawet do 10 mg/dm^3.

Fluor wywiera wpływ na układ kostny człowieka, a szczególnie na uzębienie. Szkodliwy wpływ fluoru objawia się tzw. fluorozą, gdy organizm człowieka przyjmuje więcej niż 2,5 mg F^- na dobę. Objawy chorobowe widoczne są przede wszystkim w postaci cętkowanego szkliwa na zębach. Za optymalna dawkę uważa się ok. 1 mg na dobę, co zapobiega powstawaniu fluorozy i próchnicy [1]. Szacuje się, że 32 procent amerykańskich dzieci cierpi na fluorozę. Od lat 40 XX wieku liczba ta wzrosła o blisko 40 procent. Sytuację pogarsza to, że dorośli magazynują małe ilości pierwiastka (około 10 procent wchłoniętego fluoru), natomiast rosnące dzieci mogą go magazynować nawet w 50 procentach. Dlatego wiele krajów europejskich zaleca, by dawka fluoru w paście do zębów przeznaczonej dla dzieci była niższa niż w tej dla dorosłych lub by zmniejszać dzieciom dawki pasty.

Toksyczne działanie fluoru na organizmy żywe polega przede wszystkim na tworzeniu trwałych biologicznie nieczynnych kompleksów z kationami metali głównie dwuwartościowych jak np. Mg^{2+} oraz tworzeniu stałych wiązań wodorowych z ważnymi biologicznie grupami amidowymi. Konsekwencją jest zakłócenie szeregu przemian biochemicznych.

Inhibicja enzymów powodowana przez jony fluorkowe może dotyczyć enzymów metalozależnych oraz enzymów, w których kofaktor nie jest potrzebny, a fluor blokuje bezpośrednio enzym. Ten typ inhibicji dotyczy między innymi acetylocholinoesterazy [2].

Wody występujące na obszarach Polski i ujmowane do celów wodociągowych są na ogół ubogie we fluorki i wykazują ich niedobór, wyrażający się stężeniem poniżej 0.5 mg/dm^3 F. Jedynie w nielicznych przypadkach wody w Polsce, zwłaszcza w rejonach nadmorskich wykazują zawartość ponad 1,0 mg/dm^3 F, a więc zwiększone ilości fluorków. W rejonach ubogich we fluorki już kilka wodociągów komunalnych stosuje fluorowanie wody, czyli wzbogacanie we fluorki. Natomiast, gdy stężenie fluorków znacznie przekracza ilość optymalną [3], należy stosować usuwanie jego z nadmiaru wody.

Fluorki można oznaczać wieloma metodami:
- z odczynnikiem alizarynowo-cyrkonowym (metoda wizualna),
- z odczynnikiem cyrkonowo-SPADNS,
-z zastosowaniem elektrody jonoselektywnej,
-wykorzystując chromatografie jonową.

[1] Hermanowicz W., Dojlido J., Dożańska W., Koziorowski B., Zerze J.: Fizykochemiczne badanie wody i ścieków Arkady, Warszawa 1999
[2] Cimasoni G. Biochem J. 1966. 99. 133
[3] Najwyższa dopuszczalna zawartość fluorków w wodzie wodociągowej w Polsce wynosi 1,5 mg/dm^3 F (Dz. U. z 1990 r., nr 35, poz. 205)

CEL ĆWICZENIA

Oznaczenie polega na pomiarze potencjału z wykorzystaniem zespolonej elektrody jonoselektywnej elektrody fluorkowej (czyli elektrody zawierającej w jednej obudowie półogniwo pomiarowe i odniesienia). Mierzone różnice potencjałów między elektrodami jest miarą stężenia jonów fluorkowych. Użycie takiej elektrody umożliwia wykonywanie pomiarów nawet w niewielkich objętościach próbek oraz jest łatwe w użyciu.

ODDCZYNNIKI NACZYNIA I PRZYRZĄDY

- Zespolona jonoselektywna elektroda fluorkowa
- Mikrotitrator
- Zestaw naczyń wykonanych z tworzywa sztucznego
- Naczynko pomiarowe

- Bezwodny octan amonu
- Chlorek sodu
- Cytrynian sodu
- Lodowaty kwas octowy

SPOSÓB WYKONANIA ĆWICZENIA

1. **Roztwór buforowy**

Do kolby o pojemności 1 dm^3 wlać około 500 cm^3 wody destylowanej i rozpuścić w niej kolejno: 4,6 g bezwodnego octanu amonu, 58 g chlorku sodu i 174 g cytrynianu sodu ($Na_3C_6H_5O_7$ x 2 H_2O). Następnie za pomocą lodowatego kwasu octowego doprowadzić roztwór do pH 5,9-6,0 (stosując papierki wskaźnikowe). Kolbę uzupełnić wodą destylowaną do objętości 1 dm^3 i wymieszać .

2. **Fluorek sodowy, podstawowy roztwór wzorcowy**

W kolbie miarowej o pojemności 1 dm^3 wykonanej z tworzywa sztucznego rozpuścić w wodzie destylowanej 2,210 g fluorku sodu, uzupełnić wodą destylowaną do kreski i wymieszać. W 1 cm^3 przygotowanego roztworu znajduje się 1 mg fluorków. Roztwór przechowywany w butelce polietylenowej jest trwały przez około 6 m- cy.

3. **Skala wzorców i krzywa wzorcowa**.

Do sześciu probówek z tworzywa sztucznego o pojemności 50 cm^3 odmierzyć kolejno 0.5, 2.5, 5.0, 12.5, 25.0 i 50 cm^3 podstawowego roztworu wzorcowego, uzupełnić wodą destylowaną do 50 cm^3 (oprócz ostatniego) i dokładnie wymieszać. Stężenie fluorków w przygotowanych wzorcach wynoszą kolejno 10, 50, 100, 250, 500, 1000 mg/dm^3 [F^-].

UWAGA:
Krzywą wzorcową wykonujemy od roztworu zawierającego stężenia fluorków od najmniejszego do największego!

Po wymieszaniu roztworów całą zawartość wzorca należy przelać do naczynka pomiarowego wykonanego z tworzywa sztucznego o pojemności 100 cm^3. Następnie do badanego roztworu należy dodać **10 cm^3** roztworu buforowego.

Pomiary należy wykonać **nie** używając mieszadła magnetycznego. Po zanurzeniu zespolonej jonoselektywnej elektrody fluorkowej w poszczególnych wzorcach należy wykonać pomiary w czasie 360 sekund. Po tym czasie zarejestrowany pomiar potencjału należy zapisać w katalogu o nazwie LZCh w oddzielnym katalogu z nazwą dnia wykonywania pomiaru.

Z otrzymanych danych należy sporządzić krzywą wzorcową zawartości jonów fluorkowych w sporządzonych roztworach. Stosując odpowiednie programy obróbki danych, odkładając w skali logarytmicznej na osi odciętych (OX) wartość stężeń fluorków w mg/dm^3, a na skali rzędnych (OY) odpowiadające im wartości potencjału.

WYKONANIE OZNACZENIA PRÓBEK

W przypadku badania płynu do płukania jamy ustnej do probówki z tworzywa sztucznego o pojemności 50 cm^3 należy odmierzyć 50 cm^3 badanego roztworu zawierającego jony fluorkowe. Zawartość należy przelać do naczynka pomiarowego wykonanego z tworzywa sztucznego o pojemności 100 cm^3. Następnie do roztworu należy dodać **10 cm^3** roztworu buforowego i wykonać pomiar tak jak w przypadku badania wzorców.

W przypadku badania pasty do zębów. W naczynku wykonanym z tworzywa sztucznego o nazwie „Zadanie" na wadze analitycznej należy zważyć pastę w ilości około 0.5 cm i rozpuścić w 50 cm^3 wody. Do tak przygotowanego roztworu należy dodać po **10 cm^3** roztworu buforowego i wykonać pomiar tak samo jak w przypadku badania wzorców.

OPRACOWANIE WYNIKÓW

W pierwszym etapie należy wykonać krzywą wzorcową dla badanych roztworów używając jednostki [mg/dm^3] [F^-].

Następnie stężenie fluorków w badanych próbkach należy odczytać z krzywej wzorcowej, wyniki dla szczególnych past należy stabelaryzować i omówić.