



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **103832** (13) **C2**
(51) МПК (2013.01)
G01N 30/00
G01N 33/18 (2006.01)
G01N 21/00

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(21) Номер заявки: а 2012 05672	(72) Винахідник(и): Трохименко Анна Юрївна (UA), Запорожець Ольга Антонівна (UA)
(22) Дата подання заявки: 10.05.2012	
(24) Дата, з якої є чинними права на винахід: 25.11.2013	(73) Власник(и): КИЇВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ІМЕНІ ТАРАСА ШЕВЧЕНКА, вул. Володимирська, 64, м. Київ, 01601, Україна (UA)
(41) Публікація відомостей про заявку: 10.10.2012, Бюл.№ 19	
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 25.11.2013, Бюл.№ 22	(56) Перелік документів, взятих до уваги експертизою: RU 2431824 C1, 20.10.2011 UA 37807 U, 10.12.2008 Дмитриенко С.Г. Пенополиуретан. Старый знакомый в новом качестве // Соросовский образовательный журнал. - 1998. - №8. - С. 65-70

(54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ МОЛЕКУЛЯРНОГО ЙОДУ У ВОДІ

(57) Реферат:

Винахід належить до галузі аналітичної хімії. Спосіб визначення молекулярного йоду у воді полягає у підкисленні води до рН 1-3, пропусканні проби через сорбент пінополіуретан на основі поліетерів і фотометруванні сорбента методом твердофазної спектрофотометрії. Застосування винаходу дає змогу порівняно з прототипом підвищити відтворюваність в 1,6 разу, знизити трудомісткість і тривалість у 2 рази, підвищити екологічність за рахунок усунення органічних розчинників та знизити межу визначення у 2 рази.

UA 103832 C2

Винахід належить до аналітичної хімії, зокрема до способів визначення йоду, і може бути використаний заводськими та науково-дослідними лабораторіями для контролю вмісту йоду в техногенних розчинах та в об'єктах довкілля.

5 Широке застосування йоду в медичній практиці, ветеринарії, промисловості, розробка йодовмісних картриджів для дезінфекції питних і побутових вод, у тому числі для суден морського флоту і пілотованих космічних станцій, потребують високочутливих і надійних способів його визначення у складних об'єктах, зокрема в біоцидній молекулярній формі I_2 .

10 Йод у молекулярній формі I_2 визначають титриметричним способом з використанням крохмалю, як індикатора [1], та фотометричним, зокрема йод-крохмальним способом з використанням крохмалю [2]. Недоліком титриметричного способу є недостатня чутливість, фотометричного - недостатня точність визначення.

15 При визначенні мікрокілностей йоду у відомих способах здійснюють його попереднє концентрування у формі I_2 екстракцією органічними розчинниками [3, 4] або сорбцією на полістирендивінілбензенових дисках [5, 6]. Недоліком екстракції органічними розчинниками (бензин, хлороформ, діетиловий етер, гексан) є їх леткість та токсичність; сорбції на полістирендивінілбензенових дисках - необхідність проведення додаткової стадії модифікації сорбенту органічним реагентом.

20 Найбільш близьким до пропонованого за технічною суттю та результатами, що досягаються, є сорбційно-спектроскопічний спосіб [6]. Цей спосіб ґрунтується на концентруванні з розчину при pH 5,0 йоду у формі I_2 на полістирендивінілбензенових дисках, модифікованих полівінілпіролідом, з наступним фотометруванням аналіту на поверхні диска при 420 нм. Межа визначення становить $0,1 \text{ мг/дм}^3$ (1 мкг при об'ємі проби 10 см^3) при точності визначення 9,7 % ($P=0,95$; $n=5$).

25 До недоліків відомого способу можна віднести: недостатню відтворюваність, що обумовлена частковим вимиванням водою полівінілпіролідону з поверхні полістирендивінілбензенових дисків, гідролітичним диспропорціонуванням йоду при pH >3 та частковою сублимацією його з поверхні сорбенту; трудомісткість і тривалість, що обумовлені двостадійністю способу внаслідок необхідності попереднього імпрегнування на поверхню полістирендивінілбензенових дисків органічного реагенту полівінілпіролідону з середовища токсичного водно-метанольного (1:1) розчину.

30 В основу винаходу поставлено задачу підвищення відтворюваності, зниження трудомісткості і тривалості визначення. Це досягається за рахунок сорбції йоду у формі I_2 пінополіуретаном (випускається промисловістю під торговою маркою "поролон") з наступним фотометруванням аналіту на поверхні сорбенту при 360 нм, що забезпечує межу визначення $0,05 \text{ мг/дм}^3$ ($0,5 \text{ мкг}$ при об'ємі проби 10 см^3) при точності 6 %. Поставлена задача вирішується тим, що в способі визначення йоду у воді йод сорбують при pH 1-3 пінополіуретаном на основі поліетерів та визначають фотометруванням аналіту на поверхні сорбенту.

40 Відмінними ознаками способу, що заявляється, є сорбція йоду з водних розчинів при pH 1-3 на пінополіуретані на основі поліетерів. В основу пропонованого способу визначення йоду у воді покладено виявлений ефект кількісної сорбції слідових кількостей молекулярного йоду зі кислого середовища пінополіуретаном на основі поліетерів та міцного утримання молекулярного йоду згаданим сорбентом.

45 Інтервал кислотності, що заявляється, забезпечує кількісну сорбцію з водних розчинів молекулярного йоду на пінополіуретані на основі поліетерів, що дозволяє за рахунок високої спорідненості сорбенту до аналіту досягти вищої чутливості і точності, одностадійності та усунути сублимацію йоду з поверхні сорбенту.

50 Слід відзначити, що тільки у разі використання, як сорбенту, пінополіуретану на основі поліетерів, що характеризується вищою спорідненістю до йоду порівняно з пінополіуретаном на основі поліестерів, досягається висока чутливість та точність визначення завдяки усуненню сублимації йоду з поверхні сорбенту.

55 Порівняно з прототипом [6] пропонований спосіб дає можливість знизити межу визначення з $0,1 \text{ мкг } I_2/\text{см}^3$ ($1 \text{ мкг } I_2$) при точності 9,7 % до $0,05 \text{ мкг } I_2/\text{см}^3$ ($0,5 \text{ мкг } I_2$) при точності 6,0 %. Пропонований спосіб є одностадійним (не потребує попереднього імпрегнування органічного реагенту полівінілпіролідону в сорбент із середовища токсичного водно-метанольного розчину), усуває сублимацію молекулярного йоду з поверхні сорбенту. Останнє надає можливість вимірювати аналітичний сигнал навіть через кілька годин після концентрування, а отже, за необхідності, здійснювати позалабораторне концентрування з наступною доставкою концентрату в лабораторію для вимірювання аналітичного сигналу (таблиця 1).

Таблиця 1

Переваги запропонованого способу порівняно з відомим [6]

Параметр	Пропонований спосіб	Відомий спосіб [6]
Межа визначення	0,05 мкг I ₂ /см ³	0,1 мкг I ₂ /см ³
Точність визначення	6,0 %	9,7 %
Кількість стадій способу	Одна: сорбція аналіту	Дві: 1 - імпрегнування органічного реагенту в сорбент; 2 - сорбція аналіту
Екологічність способу	Використання лише водних розчинів	Використання токсичного водно-метанольного (1:1) розчину для імпрегнування полівінілпіролідону на поверхню сорбенту
Сублімація I ₂ з поверхні сорбенту	Впродовж одного тижня втрата аналіту з поверхні сорбенту становить 2,5 %, що надає можливість після сорбції I ₂ вимірювати аналітичний сигнал в зручний для оператора час	Сублімація I ₂ з поверхні сорбенту помітна через кілька секунд, що вимагає вимірювання аналітичного сигналу впродовж 2 с після проведення стадії сорбції

Спосіб реалізується наступним чином. У нижній частині медичного шприца на 10 см³ закріплюють таблетку пінополіуретану діаметром 15 мм, висотою 5 мм і масою - 0,025 г. Поршень шприца опускають вниз до упору, витискуючи при цьому повітря з сорбенту. Далі впродовж 0,5 хв через сорбент у шприц втягують 10 см³ розчину з рН 1-3, що містить 0,5-50 мкг молекулярного йоду (0,05-5 мкг/см³). Розчин відкидають, а сорбент виймають зі шприца, промивають дистильованою водою, віджимають між аркушами фільтрувального паперу і фотометрують методом твердофазної спектрофотометрії при 360 нм. Вміст молекулярного йоду розраховують за градувальним графіком.

Далі приклади уточнюють, але не обмежують даний винахід.

Приклад конкретного визначення. У нижній частині медичного шприца на 10 см³ закріплюють таблетку пінополіуретану діаметром 15 мм, висотою 5 мм і масою ~0,025 г. Поршень шприца опускають вниз до упору, витискуючи при цьому повітря з сорбенту. Далі впродовж - 0,5 хв через сорбент у шприц втягують 10 см³ розчину з рН 2, що містить 25 мкг молекулярного йоду (2,5 мкг/см³). Розчин відкидають, а сорбент виймають зі шприца, промивають дистильованою водою, віджимають між аркушами фільтрувального паперу і фотометрують методом твердофазної спектрофотометрії при 360 нм. Вміст молекулярного йоду розраховують за градувальним графіком. Згідно з розрахунками з градувального графіка відносна похибка визначення молекулярного йоду становить 6,0 % (P=0,95; n=5). Знайдено (27±4,3) мкг йоду.

Для побудови градувального графіка виконують 7 дослідів з 7 таблетками сорбенту. Діють, як у прикладі 1, лише через кожну таблетку сорбенту по черзі прокачують 10 см³ розчинів, що містять 0; 0,05; 0,1; 0,5; 1,0; 2,5; 5,0 мг/дм³ (мкг/см) йоду, тобто 0; 0,5; 1; 5; 10; 25; 50 мкг молекулярного йоду в 10 см³ відповідно. Далі діють, як у прикладі конкретного визначення.

Параметри способу, що заявляються, для визначення йоду (рН сорбції 1-3, пінополіуретан на основі поліетерів) вибрано з умов, що забезпечують кількісну сорбцію слідових кількостей молекулярного йоду з води, що дозволяє досягти нижчої межі визначення і вищої точності визначення (табл. 2, приклади 1-3).

Поза межне зниження рН сорбції молекулярного йоду до 0,5 призводить до підвищення межі визначення йоду до 0,6 мкг (табл. 2, приклад 4) внаслідок його часткового кислотного гідролізу. Поза межне збільшення рН сорбції йоду до 5 призводить до підвищення межі визначення йоду до 1 мкг (табл. 2, приклад 5) внаслідок його часткового лужного гідролізу.

Заміна сорбенту пінополіуретану на основі поліетерів на сорбент пінополіуретан на основі поліестеру призводить до підвищення межі визначення йоду до 1 мкг при рН 2 (табл. 2, приклад 6) за рахунок погіршення сорбції йоду на даному типі матеріалу.

Таблиця 2

Приклад	pH сорбції I ₂ на пінополіуретані на основі поліетерів	Межа визначення вмісту I ₂ , мкг*
1	1	0,5
2	2	0,5
3	3	0,5
4	0,5	0,6
5	5	1
6**	2	1

Примітки: *точність визначення не перевищує 6 %; об'єм проби, що аналізується, 10 см³;
 **сорбент - пінополіуретан на основі поліестерів.

Джерела інформації:

1. ГОСТ 23268.0-78-23268.18.78. Воды минеральные и питьевые лечебные, лечебно-столовые и природные столовые. - М.: Издательство стандартов, 1985.
2. ДСТУ 4886.9:2007. Сіль кухонна. Визначення вмісту йоду. - К.: Видавництво стандартів, 2008.
3. ГОСТ 26185-84. п. 3.14. Водоросли морские и продукты их переработки. - М.: Издательство стандартов, 1985.
4. Марченко З. Фотометрический анализ. - М.: Наука, 1975. - 260 с.
5. Gazda D.B., Lipert R.J., Fritz J.S., Porter M.D. Investigation of the iodine-poly(vinylpyrrolidone) interaction employed in the determination of biocidal iodine by colorimetric solid-phase extraction // Analytica Chimica Acta. - 2004. - V. 510. - P. 241-247.
6. Arena M.P., Porter M.D., Fritz J.S. Rapid, specific determination of iodine and iodide by combined solid-phase extraction/diffuse reflectance spectroscopy // Anal. Chem. - 2002. - V. 74. - P. 185-190.

ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

- 20 Спосіб визначення молекулярного йоду у воді, що включає сорбційне концентрування та наступне фотометрування аналіту на сорбенті, який **відрізняється** тим, що сорбцію йоду здійснюють при pH водного розчину 1-3 на пінополіуретані на основі поліетерів.

Комп'ютерна верстка А. Крулевський

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601