

## МЕМБРАНА СВИНЕЦСЕЛЕКТИВНОГО ЭЛЕКТРОДА

Изобретение относится к электрохимическим методам анализа, а в частности к ионометрии для определения активности (концентрации) ионов свинца в водных растворах.

В литературе описано разнообразные типы свинецселективных электродов.

Известна мембрана на основе электроактивного компонента пластифицированной свинецселективной мембраны 1,7- диазо-8,9,17,18-добензо-18 краун-6. Предлагается состав мембраны при следующем соотношении компонентов, мас%: 1,7- диазо-8,9,17,18-добензо-18 краун-6 0,3-5,0; пластификатор 60,0-61,0; поливинилхлорид 30,0-33,0. Нижний предел обнаружения ионов свинца-  $2 \cdot 10^{-6}$ , время установления равновесного потенциала составляет 5 мин. Недостатком данного свинецселективного электрода является узкий диапазон линейной области функционирования электрода ( $4 \cdot 10^{-6}$ - $3 \cdot 10^{-3}$  М), что не позволяет определять более миллимолярных концентрации ионов свинца (Ю.А. Золотов, Л.К. Шпигун, Е.А. Новиков, А.А. Формановский. Мембрана ионселективного электрода для потенциометрического определения свинца. SU 1254363 A1).

Известен также сенсор на основе электроактивного компонента пластифицированной свинецселективной мембраны триоксид молибдена  $MoO_3$ . В качестве пластификатора использовали дибутил-фталат и дополнительно поливинилхлорид (Г.С. Захарова, Н.В. Подвальная. Состав мембраны ионселективного электрода для определения ионов свинца. RU 2470289 C1. Заявка: 2011129520/28, 15.07.2011).

Одним из важнейших недостатков, описанных в литературе сенсоров является короткий срок службы, это связано с низким значением липофильности используемых веществ, а также низкий предел обнаружения.

Проведенный заявителем анализ уровня техники, включающий поиск по патентным и научно-техническим источникам информации, и выявление источников, содержащих сведения об аналогах заявленного изобретения, позволил установить, что заявитель не обнаружил аналог, характеризующийся признаками, тождественными всем существенным признакам заявленного изобретения.

Задача – конструирование свинецселективного электрода на основе ионофора-диантипирилметана для определения активности ионов свинца и как один из вариантов лабораторного электрода.

Технический результат - расширение линейной области функционирования электрода, снижение времени отклика и возможность количественного определения ионов свинца.

Сущность изобретения в том, что мембрана свинецселективного электрода, включающая поливинилхлорид в качестве связующего компонента, диоктилсебацинат в качестве пластификатора как растворитель для ионофоров, диантипирилметан в качестве электродоактивного компонента, и олеиновую кислоту в качестве ионной добавки при следующем соотношении компонентов, масс%:

Поливинилхлорид (ПВХ)	31,09
Диоктилсебацинат (ДОС)	63,81
Диантипирилметан (ДАМ)	2,47
Олеиновая кислота (О.К)	1,80

Технология приготовления мембраны.

Предварительно взвешенные навески на аналитических весах и взятые аликвоты микропипетками компонентов мембраны добавляли в стеклянный бюкс в строго определенном порядке:

- электродоактивное вещество (15,84 мг)
- пластификатор (407,6 мкл)
- полимер матрицы мембраны (185,4мг)
- растворитель (1,84 мл)
- ионная добавка (11,51 мг)

Процесс приготовления мембраны состоял в первоначальном растворении электродоактивного вещества в пластификаторе. Затем добавляется ПВХ, при этом пластификатор обволакивает частицы порошка ПВХ, препятствуя их слипанию при растворении. Затем к приготовленной массе приливают растворитель- тетрагидрофуран (ТГФ), плотно закупоривают крышкой и энергично встряхивают до полного растворения компонентов смеси. В последнюю очередь добавляется ионная добавка в виде его раствора в циклогексаноне и смесь энергично встряхивают.

Внесение ионной добавки в виде раствора в циклогексаноне обеспечивает точность задания концентрации при малой массе вносимого компонента. Порции полученного коктейля объемом 2 мл заливали в те тефлоновые чашки диаметром 30 мм, накрывали фильтровальной бумагой, поверх которой клали тефлоновую крышку для замедления испарения ТГФ и оставляли на сутки и более. После испарения растворителей получались мембраны толщиной 500 мкм которые в последствии использовались для изготовления ИСЭ. Состав апробированных ПВХ-пластифицированных мембран представлен в табл.1

Табл.1. Состав ПВХ- пластифицированных мембран.

№	C <sub>зав.</sub>	C <sub>инон. доб.</sub>	ПВХ: пластиф.	Состав в масс. %
1	100	100	1:2	ПВХ(31,88): ДОФ (63,76): ДАМ (2,51): NaГФБ (2,83)
2	100	100	1:2	ПВХ(31,86): ТБФ (63,73): ДАМ (2,54): NaГФБ (2,18)
3	100	100	1:2	ПВХ(31,97): ДБФ (63,94): ДАМ (2,36): NaГФБ (1,78)
4	100	100	1:2	ПВХ(31,77): ДОС (63,54): ДАМ (2,71): NaГФБ (1,97)
5	100	100	1:2	ПВХ(31,79):2-НФОЭ (63,58): ДАМ (2,46): NaГФБ (2,18)
6	100	100	1:2	ПВХ(31,09): ДОС (63,81): ДАМ (2,47): О.К (1,80)

Градуировочный график полученной таким образом мембраны представлен на рис 1.

Технический результат, достигаемый изобретением, поясняется результатами лабораторных исследований, проведенных на кафедре аналитической и фармацевтической химии химического факультета Дагестанского государственного университета.

Изучены основные потенциометрические характеристики предлагаемого электрода. Измерения проводили при рН 3. Более высокое значение кислотности среды приводит к гидролизу ионов свинца, а более низкое – к влиянию ионов водорода на потенциал электрода. Интервал линейности электродной функции составляет  $1 \times 10^{-5}$ -  $1 \times 10^{-1}$  М. крутизна  $29,46 \pm 1$  мВ/рС (рис.1).

Определены значения коэффициентов селективности по отношению к некоторым d-элементам и щелочным и щелочно-земельным металлам. Большое влияние на отклик мембран оказывают ионы цинка, кадмия, ртути и меди, что влечет к использованию различных маскирующих агентов при потенциометрическом анализе в присутствии данных ионов. Для повышения селективности мембраны к ионам свинца, в анализируемый раствор вводили 0.1 М раствор аммиака для связывания ионов  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Hg}^{2+}$  и  $\text{Cd}^{2+}$  в более прочные аммиакатные комплексы. (табл. 1.)

Табл. 1. Значение констант устойчивости аммиакатных комплексов с некоторыми металлами

Элемент	$-\lg \beta$
$\text{Cu}^{2+}$	8,90
$\text{Cd}^{2+}$	6,56
$\text{Zn}^{2+}$	8,70
$\text{Hg}^{2+}$	19,30

Ионы свинца не образуют аммиакатных комплексов. Значение константы устойчивости комплекса диантипирилметана с ионами свинца составляет 4,21.

Ионы некоторых щелочных и щелочноземельных металлов не оказывают влияния на отклик мембраны, из чего следует что данный сенсор можно применять в жесткой воде, а также в морских водах рис.2

На рис.2. представлена зависимость значений логарифма коэффициента селективности относительно ионов свинца от вида определяемого иона.

Проведенные экспериментальные исследования подтверждают ожидаемые результаты:

- оптимизирован состав свинецселективной мембраны

-полученный электрод можно успешно использовать в химических лабораториях для определения активности ионов свинца в различных технологических растворах.

К преимуществам изобретения относится:

- существенная химическая устойчивость пленочной мембраны в различных реакционных средах

- повышение селективности (избирательности) к ионам свинца в присутствии 10 мл 0.1 М раствора аммиака

- расширение линейной области функционирования электрода.

### Формула изобретения

Мембрана свинецселективного электрода, включающая поливинилхлорид в качестве связующего компонента, диоктилсебацинат в качестве пластификатора как растворитель для ионофоров, диантипирилметан в качестве электродоактивного компонента, и олеиновую кислоту в качестве ионной добавки при следующем соотношении компонентов, масс%:

Поливинилхлорид (ПВХ)	31,09
Диоктилсебацинат (ДОС)	63,81
Диантипирилметан (ДАМ)	2,47
Олеиновая кислота (О.К)	1,80

# МЕМБРАНА СВИНЕЦСЕЛЕКТИВНОГО ЭЛЕКТРОДА

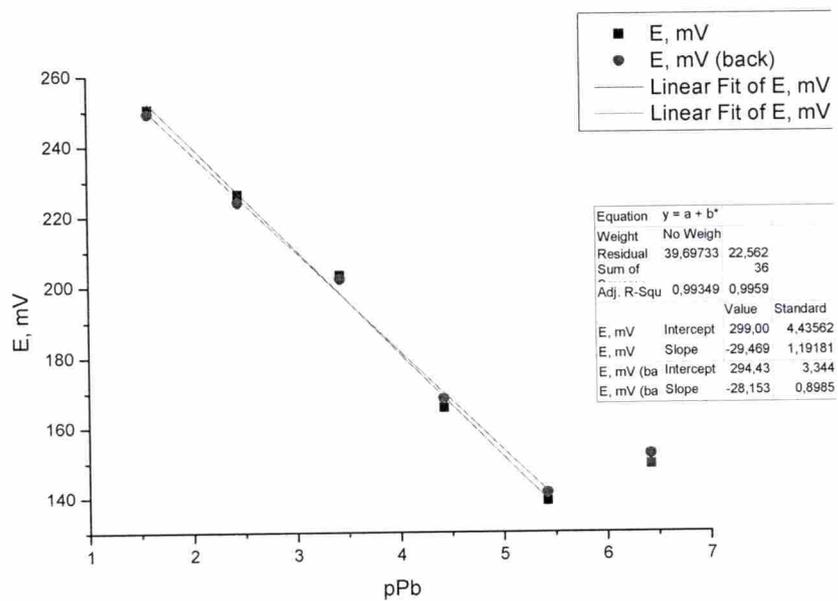


рис.1

# МЕМБРАНА СВИНЕЦСЕЛЕКТИВНОГО ЭЛЕКТРОДА

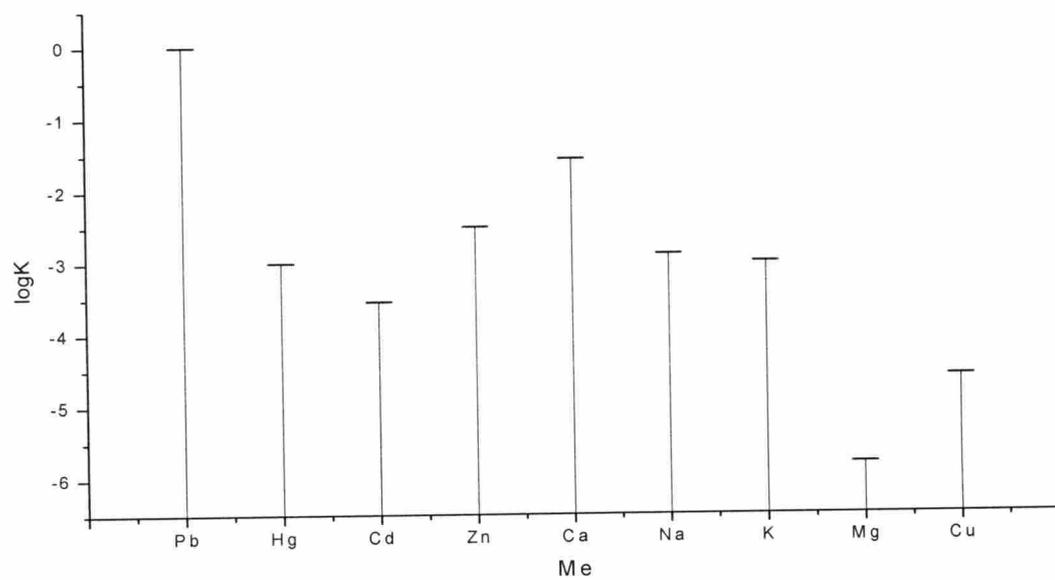


рис.2

## Реферат

Изобретение относится к электрохимическим методам анализа, а в частности к ионометрии для определения активности (концентрации) ионов свинца в водных растворах.

Задача – конструирование свинецселективного электрода на основе ионофора-диантипирилметана для определения активности ионов свинца и как один из вариантов лабораторного электрода.

Технический результат - расширение линейной области функционирования электрода, снижение времени отклика и возможность количественного определения ионов свинца.

К преимуществам изобретения относятся: существенная химическая устойчивость пленочной мембраны в различных реакционных средах; повышение селективности (избирательности) к ионам свинца в присутствии 10 мл 0.1 М раствора аммиака; расширение линейной области функционирования электрода.