



УКРАЇНА

(19) UA (11) 88816 (13) C2

(51) МПК (2009)

G01N 31/22

G01N 21/00

G01N 21/77

G01N 33/52

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

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

1

(21) а200800124

(22) 02.01.2008

(24) 25.11.2009

(46) 25.11.2009, Бюл.№ 22, 2009 р.

(72) БАЗЕЛЬ ЯРОСЛАВ РУДОЛЬФОВИЧ, КРАВ-  
ЧУК РОМАН БОРИСОВИЧ, ГНИДА МАГДАЛИНА  
ПАВЛІВНА, ЧОПЕЙ ІВАН ВАСИЛЬОВИЧ, ЛОШАК  
МАРИНА ЯРОСЛАВІВНА, ЗИМОМРЯ ІВАН ІВА-  
НОВИЧ(73) ДЕРЖАВНИЙ ВИЩИЙ НАВЧАЛЬНИЙ ЗАКЛАД  
"УЖГОРОДСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИ-  
ТЕТ"(56) Коренман И.М., Шеянова Ф.Р., Калугин А.А.  
Основные красители как реактивы на ароматичес-  
кие карбоновые кислоты// Труды по химии и хими-  
ческой технологии. - Горький. - 1968. - вып.1. -  
С.127-133

UA 80503, 16.10.2006, C2

2

SU 1006984, 23.03.1983, A

Коренман И.М., Шеянова Ф.Р., Калугин А.А. Осно-  
вные красители как реактивы на ароматические  
карбоновые кислоты// Труды по химии и химичес-  
кой технологии. - Горький. -1967. - вып.2. -С.117-  
120.(57) Спосіб екстракційно-фотометричного визна-  
чення динітробензойної кислоти, який включає  
одержання іонного асоціату динітробензойної ки-  
слоти з органічною основою, екстракцію його бен-  
зеном і наступне фотометрування екстрактів, який  
**відрізняється** тим, що як органічну основу беруть  
основний барвник 1,3,3-триметил-2-[(1Е,3Е)-5-  
(1,3,3-триметил-2,3-дигідро-1Н-2-індолу)-1,3-  
пентадієніл]-3,3а-дигідро-2Н-індолю йодид, а пе-  
реведення в іонний асоціат проводять при концен-  
трації барвника 0,0001 моль/л та кислотності се-  
редовища рН 3-6 .

Винахід відноситься до аналітичної хімії, а са-  
ме до способів фотометричного визначення дині-  
тробензойної 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 максиму-  
мі (210нм) становить  $1,3 \cdot 10^2$ . Селективність мето-  
ду 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 (іонні  
асоціати) з основними барвниками. Так, іонний  
асоціат динітробензойної кислоти із барвником  
бутилпродаміном [2] екстрагується бензеном з ки-  
слоного середовища (рН 4,1). Максимум поглинання

екстракту знаходиться при 565нм 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 іонного  
асоціату з барвником астрафлосином FF. Продук-  
ти реакції мають склад 1:1, а їх максимум світло-  
поглинання знаходиться при 555нм. 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 рН (2,4-3,1). Для визначення необ-

(13) C2

(11) 88816

(19) UA

хідно створювати великий надлишок реагенту. Визначенню нітробензойної кислоти заважає присутність саліцилової, нітросаліцилової, фталевої, нітрофталевої, пікринової та деяких інших кислот [3].

Завданням винаходу є збільшення чутливості та селективності способу екстракційно-фотометричного визначення динітробензойної кислоти, спрощення методики та покращення інших метрологічних характеристик.

Поставлене завдання досягається таким чином, що згідно способу екстракційно-фотометричного визначення динітробензойної кислоти, який включає в себе утворення іонного асоціату динітробензойної кислоти з органічною основою, екстракцію його бенzenом і наступне фотометрування екстрактів, який відрізняється тим, що як органічну основу використовують основний барвник 1,3,3-триметил-2-[(1E,3E)-5-(1,3,3-триметил-2,3-дигідро-1H-2-індолу)-1,3-пентадієніл]-3,3а-дигідро-2H-індолію 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 мононітропохідних, а також бензойної, фталевої саліцилової, сульфосаліцилової, феніларсонової кислот.

Забарвлення екстрактів іонного асоціату стійке щонайменше годину. Вміст динітробензойної кислоти визначають за калібрувальним графіком, побудованим аналогічно. Закон Бера справджується в інтервалі зміни концентрації динітробензойної кислоти 2-300мкг/мл. Межа визначення, розрахована за 38-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

$C_{\text{ТТПІ}} 10^{-4} \text{M}$	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, добавляють 0,5мл  $10^{-3}$ моль/л розчину ТТПІ, 1мл аміачно-ацетатного буферного розчину з рН 5,0 і доводять об'єм дистильованою водою до 5 мл. Вміст пробірок перемішують, а тоді добавляють 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  $1=1\text{см}$  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 чутливість 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 хи-

мической технологии. - Горький. - 1967. - вып.2. - С.117-120.

3. 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. - 1968. - вып.1. - С.127-133. - прототип.