

CODEN: GHTMDD – 188

ISSN 0350 – 0136

Примено во редакцијата: 13 јануари 1991

УДК 541.135.5 : 543

Стручен труд

## ПРИГОТВУВАЊЕ И ИСПИТУВАЊЕ НА ОСОБИННИТЕ НА СРЕБРОДИЕТИЛДИТИОКАРБАМАТНИ ЕЛЕКТРОДИ И НИВНА ПРИМЕНА ЗА ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА НЕКОИ ОРГАНСКИ СУПСТАНЦИ

Олга Генчова, Методија Димески

Природно-математички факултет, Институт за хемија, Универзитет „Кирил и Методиј“, 91000 Скопје, Македонија

Приготвени се четири сребродиетилдитиокарбаматни електроди. Подготвените електроди од 20% DDTС-Ag активна супстанција и 80% графит како матрица, како и електродите од 50% DDTС-Ag и 50% графит можат да се применуваат за потенциометриска титрација на натриумдиетилдитиокарбамат (DDTC-Na) до концентрација  $c = 10 \cdot 10^{-3}$  mol/dm<sup>3</sup>. Сребродиетилдитиокарбаматните електроди, приготвени од 50% DDTС-Ag активна супстанција и 50% сребро(I) сулфид, како и оние приготвени од 40% DDTС-Ag и 60% сребро(I) сулфид како матрица, не покажуваат осетливост на промената на концентрацијата на натриумдиетилдитиокарбаматот.

### Клучни зборови:

сребродиетилдитиокарбаматни електроди

### УВОД

Во литературниот преглед нема податоци за користење на сребродиетилдитиокарбаматни јонселективни електроди, па затоа си поставивме задача приготвување на таков вид електроди и

изучување на нивната електродна функција, како и нивна примена за определување на натриумдиетилдитиокарбамат.

### ЕКСПЕРИМЕНТАЛЕН ДЕЛ

За приготвување на сребродиетилдитиокарбаматни електроди како активна компонента се употребува сребродиетилдитиокарбамат, а како матрица графит или сребро(I) сулфид. DDTС-Ag е синтетизиран со помешување на DDTС-Na и AgNO<sub>3</sub> во еквивалентни односи, на собна температура. Ag<sub>2</sub>S е синтетизиран по методот на K. Camman и G. A. Rechnitz [1].

Електродите се приготвуваат на тој начин што одмерените количества од DDTС-Ag и сребро(I) сулфид или графит се хомогенизираат во мал ахатен аван. Смесата се става во калап со дијаметар од 10 mm. За тело на приготвените електоди се користат поливинилски цевки со должина од 15 см. Цврстиот контакт помеѓу сребрената жица и мембраната е остварен со

сребrena паста. Овој начин на контакт помеѓу сребрената жица и мембраната овозможува приготвените електроди да се без внатрешен полнечки раствор. За мерење на потенцијалот се користени pH-метар Ma 5705 и SPECIFIC JON METER MODEL 407A, како и референтна електрода ORION DOUBLE JUNCTION REFERENCE ELEKTRODE MODEL 90-02 и заситена каломелова електрода K-401 од RADIOMETER со примена на електролитен мост од KNO<sub>3</sub>. Работните раствори од AgNO<sub>3</sub> и DDTС-Na се приготвени со директно мерење на потребните количини. Нивната точна концентрација е определувана по познати методи [2, 3, 4]. Пуферните раствори се приготвувани по Lure [5].

## РЕЗУЛТАТИ И ДИСКУСИЈА

Приготвени се четири сребродиетилдитиокарбаматни електроди, обележани со I–IV. Нивните карактеристики се дадени во табелата 1.

Приготвените електроди се активирани во раствор од DDTС–Na, со концентрација  $c = 1,0 \cdot 10^{-3}$  mol/dm<sup>3</sup>. Нивната електродна функција, како и осетливоста, се испитува во разни временски интервали од нивното активирање. Резултатите од овие испитувања за електродата III се при-

кажани во табелата 2. Од прикажаните резултати се гледа дека за подолго време на користење на електродата III, електродната функција нема поголема промена на вредностите за границата на детекција и наклонот на калибрационата крива. Што се однесува до стандардниот потенцијал, со време на користење на електродата III се забележува минимална промена на вредностите.

Табела 1. Параметри на DDTС–Ag електроди

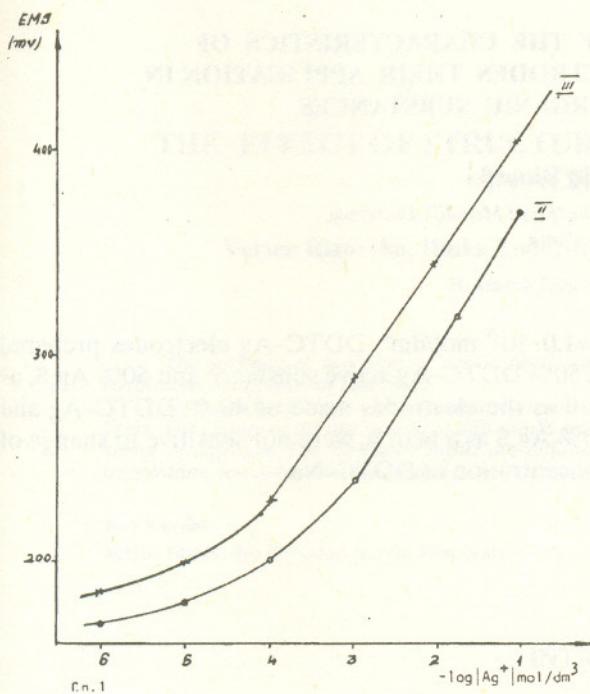
Електрод	Активна компонента DDTС–Ag [%]	Матрица Ag <sub>2</sub> S графит [%]	Електричен отпор [MΩ]	Граница на детекција [ mol/dm <sup>3</sup> ]
I	50	50	—	103 не покажува електродна функција
II	20	—	80	77 $1,0 \cdot 10^{-3}$
III	50	—	50	14 $1,0 \cdot 10^{-4}$
IV	40	60	—	113 не покажува електродна функција

Табела 2. Карактеристики на електродата III во функција од времето на активирање

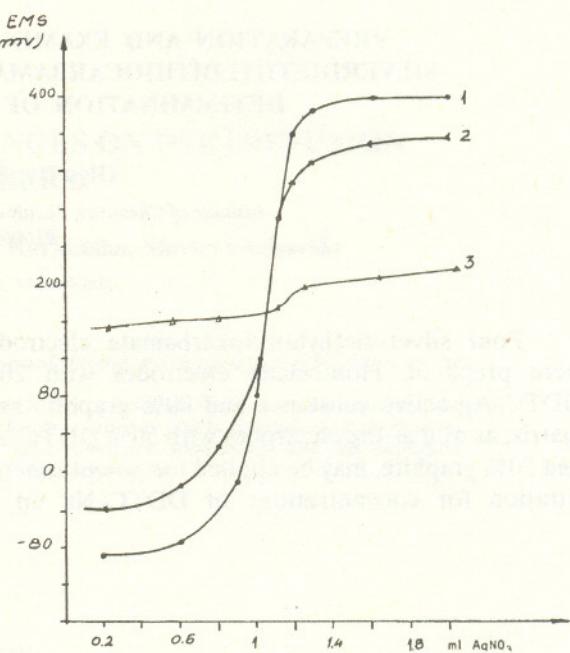
Граница на детекција	$E^{\circ}$ [ mV ]	Nernst-ов наклон $\Theta$ [ mV ]	Временски период од активирање [ денови ]
$1,0 \cdot 10^{-3}$	360	58,0	1
$5,0 \cdot 10^{-3}$	350	58,5	3
$1,0 \cdot 10^{-3}$	340	58,0	11
$5,0 \cdot 10^{-3}$	370	59,0	15
$5,0 \cdot 10^{-3}$	365	59,0	180

Електродите II и III можат да се применат за потенциометриска титрација на DDTС–Na. На сликата 1 се дадени калибрационите криви на сребродиетилдитиокарбаматните електроди II и III во раствори со јонска јакост  $0,1$  mol/dm<sup>3</sup> KNO<sub>3</sub>. Со намера да се испита меѓусебниот однос на потенцијалот на електродите и концентрацијата,

го измеривме потенцијалот во раствори од AgNO<sub>3</sub> со концентрациски интервал од  $10^{-1}$  до  $10^{-6}$  mol/dm<sup>3</sup>. Потенцијалот на електродата II покажува NERNST-ова зависност од концентрацијата на сребрените јони во раствор до концентрација од  $10^{-4}$  mol/dm<sup>3</sup> (Ag<sup>+</sup>).



Сл. 1. Калибрациони криви на диетилдитиокарбаматни електроди I и III во раствори со јонска јакост од  $0,1 \text{ mol}/\text{dm}^3 \text{KNO}_3$



Сл. 2. Криви на титрација добиени со електродата III за системите:

- 1)  $1,0 \cdot 10^{-2} \text{ mol}/\text{dm}^3 \text{DDTC-Na} - 1,0 \cdot 10^{-1} \text{ mol}/\text{dm}^3 \text{AgNO}_3$
- 2)  $1,0 \cdot 10^{-3} \text{ mol}/\text{dm}^3 \text{DDTC-Na} - 1,0 \cdot 10^{-2} \text{ mol}/\text{dm}^3 \text{AgNO}_3$
- 3)  $1,0 \cdot 10^{-4} \text{ mol}/\text{dm}^3 \text{DDTC-Na} - 1,0 \cdot 10^{-3} \text{ mol}/\text{dm}^3 \text{AgNO}_3$

На сликата 2 е дадена потенциометриската титрација на DDTc-Na со раствор од сребрен нитрат со примена на сребро-диетилдитиокарбаматната електрода III. При оваа титрација, еквивалентната точка се јавува при потрошан волумен од  $1,05 \text{ cm}^3 \text{AgNO}_3$ , што е близок на теоретски пресметаниот. Од експерименталните податоци може да се заклучи дека DDTc-Na може да се одреди преку потенциометрска титрација со

сребронитрат со примена на сребродиетилдитиокарбаматната електрода III до концентрација од  $1,0 \cdot 10^{-3} \text{ mol}/\text{dm}^3$  (DDTC-Na), со релативна грешка од 4%.

Сребродиетилдитиокарбаматните електроди I и IV не покажуваат електродна функција, односно не покажуваат осетливост на промената на концентрацијата на натриумдиетилдитиокарбаматот и на сребрените ѓони.

## ЛИТЕРАТУРА

- [1] K. Camman, G. A. Recchnitz, *Anal. Chem.*, **48**, 856 (1976)
- [2] М. Р. Ф. Эшворт, *Титриметрические методы анализа органических соединений*, Москва, изд. „Химия”, 1972
- [3] Д. Мидгли, К. Торренс, *Потенциометрический анализ воды*, Мир, Москва, 1980
- [4] A. J. Vogel, "Quantitative Inorganic Analysis" 2nd Ed., London, 1951
- [5] J. J. Луре, *Справочник по аналитической химии*, Москва, 1965

**S u m m a r y****PREPARATION AND EXAMINATION OF THE CHARACTERISTICS OF SILVERDIETHYLDITHIOCARBAMATE ELECTRODES THEIR APPLICATION IN DETERMINATION OF SOME ORGANIC SUBSTANCES****Olga Genčova, Metodij Dimeski***Institute of Chemistry, Faculty of Sciences, The "Kiril i Metodij" University,  
91000 Skopje, Macedonia*

Four silver-diethyldithiocarbamate electrodes were prepared. Homemade electrodes with 20% DDTC-Ag active substance and 80% graphite as a matrix, as well as the electrodes with 50% DDTC-Ag and 50% graphite, may be applied for potentiometric titration for concentrations of DDTC-Na up to

$c=1,0 \cdot 10^{-3}$  mol/dm<sup>3</sup>. DDTC-Ag electrodes prepared of 50% DDTC-Ag active substance and 50% Ag<sub>2</sub>S, as well as the electrodes made of 40 % DDTC-Ag and 60% Ag<sub>2</sub>S as a matrix, were not sensitive to change of concentration of DDTC-Na.