

УДК 543.42.062: 546.173:547-304.2

О. С. Погребняк

Черкаський національний університет імені Богдана Хмельницького
буль. Шевченка, 81, м. Черкаси, Україна, 18031
e-mail: pogrebniak-oleg@ukr.net

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ НІТРИТІВ *N,N*-ДІЕТИЛАНІЛІНОМ

Запропоновано методику спектрофотометричного визначення нітритів, яка базується на реакції нітрузування *N,N*-діетиланіліну. Встановлено оптимальні концентрації реагентів і вплив різноманітних умов на чутливість визначення. Межа виявлення NO_2^- становить 0,98 мг/дм³, діапазон визначуваних концентрацій складає 1,0–100 мг/дм³. Досліджено вплив сторонніх іонів при визначенні $1,0 \cdot 10^{-3}$ моль/дм³ нітриту. Метрологічні характеристики методики було перевірено на стандартних розчинах та природних водах. Методика проста у виконанні і придатна для визначення нітритів у різних об'єктах.

Ключові слова: нітрит, *N,N*-діетиланілін, спектрофотометрія, реакція нітрузування.

Нітрити застосовуються в хімічній, харчовій, металургійній, целюлозно-паперовій, текстильній та інших галузях промисловості. Зокрема, вони широко використовуються як окиснювач у технологічних процесах виділення йоду з йодидів, а в хімічному синтезі – при виробництві діазобарвників, нітросполук, каучуків та інших органічних речовин [1]. У харчовій промисловості NaNO_2 (харчова добавка Е 250) застосовується при виробництві ковбас в якості антиокиснювача та консерванту, а в будівництві ця речовина рекомендована як добавка до бетонів, що забезпечує стійкість до впливу морозу та в якості засобу для захисту від корозії будівельних конструкцій. В медицині нітрити використовуються як бронхолітичний та судинорозширювальний засіб, а також як антидот при отруєнні ціанідами.

Але, разом з тим, нітрити є загальноотруюючою токсичною речовиною, гранично допустима концентрація (ГДК) яких у воді становить 3,3 мг/дм³ [2]. Тому суворий контроль вмісту нітритів у водах різних категорій є важливою задачею сучасної аналітичної хімії.

Стандартною методикою для контролю вмісту нітритів у різноманітних об'єктах є спектрофотометрична методика [3], яка ґрунтується на утворенні пурпурного азобарвника (*n*-сульфофенілазо- α -нафтіламіну) при дії нітритів на суміш α -нафтіламіну з сульфаніловою кислотою у середовищі ацетатної кислоти (реактив Грісса). Ця методика рекомендована також для визначення нітратів після їх відновлення до нітритів цинковим пилом [2]. В останній час для визначення вмісту нітритів запропоновано ряд альтернативних методик, більшість з яких є спектрофотометричними та базуються на діазотуванні первинних ароматичних амінів і наступним сполученням діазонію з амінами або фенолами. Тільки за останні десятиліття запропоновано більше 30 аналітичних форм азосполук, що розрізняються умовами перебігу реакції: кислотністю, складом середовища, часом утворення, селективністю реакції і її аналітичними характеристиками – чутливістю, контрастністю, а також наявністю або відсутністю таких додаткових операцій, як екстракція або сорбція [4]. Головним з недоліків цього підходу є те, що вихідні реагенти

нестабільні. Це вимагає використання стандартних реактивів, незмінних в кожній пробі.

Незважаючи на різноманітність запропонованих індикаторних систем, більшість методик визначення нітритів характеризуються низькою екобезпечністю, а також є недостатньо експресними. Отже, проблема розробки вибіркової, простої, експресної та в той же час екологічно безпечної методики визначення нітритів у різноманітних об'єктах залишається актуальною.

Раніше нами було запропоновано прості та досить чутливі і вибіркові методики визначення броматів(V), йодатів(V) та йодатів(VII) шляхом фотометрування розчину продукту бромовання N,N-діетиланіліну (ДЕА) [5, 6]. Для визначення ДЕА в повітрі застосовується специфічна реакція нітрузування цього реактиву [7]. Метою даної роботи було з'ясування можливості використання реакції нітрузування ДЕА для спектрофотометричного визначення нітритів.

Експериментальна частина

Спектри поглинання та оптичну густина реєстрували фотометром КФК-3, товщина кювети становила 1,0 та 5,0 см, в якості розчину порівняння використовували дистильовану воду. Зважування речовин здійснювали на аналітичних терезах ВЛР-200 (Госметр, Росія). Для нагрівання та перемішування розчинів використовували магнітну мішалку ММ-5 (Мукачівський завод комплексних лабораторій, Україна). Час вимірювали секундоміром СОП пр-2а-3-000 (Златоусівський часовий завод, Росія).

Використовували свіжоперегнаний при 217 °С N,N-діетиланілін марки "ч", NaNO₂ марки "ч.д.а.", всі інші реактиви мали кваліфікацію "х.ч.", розчини готували на бідистильованій воді.

Для приготування 0,1 моль/дм³ розчину ДЕА розбавляли 1,60 см³ препарату до 100,0 см³ 7,5 моль/дм³ розчином HCl. Вихідний розчин NaNO₂ (≈ 0,03 моль/дм³) готували розчиненням наважки (≈ 0,25 г) в 100,0 см³ бідистильованої води. Точну концентрацію NaNO₂ встановлювали стандартизацією одержаного розчину перманганатометрично згідно [8]. Робочий розчин нітриту (153,3 мкг/см³ NO₂⁻) готували розбавленням вихідного розчину безпосередньо перед проведенням експериментальних досліджень.

Для знаходження оптимальної природи кислоти, яку використовували для створення середовища реакції нітрузування ДЕА змішували 1,5 см³ робочого розчину NaNO₂, 1,5 см³ бідистильованої води та 2,0 см³ 0,1 моль/дм³ розчину ДЕА на 1 моль/дм³ розчинах HCl, HClO₄, H₂SO₄, H₃PO₄ та CH₃COOH. Витримували суміші не менше 20 хв та знімали спектри поглинання розчинів у діапазоні 310–600 нм.

Для визначення оптимальної молярної концентрації хлоридної кислоти готували ряд розчинів змішуванням 2,0 см³ 0,1 моль/дм³ розчину ДЕА на HCl різної концентрації, в разі необхідності додавали концентровану хлоридну кислоту та доводили загальний об'єм бідистильованою водою до 4,0 см³. До розчинів ДЕА у HCl додавали 1,0 см³ робочого розчину нітриту і витримували суміші не менше 20 хв та вимірювали оптичну густина кожного з розчинів при λ = 475 нм.

Для знаходження оптимальної довжини хвилі до розчинів натрій нітриту, приготовленого додаванням до 0,5; 2,0 та 3,0 см³ робочого розчину NaNO₂ бідистильованої води (в різі необхідності) виходячи із загального об'єму 3,0 см³, 2,0 см³ 0,1 моль/дм³ розчину ДЕА на 7,5 моль/дм³ HCl. Витримували суміші не менше 20 хв та знімали спектри поглинання реакційних сумішей в інтервалі 310–600 нм.

Для з'ясування залежності швидкості нітродування ДЕА нітритною кислотою від часу нагрівання готували чотири суміші змішуванням 1,0 см³ робочого розчину NaNO₂ з 2,0 см³ бідистильованої води та з 2,0 см³ 0,1 моль/дм³ розчину ДЕА на 7,5 моль/дм³ HCl. Першу суміш залишали для контролю без нагрівання, другу нагрівали 1 хв (до температури 50 °С), третю і четверту – 2 та 3 хв (до температури 70 °С), відповідно. Після охолодження вимірювали значення оптичної густини при 475 нм на протязі 30 хв.

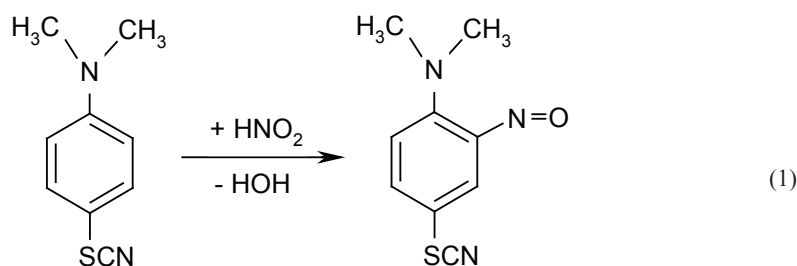
Для побудови градууювального графіку (ГГ) у ряд стаканчиків ємністю 10 см³ до 0,10; 0,25; 0,50; 1,00; 1,50; 2,00; 2,50 та 3,00 см³ робочого розчину нітриту (153,3 мкг/см³) додавали дистильовану воду до загального об'єму 3,0 см³ та 2,0 см³ 0,1 моль/дм³ розчину ДЕА в 7,5 моль/дм³ HCl, витримували 20 хв та вимірювали світлопоглинання розчинів при 475 нм в кюветі товщиною 1,0 см.

Для дослідження впливу сторонніх іонів до 0–2,0 см³ розчинів кислот і солей додавали розчин нітриту з того розрахунку, щоб його вміст в розчині для визначення складав 1,0·10⁻³ моль/дм³ (46 мкг/см³) та в разі необхідності додавали дистильовану воду до загального об'єму 3,0 см³. До розчинів додавали 2,0 см³ 0,1 моль/дм³ ДЕА, суміш витримували впродовж 20 хв, після чого реєстрували оптичну густину розчину при 475 нм. Коефіцієнт селективності (K_c) розраховували за формулою: $K_c = c(X)/c(\text{NO}_2^-)$, де $c(X)$ – молярна концентрація стороннього іону в розчині, при якій похибка ≤ 5 %; $c(\text{NO}_2^-)$ – молярна концентрація нітрит-іонів у розчині.

Результати та їх обговорення

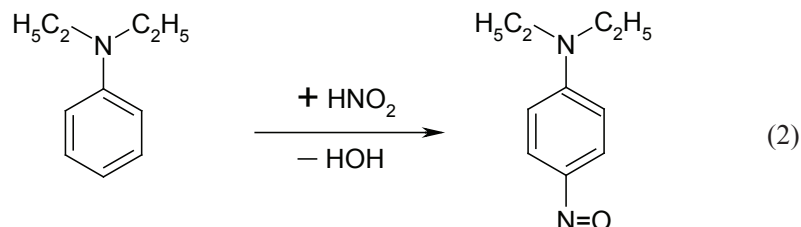
Відомо [9], що диметиланілін (ДМА) при pH < 7 реагує з нітритною кислотою утворюючи при цьому *n*-нітрозодиметиланілін. Реакція легко протікає вже при 0 °С. Нітрозогрупа, якщо пара-положення зайняте, вступає в *орто*-положення.

Раніше нами була запропонована методика кількісного визначення нітритів, яка базується на утворенні забарвлених продуктів реакції нітродування 4-тіоціано-*N,N*-діметиланіліну (ТЦДМА) спектрофотометричним методом [10]:



Ця методика не знайшла практичного застосування через низьку чутливість (≈ 2 мкг/см³), великий час елементовизначення (> 40 хв) та, головне, екобезпечність, так як розчин ТЦДМА готувався на 80 % ацетатній кислоті.

В даній роботі в якості індикаторної запропоновано реакцію нітродування ДЕА, так як цей реактив набагато дешевший та доступніший, а також екологічно безпечніший ніж ТЦДМА. Реакція нітродування ДЕА проходить за схемою, аналогічною до реакції нітродування ДМА:



Метою даної роботи було дослідити можливість проходження реакції нітрузування ДЕА (2) в більш екологічних умовах, ніж нітрузування ТЦДМА та застосувати забарвлені продукти реакції для кількісного визначення нітритів спектрофотометричним методом, при цьому підвищивши чутливість та скоротивши час елементовизначення.

Для того, щоб використати вказану реакцію в якості індикаторної для визначення NO_2^- -іонів з'ясували оптимальні умови цього процесу: природу кислоти, яку потрібно використовувати для створення середовища та її концентрацію, довжину хвилі, що відповідає максимуму на спектрі поглинання утвореного продукту, час проходження реакції та температурний режим процесу.

Результати дослідження впливу природи кислот, які використовували для створення середовища реакції нітрузування ДЕА наведено на рис. 1. Видно, що в середовищі таких кислот як CH_3COOH , H_2SO_4 та H_3PO_4 , процес нітрузування проходить повільно або з невеликим виходом продукту, про що свідчать порівняно невеликі значення оптичної густини в максимумах світлопоглинання. В середовищі таких кислот як HCl і HClO_4 (рис. 1, криві 1–2), реакція проходить швидше і з більшим виходом продукту. Найкращі результати спостерігались у випадку застосування для створення середовища хлоридної кислоти ($\lambda_{\text{max}} = 475$ нм). Тому подальші дослідження проводили використовуючи розчин ДЕА приготвлений на HCl .

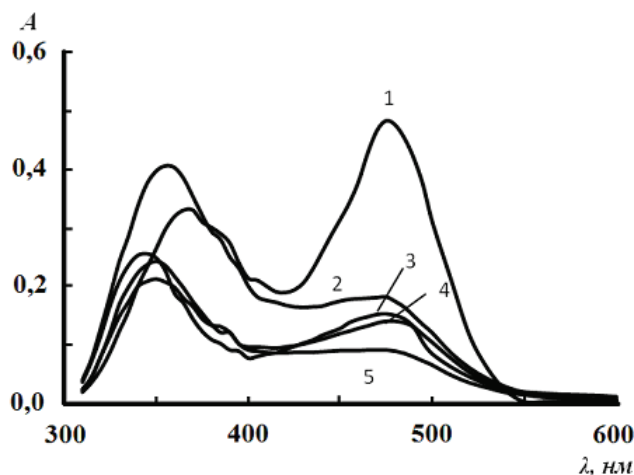


Рис. 1. Спектри поглинання продуктів взаємодії $0,04$ моль/дм³ розчину ДЕА з $1,0 \cdot 10^{-3}$ моль/дм³ NO_2^- в середовищі $0,4$ моль/дм³ кислот: HCl (1), HClO_4 (2), CH_3COOH (3), H_2SO_4 (4) та H_3PO_4 (5); $l = 1,0$ см; $t = 20$ хв.

Реакція нітрузування проходить в кислому середовищі і, природно, залежить від концентрації кислоти. Результати визначення оптимальної концентрації хлоридної кислоти наведено на рис. 2, з якого видно, що оптична густина стабілізується при молярній концентрації HCl в інтервалі $\geq 3,0$ моль/дм³. В якості оптимальної обрано $c(\text{HCl}) = 3,0$ моль/дм³.

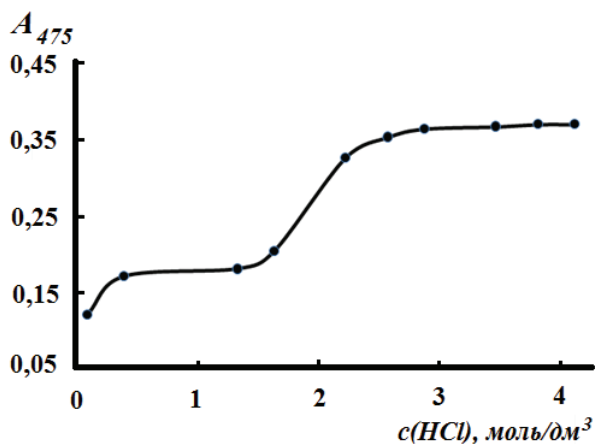


Рис. 2. Залежність оптичної густини реакційної суміші від концентрації HCl .
Концентрації, моль/дм³: ДЕА – 0,04; NO_2^- – $6,7 \cdot 10^{-4}$; $l = 1,0$ см; $t = 20$ хв.

Результати визначення оптимальної довжини хвилі наведено на рис. 3. Як видно на спектрі поглинання утвореного барвника, спостерігаються два максимуми при довжинах хвиль 375 і 475 нм і мають сталі значення. Але перший максимум (375 нм) майже не залежить від концентрації нітриту. Тому як оптимальну обрано довжину хвилі 475 нм.

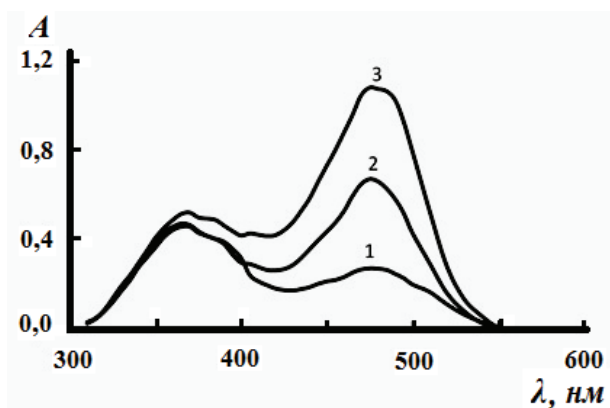


Рис. 3. Спектри поглинання продуктів взаємодії $0,04$ моль/дм³ розчину ДЕА з NO_2^- -іонами. Концентрації NO_2^- , моль/дм³ · 10³: $0,33$ (1), $1,34$ (2) та $2,01$ (3).
 $c(\text{HCl}) = 3,0$ моль/дм³; $l = 1,0$ см; $t = 20$ хв.

Оскільки при кімнатній температурі реакція проходить досить повільно, тому з'ясували проходження реакції окиснення ДЕА залежно від часу нагрівання реакційної суміші. Результати цих досліджень наведено на рис. 4.

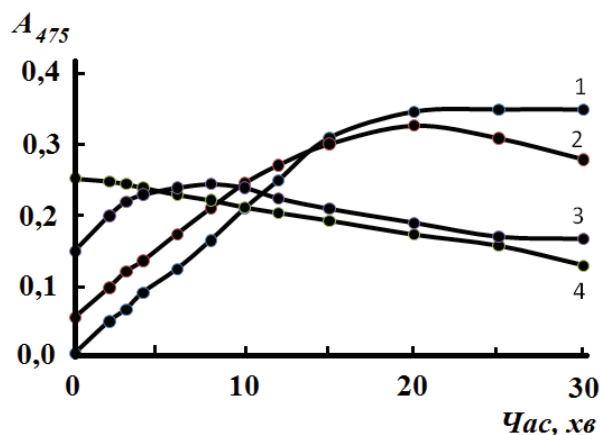


Рис. 4. Залежність швидкості нітрузування $0,04$ моль/дм³ розчину ДЕА нітритною кислотою ($6,7 \cdot 10^{-4}$ моль/дм³) від часу нагрівання в середовищі $3,0$ моль/дм³ HCl. Час нагрівання, хв: 0(1), 1(2), 2(3) та 3(4); $l = 1,0$ см.

З наведених залежностей видно, що оптична густина контрольного розчину, що не піддавався нагріванню (рис. 4, крива 1) поступово збільшується і через 20 хв досягає свого максимального значення та надалі не змінюється, принаймні 10 хв. Оптична густина нагрітого на протязі 1 хв розчину (рис. 4, крива 2) досягає своєї максимальної величини на протязі 20 хв, після чого починає падати. В разі нагрівання реакційної суміші на протязі 2 і 3 хв (рис. 4, криві 3, 4) оптичні густини не мають сталого значення в часі і зменшуються, що свідчить про подальше окиснення 4-нітрузо-*N,N*-діетиланіліну. Тому подальші дослідження проводили через ≈ 20 хвилин після зливання реагентів без попереднього нагрівання реакційних сумішей.

Отже, оптимальними умовами індикаторної реакції є: використання для створення середовища хлоридної кислоти з концентрацією у реакційній суміші $3,0$ моль/дм³, довжина хвилі $\lambda = 475$ нм, час витримування реакційних сумішей 20 хв після зливання реактивів без попереднього нагрівання.

Кількісне спектрофотометричне визначення нітритів *N,N*-діетиланіліном.

За оптимальних умов реакції світлопоглинання реакційної суміші зростає пропорційно збільшенню концентрації нітрит-іонів, що використали для їх кількісного визначення методом ГГ. За оптимальних умов рівняння ГГ має вигляд ($R^2 = 0,9944$; $n = 8$):

$$A_{475} = (0,042 \pm 0,017) + (0,010 \pm 0,001) \cdot C(\text{NO}_2^-), \text{ мкг/см}^3.$$

Розрахунки ГГ та коефіцієнта кореляції (R^2) проводили за допомогою комп'ютерної програми *Origin 7.0*. Межа виявлення нітриту, розрахована за 3s-критерієм, становить $4,9$ мкг/см³. Лінійність ГГ зберігається в інтервалі 5 – 100 мкг/см³.

Для збільшення чутливості нітритів визначення об'єми реагентів збільшили в 5 разів, одночасно зменшивши концентрацію робочого розчину нітриту теж в 5 разів і використовували кювету з товщиною поглинаючого шару $5,0$ см. В такому разі рівняння ГГ має вигляд:

$$A_{475} = (0,042 \pm 0,017) + (0,052 \pm 0,002) \cdot C(\text{NO}_2^-), \text{ мкг/см}^3.$$

Межа виявлення нітритів, розрахована за 3 σ -критерієм, стала рівна 0,98 мкг/см³. Лінійність ГГ зберігається в інтервалі 1–20 мкг/см³. Відносне стандартне відхилення в обох випадках становило 0,029.

Для перевірки правильності та збіжності результатів визначення нітритів готували розчин NaNO₂ з точно відомою концентрацією, яку встановлювали методом перманганатометрії [8]. Із стандартизованого розчину методом розбавлення готували контрольні розчини з вмістом NO₂⁻-іонів 2,0; 10,0 та 50,0 мкг/см³ і визначали концентрацію NO₂⁻-іонів, аналогічно як при побудові ГГ, використовуючи в першому визначенні кювети товщиною 5,0 см, а в другому і третьому – 1,0 см. Результати визначення нітритів у контрольних розчинах наведено у табл. 1.

Таблиця 1

Результати визначення нітритів у контрольних розчинах методом “введено–знайдено” (P = 0,95; n = 5)

Вміст NO ₂ ⁻ , мкг/см ³		s _r
Введено	Знайдено $x \pm \Delta x$	
2,0	2,0 ± 0,2	0,05
10,0	9,9 ± 0,8	0,06
50,0	48,8 ± 2,2	0,02

З табл. 1 видно, що методика характеризується задовільною правильністю та збіжністю, відносне стандартне відхилення не перевищує 0,06.

Встановлення впливу сторонніх іонів на визначення нітритів. Результати впливу сторонніх іонів на визначення нітритів представлені в табл. 2. Як видно з табл. 2 найбільший коефіцієнт селективності мають дигідрофосфат-, ацетат-, дигідропірофосфат-, та фторид-іони, а найменший – галогенати(V).

Визначенню NO₂⁻-іонів у кислому середовищі також будуть заважати окисники та відновники як ДЕА, так і нітритів.

Таблиця 2

Результати впливу сторонніх іонів при визначенні 1,0·10⁻³ моль/дм³ нітритів

Іон	K _c
H ₂ PO ₄ ⁻	400
CH ₃ COO ⁻	220
H ₂ P ₂ O ₇ ²⁻	200
F ⁻	100
Cl ⁻	75
Br ⁻	55
NO ₃ ⁻	35
IO ₄ ⁻	20
ClO ₃ ⁻	10
BrO ₃ ⁻	6
IO ₃ ⁻	4

Апробація методики проводилась методом добавок при визначенні нітритів у водопровідній воді (1) (м. Черкаси) та річковій воді (р. Дніпро), відібраній у районі водозабору м. Черкаси (с. Дахнівка) (2), а також у колодязних водах: с. Холодніанське (Черкаська обл., Смілянський р-н) (3) та с. Райгород (Черкаська обл., Кам'янський р-н) (4). Проби природної води відбирали 25–27 березня 2015 р.

Добавки нітритів визначали таким способом. Пробу води (100 см³) пропускали крізь іонообмінну колонку, перші 10 см³ елюату відкидали. При визначенні нітритів у водах 1 та 2 до аліквотної частини елюату (15,0 см³) додавали 10,0 см³ 0,1 моль/дм³ розчину ДЕА в 7,5 моль/дм³ НСІ, витримували 20 хв та вимірювали світлопоглинання розчинів при 475 нм в кюветі товщиною 5,0 см. При визначенні нітритів у водах 3 та 4 аліквотна частина елюату складала 3,0 см³, а розчин ДЕА додавали об'ємом 2,0 см³, товщина кювети – 1,0 см. Вміст нітритів визначали за відповідними рівняннями ГГ. Також паралельно проводили визначення вмісту нітритів за стандартною спектрофотометричною методикою [3].

Результати визначення добавок нітритів, з врахуванням розбавлення, представлені у табл. 3. З них можна зробити висновок про можливість використання запропонованої методики для визначення нітритів у водах різних типів з задовільною правильністю та збіжністю.

Таблиця 3

Результати визначення добавок нітритів у водах різних категорій методом «введено–знайдено» (P = 95; n = 5)

Вода	Введено NO ₂ ⁻ , мг/дм ³	Знайдено NO ₂ ⁻ , мг/дм ³			
		Стандартна методика		Запропонована методика	
		x ± Δx	Дисперсія, V ₁	x ± Δx	Дисперсія, V ₂
1	6,4	7,2 ± 0,3	0,07	7,0 ± 0,5	0,15
2	6,4	7,5 ± 0,5	0,16	7,3 ± 0,7	0,34
3	–	28,2 ± 1,5	1,45	26,0 ± 2,1	2,86
4	–	30,1 ± 1,9	2,29	28,8 ± 3,1	6,28

Слід звернути увагу на значне (≈ 9 разів) перевищення ГДК в аналізованих колодязних водах, яка відповідно до [2] не повинна перевищувати 3,3 мг/дм³, що ймовірно пов'язано із значним застосуванням азотних добрив на прилеглих полях.

З табл. 3 видно, що відтворюваність розробленої методики нижча порівняно із стандартною методикою, але різниця за критерієм Фішера виявилась статистично не значимою величиною [11]. Отже, розроблена методика може бути рекомендована як альтернативна для контролю вмісту нітритів у водах різних категорій при їх концентрації 1–100 мг/дм³.

Висновки

Запропонована проста і екологічно безпечна спектрофотометрична методика визначення нітритів із застосуванням ДЕА, яка характеризується задовільною вибірковістю щодо більшості компонентів природних вод аніонної природи. Всі реагенти доступні і стійкі при зберіганні. У порівнянні зі стандартною спектрофотометричною методикою [3] запропонована методика є більш експресною. Результати апробації методики при аналізі ряду природних вод свідчать про її задовільну правильність та збіжність. Розроблена методика може бути використана як альтернативна для визначення нітритів у водах різних категорій.

Автор висловлює щире подяку завідуючій кафедрі аналітичної хімії Київського національного університету імені Тараса Шевченка проф. Запорожець О. А. за критичні зауваження та цінні рекомендації при оформленні статті.

Література

1. Позин М.Е. Технология минеральных солей. – Л.: Химия, – 1974. – Т. 2. – С. 1217.
2. Муравьев А.Г. Руководство по определению показателей качества воды полевыми методами. – СПб: Кримас+, 2009. – С. 121–124.
3. ГОСТ 4192-82. Вода питьевая. Методы определения минеральных азотсодержащих веществ. – М.: ИПК Изд. стандартов, 2003. – 8 с.
4. Ширинова А.Г., Иванов В.М. Кинетика образования и химико-аналитические характеристики перспективных аналитических форм азосоединений при фотометрическом определении нитрит-ионов // Журн. аналит. химии. – 1994. – Т. 49, № 3. – С. 266–273.
5. Запорожець О.А., Погребняк О.С., Визир Н.Н. Спектрофотометрическое определение оксогоалогенидов N,N-диэтиланилином // Журн. аналит. химии. – 2012. – Т. 67, № 8. – С. 770–776.
6. Погребняк О.С. Спектрофотометрическое определение периодата N,N-диэтиланилином // Вісн. Черк. Унів. Серія Хім. Науки. – 2014. – Т. 307, № 14. – С. 3–8.
7. Вредные вещества в промышленности / Под ред. Лазарева Н.В., Левиной Э.Н. – Т. 2. – Л.: Химия, 1976. – С. 289.
8. Алексеев В.Н. Качественный анализ. – М.: Химия, 1972. – С. 387.
9. Домбровський А.В., Найдан В.М. Органічна хімія. – К.: Вища школа, 1992. – С. 422.
10. Погребняк О.С. Використання 4-тіоціано-N,N-диметиланіліну для визначення нітрат(III)-йона. Міжвузівська науково-практична конференція „Черкаські хімічні читання – 2006”. – Вид. ЧНУ, Черкаси. – 2006. – С. 33.
11. Основы аналитической химии / Под об. ред. Золотова Ю.А. (в 2 кн., кн. 1). – М.: Высшая школа, 2004. – С. 54.

Стаття надійшла до редакції 05.08.15

О. С. Погребняк

Черкасский национальный университет имени Богдана Хмельницкого
буль. Шевченка, 81, г. Черкассы, 18031, Украина, e-mail: pogrebniak-oleg@ukr.net

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРИТОВ N,N-ДИЭТИЛАНИЛИНОМ

Резюме. Предложена методика спектрофотометрического определения нитритов, основанная на реакции нитрозирования N,N-диэтиланилина. Установлены оптимальные концентрации реагентов и влияние разнообразных условий на чувствительность определения. Предел обнаружения нитрита (по 3s-критерию) равен 0,98 мг/дм³, диапазон определяемых концентраций составляет 1,0–100 мг/дм³. Метрологические характеристики методики были проверены методом добавок на контрольных растворах и природных водах. Методика проста в исполнении и пригодна для определения нитритов в различных объектах.

Ключевые слова: нитрит, N,N-диэтиланилин, спектрофотометрия, реакция нитрозирования.

O. S. Pogrebnyak

Cherkasy B. Khmelnytsky National University,
bull. Shevchenko, 81, Cherkasy, 18031, Ukraine
e-mail: pogrebniak-oleg@ukr.net

**THE SPECTROPHOTOMETRIC DETERMINATION
OF NITRITES WITH N,N-DIETHYLANILINE**

Summary. A new spectrophotometric method for nitrite determination was proposed. The method is based on the measurement of absorbance of the N,N-diethylaniline nitrosation product at 475 nm in the hydrochloric acid medium. The optimum concentrations and the influence of various conditions on the determination sensitivity have been determined. The detection limit (blank + 3 σ) for nitrite is 0.98 mg·L⁻¹ where σ is the standard deviation of blank estimation. The linearity range of the calibration graph was over 1.0–100 mg·L⁻¹ of nitrite ($s \leq 0.029$, n = 8). The metrological characteristics of the procedure were checked by means of method of additives on the control samples and natural waters. The relative error did not exceed 0.06 for nitrite determination on the control samples. The effect of foreign ions in nitrite determination of 1,0·10⁻³ mol·L⁻¹ has been studied. The proposed procedure is simple and suitable for nitrite determination in various objects.

Keywords: nitrite, N,N-diethylaniline, spectrophotometry, nitrosation reaction.

REFERENCES

1. Pozin M.E. *Tehnologija mineral'nyh solej*. L.: Himija, 1974, vol. 2, pp. 1217. (in Russian)
2. Murav'ev A.G. *Rukovodstvo po opredeleniju pokazatelej kachestva vody polevymi metodami*. – SPb: Kriskas+, 2009, pp. 121–124. (in Russian)
3. GOST 4192-82. *Voda pit'evaja. Metody opredelenija mineral'nyh azotsoderzhashchih veshhestv*. – M.: IPK Izd. standartov, 2003, pp. 8. (in Russian)
4. Shirinova A.G., Ivanov V.M. *Kinetika obrazovaniya i himiko-analiticheskie harakteristiki perspektivnyh analiticheskikh form azosodinenij pri fotometricheskom opredelenii nitrit-ionov* Zhurn. analit. Himii, 1994, vol. 49, no 3, pp. 266–273. (in Russian)
5. Zaporozhec O.A., Pogrebnyak O.S., Vizir N.N. *Spektrofotometricheskoe opredelenie oksogalogenidov N,N-dijetilnilinom* Zhurn. analit. himii, 2012, vol. 67, no 8, pp. 770–776. (in Russian)
6. Pogrebnyak O.S. *Spektrofotometricheskoe opredelenie periodata N,N-dijetilnilinom* // Visn. Cherk. Univ. Serija Him. Nauki, 2014, vol. 307, no 14, pp. 3–8. (in Russian)
7. *Vrednye veshhestva v promyshlennosti* / Pod red. Lazareva N.V., Levinoj Je.N. vol. 2. – L.: Himija, 1976, pp. 289. (in Russian)
8. Alekseev V.N. *Kachestvenij analiz*. M.: Himija, 1972, pp. 387. (in Russian)
9. Dombrovskij A.V., Najdan V.M. *Organichna himija*. K.: Vishha shkola, 1992, pp. 422. (in Russian)
10. Pogrebnyak O.S. *Vikoristannja 4-tiociano-N,N-dimetilanilinu dlja viznachennja nitrat(III)-jona*. Mizhvuzivs'ka naukovo-praktichna konferencija “Cherkas'ki himichni chitannja – 2006”. – Vid. ChNU, Cherkasi, 2006, pp. 33. (in Russian)
11. *Osnovy analiticheskoy himii* / Pod ob. red. Zolotova Ju.A. (v 2 kn., kn. 1). M.: Vysshaja shkola, 2004, pp. 54. (in Russian)