



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК  
G01N 27/48 (2017.08)

(21)(22) Заявка: 2016114336, 13.04.2016

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
13.04.2016

Дата регистрации:  
15.02.2018

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 13.04.2016

(43) Дата публикации заявки: 16.10.2017 Бюл. № 29

(45) Опубликовано: 15.02.2018 Бюл. № 5

Адрес для переписки:

656049, г. Барнаул, пр. Ленина, 61, ФГБОУ ВО  
"Алтайский государственный университет",  
ООИС

(72) Автор(ы):

Лейтес Елена Анатольевна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

федеральное государственное бюджетное  
образовательное учреждение высшего  
образования "Алтайский государственный  
университет" (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете  
о поиске: RU 2459199 C1, 20.08.2011. RU  
2415411 C1, 27.03.2011. RU 2257570 C1,  
27.07.2005. RU 2206086 C1, 10.06.2003. SU  
1833814 A1, 15.08.1993. SU 1096558 A,  
07.06.1984. CN 103575794 A, 12.02.2014. CN  
104950020 A, 30.09.2015.

(54) Способ определения иодид-ионов катодной вольтамперометрией

(57) Реферат:

Изобретение относится к области аналитической химии. Способ определения йодид-ионов катодной вольтамперометрией проводят на серебряном электроде в фоновом растворе 0,1 М ацетата натрия, выдерживая потенциал электролиза в диапазоне потенциалов (-0,15±0,05) В при скорости развертки 20 мВ/с - 50 мВ/с от 1 мин до 3 мин. Йодид-ион восстанавливается на

поверхности электрода в виде малорастворимого соединения с серебром. Аналитический сигнал регистрируют и оценивают методом добавок. Способ согласно изобретению позволяет снизить нижнюю границу определяемых содержаний и использовать экологически чистый серебряный электрод. 4 ил., 1 табл.

RU 2 645 003 C 2

RU 2 645 003 C 2



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC  
*G01N 27/48 (2017.08)*

(21)(22) Application: **2016114336, 13.04.2016**

(24) Effective date for property rights:  
**13.04.2016**

Registration date:  
**15.02.2018**

Priority:

(22) Date of filing: **13.04.2016**

(43) Application published: **16.10.2017 Bull. № 29**

(45) Date of publication: **15.02.2018 Bull. № 5**

Mail address:

**656049, g. Barnaul, pr. Lenina, 61, FGBOU VO  
"Altajskij gosudarstvennyj universitet", OOIS**

(72) Inventor(s):

**Lejtes Elena Anatolevna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**federalnoe gosudarstvennoe byudzhethnoe  
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego  
obrazovaniya "Altajskij gosudarstvennyj  
universitet" (RU)**

(54) **METHOD OF DETERMINING IODIDE IONS BY CATHODE VOLT-APPARETOMETRY**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: method of determining iodide ions by cathodic voltammetry is carried out on a silver electrode in a background solution 0.1 M of sodium acetate, while maintaining the potential of electrolysis in the range of potentials  $(-0.15 \pm 0.05)$  V at a sweep speed of 20 mV/s - 50 mV/s from 1 min to 3 min. The iodide ion is reduced on the electrode surface in the

form of an insoluble compound with silver. The analytical signal is recorded and evaluated by the additive method.

EFFECT: reducing the lower limit of the determined contents and using the environmental friendly silver electrode.

4 dwg, 1 tbl

RU 2 645 003 C2

RU 2 645 003 C2

Изобретение относится к области аналитической химии, в частности к определению иодид-ионов вольтамперометрическим методом.

Известен вольтамперометрический способ измерения концентрации йода - патент РФ №2238551 от 22.01.2003, Бюл. №29 от 20.10.04// Соколов М.А., Агафонова Н.А.//, заключающийся в том, что на поверхность твердого электрода предварительно наносят металлическую ртуть в виде пленки, электрохимически осаждают на этой пленке йодсодержащие продукты из анализируемого раствора, представляющего собой анализируемое вещество, растворенное в фоновом электролите, изменением потенциала рабочего электрода электрохимически растворяют указанные осажденные йодсодержащие продукты, измеряют величину катодного тока растворения указанных йодсодержащих продуктов, идентифицируют пик йода на вольтамперной кривой и по величине пика йода определяют концентрацию йода в анализируемом растворе, отличающийся тем, что предварительное нанесение металлической ртути на поверхность твердого электрода осуществляют электрохимическим формированием ртутной пленки из рабочего раствора, содержащего ионы ртути в присутствии ионов йода.

Изобретение позволяет измерять концентрации на уровне единиц  $\text{мкг/дм}^3$ .

Недостатком вольтамперометрического способа измерения концентрации йода является использование токсичных растворов ртути с целью формирования на электроде ртутной пленки из рабочего раствора.

Из известных технических решений наиболее близким по назначению и технической сущности к заявляемому объекту - прототипом является патент РФ №2459199 от 30.03.2011, Способ количественного определения йода методом инверсионной вольтамперометрии // Дерябина В.И., Слепченко Г.Б. Фам Кам Ньунг, Кириллова М.Е. //

Накопление йодид-ионов в перемешиваемом растворе проводят на серебряном электроде в течение 10-20 с при потенциале электролиза  $E_z$ , равном  $0,00 \pm 0,05$  В относительно хлоридсеребряных электродов на фоне  $0,1$  моль/ $\text{дм}^3$  раствора сернокислого гидразина (рН 2-3) с последующей регистрацией катодного пика в режиме съемки вольтамперограмм при скорости развертки потенциала  $20$  мВ/с, концентрацию йодид-ионов определяют по высоте пика в диапазоне потенциалов  $(-0,40 \pm 0,05)$  В методом добавок аттестованных смесей. Исследования проводят в дифференциально-импульсном режиме регистрации вольтамперограмм, с использованием трехэлектродной ячейки: индикаторный электрод - серебряный; вспомогательный и сравнения - хлоридсеребряные электроды. Диапазон измерения массовых концентраций йода в различных типах вод от  $0,003$  до  $1,5$  мг/ $\text{дм}^3$ , в продуктах более сложного состава от  $0,05$  до  $100$  мг/кг.

Недостаток прототипа:

Недостаточная чувствительность для определения следовых количеств йода в водных растворах.

Общим для прототипа и заявляемого изобретения является применение для определения йода серебряного электрода.

Данное изобретение отличается от прототипа:

тем, что концентрацию йода определяют из фонового раствора  $0,1$  М ацетата натрия в присутствии ионов серебра с использованием двухэлектродной ячейки: индикаторный электрод - серебряный; сравнения - хлоридсеребряный электрод в постоянноточковом режиме, регистрируя пик в диапазоне потенциалов  $(-0,15 \pm 0,05)$  В при скорости развертки  $20$  мВ/с -  $50$  мВ/с.

Сущность изобретения

Способ определения йодид-ионов катодной вольтамперометрией, заключающийся в том что, определение концентрации йодид-ионов проводят на серебряном электроде в фоновом растворе 0,1 М ацетата натрия, выдерживая потенциал электролиза в диапазоне потенциалов (-0,15±0,05) В при скорости развертки 20 мВ/с - 50 мВ/с от 1 мин до 3 мин. Йодид-ион восстанавливается на поверхности электрода в виде малорастворимого соединения с серебром. При введении различных добавок ионов серебра высота тока пика возрастает в несколько раз. Вольтамперограмму регистрируют при линейной развертке потенциала от 20 мВ/с до 50 мВ/с, так как скорость развертки более 50 мВ/с несущественно повышает ток пика.

#### Осуществление изобретения

В двухэлектродную электрохимическую ячейку с серебряным электродом и хлоридсеребряным электродом сравнения [в насыщенном хлориде калия (KCl), соединенным с ячейкой электролитическим ключом, заполненным нитратом калия (KNO<sub>3</sub>)], емкостью 10 мл, помещают 5 мл фонового раствора - 0,1 М ацетата натрия и добавку ионов серебра до концентрации  $2,5 \cdot 10^{-4}$  М или при следовых количествах -  $1,5 \cdot 10^{-3}$  М.

Отсутствие аналитических сигналов свидетельствует о чистоте фонового электролита (Рис. 1, кривая 1). Затем в фон вводят пробу, содержащую йодид-ион, и перемешивают в течение 10-30 с. На индикаторный электрод подают потенциал электроконцентрирования (+0,15 В), так как при этом потенциале регистрируется максимальное значение тока пика (Рис. 2). Йодид-ион восстанавливается на поверхности электрода в виде малорастворимого соединения с серебром. (Рис. 1, кривая 2). При введении различных добавок ионов серебра высота тока пика возрастает в несколько раз (Рис. 1, кривые 3, 4, 5). Вольтамперограмму регистрируют при линейной развертке потенциала от 20 мВ/с до 50 мВ/с, так как скорость развертки более 50 мВ/с несущественно повышает ток пика (Рис. 3), в течение времени накопления от 1 мин до 3 мин (в зависимости от содержания йодид-ионов). Регистрируют ток пика определяемого вещества в диапазоне потенциалов (-0,15±0,05)В при скорости развертки потенциала 20 мВ/с, линейно зависящем от концентрации йодид-ионов в водных растворах. Содержание йода оценивают методом стандартных добавок. Нижняя граница определяемых концентраций йодид-ионов в присутствии ионов серебра

$$1 \cdot 10^{-9} \text{ М (Sr=0,20)}.$$

Способ определения серебра позволяет на порядок снизить нижнюю границу определяемых содержаний до  $1 \cdot 10^{-9}$  М (Sr=0,12) (Рис. 4, табл).

Результаты определения йодид-ионов методом стандартных добавок

Таблица.

Введенная добавка, М	Найдено, М	S <sub>r</sub>
$7,94 \cdot 10^{-9}$	$(7,94 \pm 0,03) \cdot 10^{-9}$	0,02
$9,96 \cdot 10^{-9}$	$(1,05 \pm 0,06) \cdot 10^{-9}$	0,03
$3,98 \cdot 10^{-8}$	$(4,10 \pm 0,09) \cdot 10^{-8}$	0,03
$3,98 \cdot 10^{-7}$	$(3,47 \pm 0,09) \cdot 10^{-7}$	0,03
$3,98 \cdot 10^{-6}$	$(3,82 \pm 0,06) \cdot 10^{-6}$	0,02

## (57) Формула изобретения

Способ определения йодид-ионов катодной вольтамперометрией, включающий в себя определение концентрации йодид-ионов на серебряном электроде, отличающийся тем, что концентрацию йода определяют из фонового раствора 0,1 М ацетата натрия в присутствии ионов серебра при потенциале +0,15 В с использованием двухэлектродной ячейки: индикаторный электрод - серебряный; сравнения - хлоридсеребряный электрод в постоянноточковом режиме, регистрируя пик в диапазоне потенциалов  $(-0,15 \pm 0,05)$  В при скорости развертки потенциала 20 мВ/с - 50 мВ/с от 1 мин до 3 мин.

1

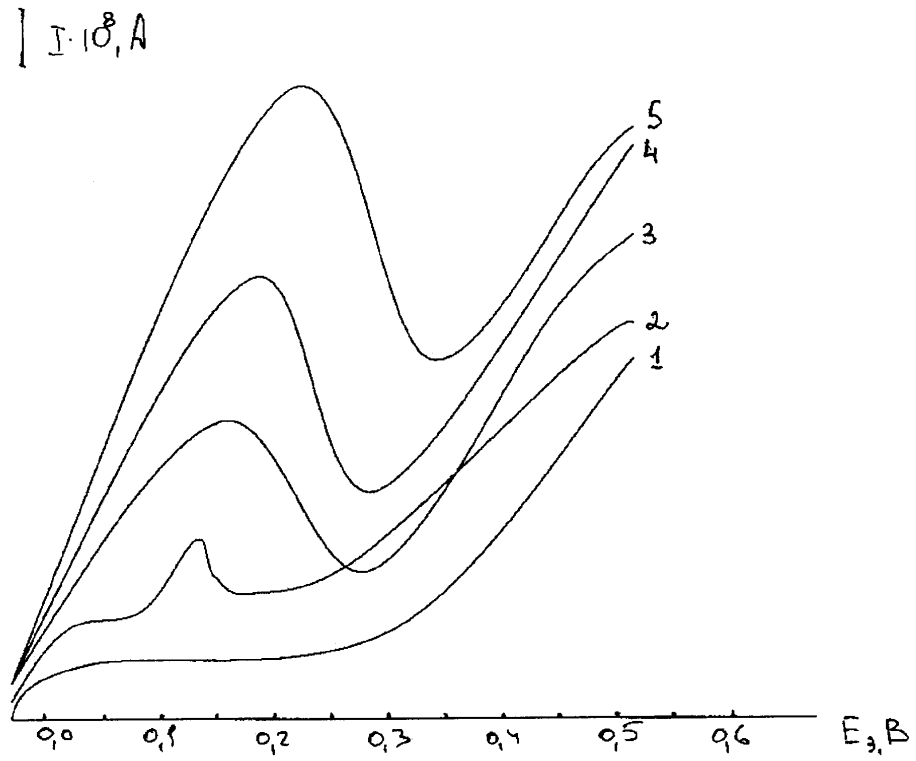


Рис. 1. Вольтамперные кривые иодид-иона в отсутствии и присутствии ионов серебра:  $E_3 = +0,05$  В,  $t_3 = 60$  с,  $V = 20$  мВ / с;  $0,1$  М  $\text{CH}_3\text{COONa}$ ; 1 – фон; 2 –  $9,96 \cdot 10^{-6}$  М  $\text{KI}$ ; 3 –  $9,96 \cdot 10^{-6}$  М  $\text{KI} + 7,46 \cdot 10^{-4}$  М  $\text{Ag}^+$ ; 4 –  $9,96 \cdot 10^{-6}$  М  $\text{KI} + 1,24 \cdot 10^{-3}$  М  $\text{Ag}^+$ ; 5 –  $9,96 \cdot 10^{-6}$  М  $\text{KI} + 7,90 \cdot 10^{-3}$  М  $\text{Ag}^+$ .

2

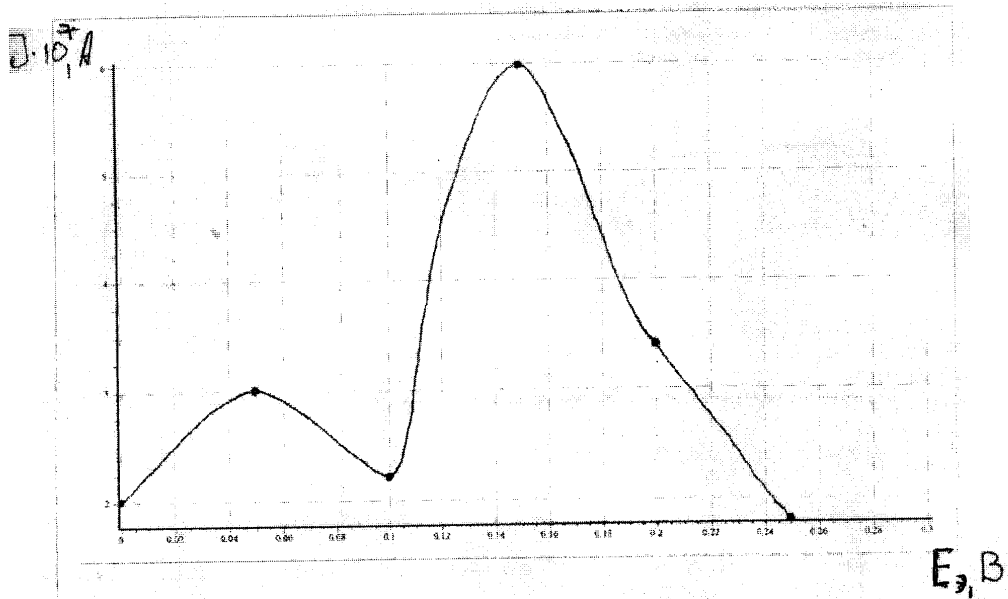


Рис. 2. График зависимости величины тока пика от потенциала электронакопления при  $C_1 = 4,0 \cdot 10^{-6}$  М и  $C_{Ag^+} = 2,5 \cdot 10^{-4}$  М; фон 0,1 М  $CH_3COONa$ ;  $t_s = 60$  с.,  $V = 20$  мВ / с.

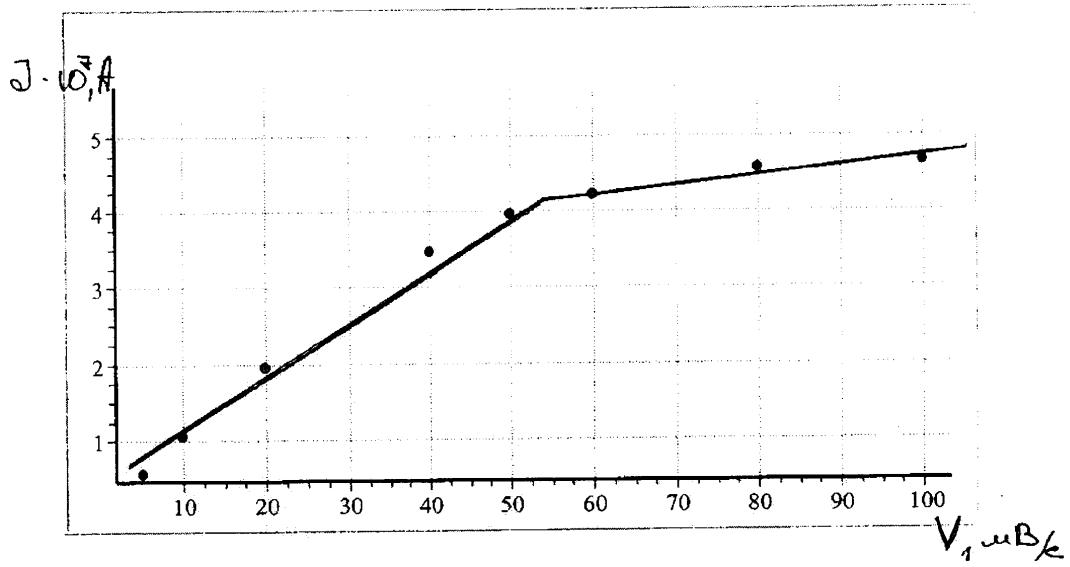


Рис.3. Зависимость величины тока пика от скорости развертки потенциала: фон 0,1M  $\text{CH}_3\text{COONa}$ ,  $C_{\text{I}^-} = 4,0 \cdot 10^{-6}$  M,  $C_{\text{Ag}^+} = 2,5 \cdot 10^{-4}$  M; ,  $E = +0,05$  В,  $V = 20$  мВ/с,  $t_s = 60$ с.



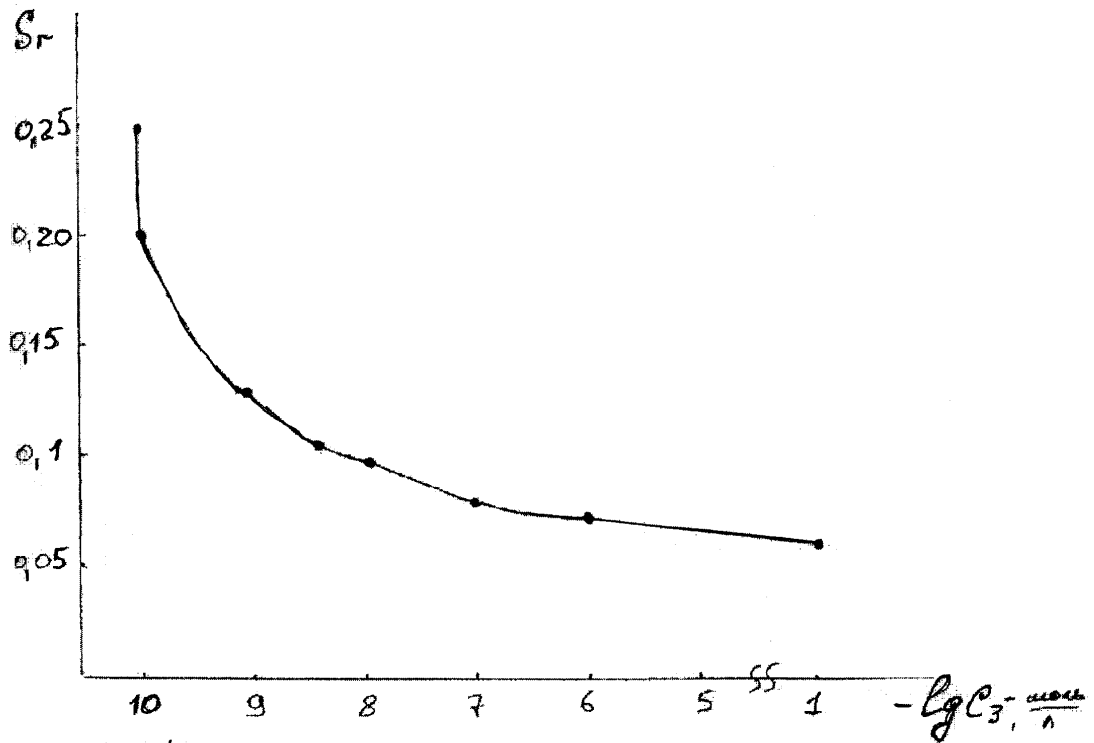


Рис. 4. Зависимость относительного стандартного отклонения от концентрации иодид-иона.