



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) UA

(11) 94023

(13) U

(51) МПК

G01N 21/78 (2006.01)

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: **u 2014 05100**

(22) Дата подання заявки: **14.05.2014**

(24) Дата, з якої є чинними
права на корисну
модель: **27.10.2014**

(46) Публікація відомостей
про видачу патенту: **27.10.2014, Бюл.№ 20**

(72) Винахідник(и):

**Шаповалов Сергій Андрійович (UA),
Чорна Тетяна Олександрівна (UA)**

(73) Власник(и):

**ХАРКІВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ
УНІВЕРСИТЕТ ІМЕНІ В.Н. КАРАЗІНА,
пл. Свободи, 4, м. Харків, 61022 (UA)**

(54) СПОСІБ СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНОГО ВИЗНАЧЕННЯ ДИМЕТИЛСУЛЬФОКСИДУ У ВОДІ

(57) Реферат:

Спосіб спектрофотометричного визначення диметилсульфоксиду у воді включає додавання до водного розчину, що аналізується, реагенту, що взаємодіє з диметилсульфоксидом, та подальше вимірювання оптичної густини розчину при певній довжині хвилі поглинання. Як реагент використовують барвник родамін 3Б концентрацією $3,0 \cdot 10^{-6} - 6,0 \cdot 10^{-6}$ моль/дм³ та сумісно з ним тетрафенілборат натрію концентрацією в 4-6 разів більшою, ніж родамін 3Б, а вимірювання оптичної густини розчину здійснюють при довжині хвилі поглинання 555-560 нм.

UA 94023 U

Корисна модель, що пропонується, належить до галузі аналітичної хімії, зокрема до способів контролю за вмістом (концентрацією) розчинених у воді органічних речовин, і може бути використана для кількісного спектрофотометричного визначення диметилсульфоксиду ($\text{CH}_3\text{-SO-CH}_3$) у воді.

Відомі способи, що в теперішній час використовуються для кількісного визначення диметилсульфоксиду, характеризуються вузьким інтервалом надійно визначених концентрацій (НВК) і водночас недостатньою межею визначення. Це призводить до небажаної необхідності залучати для виконання одного визначення відразу декілька різних інструментальних способів в залежності від того, в якому діапазоні концентрацій слід очікувати вміст диметилсульфоксиду у воді. Такі недоліки значно ускладнюють кількісне визначення диметилсульфоксиду внаслідок необхідності додаткового витрачання спеціальних реактивів та збільшення кількості технологічних операцій.

Усунення означених недоліків у відомих способах зв'язано з використанням інструментальних методів - хроматографічного і спектрофотометричного, - які здатні виділяти диметилсульфоксид і за значенням вимірюваної оптичної густини визначати вміст (концентрацію) диметилсульфоксиду.

Відомий спосіб [1], за яким визначення вмісту (концентрації) диметилсульфоксиду здійснюється іонно-обмінною хроматографією з використанням окислюючого реагенту, який вступає у взаємодію з диметилсульфоксидом. Вміст диметилсульфоксиду визначають в діапазоні концентрацій диметилсульфоксиду у воді від 3 % до 15 %.

Недоліками способу є неможливість визначати вміст диметилсульфоксиду у воді нижче, ніж 3 % (30 г/л) та досить вузький інтервал НВК. Це зв'язано з тим, що, при вмісті нижче 3 % (30 г/л), диметилсульфоксид, що визначається, не в змозі реагувати з окислюючим реагентом, а при вмісті диметилсульфоксиду більше 15 % (150 г/л) у воді можливе утворення нерозчинених сполук і каламуті, що перешкоджає кількісному визначенню диметилсульфоксиду.

Найбільш близьким за технічною суттю (додавання до проби, тобто до розчину диметилсульфоксиду у воді, що аналізується, речовини, яка реагує з диметилсульфоксидом, та подальше вимірювання оптичної густини розчину при певній довжині хвилі поглинання) і досягнутому результату (найнижча межа кількісного визначення диметилсульфоксиду, якомога широкий інтервал НВК) є спосіб іон-обмінної катіонної хроматографії з подальшим визначенням оптичної густини [2] (далі - найближчий аналог).

Спосіб заснований на взаємодії між диметилсульфоксидом і полімерною речовиною, якою заповнюють хроматографічну колонку, та подальшому вимірюванні оптичної густини.

Розчин, що аналізується і містить диметилсульфоксид, пропускається через хроматографічну колонку, яка заповнена полімером. При цьому диметилсульфоксид повністю зв'язується з полімером. Після цього полімер видаляють з колонки, обробляють його водою таким чином, щоб весь диметилсульфоксид розчинився у воді. Потім вимірюють оптичну густину утвореного водного розчину. Кількісне визначення диметилсульфоксиду ґрунтується на використанні пропорційної залежності між оптичною густиною розчину, яка вимірюється в ультрафіолетовому діапазоні довжини хвиль поглинання, та вмістом (концентрацією) диметилсульфоксиду у воді.

Недоліками способу є недостатня межа визначення диметилсульфоксиду ($8 \cdot 10^{-4} \%$, тобто 8 мг/дм³), вузький інтервал НВК ($8 \cdot 10^{-4}$ - $1,8 \cdot 10^{-3} \%$, тобто 8-18 мг/дм³). При вмістах менших $8 \cdot 10^{-4} \%$ (тобто 8 мг/дм³), оптична густина розчину близька до нуля. Це є причиною неналежної межі визначення диметилсульфоксиду. Зміни оптичної густини, які поставлені в основу способу, відбуваються лише при концентраціях диметилсульфоксиду $8 \cdot 10^{-4}$ - $1,8 \cdot 10^{-3} \%$, тобто 8-18 мг/дм³; при більших вмістах диметилсульфоксиду виконання способу стає неможливим тому, що не спостерігається пропорційної залежності оптичної густини розчину від вмісту диметилсульфоксиду. Це є причиною вузького інтервалу НВК.

Інших відомих способів, які б забезпечували низьку межу визначення вмісту диметилсульфоксиду у воді та широкий інтервал НВК, серед способів спектрофотометричного визначення диметилсульфоксиду немає.

В основу корисної моделі поставлено задачу удосконалення способу спектрофотометричного визначення вмісту диметилсульфоксиду у воді, у якому за рахунок створення нової сукупності ознак були б досягнуті нижча межа визначення диметилсульфоксиду та якомога широкий інтервал НВК.

Найкращий технічний результат досягається внаслідок застосування реагенту у вигляді іонно-асоційованої сполуки між барвником та незабарвленою речовиною, який здатний взаємодіяти з диметилсульфоксидом таким чином, що призводить до змінення оптичної густини реагенту в залежності від вмісту диметилсульфоксиду у воді.

Для вирішення поставленої задачі у способі спектрофотометричного визначення вмісту диметилсульфоксиду у воді, який включає додавання реагенту, що взаємодіє з диметилсульфоксидом, та подальше спектрофотометричне вимірювання оптичної густини розчину при певній довжині хвилі поглинання, згідно з корисною моделлю, як реагент використовують барвник родамін 3Б концентрацією $3,0 \cdot 10^{-6}$ – $6,0 \cdot 10^{-6}$ моль/дм³ та сумісно з ним незабарвлену речовину тетрафенілборат натрію концентрацією в 4-6 разів більшою, ніж родамін 3Б, а вимірювання оптичної густини розчину здійснюють при довжині хвилі поглинання 555-560 нм.

Наявність родаміну 3Б для здійснення способу обумовлена необхідністю створення забарвлення у розчині; при цьому родамін 3Б виконує функцію барвника.

Наявність тетрафенілборату натрію для здійснення способу обумовлена необхідністю утворення між родаміном 3Б (РЗБ) та тетрафенілборатом натрію (ТФБ) іонно-асоційованої сполуки в розчині складу $\text{РЗБ}^+ \text{ТФБ}^-$ за схемою: $\text{РЗБ}^+ + \text{ТФБ}^- \rightarrow \text{РЗБ}^+ \cdot \text{ТФБ}^-$, де РЗБ^+ - катіон родаміну 3Б, а ТФБ^- - аніон тетрафенілборату натрію. Завдяки утворенню сполуки $\text{РЗБ}^+ \cdot \text{ТФБ}^-$ оптична густина розчину значно менша, ніж розчину, що містить тільки РЗБ^+ . У разі присутності барвника родамін 3Б сумісно з тетрафенілборатом натрію у воді та додавання диметилсульфоксиду відбуваються зміни оптичної густини: чим більший вміст диметилсульфоксиду, тим більша оптична густина розчину. Тому величина оптичної густини розчину при незмінних концентраціях родаміну 3Б і тетрафенілборату натрію та при певній довжині хвилі поглинання знаходиться в прямо пропорційній залежності від вмісту (концентрації) диметилсульфоксиду. Такі зміни оптичної густини розчину під впливом диметилсульфоксиду відбуваються внаслідок руйнування сполуки $\text{РЗБ}^+ \cdot \text{ТФБ}^-$, що і поставлено в основу корисної моделі. Оптична густина розчину при певній довжині хвилі поглинання збільшується зі збільшенням вмісту диметилсульфоксиду за рахунок вивільнення інтенсивно забарвленого РЗБ^+ зі складу сполуки $\text{РЗБ}^+ \cdot \text{ТФБ}^-$ за схемою: $\text{РЗБ}^+ \cdot \text{ТФБ}^- \rightarrow \text{РЗБ}^+ + \text{ТФБ}^-$. Таким чином, чим більше вміст диметилсульфоксиду в розчині, тим більше РЗБ^+ утворюється і тим більше оптична густина розчину.

У присутності родаміну 3Б і у відсутності тетрафенілборату натрію або, навпаки, у присутності тетрафенілборату натрію і у відсутності родаміну 3Б величина оптичної густини розчину не знаходиться у прямо пропорційній залежності від концентрації диметилсульфоксиду у воді, бо диметилсульфоксид окремо з родаміном 3Б або окремо з тетрафенілборатом натрію не взаємодіє. Тому кількісне визначення диметилсульфоксиду у воді за допомогою способу, що заявляється, можливе тільки за умов сумісної присутності родаміну 3Б і тетрафенілборату натрію. Це визначення здійснюється за допомогою градуювального графіку, який представляє собою залежність оптичної густини розчину (при певному значенні довжини хвилі поглинання і при певних незмінних концентраціях родаміну 3Б і тетрафенілборату натрію в розчині) від вмісту диметилсульфоксиду в розчині.

Таким чином запропонованою послідовністю усуваються причини недоліків найближчого аналога, а саме:

1. За рахунок того, що в способі, який заявляється, на відміну від найближчого аналога, диметилсульфоксид, що визначається, взаємодіє з реагентом (в способі, що заявляється - $\text{РЗБ}^+ \cdot \text{ТФБ}^-$), зміни оптичної густини відбуваються при вмістах диметилсульфоксиду, значно менших - від $2 \cdot 10^{-4}$ %, тобто 2 мг/дм³ і більше. Руйнування означеної сполуки супроводжується вивільненням інтенсивно забарвленого родаміну 3Б зі складу сполуки, що спричинює підвищення величини оптичної густини розчину вже при досить низьких вмістах диметилсульфоксиду. Це є причиною більш низької межі визначення диметилсульфоксиду в розчині.

2. За рахунок того, що в способі, який заявляється, на відміну від найближчого аналога, зміни оптичної густини розчину відбуваються при значно менших вмістах диметилсульфоксиду, вони спостерігаються на більш широкому інтервалі концентрацій диметилсульфоксиду у воді ($2 \cdot 10^{-4}$ – $2,5 \cdot 10^{-3}$ %, тобто 2-25 мг/дм³). Крім цього наявність інтенсивно забарвленої речовини родаміну 3Б дає змогу кількісно визначати диметилсульфоксид як при суттєво менших, так і при більш високих концентраціях. Це є причинами більш широкого інтервалу НВК.

Суть корисної моделі пояснюється ілюстраціями (фіг. 1 - фіг. 4).

На фіг. 1 представлена структурна хімічна формула родаміну 3Б.

На фіг. 2 представлена структурна хімічна формула тетрафенілборату натрію.

На фіг. 3 представлені графічні залежності змінення оптичної густини А розчину, що містить суміш родаміну 3Б з тетрафенілборатом натрію (концентрації родаміну 3Б та тетрафенілборату натрію не змінюються) під впливом різного вмісту диметилсульфоксиду у воді (концентрація диметилсульфоксиду у воді послідовно збільшується).

Позначення на фіг. 3: А - оптична густина розчину; нм - довжина хвилі поглинання в нанометрах. Концентрація родаміну 3Б, моль/дм³: $4,5 \cdot 10^{-6}$ (1-7); концентрація тетрафенілборату натрію, моль/дм³: $2,25 \cdot 10^{-5}$ (1-7); вміст диметилсульфоксиду, мг/дм³: 0(1) - диметилсульфоксид відсутній; 2 (2); 5 (3); 12 (4); 16 (5); 22 (6); 25 (7). Товщина шару, що поглинає, 3 см.

3 Підвищенням концентрації диметилсульфоксиду підвищується оптична густина розчину. Внаслідок цих змін встановлюється прямо пропорційна залежність оптичної густини розчину при 555 нм від вмісту диметилсульфоксиду.

На фіг. 4 зображені градувальні графіки, які є залежністю оптичної густини розчину А від концентрації (вмісту у мг/дм³ або у відсотках) диметилсульфоксиду в розчині при різних значеннях довжини хвилі поглинання. Вихідна концентрація родаміну 3Б $5,5 \cdot 10^{-6}$ моль/дм³, вихідна концентрація тетрафенілборату натрію $2,7 \cdot 10^{-5}$ моль/дм³.

Позначення на фіг. 4: 1 - для довжини хвилі поглинання 555 нм або 560 нм; 2 - для довжини хвилі поглинання 550 нм; 3 - для довжини хвилі поглинання 565 нм; вертикальними рисками обмежені ділянки лінійності залежностей (тобто межі інтервалів НВК).

Переважна довжина хвилі - від 555 нм до 560 нм, бо при таких умовах забезпечується найбільш низька межа визначення диметилсульфоксиду та досягається найбільш широкий інтервал НВК, завдяки найбільшому інтервалу лінійності означених залежностей.

Приклад реалізації способу.

Приготування розчинів реактивів здійснюють наступним чином.

Розчиняють наважку родаміну 3Б 11,4 мг у 200 см³ дистильованої води. Кількісно переносять одержаний розчин в мірну колбу місткістю 500 см³, додають води до мітки та перемішують; концентрація родаміну 3Б у вихідному розчині становить $5,0 \cdot 10^{-5}$ моль/дм³. Це вихідний розчин родаміну 3Б.

Розчиняють наважку тетрафенілборату натрію 42,8 мг у 200 см³ дистильованої води. Кількісно переносять одержаний розчин у мірну колбу місткістю 500 см³, додають води до мітки та перемішують; концентрація тетрафенілборату натрію у вихідному розчині становить $2,5 \cdot 10^{-4}$ моль/дм³. Це вихідний розчин тетрафенілборату натрію.

Співвідношення концентрацій тетрафенілборату натрію і родаміну 3Б у вихідних розчинах становить 5:1.

Розчиняють 100 мг диметилсульфоксиду у 1000 см³ дистильованої води та ретельно перемішують. Це вихідний розчин диметилсульфоксиду з концентрацією 100 мг/дм³ або 0,01 %.

Побудову градувального графіку здійснюють наступним чином.

В окрему мірну колбу місткістю 100 см³ послідовно додають: 10,0 см³ вихідного розчину родаміну 3Б, 10,0 см³ вихідного розчину тетрафенілборату натрію, 2 см³ вихідного розчину диметилсульфоксиду, дистильовану воду до мітки і перемішують. Вимірюють оптичну густина розчину при 555 нм. Повторюють приготування розчину, до вихідного розчину диметилсульфоксиду додають 4 см³ і вимірюють оптичну густина розчину при 555 нм. Повторюють готування розчинів, до вихідного розчину диметилсульфоксиду додають в окремих випадках 6 см³, 8 см³ і так далі аж до 25 см³. Вимірюють оптичну густина кожного розчину при 555 нм.

Концентрації диметилсульфоксиду у мірних колбах становлять, відповідно: 2 мг/дм³ (або $2,0 \cdot 10^{-4}$ %), 4 мг/дм³ (або $4,0 \cdot 10^{-4}$ %), 6 мг/дм³ (або $6,0 \cdot 10^{-4}$ %), 8 мг/дм³ (або $8,0 \cdot 10^{-4}$ %) і так далі аж до 25 мг/дм³ (або $2,5 \cdot 10^{-3}$ %). Концентрація родаміну 3Б у всіх колбах однакова і становить $5,0 \cdot 10^{-6}$ моль/дм³, концентрація тетрафенілборату натрію у всіх колбах однакова і становить $2,5 \cdot 10^{-5}$ моль/дм³; співвідношення концентрацій тетрафенілборату натрію і родаміну 3Б в усіх випадках становить 5:1.

Будують графічну залежність величини оптичної густини розчину при 555 нм від концентрації диметилсульфоксиду в розчині (градувальний графік).

Підготовку проби до аналізу здійснюють таким чином.

Шляхом розбавлення дистильованою водою досліджуваного розчину створюють розчин диметилсульфоксиду, що визначають, із вмістом, що знаходиться в межах від 2 мг/дм³ ($2,0 \cdot 10^{-4}$ %) до 25 мг/дм³ ($2,5 \cdot 10^{-3}$ %). Це проба, що аналізується.

Проведення аналізу здійснюють таким чином.

В мірну колбу місткістю 100 см³ додають 10,0 см³ вихідного розчину родаміну 3Б, 10,0 см³ вихідного розчину тетрафенілборату натрію, 10,0 см³ проби, що аналізується, дистильовану воду до мітки та перемішують. Вимірюють оптичну густина отриманого розчину при 555 нм. За побудованим градувальним графіком (крива 1 на фіг. 4), згідно з одержаним значенням величини оптичної густини розчину, визначають концентрацію диметилсульфоксиду в пробі.

Приклади реалізації способу при інших умовах наведені в табл. 1 - табл. 3. Для здійснення наступних прикладів приготування розчинів реактивів, побудова градувального графіку,

підготовка проби до аналізу, проведення аналізу виконують так, як і у прикладі, що наведений вище, але створюють інші (указані в таблицях) концентрації родаміну 3Б і тетрафенілборату натрію (табл. 1), і оптичну густину вимірюють при інших довжинах хвиль поглинання (табл. 2). Межа визначення диметилсульфоксиду визначається за відомими прийомами, висвітленими, наприклад у [3].

Таблиця 1

Виконання способу при різних концентраціях родаміну 3Б, тетрафенілборату натрію та при різних співвідношеннях тетрафенілборату натрію і родаміну 3Б

Приклад	Концентрація родаміну 3Б, моль/дм ³	Концентрація тетрафенілборату натрію, моль/дм ³	Співвідношення концентрацій тетрафенілборат натрію: родамін 3Б	Межа визначення диметилсульфоксиду, мг/дм ³ (%)	Інтервал НВК, мг/дм ³
1	$2,5 \cdot 10^{-6}$	$7,5 \cdot 10^{-6}$	3:1	15 ($1,5 \cdot 10^{-3}$)	-*)
2	$2,5 \cdot 10^{-6}$	$1,0 \cdot 10^{-5}$	4:1	9 ($9 \cdot 10^{-4}$)	9-15
3	$2,5 \cdot 10^{-6}$	$1,25 \cdot 10^{-5}$	5:1	6 ($6 \cdot 10^{-4}$)	6-15
4	$2,5 \cdot 10^{-6}$	$1,5 \cdot 10^{-5}$	6:1	6 ($6 \cdot 10^{-4}$)	6-15
5	$2,5 \cdot 10^{-6}$	$1,75 \cdot 10^{-5}$	7:1	7 ($7 \cdot 10^{-4}$)	7-20
6	$2,5 \cdot 10^{-6}$	$2,0 \cdot 10^{-5}$	8:1	8 ($8 \cdot 10^{-4}$)	8-20
7	$2,5 \cdot 10^{-6}$	$2,5 \cdot 10^{-5}$	10:1	10 ($1,0 \cdot 10^{-3}$)	-*)
8	$3,0 \cdot 10^{-6}$	$6,0 \cdot 10^{-6}$	2:1	10 ($1,0 \cdot 10^{-3}$)	-*)
9	$3,0 \cdot 10^{-6}$	$9,0 \cdot 10^{-6}$	3:1	6 ($6 \cdot 10^{-4}$)	6-35
10	$3,0 \cdot 10^{-6}$	$1,2 \cdot 10^{-5}$	4:1	2 ($2 \cdot 10^{-4}$)	2-25
11	$3,0 \cdot 10^{-6}$	$1,5 \cdot 10^{-5}$	5:1	2 ($2 \cdot 10^{-4}$)	2-25
12	$3,0 \cdot 10^{-6}$	$1,8 \cdot 10^{-5}$	6:1	2 ($2 \cdot 10^{-4}$)	2-25
13	$3,0 \cdot 10^{-6}$	$2,1 \cdot 10^{-5}$	7:1	6 ($6 \cdot 10^{-4}$)	6-25
14	$3,0 \cdot 10^{-6}$	$2,4 \cdot 10^{-5}$	8:1	7 ($7 \cdot 10^{-4}$)	7-20
15	$6,0 \cdot 10^{-6}$	$1,2 \cdot 10^{-5}$	2:1	9 ($9 \cdot 10^{-4}$)	9-20
16	$6,0 \cdot 10^{-6}$	$1,8 \cdot 10^{-5}$	3:1	10 ($1,0 \cdot 10^{-3}$)	-*)
17	$6,0 \cdot 10^{-6}$	$2,4 \cdot 10^{-5}$	4:1	2 ($2 \cdot 10^{-4}$)	2-25
18	$6,0 \cdot 10^{-6}$	$3,0 \cdot 10^{-5}$	5:1	2 ($2 \cdot 10^{-4}$)	2-25
19	$6,0 \cdot 10^{-6}$	$3,6 \cdot 10^{-5}$	6:1	2 ($2 \cdot 10^{-4}$)	2-25
20	$6,0 \cdot 10^{-6}$	$4,2 \cdot 10^{-5}$	7:1	6 ($6 \cdot 10^{-4}$)	6-20
21	$6,0 \cdot 10^{-6}$	$4,8 \cdot 10^{-5}$	8:1	15 ($1,5 \cdot 10^{-3}$)	-*)
22	$7,0 \cdot 10^{-6}$	$1,4 \cdot 10^{-5}$	2:1	13 ($1,3 \cdot 10^{-3}$)	-*)
23	$7,0 \cdot 10^{-6}$	$2,1 \cdot 10^{-5}$	3:1	7 ($7 \cdot 10^{-4}$)	7-20
24	$7,0 \cdot 10^{-6}$	$2,8 \cdot 10^{-5}$	4:1	6 ($6 \cdot 10^{-4}$)	6-15
25	$7,0 \cdot 10^{-6}$	$3,5 \cdot 10^{-5}$	5:1	4 ($4 \cdot 10^{-4}$)	7-15
26	$7,0 \cdot 10^{-6}$	$4,2 \cdot 10^{-5}$	6:1	7 ($7 \cdot 10^{-4}$)	9-15
27	$7,0 \cdot 10^{-6}$	$4,9 \cdot 10^{-5}$	7:1	13 ($1,3 \cdot 10^{-3}$)	-*)
28	$7,0 \cdot 10^{-6}$	$5,6 \cdot 10^{-5}$	8:1	15 ($1,5 \cdot 10^{-3}$)	-*)

*) Інтервал НВК не визначався внаслідок неналежної межі визначення диметилсульфоксиду.

Приклади, які наведені в табл. 1, свідчать про наступне:

1. Найнижча межа визначення диметилсульфоксиду та найбільший інтервал НВК досягається при концентраціях родаміну 3Б $3,0 \cdot 10^{-6}$ - $6,0 \cdot 10^{-6}$ моль/дм³ і концентраціях тетрафенілборату натрію в 4-6 разів більших (приклади 10-12, 17-19).

2. При концентраціях родаміну 3Б менше $3,0 \cdot 10^{-6}$ моль/дм³ розчини мають низьку оптичну густину внаслідок малих вмістів родаміну 3Б. Тому межа визначення диметилсульфоксиду занадто велика, оскільки зміни поглинання під впливом диметилсульфоксиду здійснюються лише при досить великих концентраціях (приклади 1-7).

3. Розчин родаміну 3Б при концентраціях більше $6,0 \cdot 10^{-6}$ моль/дм³ набуває непрозорості внаслідок самоагрегації барвника і утворення каламуті. Внаслідок цього порушується пропорційна залежність між оптичною густиною і вмістом диметилсульфоксиду в розчині, що є

причиною погіршення межі визначення диметилсульфоксиду та звуження інтервалу НВК (приклади 22-28).

4. Надлишки тетрафенілборату натрію менші, ніж 4:1 по відношенню до родаміну ЗБ, не призводять до утворення сполуки $R3B^+ \cdot TF B^-$ в належних кількостях, тобто в розчині залишається занадто багато родаміну ЗБ, не зв'язаного у сполуку з тетрафенілборатом натрію; цей надлишок заважає відбуванню змін оптичної густини розчину під впливом диметилсульфоксиду. Тому межа визначення диметилсульфоксиду незадовільна, інтервал НВК не широкий (приклади 1, 8, 9, 15, 16, 22, 23).

5. Надлишки тетрафенілборату натрію більші, ніж 6:1 по відношенню до родаміну ЗБ, підвищують стійкість сполуки $R3B^+ \cdot TF B^-$, тому руйнування її під впливом диметилсульфоксиду, що визначається, здійснюється при суттєво більших його концентраціях. Це спричинює збільшення величини межі визначення, а зміни оптичної густини розчину спостерігаються у вузькому інтервалі НВК (приклади 5-7, 13, 14, 20, 21, 28).

Таблиця 2

Виконання способу при різних значеннях довжини хвилі поглинання; вихідна концентрація родаміну ЗБ $5,0 \cdot 10^{-6}$ моль/дм³, вихідна концентрація тетрафенілборату натрію $2,5 \cdot 10^{-5}$ моль/дм³ (співвідношення концентрацій тетрафенілборат натрію:родамін ЗБ дорівнює 5:1).

Приклад	Довжина хвилі поглинання, нм	Межа визначення диметилсульфоксиду, мг/дм ³ , (%)	Інтервал НВК, мг/дм ³	Примітка
1	550	8 ($8 \cdot 10^{-4}$)	8-20	Інтервал НВК не досягає найбільшого значення, а межа визначення - найменшого значення
2	555	2 ($2 \cdot 10^{-4}$)	2-25	Досягається найнижча межа визначення та найбільший інтервал НВК
3	558	2 ($2 \cdot 10^{-4}$)	2-25	
4	560	2 ($2 \cdot 10^{-4}$)	2-25	
5	565	7 ($7 \cdot 10^{-4}$)	7-20	Інтервал НВК не досягає найбільшого значення, а межа визначення - найменшого значення

Приклади табл. 3 свідчать про наступне:

1. Найнижча межа визначення диметилсульфоксиду та найбільший інтервал НВК досягається при довжині хвилі поглинання від 555 нм до 560 нм (приклади 2-4).

2. Розрахунки межі визначення диметилсульфоксиду та інтервалу НВК при довжині хвилі поглинання менше 550 нм або більше 565 нм недоцільні внаслідок звуження ділянки лінійності градуального графіка (приклади 1,5).

Можливість реалізації способу, а також властивості способу, прийнятого за найближчий аналог, досліджені на модельних розчинах, що вміщували відомі концентрації диметилсульфоксиду. В табл. 3 наведені результати кількісного визначення диметилсульфоксиду, яке здійснювалося за допомогою спектрофотометричного способу, що пропонується, та способом найближчого аналога (дані статистично оброблені для трьох паралельних вимірювань).

Таблиця 3

Кількісне визначення диметилсульфоксиду в модельних розчинах за допомогою способу, що заявляється, та способом найближчого аналога.

Приклад	Створено концентрацію диметилсульфоксиду, мг/дм ³	Визначено концентрацію диметилсульфоксиду, мг/дм ³	
		Спосіб, що заявляється	Спосіб найближчого аналога
1	3,0	3,0±0,8	Не визначається
2	5,0	5,0±0,8	Не визначається
3	10,0	10,0±0,7	10,0±0,9
4	16,0	16,0±0,7	16,0±0,9
5	20,0	20,0±0,8	Не визначається
6	25,0	25,0±0,8	Не визначається

Приклади табл. 3 свідчать про наступне:

1. Спосіб, що заявляється, на відміну від прототипу, здатний визначати диметилсульфоксид при суттєво менших концентраціях (приклади 1, 2).
2. Спосіб, що заявляється, здатний визначати диметилсульфоксид також при вмістах 20-25 мг/дм³. Таким чином, межа визначення диметилсульфоксиду та інтервал НВК для способу, що заявляється, суттєво кращі.

Властивості способу найближчого аналога і способу, що заявляється, наведені в табл. 4.

Таблиця 4

Порівняння технічних результатів способів.

Суттєві ознаки способу	Найближчий аналог	Спосіб, що заявляється	Перевага способу, що заявляється, у відношенні до найближчого аналога
Межа*) кількісного визначення диметилсульфоксиду, мг/дм ³ (%)	8(5·10 ⁻⁴)	2 (2·10 ⁻⁴)	В 4 рази межа нижча
Інтервал НВК, мг/дм ³ (%)	від 8 (8·10 ⁻⁴) до 18 (1,8·10 ⁻³)	від 2 (2·10 ⁻⁴) до 25 (2,5·10 ⁻³)	Нижня межа - нижча, верхня межа - вища

*) Визначена згідно з [3].

Порівняння способів свідчить, що спосіб, що пропонується, на відміну від способу найближчого аналога, здатний визначати диметилсульфоксид з меншою межею визначення і більш широким інтервалом НВК.

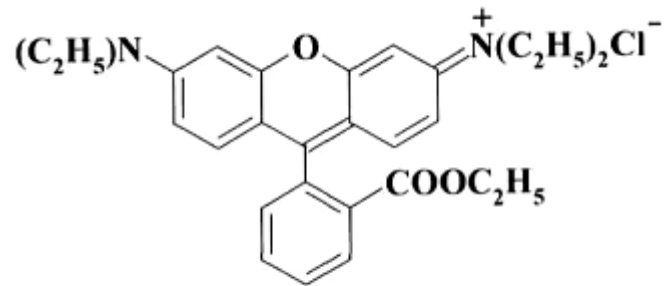
Джерела інформації:

1. Krull L.H., Friedman M. Ion-exchange separation and quantitative determination of dimethylsulfoxide // Journal of Chromatography A. - 1967. - Vol. 26. - P. 336-338.
2. Ivey J.P., Haddad P.R. Determination of dimethylsulphoxide using ion-exclusion chromatography with ultraviolet absorption detection // Journal of Chromatography A. - 1987. - Vol. 391. - P. 309-314.
3. Дюерфель К. Статистика в аналитической химии/ Пер. с нем. И.С. Шаплыгина под ред. В.В. Налимова. - М.: Мир, 1969. - 247 с.

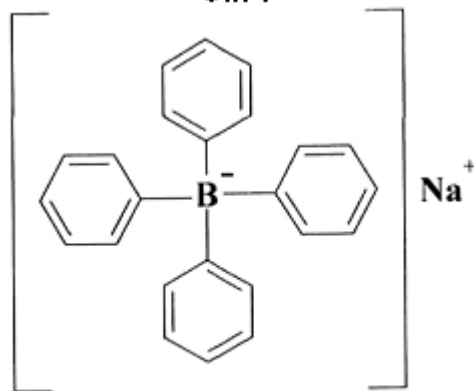
ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб спектрофотометричного визначення диметилсульфоксиду у воді, який включає додавання до водного розчину, що аналізується, реагенту, що взаємодіє з диметилсульфоксидом, та подальше вимірювання оптичної густини розчину при певній довжині хвилі поглинання, який **відрізняється** тим, що як реагент використовують барвник родамін 3Б

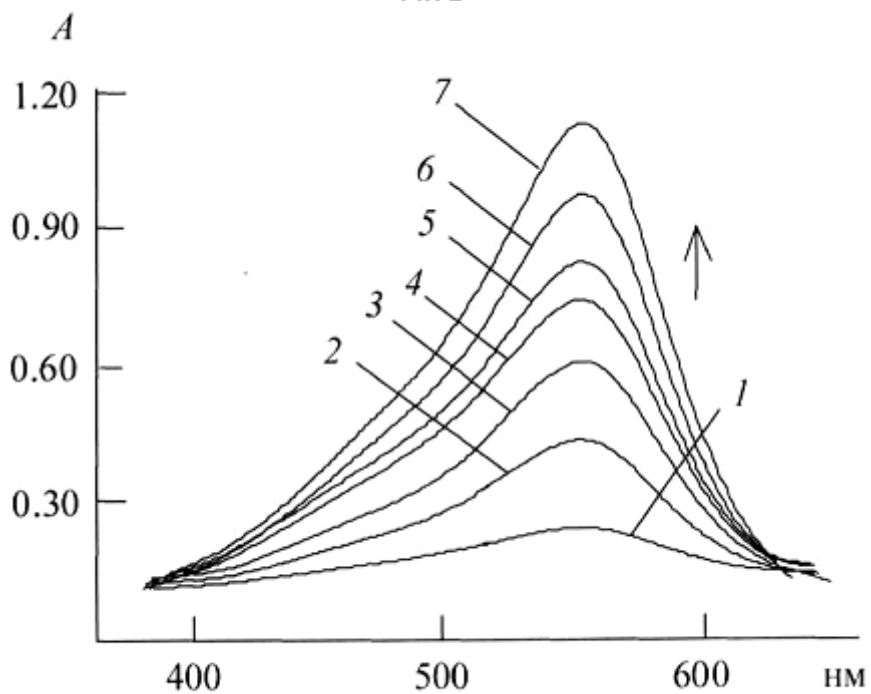
концентрацією $3,0 \cdot 10^{-6} - 6,0 \cdot 10^{-6}$ моль/дм³ та сумісно з ним тетрафенілборат натрію концентрацією в 4-6 разів більшою, ніж родамін 3Б, а вимірювання оптичної густини розчину здійснюють при довжині хвилі поглинання 555-560 нм.



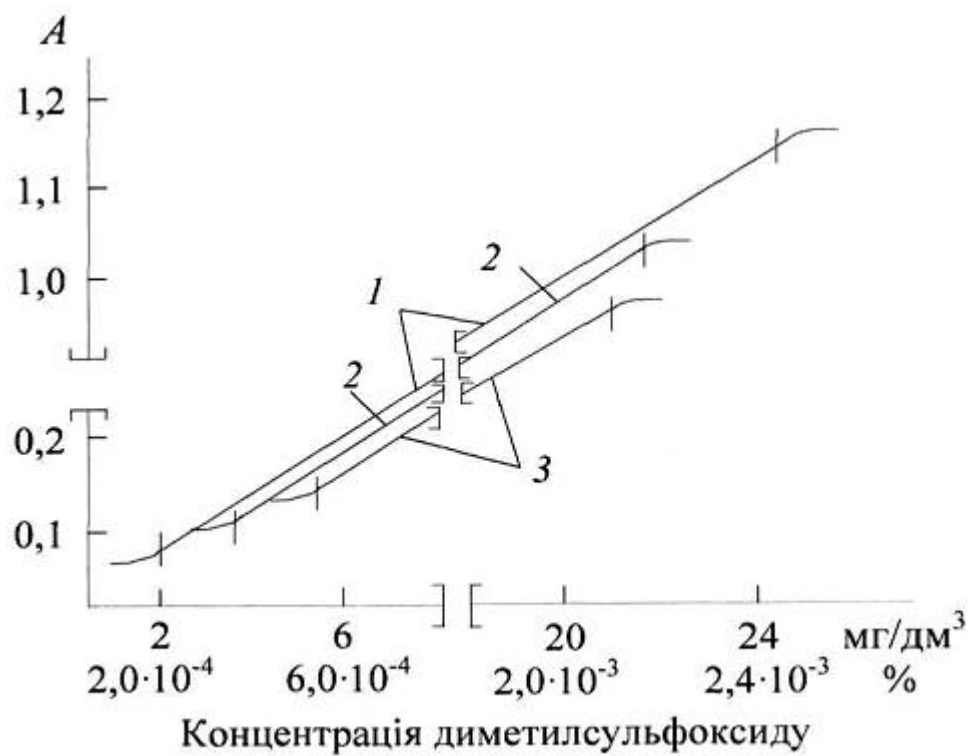
Фиг. 1



Фиг. 2



Фиг. 3



Фіг. 4

Комп'ютерна верстка А. Крижанівський

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