

УДК 543.253

АНАЛИЗ ФЕНОЛОВ В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ

Рассказова П.В., студент гр.Х-111, V курс
Научный руководитель: О.Н. Булгакова канд. пед. наук, доцент
Научный консультант: И.К. Ускова, зав. лабораторией
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Кемеровский государственный университет»
г. Кемерово

Фенолы - одни из опаснейших токсикантов, попадающих в воды в результате деятельности человека. В угольных регионах наблюдается повышенное содержание этих соединений в шахтовых водах за счет вымывания из угольных пластов. Фенол ядовит (II класс опасности), ПДК в водоемах составляет $0,001 \text{ мг/дм}^3$ [1]. Двухатомные фенолы (резорцин, пирокатехин, гидрохинон) менее ядовиты, чем одноатомные. Резорцин относится к IV классу опасности, ПДК в воде составляет $0,1 \text{ мг/дм}^3$ [1].

Разработанные методы (газовая, жидкостная и тонкослойная хроматография, ИК-спектроскопические, люминесцентное определение с экстракционно-хроматографическим концентрированием и хроматомембранным отделением, экстракционно-спектрофотометрические и др. [2,3]) позволяют определять фенолы, однако все они требуют предварительного разделения и концентрирования.

В связи с этим актуальность исследований обусловлена, с одной стороны, широкой распространенностью и высокой токсичностью большинства фенольных соединений. С другой стороны – отсутствием способов их определения в природных водах без предварительного разделения и концентрирования, что значительно усложняет и удорожает анализ, а также ведет к увеличению временных затрат и снижению точности определения.

Перспективным для решения проблемы экспрессного и чувствительного определения фенола является метод вольтамперометрии (ВА), характеризующийся низким пределом обнаружения в сочетании с быстротой проведения анализа. В качестве индикаторных электродов широко используются стеклоуглеродные электроды (СУЭ), активную поверхность которых можно относительно легко обновлять, добиваясь достаточной воспроизводимости [4].

Изучение условий отдельного и при совместном присутствии вольтамперометрического определения резорцина и фенола на

электрохимически модифицированных СУЭ методом циклической вольтамперометрии является целью данной работы.

Исследования проводили на анализаторе ТА-4 (ООО «НПП Томьаналит» г. Томск) с использованием трёхэлектродной ячейки, состоящей из трех идентичных стержневых стеклоуглеродных электродов. Для подготовки СУЭ к работе его поверхность полировали на Al_2O_3/H_2O до зеркальности и электрохимически обрабатывали с помощью внешнего источника тока в водном растворе 0,1 М КОН с добавлением ацетона. Стандартные растворы резорцина готовили из сухого вещества (ч.д.а.) растворением в этаноле, стандартные растворы фенола – из ГСО 7270-96 с концентрацией 0,95–1,05 мг/см³ разбавлением этанолом. Исследования проводили в условиях ВА-определения фенола [5]: фоновый раствор – 0,2 М водный раствор гидрофосфата калия; $E_{нак} = -0,1$ В, $\tau_{нак} = 60$ с, скорость линейной развертки потенциала $v_{разв} = 50$.

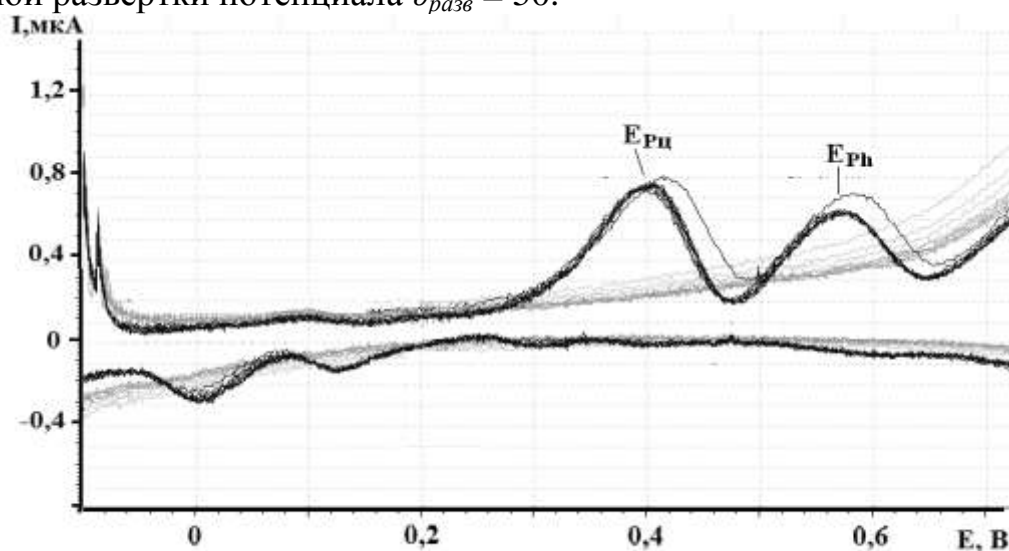


Рис.1. ВА-кривые электрохимически модифицированного СУЭ в растворе: резорцина $c_{P_{Rn}}=1,07 \cdot 10^{-5}$ М и фенола $c_{P_{Ph}}=4,16 \cdot 10^{-7}$ при совместном присутствии.

При регистрации фоновых ВА-кривых пиков, обусловленных резорцином, не наблюдается. При введении стандартного раствора резорцина на ВА-кривых в интервале потенциалов 0,300÷0,420 В регистрируется аналитический сигнал (АС) в виде ярко выраженного пика, величина которого растет с увеличением концентрации резорцина в растворе. При добавлении к раствору резорцина стандартного раствора фенола на ВА-кривых регистрируют два отдельных пика: фенола при $E_{P_{Ph}} = (0,574 \pm 0,001)$ В и резорцина при $E_{P_{Rn}} = (0,402 \pm 0,002)$ В.

Изучено влияние скорости линейной развертки потенциала на ВА-определение резорцина. Изменяли скорость линейной развертки потенциала в интервале от 10 до 150 мВ/с. В изучаемом интервале скоростей развертки потенциала зависимость тока от скорости имеет линейный характер.

Основываясь на чувствительности и воспроизводимости величины АС резорцина и полученных параметров калибровочной зависимости, была выбрана скорость линейной развертки потенциала 50 мВ/с.

Для определения природы АС резорцина рассчитывали параметрические критерии. Адсорбцию можно обнаружить по трем характерным признакам: адсорбционные волны в отличие от нормальных часто симметричны относительно i_p , при адсорбции показатель $(i_p/c \cdot v^{1/2})$ обычно быстро увеличивается с ростом скорости развертки потенциала, но показатель $(i_p/c \cdot v)$ может оставаться почти постоянным [6]. Экспериментальные результаты позволяют утверждать, что АС резорцина имеет адсорбционную природу.

При выбранной скорости развертки потенциала $v_{раз} = 50$ мВ/с получена зависимость анодного тока пика резорцина от его концентрации в растворе. В интервале концентраций $(0,7-6,0) \cdot 10^{-6}$ М зависимость имеет прямолинейный характер и описывается уравнением $I_{P_{ц}} = (0,218 \pm 0,027) \cdot c$.

Присутствие резорцина не мешает ВА-определению фенола. Зависимость анодного тока пика фенола от его концентрации в растворе в интервале концентраций $c_{Ph} = (1 - 10) \cdot 10^{-8}$ М в присутствии резорцина является прямолинейной и описывается уравнением $I_{P_h} = (0,142 \pm 0,009) \cdot c$. При увеличении концентрации фенола в растворе наблюдается смещение потенциала пика резорцина в анодную область $E_{P_{ц}} = (0,417 \pm 0,000)$ В, потенциал анодного пика фенола практически не меняется.

Полученные данные позволяют утверждать, что предложенная методика ВА-определения фенола и резорцина при совместном присутствии может быть использована для их анализа в водных растворах.

Список литературы:

1. Требования к качеству воды централизованной системы питьевого водоснабжения Санитарно-эпидемиологические правила и нормативы «Питьевая вода. Гигиенические. Контроль качества». От 26 сентября – 2001 года – № 24 (в ред. от 28 июня 2010 год).
2. Коренман Я. И. Экстракционное концентрирование и потенциометрическое определение фенолов в водах/ Я. И. Коренман, Т. А. Кумченко // Зав. лаб., № 9, с 9-10.
3. Булатов А.В., Михайлова Е.А., Тимофеева И.И., Москвин А.Л., Москвин Л.Н. Определение «фенольного индекса» в воде методом циклического инъекционного анализа с автономным экстракционно-хроматографическим концентрированием. // Журнал аналитической химии. - 2013. – Т. 68, № 1. – С. 18-21
4. Г. К. Будников Обновляемый электрод в вольтамперометрии. // Заводская лаборатория. – 1997.– Том 63.– № 4.–стр. 1-7.
5. И.К. Ускова, Булгакова О.Н. Циклическая вольтамперометрия фенола // Журнал аналитической химии, –2014. – Том 69. – № 6.– стр. 604-609.
6. Бонд А.М. Полярографические методы в аналитической химии [Текст]/ Бонд А.М.// М.: Химия, 1983. 134с.