



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 114724

(13) U

(51) МПК

G01N 27/49 (2006.01)

G01N 27/333 (2006.01)

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: **u 2016 11105**

(22) Дата подання заявки: **04.11.2016**

(24) Дата, з якої є чинними
права на корисну
модель: **10.03.2017**

(46) Публікація відомостей
про видачу патенту: **10.03.2017, Бюл.№ 5**

(72) Винахідник(и):

**Копілевич Володимир Абрамович (UA),
Суровцев Ігор Вікторович (UA),
Галімова Валентина Михайлівна (UA)**

(73) Власник(и):

**НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
БІОРЕСУРСІВ І
ПРИРОДОКОРИСТУВАННЯ УКРАЇНИ,
вул. Героїв Оборони, 15, м. Київ-41, 03041
(UA)**

(54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ НІТРАТ-ІОНІВ У ВОДНИХ РОЗЧИНАХ

(57) Реферат:

Спосіб визначення нітрат-іонів у водних розчинах через потенціал NO₃-іонселективного електроду у порівнянні з хлорсрібним електродом. Вимірювання потенціалу виконують способом прямої хронопотенціометрії за методом багаторазових добавок в інтервалі зростання і стабілізації потенціалу.

UA 114724 U

Корисна модель належить до аналітичної хімії водних систем і спрямована на розробку способів електрохімічного контролю параметрів природних і техногенних водних об'єктів навколишнього середовища за вмістом нітрат-іонів та їх фонового моніторингу. Необхідність точного визначення концентрації нітрат-іонів у воді зумовлена діючими нормативами їх вмісту у воді джерел централізованого і нецентралізованого водопостачання для забезпечення її безпечного використання, регламентованими від $0,9 \text{ мг/дм}^3$ до $4,4 \text{ мг/дм}^3$, і у цьому діапазоні їх концентрацію потрібно надійно вимірювати [ДСТУ 7525:2014 Вода питна. Вимоги та методи контролювання якості. - К.: Мінекономрозвитку України, 2014. - 26 с.].

Найбільш близьким за хімічною суттю і досягнутим результатом до корисної моделі, що заявляється, є спосіб визначення концентрації нітратів у воді потенціометричним методом з іонселективним електродом [РД 52.24.367-2014 «Массовая концентрация нитратов в водах. Методика выполнения измерений потенциометрическим методом с ионселективным электродом». - Ростов-на-Дону: ГУ ГХИ, 2010. - 38 с.]. Суть способу полягає у визначенні концентрації іонів NO_3^- у водному розчині з додавкою фосфатного буферного розчину шляхом вимірювання потенціалу нітратного іонселективного електроду з наступним розрахунком за градувальним графіком в інтервалі концентрацій $N_{\text{NO}_3^-}$ від $0,03$ до 70 мг/дм^3 .

Недоліком аналогу стосовно способу, що заявляється, є:

- висока сумарна відносна похибка вимірювання концентрації NO_3^- іонметричним методом у природних водних об'єктах, яка може досягати більше 30 % ($P=0,95$) в діапазоні концентрацій нітрат-іону $0,1$ - $0,6 \text{ мг/дм}^3$ та 20 % в діапазоні концентрацій нітрат-іону $> 1 \text{ мг/дм}^3$;

- ускладнення процесу відтворюваності результатів вимірювання за методом калібрувального графіку, що вимагає постійності умов проведення калібровки і вимірювань.

Корисною моделлю ставиться задача створення способу визначення концентрації NO_3^- у воді і водних розчинах в концентраційному інтервалі питної води контрольованої якості ($> 0,6 \text{ мг/дм}^3$) за ДСТУ 7525:2014 і ДСТУ 4808:2007 з сумарною відносною похибкою вимірювання менше 25 %.

Поставлена задача вирішується тим, що у пробах води та водних розчинах виконують вимірювання концентрації нітрат-іону через потенціал NO_3^- -іонселективного електроду, що визначається способом прямої хронопотенціометрії, за методом багаторазових добавок. В такому режимі вимірювання потенціал електродної пари - NO_3^- -іонселективного електроду і хлорсрібного електроду з подвійним ключем - реєструється з частотою 4 кГц і після його обробки встановлюються середні значення потенціалів протягом часу його стабілізації. При цьому усувається дрейф потенціалу, викликаний впливом зовнішніх факторів на електродну функцію іонселективного електроду, а отже зростає точність і правильність результатів вимірювання.

Порядок виконання вимірювання у пробах води вмісту нітрат-іону будується відповідно до поетапного зростання і стабілізації потенціалу NO_3^- -іонселективного електроду у вибраних умовах вимірювань (таблиця 1).

Таблиця 1

Електрохімічні параметри вимірювання потенціалу електроду ЭЛИС-121 NO_3^- способом хронопотенціометрії

Вимірювання іонів	Інтервал концентрації NO_3^- , мкг/см^3	Інтервал потенціалу, мВ	Орієнтовна тривалість вимірювання потенціалу, с
NO_3^-	0,6-6200	від +310 до +450	60-180

Приклад 1. Визначення концентрації NO_3^- у модельних розчинах.

Готують модельні і градувальні розчини 1, 2, 3, 4, 5 з відповідною концентрацією NO_3^- : 0,62; 6,2; 62,0; 620; 6200 мкг/см^3 або це розчини KNO_3 з молярною концентрацією $1 \cdot 10^{-5}$, $1 \cdot 10^{-4}$, $1 \cdot 10^{-3}$, $1 \cdot 10^{-2}$, $1 \cdot 10^{-1} \text{ М}$.

Для виконання вимірювань в електролітичну комірку наливають 10 см^3 градувального розчину 1, з мінімальною концентрацією NO_3^- початкового діапазону вимірювання $1 \cdot 10^{-5} \text{ М}$ KNO_3 . Встановлюють підготовлені до роботи вимірювальний електрод (ЭЛИС-121 NO_3^-) і порівняльний електрод (хлорсрібний електрод з подвійним ключем), електролітичну комірку розміщують на магнітній мішалці і помірно перемішують. Проводять вимірювання потенціалу електродної пари в режимі прямої хронопотенціометрії протягом 60 с (таблиця 1). За аналогічною процедурою виконують вимірювання потенціалу NO_3^- -іонселективного електроду

градувального розчину 5 ($1 \cdot 10^{-1}$ М KNO_3). За одержаними значеннями потенціалів будують лінійний калібрувальний графік.

У електролітичну комірку вносять $10,0 \text{ см}^3$ модельного розчину з концентрацією $1 \cdot 10^{-5}$ М NO_3^- (6,2 мкг) і виконують:

- 5 - вимірювання початкового потенціалу проби;
- до проби вносять при мінімальній зміні її об'єму першу добавку (розчин $1 \cdot 10^{-3}$ М NO_3^-), що містить 6,2 мкг NO_3^- та виконують вимірювання потенціалу проби з добавкою 1;
- повторюють аналогічні вимірювання потенціалів, поетапно збільшуючи масу добавки NO_3^- (до п'яти добавок).

- 10 За одержаним значенням потенціалів NO_3^- -іонселективного електроду у модельних розчинах 1, 3, 4 виконують математичну обробку результатів вимірювання. У таблиці 2 наведені результати вимірювання концентрації фторид-іонів у модельних розчинах 1, 3 і 4, відносні похибки для виконаних серій добавок до модельних розчинів. За результатами досліджень, наведеними в прикладі 1, встановлено, що відносна похибка вимірювання концентрації NO_3^- не перевищує заданих винаходом меж (від $\pm 0,6$ до $\pm 22,9$ % NO_3^-) у діапазоні концентрацій нітрат-іонів від 0,6 до 6200 мкг/см³.

Таблиця 2

Параметри та похибки вимірювань нітрат-іонів у модельних розчинах

Задана концентрація		Результати вимірювань						
KNO ₃ , моль/дм ³	Введено для вимірювання NO ₃ ⁻ , мкг/см ³	Режим	Потенціал, мВ	Добавка		Виміряна концентрація		Відносна похибка, %
				Концентрація KNO ₃ , моль/дм ³	Маса NO ₃ ⁻ , мкг	KNO ₃ , моль/дм ³	NO ₃ ⁻ , мкг	
Градувальний графік								
1·10 ⁻⁵	0,62	Розчин 5	+447,0					
1·10 ⁻¹	6200	Розчин 1	+326,2			1		
Аналіз модельних розчинів								
1·10 ⁻⁵	0,62	Проба	+444,4		6,2	0,994·10 ⁻⁵	6,16	0,6
		+Добавка 1	+416,1	10 ⁻³	6,2			
		+Добавка 2	+406,4	10 ⁻³	12,4			
		+Добавка 3	+402,7	10 ⁻³	18,6			
1·10 ⁻³	62,0	Проба	+448,4		620	1,23·10 ⁻³	762	22,9
		+Добавка 1	+397,3	10 ⁻²	62			
		+Добавка 2	+380,4	10 ⁻²	124			
1·10 ⁻²	620	Проба	+396,8		6200	0,790·10 ⁻²	4900	21,0
		+Добавка 1	+361,9	10 ⁻¹	2480			
		+Добавка 2	+357,1	10 ⁻¹	3100			

- 20 Приклад 2. У пробі природної води визначали вміст NO_3^- через потенціал NO_3^- -іонселективного електроду, вимірюваного способом прямої хронопотенціометрії, за методом багаторазових добавок, як описано в Прикладі 1, та порівнювали з результатами аналізу, одержаними за методом іонометрії [РД 52.24.367-2014 «Массовая концентрация нитратов в водах. Методика выполнения измерений потенциометрическим методом с ионселективным электродом». - Ростов-на-Дону: ГУ ГХИ, 2010. - 38 с]. Результати вимірювань наведено в
- 25 таблиці 3.

Таблиця 3

Порівняння результатів вимірювання концентрації
нітратів у природній воді різними методами аналізу

Методи аналізу	Хімічний елемент	Результати вимірювання концентрації важких металів у воді, мг/дм ³			
		проба 1	проба 2	проба 3	середнє значення
Іонометрії	NO_3^-	2,2	2,8	2,9	2,6

Продовження таблиці 3

Пропонований спосіб прямої хронопотенціометрії		2,4	2,6	2,5	2,5
--	--	-----	-----	-----	-----

За прикладом 2 встановлено співпадання результатів вимірювання концентрації NO_3^- у зразках природної води, одержаних різними способами вимірювання з відхиленням, регламентованим ГОСТ 4386-89.

- 5 Запропонований спосіб визначення концентрації NO_3^- через потенціал NO_3^- -іонселективного електроду, вимірюваного способом прямої хронопотенціометрії, за методом багаторазових добавок у пробах води різного природного і техногенного походження може використовуватись у необхідному для практики діапазоні вимірювань від 0,6 до 6200 мг/дм³ з відносною похибкою вимірювання концентрації нітрат-іону у заданому корисною моделлю інтервалі.

10

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб визначення нітрат-іонів у водних розчинах через потенціал NO_3^- -іонселективного електроду у порівнянні з хлорсрібним електродом, який **відрізняється** тим, що вимірювання потенціалу виконують способом прямої хронопотенціометрії за методом багаторазових добавок в інтервалі зростання і стабілізації потенціалу.

15

Комп'ютерна верстка Г. Паяльніков

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

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