



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ  
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) **UA**

(11) **88236**

(13) **U**

(51) МПК

**G01N 33/15** (2006.01)

## (12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: **u 2013 10388**

(22) Дата подання заявки: **23.08.2013**

(24) Дата, з якої є чинними  
права на корисну  
модель: **11.03.2014**

(46) Публікація відомостей **11.03.2014, Бюл.№ 5**  
про видачу патенту:

(72) Винахідник(и):

**Кормош Жолт Олександрович (UA)**

(73) Власник(и):

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

(74) Представник:

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

## (54) СПОСІБ ПІДВИЩЕННЯ ЧУТЛИВОСТІ ТА СЕЛЕКТИВНОСТІ ВИЗНАЧЕННЯ ПІКРАТ-ІОНІВ ПОТЕНЦІОМЕТРИЧНИМ МЕТОДОМ

### (57) Реферат:

Спосіб підвищення чутливості та селективності визначення пікрат-іонів потенціометричним методом включає у себе використання потенціометричного електрода (сенсора) на основі полівінілхлориду, причому до складу електрода входять електродоактивна речовина та пластифікатор, при якому як електродоактивну речовину використовують іонний асоціат, а до основи електрода (сенсора) вводять ІА бутилпродамін С пікрату, при цьому як пластифікатор використовують -трикрезилфосфат.

**UA 88236 U**



Корисна модель належить до аналітичної хімії, а саме до способу визначення пікрат-іонів потенціометричним методом, і може бути використана для його селективного визначення у технологічних та інших розчинах.

Пікринова кислота широко використовують у фармацевтичному аналізі, як індикатор для колориметричного виявлення білків і амінокислот; вона є одним із групових реагентів, який застосовують для одержання алкалоїдів; застосовується у виробництві азобарвників. Пікринова кислота подразнює шкіру, викликає отруєння. ГДК 0,1 мг/м<sup>3</sup>.

Відомий спосіб визначення пікрат-іонів за допомогою графітового меркурій(І)-пикратного електрода, де як електродоактивну речовину використовують меркурій(І) пікрат. Склад цього електрода (сенсора) становить 0,6 г (61,9 %) меркурій (І) пікрату, 0,2 г (20,6 %) металічного меркурію та 0,17 г (17,5 %) розтертого графіту. Сенсор працює при рН середовища 5,7-8,0, при цьому крутизна електродної функції становить  $56,8 \pm 0,5$  мВ/рС. Визначити пікрат-іони за допомогою сенсора можна до  $1,3 \cdot 10^{-5}$  моль/л в діапазоні концентрацій  $2,5 \cdot 10^{-5}$ - $1,0 \cdot 10^{-1}$  моль/л [Moghimi M., Arvand M., Javandel R., Zanjanchi M.A. Picrat ion determination using a potentiometric sensor immobilized in graphite matrix // Sensors and actuators B. - 2005. - Vol. 107. - P. 296-302].

Суттєвими недоліками такого способу визначення вмісту пікрат-іонів є те, що визначенню заважають хлорид-, бромід-, йодид-, тіоціанат-, саліцилат-, бензоат-іони та речовини, які утворюють малорозчинні сполуки з катіонами меркурію (І) та до складу сенсора входить токсична ртуть, мала чутливість та вузька робоча область рН.

Задачею, на вирішення якого спрямована корисна модель, що заявляється, є підвищення чутливості та селективності визначення пікрат-іонів, шляхом створення потенціометричної методики на основі селективного електрохімічного сенсора, який дозволяє експресно визначати вміст пікрат-іонів в різних об'єктах у присутності ряду іонів та речовин.

Поставлена задача вирішується тим, що у відомому способі підвищення чутливості та селективності визначення пікрат-іонів потенціометричним методом, який включає у себе використання потенціометричного електрода (сенсора) на основі полівінілхлориду, причому до складу електрода входять електродоактивна речовина та пластифікатор, згідно з корисною моделлю, що заявляється, як електродоактивну речовину використовують іонний асоціат, а до основи електрода (сенсора) вводять ІА бутилпродамін С пікрату, при цьому як пластифікатор використовують - трикрезилфосфат.

Спосіб, що заявляється, реалізують таким чином

Спочатку синтезують іонний асоціат бутилпродамін С пікрат. Для чого готують  $10^{-2}$  моль/л розчину цього основного барвника і пікринової кислоти. По краплях при постійному перемішуванні до розчину бутилпродаміну С додають розчин пікринової кислоти та залишають при кімнатній температурі 20-25 °С на 2-2,5 год. для відстоювання. Осад, що випав, фільтрують та декілька разів промивають холодною водою для відмивання іонного асоціату від залишків основного барвника, після чого сушать при кімнатній температурі на повітрі протягом 46-50 год.

Пластифіковані полівінілхлоридні мембрани готують за такою технологією: зважують 0,075 г полівінілхлориду, 10 % іонного асоціату, а потім суміш ретельно перемішують для гомогенізації. Після цього вводять 0,2 мл пластифікатора трикрезилфосфату, 0,5 мл розчинника тетрагідрофурану. Отриманий розчин переносять у скляну ємність, переважно круглої форми діаметром 1,7 см, яку попередньо відшліфовують і приклеюють до скляної підкладки та сушать на повітрі протягом 1-2 доби.

Для виготовлення електрода для визначення пікрат-іонів, після випаровування розчинника з одержаних плівок різакон для гумових корків вирізають диски діаметром 0,5-0,7 см і приклеюють їх до полівінілхлоридної трубки 10 % розчином полівінілхлориду у тетрагідрофурани. Трубку заповнюють відповідним концентрованим стандартним розчином пікринової кислоти ( $10^{-2}$  моль/л) та занурюють у нього мідну дротину. Після цього електрод використовують для дослідження. Для регулювання та підтримання рН розчину використовують універсальний буфер (0,04 моль/л  $\text{H}_3\text{BO}_3$ ,  $\text{H}_3\text{PO}_4$ ,  $\text{CH}_3\text{COOH}$  по кожній та 0,2 моль/л  $\text{NaOH}$  певного об'єму).

Потенціометричне вимірювання проводять іономіром: як електрод порівняння використовують хлорсрібний електрод ЭВЛ-1МЗ при кімнатній температурі 24-26 °С. Під час вимірювань користуються класичною схемою будови електрохімічного кола:

$\text{Ag}, \text{AgCl}|\text{KCl}_{(\text{нас})} // \text{досл. роз. } (1 \cdot 10^{-6} - 1 \cdot 10^{-2} \text{ М}) // \text{мембрана/внутр. роз. } (1 \cdot 10^{-2}) / \text{Cu-дротина}.$

Запропонований спосіб, що оснований на використанні полівінілхлоридного сенсора на основі іонного асоціату бутилпродамін С пікрату, може бути успішно використаний для чутливого та селективного визначення пікрат-іонів у різних об'єктах. Склад мембрани сенсора: 0,075 г полівінілхлориду, 10 % електродоактивної речовини (іонного асоціату бутилпродамін С пікрат), 70 % трикрезилфосфату. Лінійність електродної функції виготовленого сенсора спостерігається

у межах  $8 \cdot 10^{-6}$ – $1 \cdot 10^{-1}$  моль/л пікрат-іонів, крутизна електродної функції становить  $58,0 \pm 2,0$  мВ/рС, межа визначення -  $4,0 \cdot 10^{-6}$  моль/л. Час відгуку сенсора на зміну концентрації пікрат-іонів становить 3-5 с. Такий сенсор добре працює при рН 2-11.

У таблиці 1 подано порівняльну характеристику електродних характеристик меркурій(I) пікратного сенсора, що відомі з літературних джерел, з запропонованим мембранним електродом (сенсором) на основі іонного асоціату бутілпродамін С пікрату для визначення пікрат-іонів.

Розроблений пікрат-чутливий сенсор на основі іонного асоціату бутілпродамін С пікрату для визначення пікрат-іонів має суттєву перевагу над відомим сенсором на основі меркурій(I) пікрату (див. табл. 2), а саме: він проявляє значно вищу чутливість та селективність по відношенню різних іонів та речовин, та має значно ширшу робочу область рН. Отже, запропонований сенсор на основі іонного асоціату бутілпродамін С пікрату є на даний час єдиним, який дозволяє забезпечити необхідну чутливість та селективність визначення пікрат-іонів, згідно із способом, що заявляється.

Приклад визначення пікрат-іонів. Пробу розтирають до порошкоподібного стану, зважують, розчиняють у ~25 мл фоновому 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 пікрат-іонів, занурюють мембранний електрод та хлорсрібний електрод порівняння. Вимірюють різницю потенціалів. Вміст пікрат-іонів знаходять за калібрувальним графіком, побудованим за аналогічних умов. Відносне стандартне відхилення ( $S_r$ ) при визначенні пікрат-іонів складає 0,03-0,04 ( $n=5$ ,  $P = 0,95$ ).

Заявлений спосіб підвищення чутливості та селективності визначення пікрат-іонів забезпечує високу селективність визначення пікрат-іонів завдяки використанню іонного асоціату бутілпродамін С пікрату як електроактивної речовини та як пластифікатора - трикрезилфосфату при виготовленні мембрани для потенціометричного сенсора та дозволяє визначати її у різних об'єктах із високими метрологічними характеристиками.

Таблиця 1

Порівняння основних електрохімічних характеристик пікрат-чутливих сенсорів

Хіміко-аналітичні характеристики роботи ICE	Меркурій(I) пікратний сенсор на графітній матриці	Сенсор на основі ІА бутілпродамін С пікрату
РН	6,0-9,0	2,0-11,0
Крутизна, мВ/рС	$56,8 \pm 0,5$	$58,0 \pm 2,0$
Лінійність, моль/л	$2,5 \cdot 10^{-5}$ – $1,0 \cdot 10^{-1}$	$8 \cdot 10^{-6}$ – $1 \cdot 10^{-1}$
Межа визначення, моль/л	$1,3 \cdot 10^{-5}$	$4,0 \cdot 10^{-6}$
Час відклику, с	25	3-5
Час життя, місяців	6	>12

Таблиця 2

Порівняльна характеристика коефіцієнтів потенціометричної селективності сенсорів

Іон, речовина	Коефіцієнт селективності	
	Меркурій (I) напроксенатний сенсор на графітній матриці	Сенсор на основі ІА бутілпродамін С пікрату
Фенолят	$7,0 \cdot 10^{-3}$	$<10^{-4}$
Саліцилат	$6,5 \cdot 10^{-2}$	$<10^{-4}$
Оксалат	$7,3 \cdot 10^{-3}$	$<10^{-5}$
Фталат	$4,9 \cdot 10^{-3}$	$<10^{-4}$
Цитрат	$6,3 \cdot 10^{-3}$	$<10^{-5}$
Бензоат	$2,9 \cdot 10^{-2}$	$<10^{-4}$
Форміат	$1,0 \cdot 10^{-3}$	$<10^{-5}$
Ацетат	$3,0 \cdot 10^{-3}$	$<10^{-5}$
Cl <sup>-</sup>	1,05	$<10^{-5}$
2,4-Динітрофенол	$4,3 \cdot 10^{-3}$	$<10^{-4}$
2-Нітрофенол	$2,3 \cdot 10^{-4}$	$<10^{-4}$

## ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

- 5 Спосіб підвищення чутливості та селективності визначення пікрат-іонів потенціометричним методом, який включає у себе використання потенціометричного електрода (сенсора) на основі полівінілхлориду, причому до складу електрода входять електродоактивна речовина та пластифікатор, який **відрізняється** тим, що як електродоактивну речовину використовують іонний асоціат, а до основи електрода (сенсора) вводять ІА бутилпродамін С пікрату, при цьому як пластифікатор використовують -трикрезилфосфат.

---

Комп'ютерна верстка Л. Бурлак

---

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