

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



(19) RU<sup>(11)</sup>

2142627<sup>(13)</sup> C1

(51) МПК<sup>6</sup> G01N30/00, G01N31/00,  
G01N33/18

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ  
СОБСТВЕННОСТИ,  
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

Статус: по данным на 27.09.2016 - прекратил действие

(21), (22) Заявка: 99101425/04, 26.01.1999

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
26.01.1999

(45) Опубликовано: 10.12.1999

(56) Список документов, цитированных в отчете о  
поиске: Кульбич Т.С., Козлова В.С. // Журн.  
аналит.химии, т.45, N 2, с.367 - 371. SU 449295 А,  
28.05.75. SU 567132 А, 06.09.77. SU 1247744 А,  
30.07.86. SU 1490637 А1, 30.06.89. SU 1168845 А,  
23.07.85. Сиггия С., Ханна Д.П. Количественный  
органический анализ по функциональным  
группам. - М.: Химия, 1973, с.52 - 56.

Адрес для переписки:  
394017, Воронеж, пр.Революции, 19,  
Воронежская государственная  
технологическая академия

(71) Заявитель(и):

Воронежская государственная  
технологическая академия,  
Институт биологии Коми научного центра  
Уральского отделения РАН

(72) Автор(ы):

Коренман Я.И.,  
Груздев И.В.,  
Фокин В.Н.,  
Кондратенок Б.М.

(73) Патентообладатель(и):

Воронежская государственная  
технологическая академия,  
Институт биологии Коми научного центра  
Уральского отделения РАН

(54) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МОНОХЛОРФЕНОЛОВ В ВОДНЫХ СРЕДАХ

(57) Реферат:

Способ применим в санитарно-эпидемиологическом контроле питьевых вод, состоянии природных водных объектов, а также степени очистки сточных вод химических производств. Способ включает химическую модификацию при использовании в качестве реагента-модификатора брома в количестве 0,05-0,25% к массе пробы, экстракционное концентрирование и газохроматографическое детектирование экстракта. Достигается повышение селективности и чувствительности анализа. 1 табл.

Изобретение относится к аналитической химии органических соединений (концентрирование и определение) и может быть использовано в санитарно-эпидемиологическом контроле питьевых вод, состояния природных водных объектов, а также степени очистки сточных вод химических производств.

Наиболее близким по технической сущности и достигаемому результату к заявляемому решению является способ определения хлорфенолов, предусматривающий химическую модификацию определяемых соединений уксусным ангидридом в соответствующие эфиры монохлорфенолов (Кульбич Т. С., Козлова В.С. // Журнал аналитич. химии. 1990. Т. 45. N 2. С. 367-371).

Недостатком прототипа является высокий предел обнаружения и полуколичественный выход производных.

Задачей изобретения является селективное определение монохлорфенолов в водной среде, снижение пределов обнаружения.

Поставленная задача достигается тем, что в способе определения монохлорфенолов в водных средах, включающем химическую модификацию, экстракционное концентрирование и газохроматографическое детектирование электронозахватным детектором (ДЭЗ), новым является то, что в качестве модифицирующего реагента применяется молекулярный бром в количестве 0,05-0,25% к массе пробы, при содержании монохлорфенолов в воде 0,1-10 мг/дм<sup>3</sup>.

Положительный эффект по предлагаемому способу достигается за счет того, что применяемый реагент-модификатор (бром) при взаимодействии с монохлорфенолами в водной среде образует дибромпроизводные монохлорфенолов, что позволяет значительно снизить пределы обнаружения монохлорфенолов, поскольку коэффициент захвата электронов в электронозахватном детекторе для атома брома в 10 раз выше, чем для атома хлора (Столяров Б.В., Савинов И.М., Витенберг А. Г. Руководство к практическим работам по газовой хроматографии. -Л.: Химия, 1988. С. 63).

Кроме того, дибромпроизводные монохлорфенолов образуются с количественным выходом, химически устойчивы и могут храниться в водном растворе до 48 час.

Способ определения монохлорфенолов в водных средах включает три этапа:

1) проведение химической модификации;

2) экстракционное концентрирование;

3) газохроматографическое детектирование.

Анализ выполняют по следующей методике. В мерную колбу помещают 1000 см<sup>3</sup> анализируемой пробы. Для проведения бромирования создают щелочную среду (глициновый буферный раствор, рН 9). Исходный объем пробы делят на две равные части, в одну из которых вводят стандартную добавку аттестованных образцов состава растворов монохлорфенолов; расчетная концентрация индивидуальных монохлорфенолов в пробе - 0,5 мг/дм<sup>3</sup>. В обе части пробы добавляют бромную воду; расчетное содержание брома в пробе 0,05 - 0,25%. Проводят бромирование анализируемых веществ в течение 10 мин. После завершения бромирования избыток брома удаляют раствором тиосульфата натрия; расчетная концентрация в пробе - 0,01 моль/дм<sup>3</sup>. Затем в обе части пробы вводят внутренний стандарт (2,4-дихлорфенол); расчетная концентрация в пробе - 0,05 мг/дм<sup>3</sup>. Перед проведением экстракции обе части пробы нейтрализуют соляной кислотой и устанавливают рН 2-3. Экстракцию проводят 1 см<sup>3</sup> бензола в течение 10 мин; 1-10 мм<sup>3</sup> полученных экстрактов вводят в газовый хроматограф. Концентрацию монохлорфенолов в анализируемой пробе вычисляют методом стандартной добавки с внутренним стандартом (2,4-дихлорфенол) (Новак Й. Количественный анализ методом газовой хроматографии. - М.: Мир, 1978.179 с).

$$C_{\text{с}} \text{ (мг/дм}^3\text{)} = \frac{1000 C_s V_s}{((S_i^*/S_i)(S_v/S_v^*)-1)V_i}$$

где  $C_s$  - массовая концентрация определяемого вещества в стандартной добавке, мг/см<sup>3</sup>,

$V_s$  - объем вводимой стандартной добавки, см<sup>3</sup>,

$V_i$  - объем анализируемой пробы, см<sup>3</sup>,

$S_i^*$ ,  $S_v^*$  - площади пиков определяемого вещества и внутреннего стандарта соответственно на

хроматограмме пробы с добавкой,

$S_i$ ,  $S_v$  - площади пиков определяемого вещества и внутреннего стандарта соответственно на хроматограмме пробы без добавки.

Условия газохроматографического определения: температура детектора - 300°C, температура испарителя - 350°C, температура термостата колонок - 140°C. В качестве газа-носителя применяют азот (ос.ч.): поток через колонку - 0,5 см<sup>3</sup>/мин, поддув детектора - 25 см<sup>3</sup>/мин, деление потока - 1:50. Продолжительность анализа составляет 40 мин.

Примеры осуществления способа

Пример 1. В мерную колбу помещают 1000 см<sup>3</sup> анализируемой пробы. Концентрация индивидуальных моноклорфенолов - 0,1 мкг/дм<sup>3</sup>. Для проведения бромирования создают щелочную среду (глицерольный буферный раствор, pH 9). Исходный объем пробы делят на две равные части, в одну из которых вводят стандартную добавку аттестованных образцов состава растворов моноклорфенолов; расчетная концентрация индивидуальных моноклорфенолов в пробе - 0,5 мкг/дм<sup>3</sup>. В обе части пробы добавляют бромную воду; расчетное содержание брома в пробе 0,005%. Проводят бромирование анализируемых веществ в течение 10 мин. После завершения бромирования избыток брома удаляют раствором тиосульфата натрия; расчетная концентрация в пробе - 0,01 моль/дм<sup>3</sup>. Затем в обе части пробы вводят внутренний стандарт (2,4-дихлорфенол); расчетная концентрация в пробе - 0,05 мг/дм<sup>3</sup>. Перед проведением экстракции обе части пробы нейтрализуют соляной кислотой и устанавливают pH 2-3. Экстракцию проводят 1 см<sup>3</sup> бензола в течение 10 мин; 1 - 10 мм<sup>3</sup> полученных экстрактов вводят в газовый хроматограф. Концентрацию моноклорфенолов в анализируемой пробе вычисляют методом стандартной добавки с внутренним стандартом (2,4-дихлорфенол).

Способ неосуществим, так как предел обнаружения (8 мкг/дм<sup>3</sup>) выше, чем по прототипу.

Пример 2. Содержание брома в пробе - 0,05%. Анализируют, как указано в примере 1. Предел обнаружения - 0,6 мкг/дм<sup>3</sup>. Способ осуществим.

Пример 3. Содержание брома в пробе - 0,08%. Анализируют, как указано в примере 1. Предел обнаружения - 0,4 мкг/дм<sup>3</sup>. Способ осуществим.

Пример 4. Содержание брома в пробе - 0,12%. Анализируют как указано в примере 1. Предел обнаружения - 0,25 мкг/дм<sup>3</sup>. Способ осуществим.

Пример 5. Содержание брома в пробе - 0,15%. Анализируют, как указано в примере 1. Предел обнаружения - 0,2 мкг/дм<sup>3</sup>. Способ осуществим.

Пример 6. Содержание брома в пробе - 0,25%. Анализируют, как указано в примере 1. Предел обнаружения - 0,1 мкг/дм<sup>3</sup>. Способ осуществим.

Пример 7. Содержание брома в пробе - 0,30%. Анализируют, как указано в примере 1. Предел обнаружения - 0,1 мкг/дм<sup>3</sup>. Способ осуществим.

Результаты определения моноклорфенолов в воде предлагаемым способом приведены в таблице.

Из примеров 1-7 и таблицы следует, что предлагаемый способ определения моноклорфенолов осуществим в диапазоне концентраций брома 0,05-0,25% по отношению к массе пробы. Дальнейшее увеличение содержания брома нецелесообразно, поскольку не оказывает существенного влияния на пределы обнаружения моноклорфенолов. При содержании брома менее 0,05% образуется недостаточное количество бромпроизводных моноклорфенолов.

По сравнению с прототипом предлагаемое техническое решение имеет следующие преимущества:

- более низкий предел обнаружения определяемых соединений;
- количественный выход производных;
- более высокие коэффициенты распределения производных между органической и водной фазами при экстракционном концентрировании;
- модифицирующий реагент более дешев и широко распространен.

Формула изобретения

Способ определения моноклорфенолов в водных средах, включающий химическую модификацию, экстракционное концентрирование и газохроматографическое детектирование экстракта, отличающийся тем, что в качестве реагента-модификатора применяют бром в количестве 0,05 - 0,25% к массе пробы.

#### РИСУНКИ

##### [Рисунок 1](#)

---

**ММ4А Досрочное прекращение действия патента Российской Федерации на изобретение из-за неуплаты в установленный срок пошлины за поддержание патента в силе**

Дата прекращения действия патента: **27.01.2001**

Номер и год публикации бюллетеня: **23-2002**

Извещение опубликовано: **20.08.2002**

---