

АНАЛИТИЧЕСКИЕ ВОЗМОЖНОСТИ ФЛУОРИМЕТРИЧЕСКОГО МЕТОДА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФЕНОЛА В МОДЕЛЬНЫХ РАСТВОРАХ

Достаточно простым и при этом весьма чувствительным способом определения фенола в водных средах является флуориметрический анализ, что в сочетании с высокими коэффициентами распределения в системе вода – воздух делает наиболее предпочтительным поглощение фенола в водную фазу с последующим определением.

Количественное определение фенола возможно в соответствии с 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.) при его концентрации выше $5,0 \text{ мкг/дм}^3$ и в соответствии с 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» – при концентрации выше $0,5 \text{ мкг/дм}^3$. Как следует из сравнения указанных методик, использование флуориметрического метода позволяет повысить предел обнаружения фенола в пробе на порядок без значительного усложнения процедуры анализа.

Цель настоящей работы – разработка методики определения фенола в модельных растворах сточных вод флуориметрическим методом с использованием спектрофлуориметра Solar CM 2203 и оценка ее метрологических характеристик.

На основании МУК 4.1.1263-03 определение содержания фенола в осуществляется следующим образом. В делительную воронку вместимостью 50 см^3 помещают $10,0 \text{ см}^3$ раствора фенола массовой концентрации $1,0 \text{ мг/дм}^3$, добавляют бутилацетат и проводят экстракцию в течении 30 с. Водный (нижний слой) отбрасывают, а к органическому слою пипеткой добавляют $10,0 \text{ см}^3$ 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.

Для 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. При измерениях использовали кварцевую кювету с сечением в виде квадрата толщиной 1 см.

Установлено, что 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.

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

Для использованной флуориметрической методики определения фенола выполнена количественная оценка неопределённости измерений на основании [1]. Метрологические характеристики использованных средств измерений взяты на основании ГОСТ 1770, ГОСТ 29227, ГОСТ 29251 и ГОСТ 29169, а также паспортных характеристик используемого оборудования.

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 SM 2203, которые можно использовать при проведении анализа модельных и реальных объектов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Руководство ЕВРАХИМ/СИТАК. Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях (2-е издание, 2000). – Перевод с англ. – СПб.: ВНИИМ им. Д.И. Менделеева, 2002. – 149 с.