



УКРАЇНА

(19) UA (11) 58046 (13) A

(51) 7 G01N21/78

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІОПИС  
ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ  
НА ВИНАХІДВИДАЄТЬСЯ ПІД  
ВІДПОВІДАЛЬНІСТЬ  
ВЛАСНИКА  
ПАТЕНТУ

## (54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ МОНОАЗОПОХІДНИХ ХРОМОТРОПОВОЇ КИСЛОТИ У БАРВНИКАХ

1

2

(21) 2002086613

(22) 09 08 2002

(24) 15 07 2003

(46) 15 07 2003, Бюл. №7, 2003 р

(72) Федін Олександр Володимирович

(73) ДНІПРОПЕТРОВСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ ТЕХ-  
НІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ЗАЛІЗНИЧНОГО ТРАН-  
СПОРТУ

(57) Спосіб визначення вмісту моноазопохідних хромотропової кислоти у барвниках шляхом обробки проби, що аналізується, хімічним реагентом з наступним спектрофотометруванням отриманого розчину, який відрізняється тим, що як хімічний реагент використовують насичений розчин борної кислоти і обробку ведуть у лужному середовищі

Винахід відноситься до технічного аналізу і може знайти використання при пошукових синтезах нових органічних барвників

Відомий спосіб визначення вмісту моно азопохідних хромотропової кислоти (моно-ХК) в барвниках шляхом обробки речовини, що аналізується, гідросульфатом натрію при нагріванні з наступним визначенням аміну, що утворюється (Губен-Вейль Методи органической химии М, Химия, 1967, с 724-725)

Але цей спосіб має малу селективність

Найбільш близьким по технічній суті і результату, що досягається, до способу, що заявляється, є спосіб визначення вмісту моно-ХК в барвниках шляхом обробки проби, що аналізується, сіллю металу в солянокислому розчині з наступним вимірюванням оптичної густини розчину, що отримують (Немодрук А А, Кочеткова Н Е Фотометрическое изучение реакции тория с арсеназо III - Журн аналит химии - 1982 - Т 17 - С 330)

Недоліком цього способу є неселективність у відношенні біс-азопохідних хромотропової кислоти (біс-ХК) та невелика точність

Технічною задачею є збільшення точності та селективності способу

Нами знайдено, що борна кислота є селективним реагентом на моно-ХК в присутності великих кількостей біс-ХК Це пояснюється тим, що у лужному середовищі перші існують у вигляді перідифенольних форм, а другі - у вигляді хінон-підразонних Квазіароматичний хелатний цикл з борною кислотою утворюють лише перідифенольні форми моно-ХК, біс-ХК такої властивості не мають

Суть винаходу полягає у тому, що визначення

вмісту моно-ХК в барвниках проводиться шляхом обробки проби, що аналізується, хімічним реагентом з наступним спектрофотометруванням отриманого розчину, а в якості хімічного реагента використовують насичений розчин борної кислоти і обробку ведуть у лужному середовищі

Приклад 1 Для визначення 1-2мл 0,005-0,01%-ного розчину, що аналізується, поміщають у мірну колбу ємністю 25мл, у яку спочатку поміщають 10-15мл аміачно-ацетатного буферного розчину з рН 9-10, 5-6мл насиченого розчину борної кислоти і доводять до мітки тим же буферним розчином Вимірювання оптичної густини розчину проводять через 10-15хв на фотоелектроколориметрі при  $\lambda_{\text{ефф}} = 590\text{нм}$  в кюветі з товщиною шару рідини 2-3см відносно розчину порівняння, який готують аналогічно, але без додавання розчину, що аналізується Статистично значуща відмінність у забарвленні розчину, що аналізується, і розчину порівняння свідчить про наявність у зразку біс-ХК домішки моно-ХК

Приклад 2 Для кількісного визначення моно-ХК в присутності великої кількості біс-ХК у мірні колби ємністю 50мл послідовно поміщають 20мл аміачно-ацетатного буферного розчину (рН 8,5-9,5), 0,5, 1, 1,5, 2, 5, 10мл насиченого розчину борної кислоти, 2-5мл 0,005-0,01%-ного розчину, що аналізується і доводять об'єм до мітки тією ж буферною сумішшю Вимірювання оптичної густини розчинів проводять відносно першого з них, який не містить борної кислоти, в кюветах з товщиною шару рідини 2-3см

Співвідношення концентрацій моно-ХК і біс-ХК визначають по формулі, що знайдена методом найменших квадратів

(13) A

(11) 58046

(19) UA

$$C_{\text{моно-ХК}}(C_{\text{біс-ХК}})^{-1} = 0,0831 \times \left( \sum A_i^2 \sum A_i C_i^{-1} - \sum A_i \sum A_i^2 C_i^{-1} \right) \times \\ \times \left( n \sum C_i^2 A_i^{-1} - \sum C_i \sum C_i A_i^{-1} \right) \times \\ \times \left( n \sum A_i^2 C_i^{-1} - \sum A_i \sum C_i^{-1} A_i \right)^{-1} \times \\ \times \left[ n \sum C_i^2 - (\sum C_i)^2 \right]^{-1}$$

де  $C_{\text{моно-ХК}}$  і  $C_{\text{біс-ХК}}$  - концентрації компонентів суміші, що вказані в індексі,

$A_i$  - величини вимірної оптичної густини розчинів сумішей,

$C_i$  - величини концентрацій борної кислоти,

$n$  - кількість розчинів, які містять різні концентрації борної кислоти

Підсумовування провадиться по усім і

Описаний спосіб був перевірений на штучних сумішах моно- біс-ХК і препаратах різних біс-азореагентів. Як приклад, нижче приведені результати визначення кількості домішки арсеназо І (моно-ХК), в препараті барвника арсеназо ІІІ (біс-ХК). Приведені дані свідчать про достатню точність і відтворення визначень.

Отримано арсеназо І, мг

способом,  
що пропону-  
ється

відомим  
способом

1 Середнє значення із десяти визначень

4,95

5,06

2 Вибіркова дисперсія

0,0096

0,012

3 Вибіркове стандартне відхилення

0,0979

0,109

4 Коефіцієнт варіації

0,0198

0,0216

5 Вибіркова дисперсія середнього значення

$9,58 \times 10^{-4}$

$1,19 \times 10^{-3}$

6 Стандартне відхилення середнього результату

0,031

0,0345

7 Точність прямого вимірювання

0,070

0,078