



УКРАЇНА

(19) UA (11) 80503 (13) C2

(51) МПК (2006)

G01N 31/22

G01N 21/33 (2007.01)

G01N 21/78 (2007.01)

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) СПОСІБ ЕКСТРАКЦІЙНО-ФОТОМЕТРИЧНОГО ВИЗНАЧЕННЯ НІТРОБЕНЗОЙНИХ КИСЛОТ

1

(21) а200606577

(22) 13.06.2006

(24) 25.09.2007

(46) 25.09.2007, Бюл. № 15, 2007 р.

(72) Базель Ярослав Рудольфович, Кравчук Роман Борисович, Чопей Иван Васильович, Гнида Магдаліна Павлівна, Кочіш Ганна Василівна, Зимомря Иван Іванович

(73) УЖГОРОДСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ

(56) 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

Коренман И.М., Шеянова Ф.Р., Калугин А.А. Основные красители как реактивы на ароматические карбоновые кислоты// Труды по химии и химичес-

2

кой технологии. - Горький. - 1968. - вып.1. - С.127-133.

SU 930113 A1, 23.05.1982

SU 1006984 A1, 23.03.1983

RU 2142620 C1, 10.12.1999

UA 64531 C2, 16.02.2004

(57) Спосіб екстракційно-фотометричного визначення нітробензойних кислот, який включає в себе утворення 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 рН 3-9.

Винахід 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 астрафоксином 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 м-нітробензойної кислоти і $2,2 \cdot 10^3$ для п-нітробензойної кислоти [3]. Для о-нітробензойної кислоти дані не приводяться,

(13) C2

(11) 80503

(19) UA

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.

Завданням винаходу 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 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 аст-

разонового фіолетового 3R 0,00008-0,00012моль/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 моонітропохідних, а також бензойної, саліцилової, сульфосаліцилової, феніларсонової кислот.

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 38-критерієм ($n=10$; $P=0,95$), становить 4,0мкг/мл (о-НБК) та 3,5мкг/мл (п-НБК). Відносне стандартне відхилення (S') 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.

Табл. 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

Табл. 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

Табл. 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

Табл. 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 0,6мл 10^{-3} моль/л розчину АФ-3R, 1 мл аміачно-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 $\lambda_{\text{еф}}=540\text{нм}$ в кюветі з $l=0,5\text{см}$ 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 3,5 мкг/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, 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.