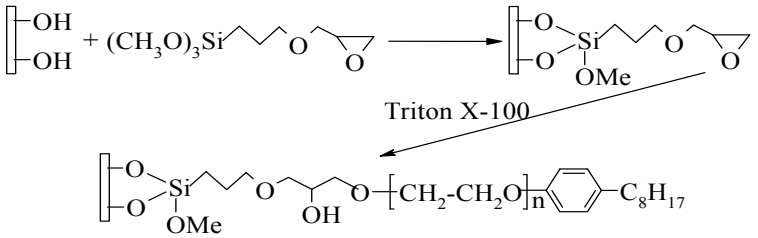
ВИЗНАЧЕННЯ ФЕНОЛУ З ПОПЕРЕДНІМ КОНЦЕНТРУВАННЯМ НА КРЕМНЕЗЕМІ, МОДИФІКОВАНОМУ ПОЛІОКСИЕТИЛЬОВАНИМ ІЗООКТИЛФЕНОЛОМ

Любенко І.П., Халаф В.А., Алексєєв С.О., Зайцев В.М.
Київський національний університет імені Тараса Шевченка
khalaf@univ.kiev.ua

Визначення фенолу на рівні ГДК (0,001 мг/л) можливе лише після екстракційного або сорбційного концентрування [1]. Проте відсутність селективності відомих сорбентів по відношенню до фенолу, та швидке хімічне та біохімічне окислення фенолу після відбору проби [2] зумовлює необхідність пошуку нових сорбентів і методів концентрування. Відомо, що взаємодія фенолів з тетрафторборатом 4-нітрофенілдіазонію призводить до утворення стабільних до окислення азосполук [3]. Тому, нами було запропоновано концентрування фенолу на модифікованому кремнеземі у формі 4-нітрофенілазофеноляту в присутності цетилтриметиламоній броміду.

Метою даної роботи була розробка методики сорбційного концентрування мікрокількостей фенолу з води для його подальшого фотометричного визначення. Для цього нами було синтезовано кремнезем з ковалентно закріпленими на поверхні групами Triton X-100:



TX-SiO_2

Хімічну природу TX-SiO_2 було ідентифіковано методом ІЧ спектроскопії. Концентрація закріплених епоксигруп та поліоксиетильованого ізооктилфенолу за даними термогравіметричного аналізу складала відповідно 272 і 25 мкмоль/г.

Встановлено залежність сорбції іонного асоціату (ІА) 4-нітрофенілазофеноляту з цетилтриметиламоній-катіоном від часу контакту фаз, від концентрації та об'єму вихідного розчину в статичному режимі. Кількісне вилучення ІА відбувається за 10 - 15 хв. Ізотерма сорбції ІА на TX-SiO_2 є ізотермою Ленгмюрівського типу. Вона має ділянку близьку до лінійної, при рівноважних концентраціях фенолу в розчині менше 0,08 мкг/мл. Коефіцієнти ррозподілу в цій області досягають величини $3{,}4 \cdot 10^4$ $см^3/г$. Знайдено, що для кількісної десорбції ІА з поверхні матриці достатньо пропустити крізь колонку з сорбентом 1–5 мл ацетонітрилу зі швидкістю 1 мл/хв залежно від вмісту ІА в пробі. Отримані результати концентрування фенолу при об’ємі розчину – 0,2 л, наважці TX-SiO_2 0,03 г дозволили розробити методику фотометричного визначення фенолу на рівні ГДК. Правильність методики перевірена методом “введено-знайдено”.

1. Korenman, Y. I. and T. A. Nefedova. "Extraction-Photometric Determination of Phenol and Picric Acid in Each Others Presence." Journal of Analytical Chemistry of the Ussr 34.7 (1979): 1037-39.
2. Фомин Г.С. Вода. Контроль химической, бактериальной и радиационной безопасности по международным стандартам. Энциклопедический справочник. М.: Протектор, 1995, –С.618.
3. Коренман И. М. Фотометрический анализ. Методы определения органических соединений. М.: Химия, 1975, –С. 359