ՀԱՅԱՍՏԱՆԻ ՀԱՆՐԱՊԵՏՈՒԹՅԱՆ ԳԻՏՈՒԹՅՈՒՆՆԵՐԻ
ԱԶԳԱՅԻՆ ԱԿԱԴԵՄԻԱ

НАЦИОНАЛЬНАЯ АКАДЕМИЯ НАУК РЕСПУБЛИКИ
АРМЕНИЯ

Հայաստանի քիմիական հանդես 50, №1-2, 1997 Химический журнал Армении

УДК 545.82+546.173+547.97

ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРИТА В СЕРНОКИСЛОЙ СРЕДЕ

А. Г. ГАЙБАКЯН и К. Б. ОСИПЯН

Ереванский государственный университет

Поступило 16 VI 1994

Большая группа колориметрических методов определения нитрита основана на реакции диазотирования с последующим сочетанием с ароматическим амином или фенолом. При этом диазотирование необходимо вести в сильнокислом и, возможно, холодном растворе, а сочетание — только после завершения диазотирования. При реакции сочетания приходится обычно менять область кислотности. Продолжительность диазотирования составляет 3-10 *мин*, сочетания — 30 *мин*. Ранее диаминоакридины были использованы для определения нитрита в широком интервале pH, продукты этой реакции не выделялись [1-3].

Для фотометрического определения нитрита нами применены риванол, основание риванола, акридиновый желтый, акридиновый оранжевый [4,5]. Трипафлавин, ныне известный как акрифлавин (АФ), относится к акридиновым красителям.

Экспериментальная часть и обсуждение результатов

Стандартные растворы нитрита натрия или калия, растворы красителя готовились по методике, описанной в [4,6]. Спектры светопоглощения красителя и образующегося соединения нитрита с акрифлавином были сняты на спектрофотометре "СФ — 16". Измерение оптических плотностей отдельных растворов

проведено на "ФЭК – 56М". Буферные растворы готовились по методике [6]. При нахождении оптимальных условий определения использовали 0,1% раствор АФ. Спектры светопоглощения соединения нитрита с АФ и красителя, приведенные на рис.1, дают возможность предвидеть определение нитрита в области разных длин волн. Максимальная разница оптических плотностей окрашенного соединения и "холостого" раствора наблюдается в области 340-345, 380-390 и 540-580 *нм*. Окрашенное соединение имеет винно-красную окраску. Характер указанных спектров светопоглощений свидетельствует об образовании окрашенного соединения, отличного от ионного ассоциата. Зависимость величины оптической плотности окрашенного раствора от кислотности среды (рис.2) остается постоянной в широкой области, но более пригодной можно считать область 0,4-3,2 *М* по H_2SO_4, т.к. применение буферных смесей связано с внесением в раствор посторонних ионов. Нахождение оптимальных условий определения проводилось в среде 0,8-1,6 *М* в растворе серной кислоты. За оптимальное количество красителя принято 1 *мл* 0,1 *М* раствора АФ. Оптическая плотность становится постоянной по истечении 10 *мин* после смешения всех компонентов и остается постоянной в течение рабочего дня. Значение оптической плотности "холостого" раствора близко к нулю. Наиболее пригодной концентрацией для колориметрирования являются растворы с содержанием нитрита 0,5-2,0 *мкг* в 10 *мл* конечного раствора. $E_{582}=7400$ *моль*$^{-1}$*см*$^{-1}$.

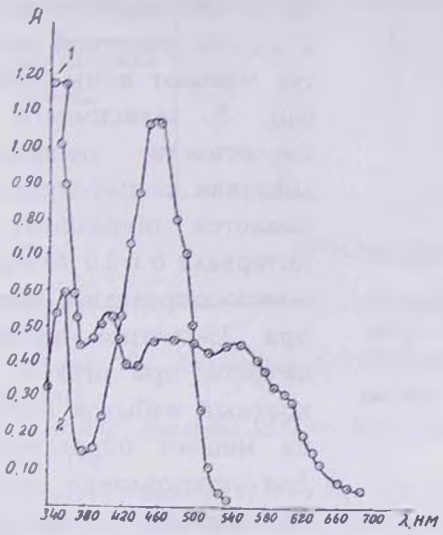

Рис.1. Спектры светопоглощений: 1 – соединения АФ с нитритом калия. 2 – "холостого" раствора (раствор сравнения – вода, среда – 1,3 *М* H_2SO_4.).

Мешающее действие посторонних ионов на определение нитрита исследовано в среде 1,3 *М* по H_2SO_4, при объеме 10 *мл* и содержании 10 *мкг* нитрит-иона. Не мешают 4 *мл* 0,1 *М* раствора NaCl, 3 *мл* 0,1 *М* KBr, карбонат-ионы, 2 *мл* 40% молочной кислоты; мешают ионы железа (III). В зависимости от кислотности мешающее действие нитрат-иона сказывается по-разному. В интервале 0,1-3,0 *М* H_2SO_4 можно определить нитрит при 25-кратном избытке нитрата, при pH3 – 50-кратный избыток нитрата не мешает определению. Для установления состава окрашенного продукта применен метод изомолярных серий (рис.3). В качестве растворов сравнения применена дистиллированная вода. При оптимальной длине волны акрифлавин вступает с нитритом в реакцию в мольном соотношении 1:1. Это соотношение при других длинах волн отклоняется.

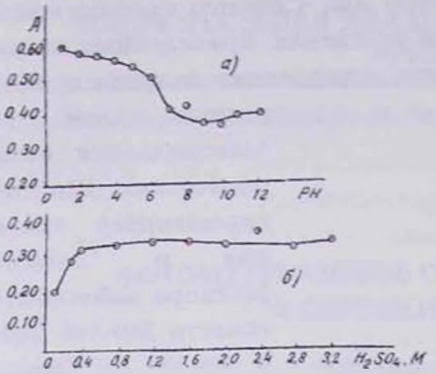

Рис.2. Зависимость оптической плотности окрашенных растворов от кислотности среды. ФЭК – 56 *М*. а) светофильтр №1 λ=315 *нм*, б) светофильтр №7, λ=582 *нм*, mNO_2^- – 25 *мкг*, V=10 *мл*, b=1 *см*.

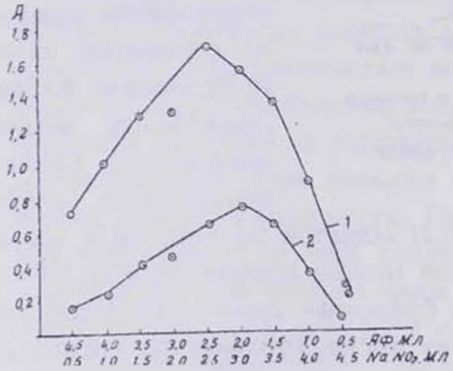

Рис.3. Изомолярная серия растворов нитрита и АФ. $\sum[NO_2^-]+[АФ]=3{,}85\cdot10^{-4}$, в=1 *см*, v=10 *мл*. ФЭК – 56М. 1 – св. №1, 2 – св №7.

По-видимому, образуется соль диазония, реагирует одна группа – NH_2 в боковой цепи молекулы АФ. Предлагаемая методика определения нитрита проверена на образцах водной вытяжки почвы. Правильность определения проверена методом добавок (табл.).

Таблица

Правильность определения нитрита методом добавок

Проба	Добавлено нитрита, *мкг*	Найдено нитрита, *мкг*	Погрешность определения, %
Водная вытяжка почвы	–	1,25	–
	5	6,85	+9,60
	10	11,25	0,0
	15	14,00	–13.85
	20	19,00	–10,59

ЛИТЕРАТУРА

1. *Багдасаров К.Н., Коваленко Л.Н., Ивахненко П.Н.* – Изв. вузов, 1964, №5, с.736.
2. *Ивахненко П.Н., Чигаренко Л.С., Белогорцев В.Д.* – ЖАХ, 1977, т.32, №8, с.1613.
3. *Волынец В.Ф., Волынец М.П.* – Аналитическая химия азота. М., Наука, 1977, с.33,93.
4. *Гайбакян А.Г., Халатян И.Г.* – Арм. хим.ж., 1992, т.45, №3-4, с.179.
5. *Гайбакян А.Г., Григорян М.С.* – Уч.зап. ЕГУ, 1994, №2, с.120.
6. *Лурье Ю.Ю.* – Справочник по аналитической химии. М., Химия, 1979, с.480.