



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ  
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) **UA**

(11) **87899**

(13) **U**

(51) МПК

**G01N 33/15** (2006.01)

## (12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: **u 2013 10187**

(22) Дата подання заявки: **19.08.2013**

(24) Дата, з якої є чинними  
права на корисну  
модель: **25.02.2014**

(46) Публікація відомостей  
про видачу патенту: **25.02.2014, Бюл.№ 4**

(72) Винахідник(и):

**Кормош Жолт Олександрович (UA)**

(73) Власник(и):

**СХІДНОЄВРОПЕЙСЬКИЙ  
НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ІМ. ЛЕСІ  
УКРАЇНКИ,  
пр. Волі, 13, м. Луцьк, 43025 (UA)**

(74) Представник:

**Кужель Емма Вікторівна, реєстр. №144**

## (54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ ОРГАНІЧНИХ РЕЧОВИН

(57) Реферат:

Спосіб визначення органічних речовин включає розробку мембрани відповідного складу та конструювання селективного електрода (сенсора) з електродоактивною речовиною. Як електродоактивну речовину у електрохімічному сенсорі використовують іонний асоціат родаміну С 5-хлорсаліцилат.

**UA 87899 U**



Корисна модель належить до аналітичної хімії, а саме - до способу потенціометричного визначення органічних речовин, зокрема для визначення 5-хлорсаліцилової кислоти.

5-хлорсаліцилова кислота є однією з вихідних речовин, яка застосовується для синтезу багатьох органічних речовин, зокрема медичного препарату 2-[<sup>19</sup>F]флуороетил-глибенгладіду, котрий здатний регулювати рівень цукру в крові людей, хворих на цукровий діабет та ін.

Завдяки своєму широкому використанню 5-хлорсаліцилова кислота, потребує точних та експресних методів її кількісного визначення.

Відомий спосіб визначення органічних речовин, до технологічних операцій якого входять розробка складу мембрани та конструювання іонселективного електрода (сенсора) для визначення саліцилової кислоти. Мембрана такого сенсора містить асоціат 3-(4-толілазо)-фенілборної кислот из тетрагексилетилендіаміном. [О.А. Мухина, И.А. Назарова, Н.В. Шведене. Азопроизводное фенилборной кислоты как активный компонент мембраны, обратимой к салицилат-аниону // Вестн. Моск. ун-та. Сер.2. Химия. - 2003. - Т. 44, № 2. - С. 131-134]. Недоліком зазначеного способу є те, що електрод, який використовують для реалізації способу має великий час відклику (20 с), низьку селективність та вузьке призначення, що не дозволяє використовувати його для визначення 5-хлорсаліцилової кислоти.

Задачею, на вирішення якої спрямована корисна модель, що заявляється, є забезпечення можливості експресного визначення 5-хлорсаліцилової кислоти розробка потенціометричним методом, шляхом розробки електрохімічного сенсора для отримання нового технічного результату, що полягає у підвищенні селективності.

Поставлена задача вирішується таким чином.

У відомому способі визначення органічних речовин, що включає розробку мембрани відповідного складу та конструювання селективного електрода (сенсора) з електродоактивною речовиною, згідно з корисною моделлю, що заявляється, як електродоактивну речовину у сенсорі використовують іонний асоціат родаміну С 5-хлорсаліцилат, при цьому як мембрану до сенсора використовують пластифіковану полівінілхлоридну мембрану.

Синтез іонних асоціатів родаміну С 5-хлорсаліцилату проводять шляхом зливання розчинів родаміну С та 5-хлорсаліцилової кислоти при рН 8. Утворені іонні асоціати відстоюють протягом години. Осад, що утворився, відділяють фільтруванням. Одержаний іонний асоціат промивають дистильованою водою, висушують до повітряно-сухого стану протягом трьох діб і використовують як електродоактивну речовину для виготовлення мембран для іонселективних електродів.

Пластифіковані полівінілхлоридні мембрани готують наступним чином: зважують 0,1 г полівінілхлориду, відповідну кількість виділеного іонного асоціату (щоб його концентрація в мембрані складала 1-15 % від загальної маси мембрани), а потім суміш ретельно перемішують для гомогенізації. Ступінь гомогенізації мембран оцінюють за допомогою мікрофотографій, отриманих на металографічному мікроскопі "LEICAVMHTAUTO". Після цього вводять необхідну кількість пластифікатора трикрезилфосфату, 0,5 мл розчинника циклогексанону. Отриманий розчин переносять у прозору циліндричну ємність переважно скляну, яку попередньо відшліфують, і приклеюють її до скляної основи з наступним висушуванням на повітрі протягом 1-2 доби.

Для виготовлення електрода(сенсора) для визначення 5-хлорсаліцилової кислоти, після випаровування розчинника з одержаних плівок різакон для гумових корків вирізають диски діаметром 0,5-1,0 см і приклеюють їх до торця полівінілхлоридної трубки 10 % розчином полівінілхлориду у циклогексаноні. Трубку заповнюють відповідним концентрованим стандартним розчином 5-хлорсаліцилової кислоти при рН 8 ( $10^{-2}$  моль/л) та занурюють в нього мідну дротину, отриманий електрод (сенсор) використовують для реалізації способу, що заявляється.

Для регулювання та підтримання іонної сили розчину використовують 0,1 моль/л КСІ на фоні 0,1 моль/л універсального буферного розчину.

Потенціометричне вимірювання проводять на іометрі І-160М (похибка вимірювання  $\pm 0,1$  мВ); як електрод порівняння використовують, наприклад, хлорсрібний електрод ЭВЛ-1МЗ при кімнатній температурі  $25 \pm 1$  °С. Під час вимірювання користуються класичною схемою будови електрохімічного кола:

Ag, AgCl|KCl<sub>(нас.)</sub> / досл. роз. // мембрана // внутр. роз. / ( $1 \cdot 10^{-2}$ ) / Си дротина

Запропонований спосіб визначення органічних речовин, в апаратурному оформленні якого використовують сенсор, виготовлений на основі іонного асоціату родаміну С 5-хлорсаліцилату можна застосовувати для визначення 5-хлорсаліцилової кислоти у модельних та технологічних розчинах, фармацевтичних препаратах.

Оптимальні вмісти компонентів, що входять до складу мембрани, становлять: 28-42 % полівінілхлориду, 3-7 % іонного асоціату родаміну С 5-хлорсаліцилату, 55-65 % пластифікатора трикрезилфосфату. Для сконструйованого сенсора лінійність електродної функції спостерігається в межах  $5 \cdot 10^{-5}$ - $1 \cdot 10^{-1}$  моль/л 5-хлорсаліцилової кислоти, крутизна електродної функції становить  $56 \pm 1$  мВ/рС, межа виявлення 5-хлорсаліцилової кислоти -  $1,5 \cdot 10^{-5}$  моль/л. Час відгуку сенсора на зміну концентрації 5-хлорсаліцилової кислоти складає 4-5 с. Час життя електрода не менше 6-7 місяці від дня його виготовлення. Робочий діапазон кислотності функціонування сенсора лежить у межах рН 7-10. Значення електродного потенціалу 5-хлорсаліцилат-чутливого сенсора залежно від зміни концентрації 5-хлорсаліцилової кислоти, а також від зміни кислотності середовища подано у таблицях 1 та 2 відповідно, що додаються.

Сконструйований електрохімічний сенсор на основі іонного асоціату родаміну С 5-хлорсаліцилату володіє хорошими електрохімічними характеристиками. У нього: крутизна електродної функції становить  $56 \pm 1$  мВ/рС, що відповідає теоретичному значенню даної величини для однозарядних іонів, широкий діапазон визначуваного вмісту 5-хлорсаліцилової кислоти, короткий час встановлення потенціалу, довгий час життя сенсора. Він може успішно використовуватися як експрес метод визначення 5-хлорсаліцилової кислоти у модельних та технологічних розчинах, фармацевтичних препаратах.

Як приклад реалізації способу, що заявляється, наведені лабораторні дані з визначення 5-хлорсаліцилової кислоти. Пробу розтирають до порошкоподібного стану, зважують, розчиняють у ~25мл фонового розчину та відділяють від твердих нерозчинних частинок фільтруванням. Розчин і промивні води збирають у колбу на 50 мл, і доводять об'єм фоновим розчином до мітки. У розчин, який аналізують на вміст 5-хлорсаліцилової кислоти, занурюють мембранний електрод та хлорсрібний електрод порівняння. Вимірюють різницю потенціалів. Вміст 5-хлорсаліцилової кислоти знаходять за методом калібрувального графіка, побудованого за аналогічних умов.

Заявлений спосіб передбачає використання як електродоактивної речовини іонного асоціату родаміну С хлорсаліцилату і дозволяє проводити експресне визначення 5-хлорсаліцилової кислоти у модельних та технологічних розчинах, фармацевтичних препаратах.

Таблиця 1

Залежність потенціалу електрода від концентрації 5-хлорсаліцилової кислоти  
(вміст ЕАР - 0,011 г, ПВХ - 0,1 г, пластифікатор - ТКФ)

рС	7	6	5	4	3	2	1
Е, мВ	32	32	22	-18	-74	-130	-186

Таблиця 2

Вплив рН розчину на відгук 5-хлорсаліцилат-чутливого електрода  
(рС<sub>5-хлорсаліцилової кислоти</sub>=2,0)

рН	3	4	5	6,0	7,0	8,0	9,0	10
Е, мВ	-20	-65	-100	-120	-130	-130	-130	-130

#### ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

1. Спосіб визначення органічних речовин, що включає розробку мембрани відповідного складу та конструювання селективного електрода (сенсора) з електродоактивною речовиною, який **відрізняється** тим, що як електродоактивну речовину у електрохімічному сенсорі використовують іонний асоціат родаміну С 5-хлорсаліцилат.

2. Спосіб визначення органічних речовин за п. 1, який **відрізняється** тим, що у складі електрохімічного сенсора використовують пластифіковану полівінілхлоридну мембрану.

Комп'ютерна верстка М. Мацело

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