



УКРАЇНА

(19) UA (11) 18866 (13) U
(51) МПК (2006)
G01N 31/22
G01N 21/77

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ЕКСТРАКЦІЙНО-ФОТОМЕТРИЧНОГО ВИЗНАЧЕННЯ НІТРОБЕНЗОЙНИХ КИСЛОТ

1

(21) u200606566
(22) 13.06.2006
(24) 15.11.2006
(46) 15.11.2006, Бюл. № 11, 2006 р.
(72) Базель Ярослав Рудольфович, Кравчук Роман Борисович, Чопей Іван Васильович, Гнида Магдалина Павлівна, Кочіш Ганна Василівна, Зимомря Іван Іванович
(73) УЖГОРОДСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
(57) Спосіб екстракційно-фотометричного визначення нітробензойних кислот, що включає утво-

2

рення іонного асоціату нітробензойних кислот з органічною основою, екстракцію його органічним розчинником і наступне фотометрування екстрактів, який **відрізняється** тим, що як органічну основу використовують основний барвник астразоновий фіолетовий 3R, а як органічний розчинник - суміш гексану з хлороформом в співвідношенні (1:4), а переведення в іонний асоціат проводять при концентрації барвника астразонового фіолетового 3R 0,00008-0,00012 моль/л, кислотності середовища 3-9 рН.

Корисна модель відноситься до аналітичної хімії, а саме до способів фотометричного визначення нітробензойних кислот.

Нітробензойні кислоти (НБК) у спиртових та водно-спиртових розчинах поглинають світло в ультрафіолетовому діапазоні. Тому можливе їх пряме спектрофотометричне визначення. Проте інтенсивність забарвлення речовини, а, значить, і чутливість такого способу їх спектрофотометричного визначення невисока. Молярний коефіцієнт поглинання етанольних розчинів НБК в максимумі (260нм) становить $1,3 \cdot 10^4$. Селективність методу також невисока, так як чимало розчинів інших органічних речовин поглинають світло в цій же області [1].

Відомий екстракційно-фотометричний спосіб визначення нітробензойних кислот, що базується на їх здатності утворювати комплекси (іонні асоціати) з основними барвниками. Так, іонний асоціат нітробензойних кислот із барвником бутілпродаміном [2] екстрагується бензолом з кислого середовища (рН 3). Максимум поглинання бензольного екстракту знаходиться при 565нм і характеризується доволі високою інтенсивністю забарвлення. Проте в роботі не приводиться жодних хіміко-аналітичних чи метрологічних оцінок можливого методу визначення нітробензойних кислот. Використаний екстрагент (бензол) є високотоксичним.

Найбільш близьким за технічною сутністю та досягаємим результатам до заявляемого є спосіб

фотометричного визначення нітробензойних кислот, який передбачає використання як аналітичної форми для екстракційно-фотометричного визначення нітробензойних кислот їх іонного асоціату з барвником астрафлосином FF. Максимум екстракції нітробензойних кислот спостерігається в дуже вузькому інтервалі рН (3,5-4,3). Продукти реакції мають склад 1:1, а їх максимум світлопоглинання знаходиться при 555нм. Для визначення необхідно створювати великий надлишок реагенту. Молярний коефіцієнт світлопоглинання забарвлених екстрактів становить $9,1 \cdot 10^3$ для п-нітробензойної кислоти і $2,2 \cdot 10^3$ для п-нітробензойної кислоти [3]. Для о-нітробензойної кислоти дані не приводяться, так як вона практично не екстрагується у вигляді іонного асоціату з астрафлосином. Невисокою є і селективність методу. Визначенню нітробензойної кислоти заважає присутність саліцилової, нітросаліцилової, фталевої, нітрофталевої, пікринової та деяких інших кислот. Використаний екстрагент (бензол) є високотоксичним.

Задачею корисної моделі є збільшення чутливості та селективності методики екстракційно-фотометричного визначення нітробензойних кислот, спрощення методики та покращення інших метрологічних характеристик.

Поставлене завдання досягається таким чином, що згідно способу екстракційно-фотометричного визначення нітробензойних кислот, який включає в себе утворення іонного асоці-

(19) UA (11) 18866 (13) U

ату нітробензойних кислот з органічною основою, екстракцію його органічним розчинником і наступне фотометрування екстрактів, згідно з корисною моделлю, як органічну основу використовують основний барвник астразоновий фіолетовий 3R, а як органічний розчинник - суміш гексану з хлороформом в співвідношенні (1:4), а переведення в іонний асоціат проводять при концентрації барвника астразонового фіолетового 3R 0,00008-0,00012 моль/л, кислотності середовища 3-9 рН.

За таких умов молярний коефіцієнт поглинання екстрактів іонного асоціату становить $1,1 \cdot 10^4$ (при 540нм) для о-нітробензойної кислоти та $1,2 \cdot 10^4$ (при 540нм) для п-нітробензойної кислоти, а визначенню не заважають надлишки фенолу, його мононітропохідних, а також бензойної, саліцилової, сульфосаліцилової, феніларсонової кис-

лот.

Забарвлення екстрактів іонного асоціату стійке щонайменше годину. Вміст о- чи п-нітробензойної кислоти визначають за калібрувальним графіком, побудованим аналогічно. Закон Бера справджується в інтервалі зміни концентрації о-НБК 5,0-83,5мкг/мл, п-НБК 4,2-66,8мкг/мл. Межа визначення, розрахована за 3S-критерієм ($n=10$; $P=0,95$), становить 4,0мкг/мл (о-НБК) та 3,5мкг/мл (п-НБК). Відносне стандартне відхилення (S_r) при визначенні 5-80мкг НБК складає 0,028-0,073 ($n=5$, $P=0,95$).

Нижче приведено експериментальні дані (табл. 1-4), що доказують суттєвість рН водного розчину, концентрацій барвника, нітробензойної кислоти та складу суміші екстрагентів.

Таблиця 1

Вплив кислотності середовища на оптичну густину екстрактів іонного асоціату.

рН	2	3	4	5	6	7	8	9
ΔA_{o-HBK}	0,21	0,48	0,54	0,55	0,54	0,47	0,45	0,33

Таблиця 2

Залежність оптичної густини екстрактів від концентрації нітробензойної кислоти

$C_{HBK} \cdot 10^{-5} M$	0,5	2,0	5,0	10,0	15,0	20,0	30,0
ΔA_{o-HBK}	0,04	0,12	0,28	0,54	0,78	1,03	1,12
ΔA_{p-HBK}	0,05	0,13	0,29	0,60	0,84	1,01	1,04

Таблиця 3

Вплив концентрації барвника АФ 3R на оптичну густину екстрактів іонного асоціату

$C_{(AF\ 3R)} \cdot 10^{-4} M$	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0	1,2	1,5
ΔA_{o-HBK}	0,02	0,06	0,15	0,24	0,37	0,49	0,54	0,44
ΔA_{p-HBK}	0,02	0,06	0,17	0,25	0,33	0,50	0,59	0,50

Таблиця 4

Залежність оптичної густини екстрактів від вмісту хлороформу в суміші з гексаном

% $CHCl_3$	20	40	50	60	70	80	90
ΔA_{o-HBK}	0,01	0,03	0,06	0,16	0,23	0,53	0,52
ΔA_{p-HBK}	0,01	0,04	0,06	0,16	0,26	0,59	0,50

Приклад.

Для експериментальної перевірки запропонованого способу проведено визначення о- та п-нітробензойної кислоти в модельних сумішах.

Аналізуємий розчин вносять в градуйовані пробірки з притертими пробками, додають 0,6 мл $1 \cdot 10^{-3}$ моль/л розчину АФ-3R, 1мл аміаочно-ацетатного буферного розчину з рН 3,0 і доводять об'єм дистильованою водою до 5мл. Вміст пробірок перемішують, а тоді додають 5мл суміші гексану з хлороформом (1:4) і екстрагують на протязі 40 секунд. Після розділення фаз екстракт відділяють, центрифугують і вимірюють оптичну густину на фотоколориметрі КФК-2МП при $\lambda_{ef}=540$ нм в кюветі з $l=0,5$ см відносно дистильованої води. Вміст о- та п-нітробензойної кислоти визначають

за калібрувальним графіком, побудованим аналогічно. Закон Бера справджується в інтервалі зміни концентрації о-НБК 5,0-83,5мкг/мл, п-НБК 4,2-66,8мкг/мл. Межа визначення, розрахована за 3S-критерієм ($n=10$; $P=0,95$), становить 4,0мкг/мл (о-НБК) та 3,5мкг/мл (п-НБК). Відносне стандартне відхилення (S_r) при визначенні 5-80мкг НБК складає 0,028-0,073 ($n=5$, $P=0,95$).

Таким чином, використання запропонованого способу екстракційно-фотометричного визначення о- та п-нітробензойної кислоти забезпечує високу чутливість і селективність аналізу. Спосіб є простим, не потребує використання токсичних екстрагентів. Суттєвою перевагою способу є можливість проводити визначення в присутності фенолу, нітрофенолів, а також бензойної, саліцилової, сульф-

фосаліцилової, 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 ароматичес-

кие 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.