

Экстракционно-хроматографическое определение фенолов

*Харитоновна Л.А., Лисицкая Р.П., Мокшина Н.Я.
ВУНЦ ВВС «Военно-воздушная академия имени профессора Н.Е. Жуковского
и Ю.А. Гагарина», г. Воронеж
E-mail: h_l_a@mail.ru*

Фенолы являются одним из наиболее распространенных загрязнителей (экотоксикантов), поступающих в поверхностные воды со стоками предприятий нефтеперерабатывающей, сланцеперерабатывающей, коксохимической, а также гидролизной промышленности.

Очищенные промышленные сточные воды, содержащие фенолы, выделяются в отдельную группу и подлежат строгому контролю. В токсикологическом и органолептическом отношении фенолы неравноценны. Летучие с паром фенолы (фенол, крезолы и т.д.) более токсичны, чем нелетучие, и потому их допустимые концентрации в водах водоемов чрезвычайно малы. По этой причине при анализе вод в первую очередь в них определяют содержание летучих фенолов, а часто ограничиваются определением только этой группы фенолов. Однако, нелетучие фенолы, такие как резорцин и гидрохинон (двухатомные фенолы), обладают свойством накапливания в мясе и жире рыбы, поэтому их ПДК лимитируется на уровне фенола и составляют $0,001 \text{ мг/дм}^3$, а для пирокатехина – $0,1 \text{ мг/дм}^3$. Такое различие в ПДК изомеров двухатомных фенолов (ДАФ) требует их селективного определения.

Известны различные методы определения фенолов (фотометрические, электрохимические, хроматографические). Основной недостаток фотометрических и электрохимических методов – невозможность селективного определения изомеров при совместном присутствии. Низкие предельно-допустимые концентрации ДАФ затрудняют их определение в водах даже хроматографическими методами без предварительного концентрирования. Цель работы: разработка экстракционно-хроматографического способа селективного определения ДАФ.

Для экстракционного извлечения ДАФ в качестве экстрагентов применяли гексан, раствор триоктилфосфиноксида в гексане с концентрацией $0,5 \text{ моль/дм}^3$. Выделение самостоятельной фазы экстрагента происходило в присутствии высаливателя – сульфата аммония.

Применение в качестве экстрагента гексана не обеспечивает однократное полное извлечение определяемых компонентов. Добавление к гексану органического фосфорсодержащего оксида, обладающего высокой электронодонорной способностью, повышает коэффициенты распределения и степень извлечения ДАФ из водных растворов (до 94–96 %).

Концентрат растворов ДАФ высушивали в чашке Петри в токе азота, затем растворяли в ацетонитриле и анализировали на хроматографе «Милихром–4» с УФ–детектором. Анализ проводили методом обращенно-фазовой микроколоночной ($62 \times 2 \text{ мм}$, сорбент – силасорб C_{18}) высокоэффективной жидкостной хроматографией. Концентрацию пирокатехина, резорцина и гидрохинона в экстракте (мг/дм^3) находили методом абсолютной градуировки; в водном растворе вычисляли с учетом степени извлечения R.

Разработанный способ характеризуется низкими пределами обнаружения (на уровне ПДК), селективностью, экспрессностью.