

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

УДК 545.82+546.173+547.97

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРИТА

А. Г. ГАЙБАКЯН и И. Т. ХАЛАТЯН

Ереванский государственный университет

Поступило 22 III 1991

Риванол и основание риванола могут быть использованы в качестве реагентов для спектрофотометрического определения нитрита. Определение может быть проведено в среде 1—4,5 М по серной кислоте, $\varepsilon = 4,2 \cdot 10^3$.

Табл. 4, библиограф. ссылки 5.

Определение нитрита в присутствии нитрата—важная аналитическая задача, в частности, при анализе почв. Разработано большое число фотометрических методов определения нитрита, многие из которых используют разновидности реакции Грисса-Илосвая, позволяющие определять малые количества нитрита [1].

Ранее риванол был использован для визуального определения нитрита [2]. Позже риванол и другие диаминоакридины (профлавин, трипафлавин) были использованы для количественного определения нитрита в 0,02 М HCl в случае риванола, и в широкой области pH в случае диаминоакридинов. Продукты этих реакций не выделялись [3, 4].

С целью выявления специфичности риванола по отношению к нитрат-иону нами исследована возможность использования риванола и основания риванола для определения нитрита в сернокислой среде. Известные методы определения нитрита не обеспечивают прямолинейной зависимости между количеством нитрита и оптической плотностью раствора в среде H₂SO₄ [1].

Экспериментальная часть

Основание риванола получали из медицинского препарата после перекристаллизации из водного щелочного раствора, чистоту препарата контролировали по содержанию азота (%N—17,70). Стандартные растворы нитрита готовили растворением нитрита натрия или калия в дистиллированной воде, рабочие растворы—разбавлением исходного раствора, растворы красителей—растворением соединений в теплой воде. Спектры поглощения растворов снимали на спектрофотометре «СФ-16», а измерение оптических плотностей отдельных растворов производили на приборе «ФЭК-56 М». Буферные растворы готовили по методике [5].

Определение нитрита в буферированных растворах, на наш взгляд, не может быть перспективным, т. к. с внесением буферной среды мы вносим посторонние ионы, количество которых значительно превосходит определяемое количество нитрита; сказывается мешаю-

щее действие этих ионов. Исследование проводилось в сернокислой среде.

Таблица 1

Данные спектров поглощения соединения нитрита с основанием риванола. Среда 0,9 М H_2SO_4 , $V = 10$ мл, [основание] = $2 \cdot 10^{-4}$ М, A — оптическая плотность окрашенного раствора, A_0 — оптическая плотность „холостого раствора“

λ , нм	A/A_0	$A_0/\text{H}_2\text{O}$
340	0,59	0,24
350	0,36	0,20
360	0,23	0,22
370	0,29	0,25
390	0,16	0,30
400	0,12	0,32
410	0,14	0,40
420	0,14	0,38
430	0,14	0,35
440	0,14	0,33
450	0,05	0,18
460	0,09	0,08
470	0,09	0,04
480	0,10	0,02
490	0,11	0,01
500	0,11	0,01
510	0,12	0,01
520	0,12	0,005
530	0,11	0,00
540	0,11	0,00
550	0,10	0,00
560	0,09	0,00
570	0,07	0,00
580	0,05	0,00

Таблица 2

Данные спектров поглощения соединения нитрита с риванолом. Среда — 1 М H_2SO_4 ; [N] — 10 мкг, $V = 20$ мл образца, $[\text{Рив}] = 7,27 \cdot 10^{-4}$ М

λ , нм	A/A_0	$A_0/\text{H}_2\text{O}$
460	0,05	0,15
470	0,18	0,12
480	0,23	0,10
490	0,28	0,10
500	0,30	0,10
510	0,31	0,10
520	0,32	0,09
530	0,32	0,09
540	0,31	0,10
550	0,27	0,09
560	0,20	0,09
570	0,18	0,08
580	0,15	0,06
590	0,13	0,05
600	6,10	0,03
610	0,08	0,02

Установлено, что в сернокислой среде максимумы светопоглощения соединения нитрита с основанием риванола находятся при 340, 410—430, 500—540 нм, а с риванолом — при 330, 505—540 нм (табл. 1, 2). Взаимодействие нитрита с основанием риванола имеет место в широкой области кислотности, оптимальная — 1,5—4,0 М по H_2SO_4 , а также в области pH 4—8 (табл. 3).

Подчиняемость основному закону фотометрии наблюдается также в случае основания риванола, причем пределы определения значительно расширяются в случае последнего, доходя до 50 мкг нит-

ритного азота в 10 мл анализируемого образца, в случае риванола до 20 мкг. При исследовании влияния нитрат-ионов показано, что в области pH 6—7 мешающее влияние нитрат-ионов сказывается меньше по сравнению с сернокислой средой. Присутствие молочной кислоты еще более снижает влияние нитрата. Значительные количества NaCl, KBr не мешают определению. Мешают ионы Ca^{++} , Fe^{+++} , $\varepsilon=4,02 \cdot 10^3$ при расчете на нитрит-ион.

Таблица 3

Зависимость окраски соединения нитрита с риванолом (а, 1),
холостого раствора (а, 2) и с основанием риванола
от кислотности среды (б, 1)

а) 1. 2. $\lambda - 430 \text{ мм}$			б) 1. $\lambda - 546 \text{ мм}$			
$M_{\text{H}_2\text{SO}_4}$	A/A_0	A_0/H_2O	$M_{\text{H}_2\text{SO}_4}$	A/A_0	pH	A/A_0
0.25	1,30	0,59	0.5	0,12	1,0	0,16
0.50	1,40	0,60	1.0	0,18	2,0	0,18
1,0	1,42	0,60	1,5	0,19	3,0	0,18
1,5	1,43	0,60	2,0	0,19	4,0	0,05
2,0	1,50	0,59	2,5	0,20	5,0	0,05
2,5	1,60	0,60	3,0	0,22	6,0	0,06
3,0	1,60	0,59	3,5	0,24	7,0	0,05
3,5	1,60	0,59	4,0	0,24	8,0	0,05
4,0	1,60	0,60	5,0	0,25	9,0	0,06
			5,5	0,25	10,0	0,04
			6,0	0,22	10,5	0,02
			6,5	0,18		
			7,0	0,08		
			8,0	0,05		
			9,0	0,02		
			10,0	0,02		

Построение калибровочной кривой проводят следующим образом: в градуированные пробирки помещают точные количества стандартного раствора NaNO_2 (0,5, 1,0, 1,5, 2,0, 2,5 мл), доливают по 0,5 мл 0,05% водного раствора красителя, 4 мл 4 М H_2SO_4 , доводят объем раствора до 10 мл и измеряют оптическую плотность относительно аналогично приготовленного «холостого» раствора.

Воспроизводимость определения проверяют методом добавок нитрита (табл. 4).

Оптическая плотность растворов устойчива в течение рабочего дня.

Анализ кривых светопоглощения исследуемых соединений и холостых растворов показывает, что образующееся соединение не принадлежит к типу ионных ассоциатов. По-видимому, оно является диазосоединением основания риванола.

При определении соотношения нитрита и основания риванола при различных длинах волн и разных суммарных концентрациях

нитрита и риванола найдено, что при суммарной концентрации $2,17 \cdot 10^{-4}$ получается соотношение 1:1 при использовании светофильтра № 1 и оптимальной длине волны 330 нм. При других длинах волн это соотношение нарушается.

Таблица 4

Добавлено нитрита, мкг	Найденно, мкг	Погрешность, отн. %
—	0,50	—
5	5,80	+3,45
10	10,07	-4,09
15	15,10	-2,60
25	25,07	-1,70

Это обстоятельство косвенно подтверждает, что в реакцию диазотирования вступает только одна аминогруппа в боковом ядре в молекуле основания риванола.

ՆԻՏՐԻՏԻ ՍՊԵԿՏՐՈՉԱՓԱԿԱՆ ՈՐՈՇՈՒՄԸ

Ա. Գ. ԳԱՅԲԱԿՅԱՆ և Ի. Բ. ԽԱԼԱՏՅԱՆ

Ռիվանոլը և ռիվանոլի հիմքը կարող են օգտագործվել որպես բևեռացնող նիտրիտի սպեկտրոֆոտոմետրիկ ըրոշման համար: Որոշումը կարելի է իրականացնել ծծմբաթթվական միջավայրում՝ 1—4,5 մ H_2SO_4 կոնցենտրացիայի դեպքում, $\varepsilon = 4,2 \cdot 10^3$: Առաջացած միացությունը չի պատկանում իոնական ասոցիատների շարքին: Մեթոդի ճշտությունը ստուգված է ավելացման եղանակով:

SPECTROPHOTOMETRIC DETERMINATION OF NITRITE

A. G. GAYBAKIAN and I. T. KHALATIAN

Rivanol and rivanol base may be used for the nitrite spectrophotometric determination. The determinations were carried out in solutions of sulphuric acid (1—4,5 M H_2SO_4). The accuracy of the obtained results was checked up by addition method.

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Уильямс У. Дж. — Определение анионов. — М., Химия, 1982, с. 151.
2. Пономарев В. Д. — Аналитическая химия. М., Высшая школа, 1982, с. 264.
3. Багдасаров К. Н., Коваленко Л. Н., Ивахненко П. Н. — Изв. вузов, сер. хим. и хим. технол., 1964, № 5, с. 736.
4. Ивахненко П. Н., Чигаренко Л. С., Белогорцев В. Д. — ЖАХ, 1977, т. 32, вып. 8, с. 1613.
5. Лурье Ю. Ю. — Справочник по аналитической химии, М., Химия, 1979, с. 480.