

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования

«САРАТОВСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ Н.Г. ЧЕРНЫШЕВСКОГО»

Кафедра аналитической химии и химической экологии

АНАЛИТИЧЕСКИЕ ВОЗМОЖНОСТИ МИЦЕЛЛЯРНО-ЭКСТРАКЦИОННЫХ
СИСТЕМ ОРГАНИЧЕСКИЙ РЕАГЕНТ – ФЕНОЛЬНЫЙ ТОКСИКАНТ

АВТОРЕФЕРАТ ВЫПУСКНОЙ КВАЛИФИКАЦИОННОЙ РАБОТЫ

студента 4 курса 411 группы

направления 04.03.01 – «Химия»

Института химии

Филатова Евгения Олеговича

Научный руководитель

профессор, д.х.н., доцент

_____ С.Ю. Доронин

подпись, дата

Зав. кафедрой

д.х.н., доцент

_____ Т.Ю. Русанова

подпись, дата

Саратов 2019

Введение

Фенол является одними из приоритетных загрязнителей объектов окружающей среды (ООС) (например, ПДК в питьевой воде – 0,001 мг/л). Поэтому создание точных, надежных методов определения этого токсиканта является одной из актуальных задач аналитической химии. Одной из чувствительных реакций определения фенолов является реакция Грисса, характеристики которой могут быть улучшены проведением ее в мицеллярных средах ПАВ. Этот подход позволил также улучшить характеристики и некоторых известных реакций диазотирования и азосочетания, а также использовать реакции, ранее не применявшиеся в анализе.

В последнее время в литературе применительно к анализу используют методологию экстракции на основе «точки помутнения» (CPE). Этот эффективный подход разрабатывался ранее для экстракции металлов и их комплексов, преимущественно неионными ПАВ. Это направление является одним из наиболее перспективных в аналитической химии. Однако в литературе не описано применение методологии CPE в реакциях определения фенолов в реакциях образования окрашенных аналитических форм.

В связи с вышесказанным, данная работа посвящена применению мицеллярной экстракции неионными ПАВ для цветометрического определения фенола.

Актуальность работы. Тест-определение фенола является одной из актуальных задач аналитической химии, т.к. фенол - чрезвычайно распространенный загрязнитель объектов окружающей среды.

Целью работы явилась разработка методики тест-определения фенола с применением системы: фенол - 4-аминоантипирин – $K_3Fe(CN)_6$ – Тритон X-100 - Na_2CO_3

Структура работы. Бакалаврская работа общим объемом 53 страницы машинописного текста состоит из введения, двух основных глав: 1 глава –

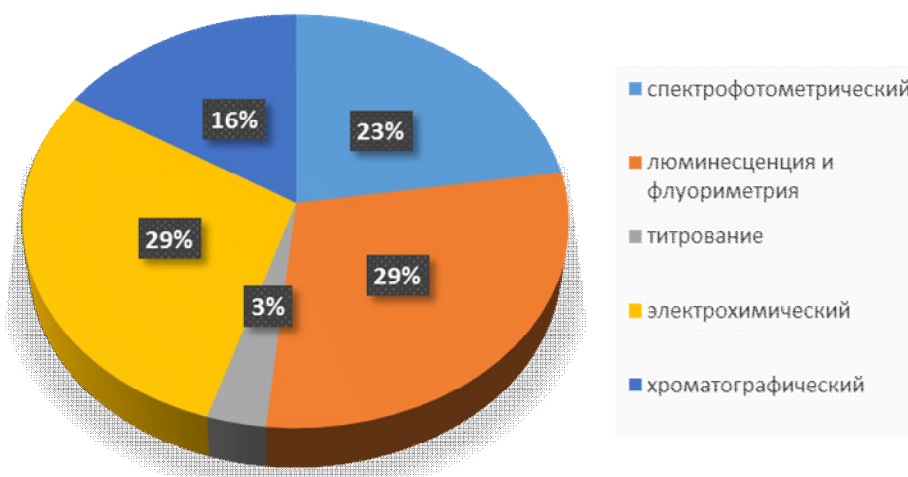
литературный обзор; 2 глава – экспериментальная часть (6 разделов) и заключения.

Практическая значимость: разработка тест-методик определения фенола в модельных растворах.

Основное содержание работы:

Первый раздел – литературный обзор: фенолы - как загрязнители объектов окружающей среды: методы определения.

Для определения фенола применялись такие методы, как спектрофотометрические, люминесцентные и флуориметрические, титрование, хроматографические и электрохимические. Наибольшее число публикаций (по 29%) приходится на люминесценцию и флуориметрию, а также на электрохимические методы анализа.



Второй раздел – экспериментальная часть, включает в себя следующие подразделы:

2.1 Реагенты и аппаратура

2.2 Изучение фазового равновесия в системе: Тритон X-100 – Na_2CO_3

2.2.1 Варьирование концентрации Тритона X-100

2.3 Выбор оптимальных условий мицеллярной экстракции в системе: Фенол - 4-аминоантипирин – $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ – Тритон X-100 - Na_2CO_3

2.3.1 Влияние концентрации Na_2CO_3

2.3.2 Изменение концентрации Тритона X-100

2.4 Спектрофотометрическое определение фенола

2.5 Тест-методика определения фенола

2.5.1 Визуально-колориметрическое определение

2.5.2 Цветометрическое определение

2.6 Цветометрическая обработка тест-средств и построение лепестковых диаграмм

Спектрофотометрическое определение фенола

Спектры поглощения имеют один максимум с $\lambda_{\text{макс}} = 500$ нм интенсивность которого возрастает при увеличении концентрации фенола, наблюдается увеличение оптической плотности. На рисунке 1 приведены электронные спектры поглощения этой системы при различных концентрациях фенола.

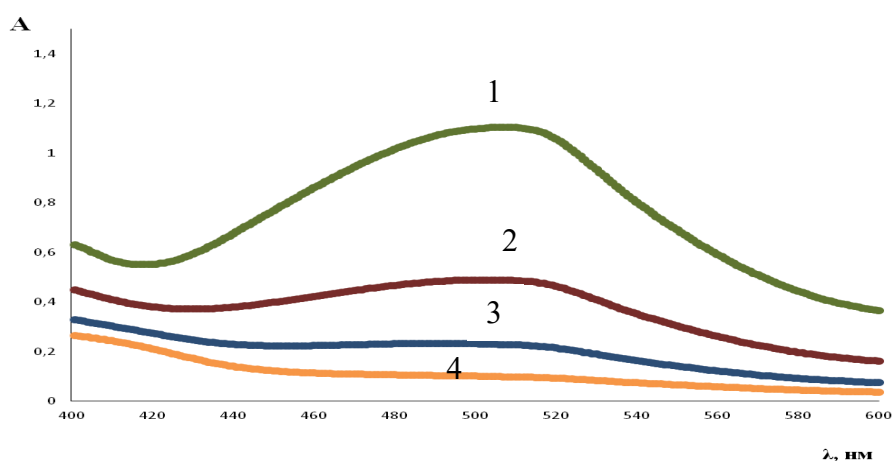


Рисунок 1 – Спектры поглощения Фенол - 4-аминоантипирин – $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ – Тритон X-100 - Na_2CO_3 относительно контрольного раствора.

$C_{4\text{-аминоантипирин}} = 1 \cdot 10^{-3}$ М; $C_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = 0,25$ М; $C_{\text{Тритон X-100}} = 3\%$; $C_{\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6} = 0,8\%$

$C_{\text{фенола}} = 1-2 \cdot 10^{-4}$; 2 – $1 \cdot 10^{-4}$; 3 – $5 \cdot 10^{-5}$; 4 – $2 \cdot 10^{-5}$

Концентрацию экстрагированного индофенола определяли по градуировочному графику, представленному на рисунке 2.

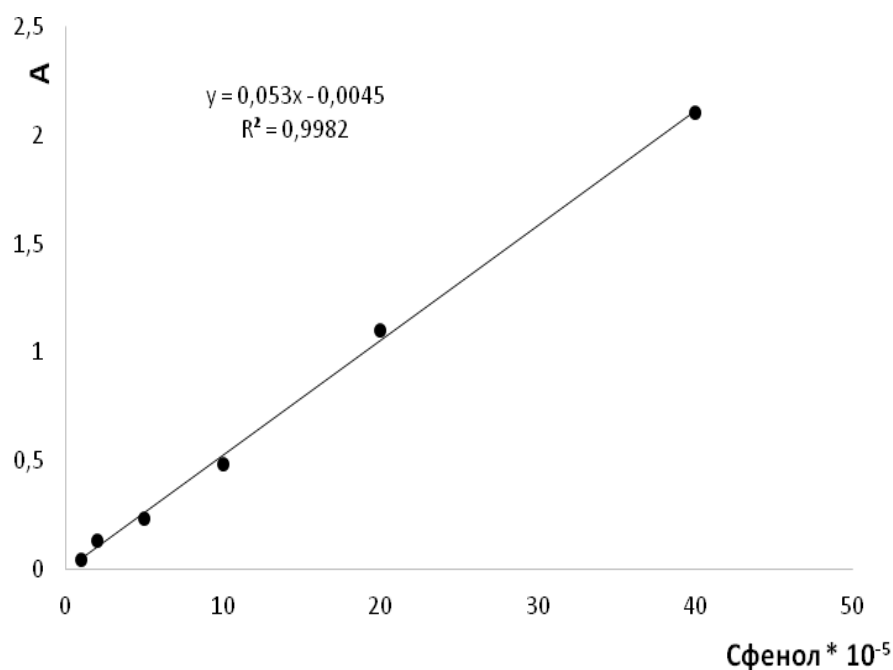


Рисунок 2 – Зависимость А от С фенола

Исходя из рис. 2 установлен ДОС фенола, который составил $2 \cdot 10^{-4}$ – $2 \cdot 10^{-5}$.

Предложенный способ позволил определять содержание фенола в диапазоне $2 \cdot 10^{-5}$ до $2 \cdot 10^{-4}$ М, при этом погрешность спектрофотометрического определения не превышала (6) %.

Разработка Тест-методики определения фенола Визуально-колориметрическое определение

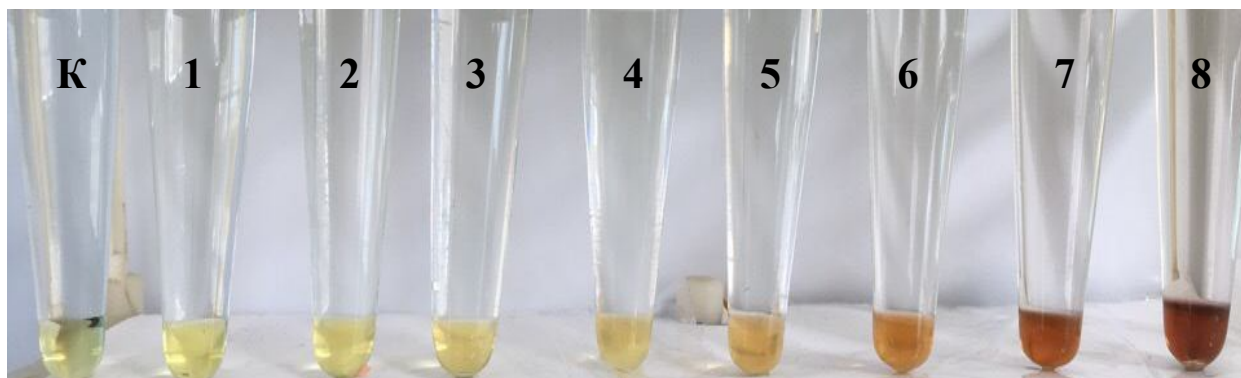


Рисунок 3 - Влияние концентрации фенола на систему Фенол - 4-аминоантипирин – $K_3Fe(CN)_6$ – Тритон X-100 - Na_2CO_3 .
С фенола: 1-0; 2- $1 \cdot 10^{-6}$; 3- $2 \cdot 10^{-6}$; 4- $4 \cdot 10^{-6}$; 5- $8 \cdot 10^{-6}$;
6 - $1 \cdot 10^{-5}$; 7- $2 \cdot 10^{-5}$; 8 - $4 \cdot 10^{-5}$; 9 - $1 \cdot 10^{-4}$

Как видно из рис. 3 данная система может быть применена для визуального определения фенола в диапазоне $1 \cdot 10^{-4}$ - $1 \cdot 10^{-6}$ М.

Цветометрическое определение

Для цветометрического определения фенола необходимую часть цветного изображения фаз ПАВ усредняли, применяя графический редактор AdobePhotoshop CS6, до одного пикселя с помощью фильтра «пикселизация». После усреднения цвета, у полученного изображения определяли яркость цветовых параметров R, G, B. По полученным параметрам строили градуировочные зависимости яркости цветового канала от концентрации фенола.

На рисунке 4 представлена зависимость яркости канала R (оптимальный параметр) от логарифма концентрации фенола. Уравнение регрессии имеет вид $y = 109x - 346$, коэффициент корреляции R^2 графической зависимости равен 0,98.

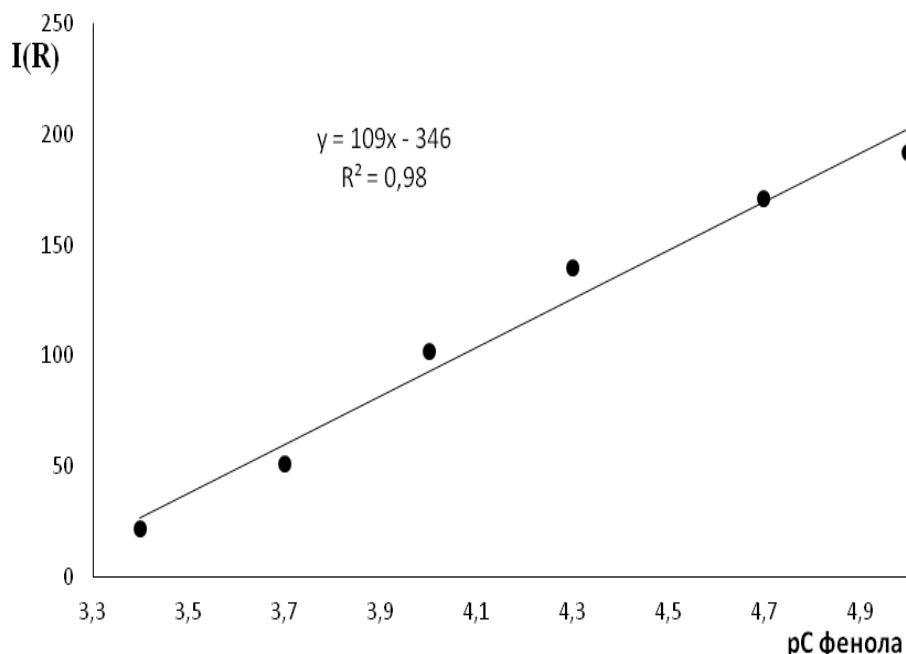


Рисунок 4- Зависимость яркости канала R от логарифма концентрации фенола в системе Фенол - 4-аминоантипирин – $K_3Fe(CN)_6$ – Тритон X-100 - Na_2CO_3 .

Как видно из рисунка 4, исследуемая система может быть применена для количественного цветометрического определения фенола.

Предложенный нами цветометрический способ, по сравнению со спектрофотометрическим, позволяет определять фенол на порядок ниже.

Предложенный способ позволил определять содержание фенола в диапазоне 1×10^{-4} до 1×10^{-6} М, что на порядок ниже ПДК фенола (0,001 мг/л), при этом погрешность цветометрического определения не превышала (10)%.

Построение лепестковых диаграмм

При количественном и качественном определении фенола обрабатывали цифровые изображения в виде лепестковых диаграмм (ЛД). Лепестковые диаграммы состоят из шести осей, отражающих значения интенсивности (F_i) цветовых координат в модели RGBСМУК. ЛД строили в оболочке электронных таблиц Microsoft Excel, для количественной оценки содержания фенола применяли геометрические параметры площадь (S) и периметр (P), которые рассчитывали по следующим формулам:

$$P = \sum \sqrt{a^2 + b^2 - 2ab * \cos(ab)}, (1),$$

$$S = \sum (1/2 a+b*\sin(ab)), (2),$$

где a, b – стороны треугольника; $\cos(ab)$ – \cos угла между сторонами a, b .
 $\sin(ab)$ – \sin угла между сторонами a, b .

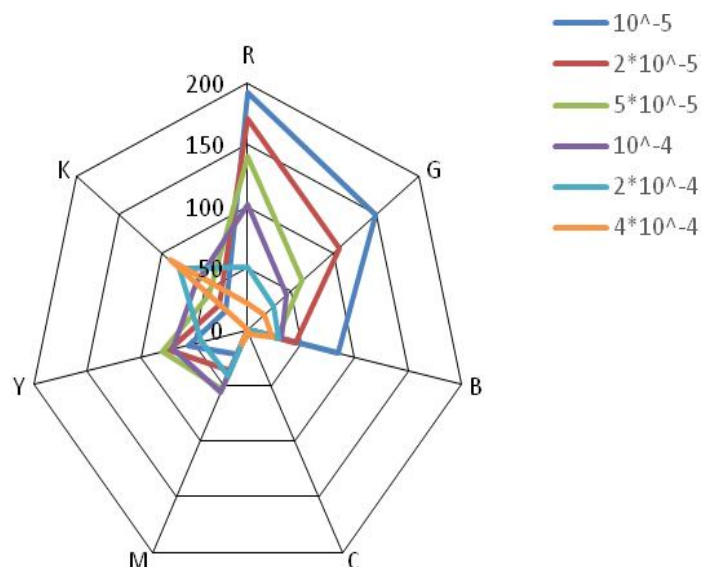


Рисунок 5 – Профили лепестковых диаграмм системы фенол - 4-аминоантипирин – $K_3Fe(CN)_6$ – Тритон X-100 - Na_2CO_3 .

Из рисунка 5 видно, что профиль лепестковой диаграммы не изменяется, при увеличении концентрации фенола, возрастает площадь и периметр профиля. На рисунке 6 представлены зависимости площади (S) и периметра (P) от логарифма концентрации фенола в системе фенол - 4-аминоантипирин – $K_3Fe(CN)_6$ – Тритон X-100 - Na_2CO_3 .

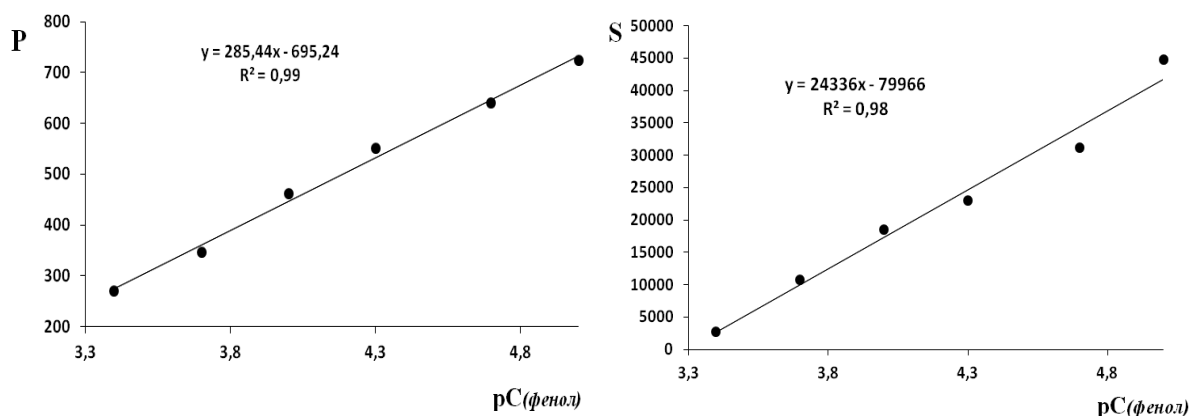


Рисунок 6 – Зависимость площади(S) и периметра(P) от логарифма концентрации фенола

Линейность градуировочных зависимостей наблюдалась в пределах 1×10^{-6} - 1×10^{-4} М, уравнения регрессии и величина достоверности аппроксимации, представленные на рисунке 6 имеют вид: периметр (P) $y=285,44x - 695,24$; $R^2=0,99$; площадь (S) $y=24336x - 79966$; $R^2=0,98$.

Заключение

1. В данной работе был проведен анализ данных литературы по различным способам определения фенолов в объектах окружающей среды.

Для эффективного концентрирования азосоединений - продуктов взаимодействия 4-аминоантипирина с фенолом предложена система: фенол - 4-аминоантипирин - $K_3Fe(CN)_6$ - Тритон X-100 - Na_2CO_3 . Установлены оптимальные условия: $1 \cdot 10^{-3}$ М 4-АА - 8%-ный $K_3Fe(CN)_6$ - 3%-ный Тритон X-100 - 0,25 М Na_2CO_3 .

2. Проведено спектрофотометрическое исследование системы: фенол - 4-аминоантипирин - $K_3Fe(CN)_6$ - Тритон X-100 - Na_2CO_3 . Для спектрофотометрического определения фенола ($\lambda_{\text{макс}} = 500$ нм.) закон Бугера-Ламберта-Бера подчиняется уравнению вида: $y = 0,053x - 0,0045$, $R^2 = 0,99$); Диапазон определяемых содержаний лежит в интервале $2 \cdot 10^{-5}$ - $2 \cdot 10^{-4}$ М.

3. Разработаны методики визуально-колориметрического (НГОС = $1 \cdot 10^{-6}$ М) и цветометрического определения фенола в модельных растворах (канал R): $y = 109x - 346$, $R^2 = 0,98$; НГОС = $1 \cdot 10^{-6}$ М)

4. Построены профили лепестковых диаграмм для определения фенола, получены зависимости их площади (S) и периметра (P) от концентрации фенола (P: $y = 285,44x - 695,24$, $R^2 = 0,99$; S: $y = 24336x - 79966$, $R^2 = 0,98$).