

Винахід відноситься до засобів потенціометричного контролю рідких середовищ на вміст в них іонів декаметоксину та може знайти застосування в хіміко-фармацевтичній промисловості, медицині та в фармацевтичному аналізі.

Відомий склад мембрани іонселективного електроду для визначення декаметоксину [1], який утримує в якості електродоактивної речовини іонний асоціат декаметоксину з триоктилоксібензолсульфокислотою і має рідкий внутрішній контакт. Електродна функція мембрани описаного електроду лінійна у вузькому інтервалі концентрацій: $1 \cdot 10^{-5}$ - $1 \cdot 10^{-4}$ моль/л, що не дозволяє його використовувати для прямого іонометричного визначення декаметоксину.

Відомий склад мембрани твердоконтактного іонселективного електроду для визначення концентрації іонів метоклопраміду [2]. Мембрана містить структурний компонент полівінілхлорид, пластифікатор диоктилфталат, електродоактивну речовину - іонний асоціат метоклопраміду з фосфорновольфрамовою кислотою, та стабілізатор потенціалу твердого контакту - високодисперсне активоване вугілля.

Зазначена мембрана має вузьке призначення і не може бути використана для визначення концентрації іонів декаметоксину.

Задача винаходу полягає у створенні мембрани твердоконтактного іонселективного електроду для визначення концентрації іонів декаметоксину шляхом використання в якості електродоактивної речовини комплексу декаметоксину з фосфорномолібденовою кислотою, в якості пластифікатора - диоктилфталат, а в якості додаткового стабілізатора потенціалу - тетрафенілбората калію, завдяки чому збільшується інтервал лінійності електродної функції, селективність, чутливість та термін використання мембрани.

Поставлена задача вирішується таким чином, що мембрана твердоконтактного іонселективного електроду для визначення концентрації іонів декаметоксину, що МІСТИТЬ полівінілхлорид як структурний компонент, електродоактивну речовину, пластифікатор та активоване вугілля як стабілізатор потенціалу твердого контакту, за винаходом містить в якості електродоактивної речовини комплекс декаметоксину з фосфорномолібденовою кислотою, в якості пластифікатора - диоктилфталат і додатково містить тетрафенілборат калію як стабілізатор потенціалу при наступних співвідношеннях компонентів (мас. %):

Полівінілхлорид	30,5-42,5
Диоктилфталат	55-65
Комплекс декаметоксину з фосфорномолібденовою кислотою	1,4-2,2
Тетрафенілборат калію	0,1-0,3
Активоване вугілля	1,0-2,0

При вмісті полівінілхлориду нижче 30,5% знижується механічна міцність мембран. При збільшенні вмісту вище 42,5% погіршується відтворювання мембранних потенціалів.

До погіршення відтворювання мембранних потенціалів приводить також зменшення вмісту комплексу декаметоксину з фосфорномолібденовою кислотою нижче 1,4%. При збільшенні вмісту комплексу вище 2,2% спостерігається кристалізація його на поверхні мембрани, що різко зменшує робочий ресурс мембрани до 3-4 тижнів.

Зменшення вмісту диоктилфталату (менше 55%) приводить до різкого зросту часу встановлення потенціалу, до зменшення терміну використання (до 1,5 місяців). При збільшенні вмісту диоктилфталату (вище 65%) знижується механічна міцність мембрани та скорочується термін її використання (до 1 місяця).

Зменшення вмісту активованого вугілля (нижче 1,0%) приводить до погіршення відтворювання мембранних потенціалів при низьких концентраціях декаметоксину. При збільшенні вмісту активованого вугілля (вище 2,0%) знижується механічна міцність мембрани.

Зменшення вмісту тетрафенілборату калію (менше 0,1%) призводить до підвищення дрейфу потенціалу електроду, збільшення його вмісту (більш 0,3%) не призводить до зменшення дрейфу, але сприяє росту селективності електрода до іону калію. Введення тетрафенілборату калію обумовлено його здатністю підвищувати ліпофільні властивості мембрани, завдяки чому зменшується руйнування мембрани водою, що призводить до зниження величини дрейфу потенціалу електроду.

В якості вихідних компонентів для отримання електродоактивної речовини використовують 0,01М розчини декаметоксину фармакопейної чистоти та фосфорномолібденової кислоти кваліфікації "ч.д.а".

Готують електродоактивну речовину таким чином: до розчину фосфорномолібденової кислоти додають двократний об'єм розчину декаметоксину та перемішують скляною мішалкою. Осад, що утворився, залишають на добу для дозрівання. Після цього осад відділяють від рідкої фази центрифугуванням та промивають дистильованою водою до негативної реакції на хлорид-іони. Осад висушують до постійної маси при температурі 50-60°C.

Винахід ілюструється прикладами.

Приклад 1

Приготування мембрани складу (масі %): полівінілхлорид - 37,2%, диоктилфталат - 60%, електродоактивна речовина - 1,5%, тетрафенілборат калію - 0,1%, активоване вугілля - 1,2%. Для приготування одночасно 5 мембран 0,25г полівінілхлориду розчиняють в 10мл циклогексанону при 40-50°C та безперервно перемішують електромагнітною мішалкою. Після чого в розчин вводять 0,40г диоктилфталату, перемішують суміш протягом 2-3хв та вводять 0,010г електродоактивної речовини, суміш перемішують до розчинення електродоактивної речовини, а потім додають 0,001г тетрафенілборату калію і 0,008г високодисперсного активованого вугілля. Всю суміш гомогенізують протягом 90-120хв.

Гомогенізовану масу наносять краплями на полірований торець графітового стержня, заздалегідь запресований врівень в поліхлорвінілову трубку діаметром близько 8мм, яка є корпусом електроду.

Нанесений склад висушують при температурі 25-30°C, а потім знову наносять гомогенізовану масу. Операцію повторюють до утворення мембрани товщиною 0,4-0,5мм.

Після висушування мембрани електроди кондиціонують в $1 \cdot 10^{-2}$ М розчині декаметоксину протягом 5 діб.

Дослідження електродних властивостей мембрани в розчинах декаметоксину проводять в гальванічному елементі:

Електрод порівняння	Сольовий місток (KCl насич.)	Досліджуваний розчин	Мембрана	Графітовий стержень
---------------------	------------------------------	----------------------	----------	---------------------

Електрорушійна сила (ЕРС) цього гальванічного елементу визначається концентрацією (активністю) іонів декаметоксину, а також присутністю сторонніх іонів та описується відомим рівнянням Нікольського:

$$E = E^0 + S \lg(a_{\text{дек}} + K_{\text{сел}} a_3)$$

де S - крутизна електродної функції електроду;

E^0 - стандартна ЕРС гальванічного елементу;

$a_{\text{дек}}$ - активність іона декаметоксину в досліджуваному розчині;

a_3 - активність іона, що заважає (стороннього), в досліджуваному розчині;

$K_{\text{сел}}$ - коефіцієнт селективності мембрани.

Експериментально одержана залежність ЕРС від концентрації (активності) іонів декаметоксину наведена на фігурі.

Інтервал лінійності електродної функції електроду з розробленою мембраною знаходиться в межах - $(5,0 \pm 0,5) \cdot 10^{-5}$ - $(1,0 \pm 0,2) \cdot 10^{-2}$ М., крутість - $30,1 \pm 0,3$ мВ/рС. Інтервал рН працездатності електрода - 3,5-5,0. Мінімальна концентрація декаметоксину, яку можна визначити, складає $(2,0 \pm 0,8) \cdot 10^{-6}$ М. Час відгуку електроду - 3-5 хв при концентраціях $1 \cdot 10^{-5}$ - $1 \cdot 10^{-4}$ М і 2-4 хв - при $1 \cdot 10^{-3}$ - $1 \cdot 10^{-2}$ М. Робочий ресурс - не менш 2 місяців.

Приклад 2

Критерієм здатності впливу на потенціал електроду з заявленою мембраною інших речовин є значення величини $K_{\text{сел}}$, які розраховували за методом бііонних потенціалів. Значення $K_{\text{сел}}$ розраховували для катіонів Na^+ , K^+ , Zn^{2+} та глюкози, які зустрічаються в лікарських препаратах декаметоксину. Усереднені значення $K_{\text{сел}}$ наведені в таблиці 1.

Таблиця 1

Усереднені значення $K_{\text{сел}}$ мембрани
іонселективного електроду для визначення
декаметоксину, що пропонується

Речовина чи катіон	$K_{\text{сел}}$
Na^+	$6,5 \cdot 10^{-3}$
K^+	$9 \cdot 10^{-3}$
Zn^{2+}	$1 \cdot 10^{-3}$
Глюкоза	$1 \cdot 10^{-5}$

Аналіз даних таблиці 1 свідчить про те, що значення $K_{\text{сел}}$ всіх досліджених речовин значно менше одиниці, тобто вони не впливають суттєво на потенціал мембрани, що пропонується.

Заявлено склад мембрани твердоконтактного іонселективного електроду для визначення концентрації іонів декаметоксину яка дозволяє проводити кількісний аналіз декаметоксину в широкому інтервалі концентрацій при наявності інших речовин. Мембрана має високу чутливість та селективність до декаметоксину та задовільний термін використання.

Джерела інформації

1. Егоров В.В., Репин В.А., Капуцкий В.Е. Определение поверхностно-активных антисептиков с помощью ионселективных электродов. // Журн. аналит. хим. -1996. -Т.51. -№10. -С.1080-1082.

2. Деклараційний патент 32335А, Україна, МПК G01N27/30 з. №99042019, заявл. 09.04.99., опубл. 15.12.2000, Бюл. №7 -II.

