

**WYKRYWANIE ŚLADÓW AZOTYNÓW I AZOTANÓW PRZY UŻYCIU
FENOLOFTALEINY, NADTLANKU WODORU I KWASU SIARKOWEGO**

**REVEALING OF TRACES OF NITRITES AND NITRATES USING
PHENOLPHTHALEIN, HYDROGEN PEROXYDE AND SULFURIC
ACID**

Tadeusz GARBULIŃSKI

Zakład Chemii Fizjologicznej Wyższej Szkoły Rolniczej, Wrocław

Jony azotanowe NO_3^- odbarwiają fenoloftaleinę zabarwioną w kwasie siarkowym¹⁾. Sole kwasu azotawego reakcją powyższą przeprowadzają w obecności nadtlanku wodoru.

W oparciu o tę zasadę można wykryć śladowe zanieczyszczenia w kwasie siarkowym lub innych substancjach, pochodzące od kwasu azotowego i azotynów w stosunku 1 : 1500 000. Mniejsze od tych zanieczyszczenia można także ujawnić przy użyciu tej próby, lecz w tym przypadku nastąpi nie całkowite, lecz częściowe odbarwienie fenoloftaleiny. Można je zawsze porównać z jednocześnie wykonywaną próbą ślepą. Fakt ten mógłby być wykorzystany do ilościowego oznaczania azotynów i azotanów metodą kolorymetryczną.

CZEŚĆ DOŚWIADCZALNA

W 500 ml H_2O rozpuszczono 1 g azotynu. Z tego roztworu wzięto 1 kroplę i wprowadzono do 100 ml stężonego H_2SO_4 . Do 4 ml tak zanieczyszczonego H_2SO_4 (przed każdym pobraniem roztwór macierzysty należy wstrząsnąć) dodano jedną kroplę 0,05%-owego alkoholowego roztworu fenoloftaleiny. Powstająca różowa barwa fenoloftaleiny znika po dodaniu 1 kropli 0,25%-owego roztworu H_2O_2 .

Trzeba nadmienić, że stężony roztwór H_2O_2 może i bez pomocy azotynu odbarwić fenoloftaleinę, np. kropla 15%-owego H_2O_2 odbarwia ją po 2 godzinach. Dlatego w opisywanej próbie należy użyć takich rozcieńczeń nadtlanku wodoru, które nie mogą samodzielnie przeprowadzić wymienionej reakcji.

Czułość opisanej poprzednio próby fenoloftaleinowej na wykrywanie HNO_3 i jego soli¹⁾ wzrasta dzięki użyciu H_2O_2 . Do tego celu najlepiej sponządzić odczynnik: 50 ml wspomnianego wyżej 0,05%-owego alkoholowego roztworu fenoloftaleiny + 1 kropla perhydrolu. Jest to odczynnik do wykrywania śladowych zanieczyszczeń HNO_3 i jego soli w H_2SO_4 . W ten sposób przeprowadzona próba jest wielokrot-

nie czulsza od niespecyficznego próby dwufenyloaminowej, gdyż jedną kroplą tego odczynnika (odbarwienie) można wykryć w 4 ml kwasu siarkowego około 0,00005% HNO_3 lub jego soli. Doświadczenie wykonano analogicznie jak w odniesieniu do azotynów.

Próby te są nie przydatne do wykrywania azotynów lub azotanów w substancjach zabarwiających stężony kwas siarkowy.

Oznaczanie azotynów

Do 4—5 ml chemicznie czystego kwasu siarkowego dodaje się jedną kroplę 0,05%-owego alkoholowego roztworu fenoloftaleiny — występuje różowe zabarwienie. Do tak zabarwionego kwasu siarkowego dodaje się następnie kilka kropel substancji badanej na azotyny. Zniknięcie barwy następuje po dodaniu 1 kropli 0,25% H_2O_2 .

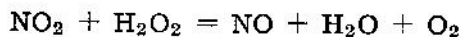
Jeżeli zniknięcie barwy nastąpi jeszcze przed dodaniem H_2O_2 , świadczy to o obecności azotanów w badanej substancji.

Oznaczanie azotanów

Do próbki nalewa się 4—5 ml chemicznie czystego kwasu siarkowego oraz jedną kroplę 0,05%-owego alkoholowego roztworu fenoloftaleiny, do której uprzednio dodano perhydrolu (odczynnik: 1 kropla perhydrolu w 50 ml roztworu fenoloftaleiny). Powstała w ten sposób w kwasie siarkowym barwa różowa znika po dodaniu paru kropel substancji, w której obecne są azotany. Dodatek H_2O_2 , jak wspomniano powyżej, rozszerza tylko zakres czułości próby na azotany.

Jeżeli szukamy azotynów lub azotanów w zanieczyszczonym, stężonym kwasie siarkowym, to do wykonania próby nie jest potrzebny kwas siarkowy chemicznie czysty, a próbę przeprowadzamy wprost na kwasie siarkowym zanieczyszczonym, dodając do 5 ml tego kwasu 1 kroplę 0,05%-owego alkoholowego roztworu fenoloftaleiny i 1 kroplę 0,25%-owego roztworu H_2O_2 .

Większe stężenia azotanów w kwasie siarkowym, jak już wspomniano, nie dopuszczają do powstania różowego zabarwienia fenoloftaleiny. Ślady azotynów i azotanów usuwają powstałe ewentualnie zabarwienie po dodaniu 1 kropli 0,25%-owego nadtlenu wodoru. Odbarwienie fenoloftaleiny następuje najprawdopodobniej wskutek jej utlenienia w związku z reakcją:



Otrzymało 22.IX.1954.

LITERATURA CYTOWANA

1. Garbuliński T., *Roczniki Chem.*, 28, 509 (1954).

SUMMARY

The ions of NO_3^- discolour phenolphthalein coloured in sulfuric acid ¹⁾. The salts of nitric acid give the same reaction in the presence of small amounts of diluted hydrogen peroxide.

Basing on this principle traces of contamination in H_2SO_4 and in other substances originating from nitric acid or nitrites can be discovered in a proportion of 1 : 1500 000.

In the phenolphthalein tests for revealing HNO_3 and its salts ¹⁾ carried out so far, its reactivity is raised by using H_2O_2 . To this purpose it is best to prepare the following reagent: 50 ml of 0,05 per cent alcoholic solution of phenolphthalein + 1 drop of 30 per cent hydrogen peroxyde.

*Department of Biochemistry
College of Agriculture, Wrocław*

