



УКРАЇНА

(19) UA (11) 69691 (13) C2
(51) МПК (2006)
G01N 31/22МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) СПОСІБ ЕКСТРАКЦІЙНО-ФОТОМЕТРИЧНОГО ВИЗНАЧЕННЯ ДІНІТРОФЕНОЛІВ

1

(21) 20031110344

(22) 17.11.2003

(24) 15.06.2006

(46) 15.06.2006, Бюл. № 6, 2006 р.

(72) Шкумбатюк Роман Стефанович, Базель Ярослав Рудольфович, Чопей Іван Васильович, Зимомря Іван Іванович

(73) Ужгородський національний університет

(56) SU, 1227996, A1, 30.04.1986

Cui, Lingjun. Determination of trace 2,4-dinitrophenol in water. Guangdong Weiliang Yuansu Kexue (1999), 6 (11), 45-47 (Abstr.)

Коренман Я.И., Нефедова Т.А., Сотникова Н.Г. Журнал аналитической химии 1984, т.39 (10). с.1878-1880

Базель Я.Р. Іонні асоціати ацидокомплексів з поліметиновими барвниками у фотометричному

2

аналізі та іонометрії. Автореферат, дис., дхн, Київ-1999

(57) Спосіб екстракційно-фотометричного визначення динітрофенолів, який включає в себе утворення іонного асоціату динітрофенолів з органічною основою, екстракцію його органічним розчинником і наступне фотометрування екстрактів, який відрізняється тим, що в якості органічної основи використовують поліметиновий барвник астразоновий фіалковий 3R, а в якості органічного розчинника суміш толуену з хлороформом в співвідношенні (3:2), переведення в іонний асоціат проводять при концентрації барвника астразонового фіалкового 3R 0,00009-0,00019 моль/л, кислотності середовища 7,5-9,0 рН.

Винахід відноситься до аналітичної хімії, а саме до способів фотометричного визначення динітрофенолів.

Динітрофеноли (ДНФ), як і інші нітрофеноли, володіють індикаторними властивостями, змінюючи колір унаслідок зміни рН водного розчину з жовтого в безбарвний. Тому можливе їх пряме фотометричне визначення. Проте інтенсивність забарвлення речовини, а, значить, і чутливість такого способу їх фотометричного визначення невисока. Молярний коефіцієнт поглинання в максимумі (390нм) для 2,4-ДНФ становить $1,12 \cdot 10^4$, для 2,6-ДНФ – $1,04 \cdot 10^4$. Селективність методу також невисока: усі нітрофеноли поглинають світло в області 360-420нм[1].

Відомий фотометричний спосіб визначення ДНФ, що базується на їх здатності утворювати комплекси (іонні асоціати) з органічними реагентами.

Використання основного барвника родаміна 6Ж покращує деякі хіміко-аналітичні характеристики методу. Так, іонний асоціат ДНФ із барвником родаміном 6Ж[2] характеризується доволі високою інтенсивністю забарвлення ($\epsilon=4,6 \cdot 10^4$ при 540нм)

для 2,4-динітрофенолу і ($\epsilon=4,0 \cdot 10^4$ при 540нм) для 2,6-динітрофенолу. Проте, визначенню заважають надлишки пікринової, пікرامінової, пікролонової та деяких інших кислот. Використані екстрагенти (бензол) є високотоксичними.

Найбільш близьким за технічною сутністю та досягаємим результатам до заявляемого є спосіб фотометричного визначення динітрофенолів, який передбачає використання як аналітичної форми для екстракційно-фотометричного визначення динітрофенолів їх іонного асоціату з барвником ціанінового ряду астрафлосин FF екстра. Для визначення необхідно створювати великий надлишок реагенту (50-200-кратний). Продукти реакції мають склад 1:1, а їх максимум світлопоглинання знаходиться при 550нм. Молярний коефіцієнт світлопоглинання забарвлених екстрактів становить $5,0 \cdot 10^4$ для 2,6-динітрофенола і $4,9 \cdot 10^4$ для 2,4-динітрофенола [3]. Проте селективність методу залишається невисокою. Визначенню заважає чимало сторонніх іонів, в тому числі надлишки пікرامінової, пікролонової та деяких інших кислот. Суттєво знижує аналітичну цінність методу вузький інтервал оптимальної екстракції комплексу ($\text{pH}_{1/2}=1$ для 2,4-ДНФ та $\text{pH}_{1/2}=4$ для 2,6-ДНФ). Ви-

(19) UA (11) 69691 (13) C2

користані екстрагенти (бензол) є високотоксичними.

Завданням винаходу є збільшення чутливості та селективності методики екстракційно-фотометричного визначення 2,4- та 2,6-динітрофенолів, спрощення методики та покращення інших метрологічних характеристик.

Поставлене завдання досягається таким чином, що згідно способу екстракційно-фотометричного визначення динітрофенолів, який включає в себе утворення іонного асоціату динітрофенолів з органічною основою, екстракцію його органічним розчинником і наступне фотометрування екстрактів, який відрізняється тим, що в якості органічної основи використовують поліметиновий барвник астразоновий фіалковий 3R, а в якості органічного розчинника - суміш толуену з хлороформом в співвідношенні 3:2; переведення в іонний асоціат проводять при концентрації барвника астразонового фіалкового 3R 0,00009-0,00019 моль/л, кислотності середовища pH 7,5-9,0.

За таких умов молярний коефіцієнт поглинання екстрактів іонного асоціату становить $6,25 \cdot 10^4$

(при 580 нм) для 2,4-динітрофенолу та $7,60 \cdot 10^4$ (при 580 нм) для 2,6-динітрофенолу, а визначенню не заважають великі кількості фенолу та його нітропохідних.

Забарвлення екстрактів іонного асоціату стійке щонайменше годину. Вміст 2,4- чи 2,6-динітрофенолу визначають за калібрувальним графіком, побудованим аналогічно. Закон Бера справджується в інтервалі зміни концентрації 2,4 ДНФ 1,0-18,4 мкг/мл, 2,6 ДНФ 1,2-14,7 мкг/мл. Межа визначення, розрахована за 3S- критерієм ($n=10$; $P=0,95$), становить 0,9 мкг/мл (2,4-ДНФ) та 1,1 мкг/мл (2,6-ДНФ). Відносне стандартне відхилення (S_r) при визначенні 5-92 мкг ДНФ складає 0,014-0,042 ($n=5$, $P=0,95$). Крім того, за таких умов практично не спостерігається сигналу фону, що дуже рідко спостерігається для систем з участю основних барвників.

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

Табл.1

Вплив кислотності середовища на оптичну густину екстрактів іонного асоціату

pH	4	5	6	7	8	9	10	11
$\Delta A_{2,4-ДНФ}$	0,02	0,39	0,51	0,76	0,82	0,74	0,39	0,15
$\Delta A_{2,6-ДНФ}$	0,04	0,25	0,41	0,65	0,71	0,61	0,35	0,12

Табл.2

Залежність оптичної густини екстрактів від концентрації ДНФ

$C_{ДНФ} \cdot 10^{-5} M$	0,2	0,5	1	1,4	2	4	6	8	10
$\Delta A_{2,4-ДНФ}$	0,08	0,13	0,14	0,2	0,27	0,45	0,64	0,82	1,01
$\Delta A_{2,6-ДНФ}$	0,04	0,06	0,12	0,15	0,19	0,37	0,54	0,71	0,89

Табл.3

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

$C_{(АФ\ 3R)}, 10^{-3} M$	1,0	2	2,8	4	4,8	5,6	8	10	12
$\Delta A_{2,4-ДНФ}$	0,21	0,30	0,41	0,52	0,60	0,65	0,82	0,84	0,86
$\Delta A_{2,6-ДНФ}$	0,15	0,26	0,35	0,45	0,54	0,61	0,71	0,72	0,73

Табл.4

Залежність оптичної густини екстрактів від вмісту хлороформу в суміші з толуеном

% $CHCl_3$	0	10	20	30	40	50	60
$\Delta A_{2,4-ДНФ}$	0,19	0,28	0,35	0,69	0,82	0,81	0,76
$\Delta A_{2,6-ДНФ}$	0,17	0,23	0,44	0,60	0,71	0,67	0,59

Для експериментальної перевірки запропонованого способу проведено визначення 2,4- та 2,6-динітрофенолів в модельних сумішах.

Аналізуємий розчин вносять в градуйовані пробірки з притертими пробками, добавляють

0,4 мл $1 \cdot 10^{-3}$ моль/л розчину АФ-3R, 1 мл аміачно-ацетатного буферного розчину з рН 8,0 і доводять об'єм дистильованою водою до 5 мл. Вміст пробірок перемішують, а тоді добавляють 5 мл суміші толуену з хлороформом (3:2) і екстрагують на про-

тязі 40 секунд. Після розділення фаз екстракт відділяють, центрифугують і вимірюють оптичну густину на фотоколориметрі КФК-2МП при $\lambda_{\text{ефнм}}$ в кюветі з $l=0,5\text{см}$ відносно дистильованої води. Вміст 2,4- чи 2,6-динітрофенолу визначають за калібрувальним графіком, побудованим аналогічно. Закон Бера справджується в інтервалі зміни концентрації 2,4ДНФ 1,0-18,4мкг/мл, 2,6ДНФ 1,2-14,7мкг/мл. Межа визначення, розрахована за 3S-критерієм ($n=10$; $P=0,95$), становить 0,9мкг/мл (2,4-ДНФ) та 1,1мкг/мл (2,6-ДНФ). Відносне стандартне відхилення (S_r) при визначенні 5-92мкг ДНФ складає 0,014-0,042 ($n=5$, $P=0,95$).

Таким чином, використання запропонованого способу екстракційно-фотометричного визначення 2,4- та 2,6-динітрофенолів забезпечує високу чутливість і селективність аналізу. Спосіб є простим, не потребує використання токсичних екстрагентів. Суттєвою перевагою способу є можливість прово-

дити визначення в присутності фенолу, нітрофенолів, а також практично повна відсутність сигналу фону.

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

Джерела інформації:

1. Лурье Ю.Ю., Рыбникова А.И. Химический анализ производственных сточных вод. - М.: Химия, 1974. - С.283-284.

2. Коренман И.М., Шеянова Ф.Р., Масленникова С.Н. Основные красители, как реактивы на некоторые органические кислоты // Труды по химии и химической технологии. - Горький. - 1967. - вып.1.- С.105-108.

3. Коренман И.М., Шеянова Ф.Р., Масленникова С.Н. Экстракционно-фотометрическое определение нитрофенолов // Заводская лаборатория.- 1967.-Т.33, №3.-С.1300-1301.