



УКРАЇНА

(19) UA (11) 32714 (13) U

(51) МПК (2006)

G01N 31/22

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІОПИС  
ДО ПАТЕНТУ  
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬвидається під  
відповідальність  
власника  
патенту

## (54) СПОСІБ ЕКСТРАКЦІЙНО-ФОТОМЕТРИЧНОГО ВИЗНАЧЕННЯ ДІНІТРОБЕНЗОЙНОЇ КИСЛОТИ

1

2

(21) u200800751

(22) 22.01.2008

(24) 26.05.2008

(46) 26.05.2008, Бюл.№ 10, 2008 р.

(72) БАЗЕЛЬ ЯРОСЛАВ РУДОЛЬФОВИЧ, UA,  
КРАВЧУК РОМАН БОРИСОВИЧ, UA, ГНИДА МАГ-  
ДАЛИНА ПАВЛІВНА, UA, ЧОПЕЙ ІВАН ВАСИЛЬО-  
ВИЧ, UA, ЛОШАК МАРИНА ЯРОСЛАВІВНА, UA,  
ЗИМОМРЯ ІВАН ІВАНОВИЧ, UA(73) УЖГОРОДСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕР-  
СИТЕТ, UA

(57) Спосіб екстракційно-фотометричного визна-  
чення динітробензойної кислоти, що включає утво-  
рення йонного асоціату динітробензойної кислоти з  
органічною основою, екстракцію його бензином і  
наступне фотометрування екстрактів, який **відрізн-  
няється** тим, що як органічну основу використо-  
вують основний барвник 1,3,3-триметил-2-[(1E,3E)-  
5-(1,3,3-триметил-2,3-дигідро-1H-2-індолу)-1,3-  
пентадієніл]-3,3a-дигідро-2H-індолю йодид, а пе-  
реведення в йонний асоціат проводять при концен-  
трації барвника ТТПІ 0,0001 моль/л, кислотності  
середовища pH 3-6.

Корисна модель відноситься до аналітичної  
хімії, а саме до способів фотометричного  
визначення динітробензойної кислоти.

Динітробензойна кислота (ДНБК) у спиртових  
та водно-спиртових розчинах поглинає світло в  
ультрафіолетовому діапазоні. Тому можливе її  
пряме спектрофотометричне визначення. Проте  
інтенсивність забарвлення речовини, а, значить, і  
чутливість такого способу її спектрофотометрич-  
ного визначення, невисока. Молярний коефіцієнт  
поглинання етанольних розчинів ДНБК в  
максимумі (210nm) становить  $1,3 \cdot 10^2$ .  
Селективність методу також невисока, так як  
чимало розчинів інших органічних речовин  
поглинають світло в цій же області [1].

Відомий екстракційно-фотометричний спосіб  
визначення динітробензойної кислоти, що базу-  
ється на її здатності утворювати комплекси (йонні  
асоціати) з основними барвниками. Так, йонний  
асоціат динітробензойної кислоти із барвником  
бутилпродаміном [2] екстрагується бенzenом з кис-  
лого середовища (pH 4,1). Максимум поглинання  
екстракту знаходиться при 565nm і характеризу-  
ється доволі високою інтенсивністю забарвлення.

Недоліком приведеного аналогу є те, що в ро-  
боті не приводиться жодних хіміко-аналітичних чи  
метрологічних оцінок цього способу визначення  
динітробензойної кислоти.

Найбільш близьким за технічною сутністю та  
досягаємим результатом до заявляемого є спосіб  
фотометричного визначення динітробензойної  
кислоти, який передбачає використання як аналі-

тичної форми для екстракційно-фотометричного  
визначення динітробензойної кислоти її йонного  
асоціату з барвником астрафоксином FF. Продук-  
ти реакції мають склад 1:1, а їх максимум світло-  
поглинання знаходиться при 555nm. Молярний  
коефіцієнт світлопоглинання забарвлених бензе-  
нових екстрактів динітробензойної кислоти стано-  
вить  $9,1 \cdot 10^3$ .

Недоліком прототипу є невисока чутливість і  
селективність способу. Максимум екстракції дині-  
тробензойної кислоти спостерігається в дуже вузь-  
кому інтервалі pH (2,4-3,1). Для визначення необ-  
хідно створювати великий надлишок реагенту.  
Визначенню нитробензойної кислоти заважає при-  
сутність саліцилової, нітросаліцилової, фталевої,  
нітрофталевої, пікринової та деяких інших кислот  
[3].

Завданням корисної моделі є збільшення чут-  
ливості та селективності способу екстракційно-  
фотометричного визначення динітробензойної  
кислоти, спрощення методики та покращення ін-  
ших метрологічних характеристик.

Поставлене завдання досягається таким чи-  
ном, що згідно способу екстракційно-  
фотометричного визначення динітробензойної  
кислоти, який включає в себе утворення йонного  
асоціату динітробензойної кислоти з органічною  
основою, екстракцію його бенzenом і наступне  
фотометрування екстрактів, який відрізняється  
тим, що як органічну основу використовують осно-  
вний барвник 1,3,3-триметил-2-[(1E,3E)-5-(1,3,3-  
триметил-2,3-дигідро-1H-2-індолу)-1,3-

(13) U

(11) 32714

(19) UA

пентадієніл]-3,3а-дигідро-2Н-індолю йодид (ТТПІ), а переведення в іонний асоціат проводять при концентрації барвника 0,0001моль/л, та кислотності середовища рН 3-6.

За таких умов молярний коефіцієнт поглинання екстрактів іонного асоціату становить  $0,7 \cdot 10^4$  (при 655нм), а визначенню не заважають надлишки фенолу, його моновіттропохідних, а також бензойної, фталевої саліцилової, сульфосаліцилової, феніларсонової кислот.

Забарвлення екстрактів іонного асоціату стійке щонайменше годину. Вміст динітробензойної кис-

лоти визначають за калібрувальним графіком, побудованим аналогічно. Закон Бера справджується в інтервалі зміни концентрації динітробензойної кислоти 2-300мкг/мл. Межа визначення, розрахована за 3S-критерієм ( $n=10$ ;  $P=0,95$ ), рівна 1,6мкг/мл. Відносне стандартне відхилення ( $S_r$ ) при визначенні 20мкг ДНБК складає 0,04 ( $n=10$ ,  $P=0,95$ ).

Нижче приведено експериментальні дані (табл. 1-3), що доказують суттєвість рН водного розчину, концентрацій барвника та динітробензойної кислоти, часових факторів.

Таблиця 1

Вплив кислотності середовища на оптичну густину екстрактів іонного асоціату ДНБК з ТТПІ

рН	2	3	4	5	6	7	8	9
$\Delta A_{\text{ДНБК}}$	0,21	0,38	0,44	0,48	0,37	0,21	0,15	0,12

Таблиця 2

Вплив концентрації барвника ТТПІ на оптичну густину екстрактів іонного асоціату

Сттпі $10^{-4} \text{M}$	0,2	0,6	1,0	1,2	1,5	1,8	2,0
$\Delta A_{\text{ДНБК}}$	0,05	0,22	0,447	0,389	0,350	0,284	0,280

Таблиця 3

Стійкість оптичної густини екстрактів іонного асоціату динітробензойної кислоти з барвником ТТПІ у часі

Час хвилини	1	5	10	15	20	30	60
$\Delta A_{\text{ДНБК}}$	0,48	0,46	0,47	0,46	0,46	0,47	0,46

#### Приклад.

Для експериментальної перевірки запропонованого способу проведено визначення динітробензойної кислоти в модельних сумішах.

Аналізуємий розчин вносять в градуйовані пробірки з притертими пробками, додають 0,5мл  $10^{-3}$ моль/л розчину ТТПІ, 1мл аміачно-ацетатного буферного розчину з рН 5,0 і доводять об'єм дистильованою водою до 5мл. Вміст пробірок перемішують, а тоді додають 5мл бензену і екстрагують протягом 30 секунд. Після розділення фаз екстракт відділяють, центрифугують і вимірюють оптичну густину на спектрофотометрі при  $\lambda=655\text{нм}$  в кюветі з  $1=1$  см відносно дистильованої води. Вміст динітробензойної кислоти визначають за калібрувальним графіком, побудованим аналогічно. Закон Бера справджується в інтервалі зміни концентрації ДНБК 2-300мкг/мл, мкг/мл. Межа визначення, розрахована за 3S-критерієм ( $n=10$ ;  $P=0,95$ ), становить 1,6мкг/мл. Відносне стандартне відхилення ( $S_r$ ) при визначенні 20мкг ДНБК складає 0,04 ( $n=10$ ,  $P=0,95$ ).

Таким чином, використання запропонованого способу екстракційно-фотометричного визначення динітробензойної кислоти забезпечує високу чут-

ливість і селективність аналізу. Спосіб є простим, не потребує використання високо токсичних та складних сумішей екстрагентів. Суттєвою перевагою способу є можливість проводити визначення в присутності фенолу, нітрофенолів, а також бензойної, фталевої саліцилової, сульфосаліцилової, феніларсонової кислот.

Спосіб може бути використаний у заводських, науково-дослідних, хіміко-аналітичних лабораторіях.

#### Джерела інформації:

1. Коренман И.М. Методы определения органических соединений. -М.:Химия, 1975.- С.322.
2. Коренман И.М., Шеянова Ф.Р., Калугин А.А. Основные красители как реактивы на ароматические карбоновые кислоты // Труды по химии и химической технологии. - Горький. - 1967. - вып. 2. - С. 117-120.
3. Коренман И.М., Шеянова Ф.Р., Калугин А.А. Основные красители как реактивы на ароматические карбоновые кислоты // Труды по химии и химической технологии. -Горький. - 1968. - вып. 1. -С. 127-133. -прототип.