



МІНІСТЕРСТВО
ЕКОНОМІЧНОГО
РОЗВИТКУ І ТОРГІВЛІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) UA

(11) 117202

(13) U

(51) МПК

G01N 27/333 (2006.01)

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: **u 2016 11707**

(22) Дата подання заявки: **21.11.2016**

(24) Дата, з якої є чинними
права на корисну
модель: **26.06.2017**

(46) Публікація відомостей
про видачу патенту: **26.06.2017, Бюл.№ 12**

(72) Винахідник(и):

**Луганська Ольга Василівна (UA),
Омельянчик Людмила Олександрівна
(UA),
Синяєва Ніна Петрівна (UA),
Ніколаєва Тетяна Григорівна (UA)**

(73) Власник(и):

**ЗАПОРІЗЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ
УНІВЕРСИТЕТ,
вул. Жуковського, 66, м. Запоріжжя, 69600
(UA)**

(54) СКЛАД МЕМБРАНИ ІОНОСЕЛЕКТИВНОГО ЕЛЕКТРОДА

(57) Реферат:

Склад мембрани іоноселективного електрода містить полівінілхлорид, дибутилфталат, електродно активну речовину на основі аніонообміннику тетрафенілборату. Як електродно активну речовину використовують іонний асоціат катіону алкілдиметилбензиламонію хлориду з аніоном натрію тетрафенілборату у стехіометричному співвідношенні 1:1.

UA 117202 U

Рішення належить до аналітичної хімії, електрохімії і може бути використано для виробництва сенсорних елементів іоноселективних електродів (ICE) - хімічних сенсорів - для кількісного визначення концентрації іонів у водних розчинах із застосуванням матеріалів, що мають низьку вартість компонентів.

Відомий склад мембрани іоноселективного електрода (Пат. № 85621 Україна, МПК G01 N27/333 (2006.01). Склад мембрани іоноселективного електрода /Луганська О.В., Омелянчик Л.О., Синяєва Н. П., Гуліна Ю.С., заявник і власник патенту Запорізький національний університет - № u201306817, заявл. 31.05.2013, опубл. 25.11.2013, Бюл. № 22), який містить компоненти у такому співвідношенні, у мас. %: полівінілхлорид (ПВХ) - 24; дибутилфталат (ДБФ) - 70; електроодно активну речовину (ЕАР) - іонний асоціат катіону тетраетиламонію та аніону натрієвої солі 4-метилхінолін-2-іл-гідразон гліоксильової кислоти - 6.

Недоліками цього рішення є використання як ЕАР іонного асоціату катіону тетраетиламонію та аніону натрієвої солі 4-метилхінолін-2-іл-гідразон гліоксильової кислоти, що не дозволяє виконувати пряме потенціометричне визначення катіонів.

Ознаками, спільними з рішенням, що заявляється, є використання у складі мембрани ПВХ, ДБФ та ЕАР.

Відомий склад мембрани іоноселективного електрода (Пат. 2141110 Российская Федерация, МПК G01 N27/42. Способ раздельного определения анионных, катионных и неионогенных поверхностно-активных веществ /Кулапин А.И., Аринушкина Т.В.; заявитель и патентообладатель Кулапин А.И., Аринушкина Т.В. - № 98105562/28, заявл. 31.03.1998, опубл. 10.11.1999), який містить компоненти у такому співвідношенні, у мас. %: полівінілхлорид (ПВХ) - 33,2; дибутилфталат (ДБФ) - 66,2; електроодно активну речовину (ЕАР) - цетилпіридиній-тетрафенілборат - 0,6.

Недоліками цього рішення є використання у складі ЕАР катіону цетилпіридинію, що не дозволяє визначити органічний катіон алкілдиметилбензиламонію.

Ознаками, спільними з рішенням, що заявляється, є використання у складі мембрани ПВХ, ДБФ та ЕАР, що містить як аніонообмінник тетрафенілборат.

В основу корисної моделі поставлено задачу розробити склад мембрани іоноселективного електрода, який шляхом використання іонного асоціату катіону алкілдиметилбензиламонію хлориду з аніоном натрію тетрафенілборату, дозволяє використовувати мембрану як хімічний сенсор для кількісного визначення катіону алкілдиметилбензиламонію хлориду, виготовлювати на її основі прості, надійні, портативні іоноселективні електроди.

Суттєвими ознаками способу є використання компонентів, у такому співвідношенні, мас. %: ДБФ - 67-71;

ЕАР, що складається з катіону алкілдиметилбензиламонію хлориду з аніоном натрію тетрафенілборату у стехіометричному співвідношенні 1:1-6-8; ПВХ - решта.

Відмінними від прототипу ознаками є використання компонентів у такому співвідношенні, мас. %: ДБФ - 67-71; ЕАР, що складається з катіону алкілдиметилбензиламонію хлориду з аніоном натрію тетрафенілборату у стехіометричному співвідношенні 1:1-6-8; ПВХ - решта.

Пластифіковану полівінілхлоридну мембрану синтезують так: Спочатку готують ЕАР, для чого змішують рівні об'єми $1,0 \cdot 10^2$ М розчину алкілдиметилбензиламонію хлориду та $1,5 \cdot 10^{-2}$ М розчину натрію тетрафенілборату. Одержаний осад відфільтровують та витримують при кімнатній температурі до повного висихання. У результаті отримують іонний асоціат алкілдиметилбензиламонію тетрафенілборату у стехіометричному співвідношенні 1:1. Потім у термостійку ємність вносять пластифікатор - ДБФ, порошок ПВХ марки С-70 та перемішують їх магнітною мішалкою, потім додають циклогексанон (ЦГ), суміш розчиняють при температурі 50-60 °С. Після охолодження суміші до кімнатної температури в композицію вносять наважку ЕАР і перемішують до гомогенного стану та відсутності бульбашок повітря. Одержану композицію виливають у чашку Петрі та залишають для випаровування ЦГ на 2-4 доби, отримують еластичну плівку, з якої вирізають диск мембрани.

Потім виготовляють індикаторний іоноселективний електрод (ICE), який перед застосуванням витримують у розчині алкілдиметилбензиламонію хлориду з концентрацією, що відповідає середині робочого діапазону електрода.

Для прямих потенціометричних досліджень використовують рН-метр-мілівольтметр і гальванічний елемент.

Мембрана, що заявляється, є еластичною плівкою, яка містить попередньо розчинений у циклогексаноні порошок ПВХ, який пластифікований дибутилфталатом, та ЕАР - алкілдиметилбензиламонію тетрафенілборату.

Вибір оптимальної ЕАР здійснювали шляхом експериментального дослідження характеристик ІСЕ.

Вибір як ЕАР іонного асоціату катіону алкілдиметилбензиламонію хлориду з аніоном натрію тетрафенілборату обумовлений аніонообмінними властивостями тетрафенілборату, що дозволяє синтезувати мембрану, оборотну до катіона алкілдиметилбензиламонію хлориду.

Для визначення електрохімічних характеристик ІСЕ, оберненого до катіону алкілдиметилбензиламонію хлориду, синтезували мембрани з вмістом ДБФ 67-71 % (зменшення відсотку ДБФ у мембрані призводить до погіршення електрохімічних характеристик ІСЕ, а збільшення - до зменшення еластичності мембрани, що призводить до її розриву); ЕАР, що складається з катіона алкілдиметилбензиламонію хлориду з аніоном натрію тетрафенілборату у стехіометричному співвідношенні 1:1, що доведено методом амперометричного титрування, - 6-8 % (збільшення або зменшення відсотку ЕАР у мембрані обумовлює погіршення електрохімічних характеристик ІСЕ; ПВХ - решта (матриця запропонованої мембрани)).

Приклад конкретного виконання мембрани іоноселективного електрода.

Спочатку готували ЕАР, для чого у хімічному стакані змішували по 100 мл $1,0 \cdot 10^{-2}$ М розчину алкілдиметилбензиламонію хлориду та $1,5 \cdot 10^{-2}$ М розчину натрію тетрафенілборату, отриманий осад відфільтровували та витримували при кімнатній температурі до повного висихання. У результаті отримували іонний асоціат алкілдиметилбензиламонію тетрафенілборату у стехіометричному співвідношенні 1:1.

Для синтезу пластифікованої полівінілхлоридної мембрани: у термостійкий стакан вносили $1,37 \pm 0,01$ г пластифікатора дибутилфталату, $0,47 \pm 0,01$ г порошку полівінілхлориду марки С-70 і перемішували їх упродовж 3-5 хв. за допомогою магнітної мішалки, потім добавляли $4,5 \pm 0,1$ мл циклогексанону; розчинення виконували при температурі 50-60 °С. Після охолодження в композицію вносили наважку ЕАР - іонного асоціату катіону алкілдиметилбензиламонію хлориду з аніоном натрію тетрафенілборату - масою $0,14 \pm 0,01$ г, перемішували до гомогенного стану та відсутності бульбашок повітря. Одержану композицію виливали у чашку Петрі діаметром 50 ± 1 мм, залишали невелику кількість суміші для клею. Одержану композицію витримували 3 доби при кімнатній температурі для випаровування ЦГ, отримували еластичну плівку.

Готували індикаторний іоноселективний електрод, обернений відносно катіону алкілдиметилбензиламонію хлориду.

Перед застосуванням ІСЕ вимочували в розчині алкілдиметилбензиламонію хлориду з концентрацією 10^{-4} М, що відповідало середині робочого діапазону.

Для прямих потенціометричних досліджень використовували рН - метр-мілівольтметр і гальванічний елемент.

Для побудови градувального графіка використовували серію розчинів алкілдиметилбензиламонію хлориду з концентраціями від 10^{-6} до 10^{-2} М.

Склад мембрани: ДБФ - 69 %, ЕАР - 7 % ПВХ - решта, дозволив отримати іоноселективний електрод з такими електрохімічними характеристиками: збереження Нернстівської залежності потенціалу від концентрації $S=41$ мВ/рС у діапазоні лінійності відгуку $2,0 \cdot 10^{-5}$ - $1,0 \cdot 10^{-3}$ моль/л; межа виявлення визначуваного іона $1,0 \cdot 10^{-5}$ моль/л; дрейф потенціалу для розчинів з концентраціями 10^{-3} - 10^{-2} М - 60 с, для 10^{-6} - 10^{-4} М - 75 с; час життя електрода був обумовлений частотою його використання і складав 1,5 місяця з часу його виготовлення.

Поступове погіршення характеристик електрода (зменшення чутливості та діапазону лінійності відклику) пов'язане зі зменшенням вмісту пластифікатора в мембрані, яке призводить до порушення її структури та фізико-механічних характеристик.

Склад мембрани, що заявляється, дозволяє використовувати мембрану як хімічний сенсор для кількісного визначення катіона алкілдиметилбензиламонію хлориду, виготовляти з її використанням прості, надійні, портативні іоноселективні електроди.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Склад мембрани іоноселективного електрода, що містить полівінілхлорид (ПВХ), дибутилфталат (ДБФ), електродно активну (ЕАР) речовину на основі аніонообміннику тетрафенілборату, який **відрізняється** тим, що як електродно активну речовину використовують іонний асоціат катіону алкілдиметилбензиламонію хлориду з аніоном натрію тетрафенілборату у стехіометричному співвідношенні 1:1, при такому співвідношенні компонентів, у мас. %:

ДБФ	67-71
ЕАР	6-8
ПВХ	решта.

Комп'ютерна верстка Л. Литвиненко

Міністерство економічного розвитку і торгівлі України, вул. М. Грушевського, 12/2, м. Київ, 01008, Україна

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