

УДК 543

Студ. В.В. Кугач

Науч. рук. ст. преп. А.К. Болвако

(кафедра физической, коллоидной и аналитической химии, БГТУ)

ФЛУОРИМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЕНОЛА В МОДЕЛЬНЫХ РАСТВОРАХ СТОЧНЫХ ВОД

Контроль содержания вредных веществ в природных и технологических объектах является неотъемлемой частью комплекса мер, направленных на обеспечение безопасных условий жизнедеятельности. Одним из контролируемых параметров в поверхностных и сточных водах, промышленных выбросах и атмосферном воздухе является содержание фенола, который относится ко 2 классу опасности. Среднесуточная предельно допустимая концентрация фенола в воздухе населённых мест составляет 3,0 мкг/м³, для водных объектов – 1,0 мкг/дм³, в воздухе рабочей зоны – 0,3 мкг/дм³.

Достаточно простым и при этом весьма чувствительным способом определения фенола в водных средах является фотометрическое или флуориметрическое детектирование, что в сочетании с высокими коэффициентами распределения в системе вода – воздух делает наиболее предпочтительным поглощение фенола в водную фазу с последующим определением. Определение содержания фенола в водных растворах можно осуществлять в соответствии со следующими методиками:

– МВИ № 2.2.53.3 «Методика выполнения измерений концентрации летучих с паром фенолов фотометрическим методом» (Сборник методик выполнения измерений, допущенных к применению в деятельности лабораторий экологического контроля предприятий и организаций Республики Беларусь, часть 3, 2011 г.);

– М 01-07-2006 (ПНД Ф 14.1:2:4.182-02, 2006 г.) и МУК 4.1.1263-03 «Методы контроля. Химические факторы. Измерение массовой концентрации фенолов общих и летучих флуориметрическим методом в пробах питьевой воды и воды поверхностных и подземных источников водопользования».

Количественное определение фенола возможно в соответствии с МВИ № 2.2.53.3 при его концентрации выше 5,0 мкг/дм³ и в соответствии с МУК 4.1.1263-03 – при концентрации выше 0,5 мкг/дм³. Как следует из сравнения метрологических характеристик указанных методик, использование флуориметрического метода позволяет повысить предел обнаружения фенола в пробе на порядок без значительного усложнения процедуры анализа.

Цель работы: разработка методики определения фенола в модельных растворах сточных вод флуориметрическим методом с использованием спектрофлуориметра Solar CM 2203.

На основании МУК 4.1.1263-03 определение содержания фенола в воздухе рабочей зоны осуществляется следующим образом. В делительную воронку вместимостью 50 см³ помещают 10,0 см³ раствора фенола массовой концентрации 1,0 мг/дм³, добавляют бутилацетат и проводят экстракцию в течении 30 с. Водный (нижний слой) отбрасывают, а к органическому слою пипеткой добавляют 10,0 см³ раствора NaOH с концентрацией 1 % мас. и проводят реэкстракцию в течении 30 с. Нижний слой помещают в сухой стаканчик и добавляют по каплям 5 моль/дм³ раствор HCl, перемешивая и контролируя pH раствора при помощи универсального индикатора. При работе с модельными растворами стадию экстракции бутилацетатом и реэкстракцию не осуществляли.

Для изучения спектральных характеристик и построения градуировочных графиков готовили модельные растворы фенола: навеску фенола взвешивали на аналитических весах, переносили в мерную колбу и доводили дистиллированной водой до метки. Затем путём последовательного разбавления готовили растворы с концентрацией в диапазоне от 0,025 до 1,0 мг/дм³.

Водные растворы фенола способны к флуоресценции при облучении ультрафиолетовым излучением в области $\lambda = 270$ нм [1]. Для изучения спектральных характеристик модельных растворов фенола получили спектр испускания в диапазоне длин волн 290–500 нм при длине волны возбуждения $\lambda = 270$ нм. При измерениях использовали кварцевую кювету с сечением в виде квадрата толщиной 1 см. На основании спектра испускания фенола выбрали ряд длин волн, при которых в дальнейшем получали градуировочные графики. Вид градуировочного графика приведен на рисунке. Зависимости, полученные при других условиях, имели аналогичную достаточно высокую линейность в изученном диапазоне концентраций при величине R^2 от 0,93 до 0,99.

На основании анализа градуировочных зависимостей, полученных при различных длинах волн регистрации, установлено, что чувствительность метода в указанных условиях, оцененная по величине углового коэффициента, в зависимости от спектральной области изменяется в пределах от 142 до 1483 при неизменно высокой степени линейности.

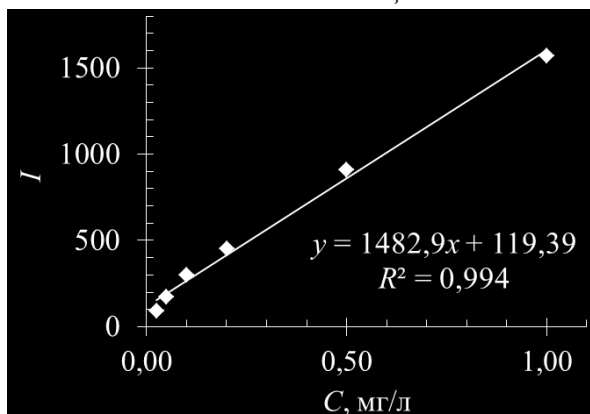


Рисунок – Градуировочный график для модельных растворов фенола ($\lambda_{\text{возб}} = 270$ нм, $\lambda_{\text{рег}} = 290$ нм)

Контроль градуировочных характеристик в диапазоне концентраций от 0,025 до 1,0 мг/л по величине измеренного значения массовой концентрации по отношению к действительному значению показал, что они являются стабильными (отношение лежит в пределах от 10–20%).

Проведение аналитического определения при длине волны возбуждения $\lambda_{\text{возб}} = 270$ нм и длине волны регистрации $\lambda_{\text{рег}} = 290$ нм позволяет осуществлять количественное определение массовой концентрации фенола в диапазоне концентраций от 0,025 до 1,0 мг/дм³ с достаточно высокой точностью.

В соответствии с МУК 4.1.1263-03 для уровня доверительной вероятности 0,95 предел повторяемости методики должен составлять 28%, предел воспроизводимости – 42%. Приписанные характеристики погрешности измерений и ее составляющих: показатель повторяемости – 10%; показатель воспроизводимости – 15%; показатель правильности – 18%; показатель точности – 35%.

Таким образом, на основании проведенных исследований установлены параметры флуориметрического определения массовой концентрации фенола в водных растворах с использованием спектрофлуориметра Solar CM 2203, которые можно использовать при проведении анализа модельных и реальных объектов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Fluorescence Investigations of Phenol Phototransformation in Aqueous Solutions / O.N. Tchaikovskaya, I.V. Sokolova, R.T. Kuznetsova [et al.] // Journal of Fluorescence. – 2000. – Vol. 10, No. 4. – PP. 403–408.