

А.К. Свидерский¹, Ш.Ш. Хамзина², А.В. Сидоренко²,
О.С. Танабаев², Д.К. Маусымбаева², Б.К. Дюсеналин²

¹Павлодарский государственный университет им. С. Торайгырова, Казахстан;

²Инновационный Евразийский университет, Павлодар, Казахстан
(E-mail: katsostud@rambler.ru)

Разработка метода определения низких концентраций фенола в сточных водах жидкостной хроматографией

Экспериментально разработана методика определения фенола на хроматографе «Люмахром». В качестве детектора использован спектрофотометрический детектор СФД 3220. В результате разработки метода были определены оптимальные условия проведения хроматографического анализа: длина волны спектрофотометрического детектора — 248 нм, скорость подачи подвижной фазы — 100 мм³/мин, состав подвижной фазы — вода, ацетонитрил и фосфорная кислота в соотношении 79,9:20:0,1. Среднее время проведения анализа — 30 мин. Данная методика подходит для определения концентрации фенола вплоть до 0,01 мг/см³ при температуре 20 °С в присутствии экстрагированных из древесины веществ. Анализ полученных данных проведен с помощью программного обеспечения «МультиХром». Полученная методика была использована для определения концентрации фенола после адсорбции на брусках лиственных и хвойных древесных пород, таких как лиственница, вяз, клен, береза, сосна, тополь, ветла и осина.

Ключевые слова: фенол, подвижная фаза, сточные воды, хроматографический метод анализа, ацетонитрил, древесина, спектрофотометрический детектор, длина волны, разделение пиков, экстрагированные вещества.

Очистка сточных вод нефтеперерабатывающих предприятий от фенола является актуальной проблемой Павлодарского региона в связи с нахождением на территории области Павлодарского нефтехимического завода. Для последующих исследований в области очистки сточных вод требовалось провести точные анализы проб фенола.

Исследования по определению концентрации фенола проводились на жидкостном хроматографе «Люмахром». Подвижная фаза подавалась шприцевым насосом Н 1730 через предколонку KromasilC18 10×2,1 и колонку KromasilC18 120×2,1. В качестве детектора был использован спектрофотометрический детектор СФД 3220. Для обработки результатов анализов применялось программное обеспечение «МультиХром» [1].

На хроматографе «Люмахром» была экспериментально разработана методика определения фенола. Проведение ряда экспериментов показало, что наиболее оптимальной длиной волны спектрофотометрического детектора СФД 3220 является 248 нм.

В качестве подвижной фазы (ПФ) была выбрана смесь воды (В), ацетонитрила (А) и фосфорной кислоты (ФК) в объемном соотношении 29,9:70:0,1 [2]. Хроматографический анализ раствора фенола при составе подвижной фазы В:А:ФК = 29,9:70:0,1 показан на рисунке 1.

Определение содержания фенола в растворе осложнялось присутствием примеси, которая представляет собой растворенные в воде низкомолекулярные фрагменты древесины, продукты частичного гидролиза и экстрактивные вещества. При определении концентрации фенола один из пиков данных веществ накладывался на фенольный пик. Для улучшения разделения пиков скорость подачи подвижной фазы была последовательно снижена со 100 мм³/мин до 20 мм³/мин. Проводилось три анализа на данном хроматографе с каждым изменением скорости подачи подвижной фазы. На рисунке 2 приведен хроматографический анализ раствора фенола при составе подвижной фазы В:А:ФК = 29,9:70:0,1.

По хроматограмме видно, что на пик фенола (рис. 1, пик 11 и рис. 2, пик 13) накладывается пик экстрагированного вещества. Так как понижение скорости подачи подвижной фазы не способствовало разделению пиков, для решения данной проблемы необходимо было изменить состав подвижной фазы. При применении подвижной фазы В:А:ФК = 69,9:30:0,1 наблюдалась заметная дифференциация пиков, но полного разделения пиков не произошло (рис. 3).

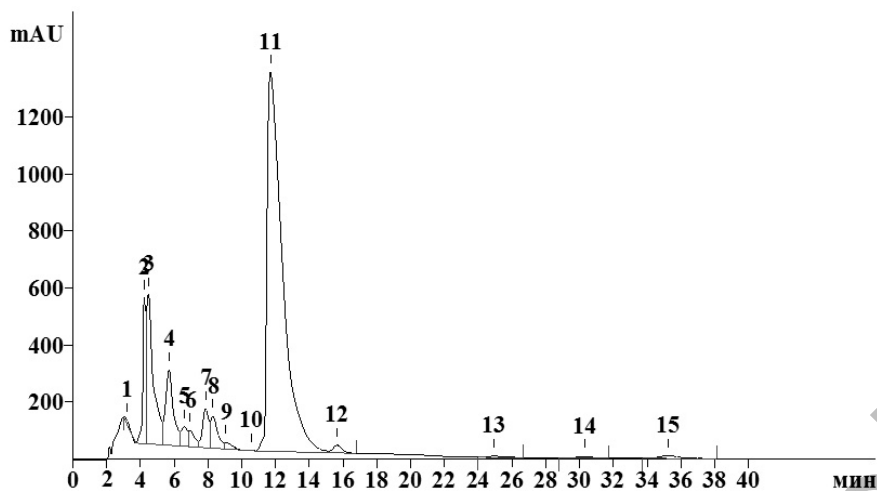


Рисунок 1. Хроматографический анализ раствора фенола после замачивания в нем бруска лиственницы при скорости подачи 100 мм³/мин (ПФ В:А:ФК = 29,9:70:0,1)

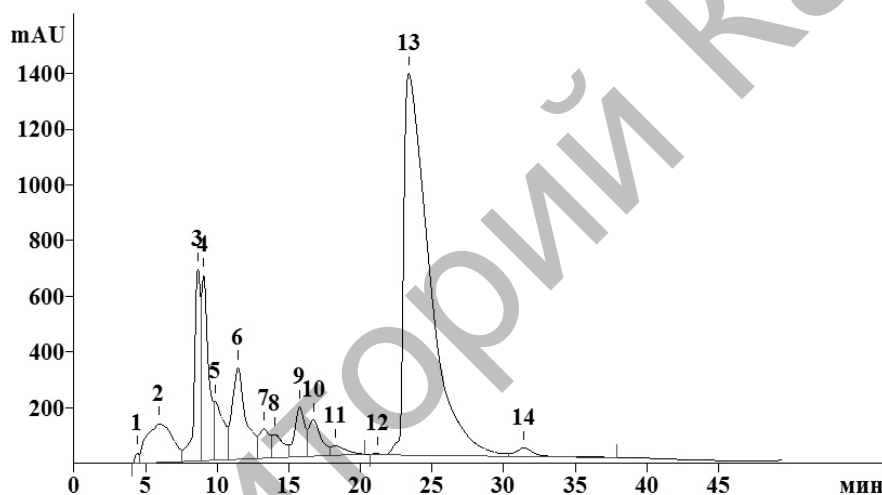


Рисунок 2. Хроматографический анализ раствора фенола после замачивания в нем бруска лиственницы при скорости подачи 50 мм³/мин (ПФ В:А:ФК = 29,9:70:0,1)

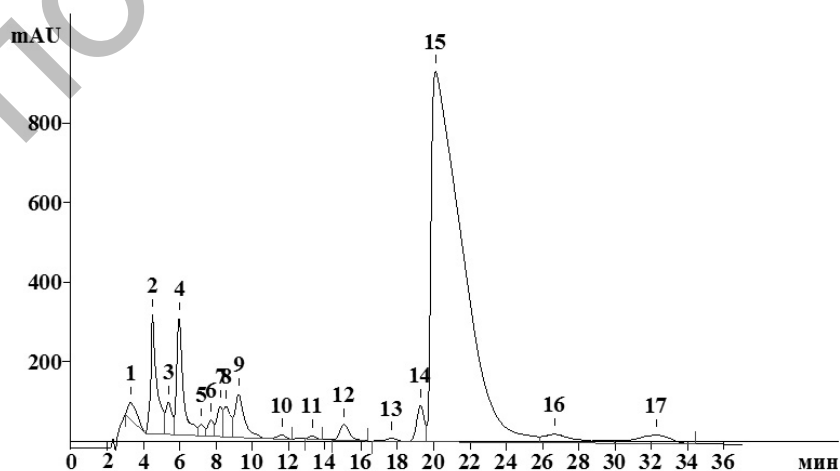


Рисунок 3. Хроматографический анализ раствора фенола после замачивания в нем бруска лиственницы при применении подвижной фазы состава В:А:ФК = 69,9:30:0,1 и скорости подачи 100 мм³/мин

На рисунке 4 показан хроматографический анализ раствора фенола при скорости подачи $50 \text{ мм}^3/\text{мин}$.

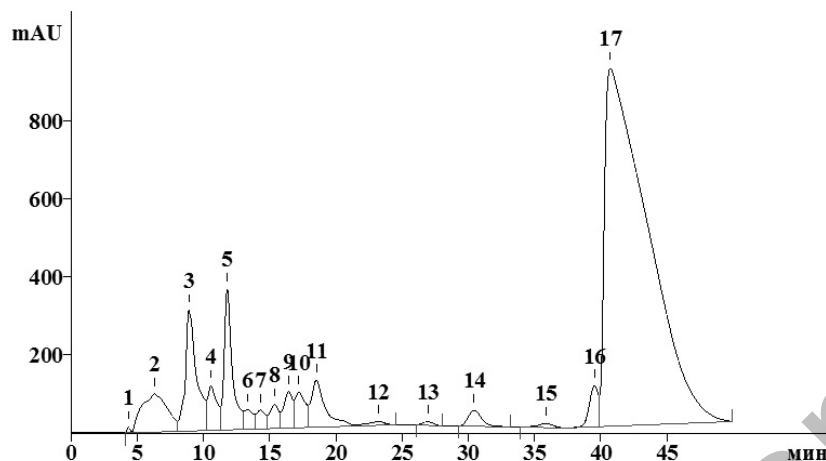


Рисунок 4. Хроматографический анализ раствора фенола после замачивания в нем бруска лиственницы при применении подвижной фазы состава В:А:ФК = 69,9:30:0,1 и скорости подачи $50 \text{ мм}^3/\text{мин}$

Оптимальное разделение пиков произошло при применении подвижной фазы состава В:А:ФК = 79,9:20:0,1. Данный состав подвижной фазы позволил вернуться к первоначальной скорости подачи $100 \text{ мм}^3/\text{мин}$. Такая методика проверялась для анализа растворов фенола после процесса адсорбции на древесине. Был проведен хроматографический анализ девяти подобных растворов фенола по три пробы (рис. 5). Во всех случаях наблюдалось полное отделение фенольного пика на хроматограмме.

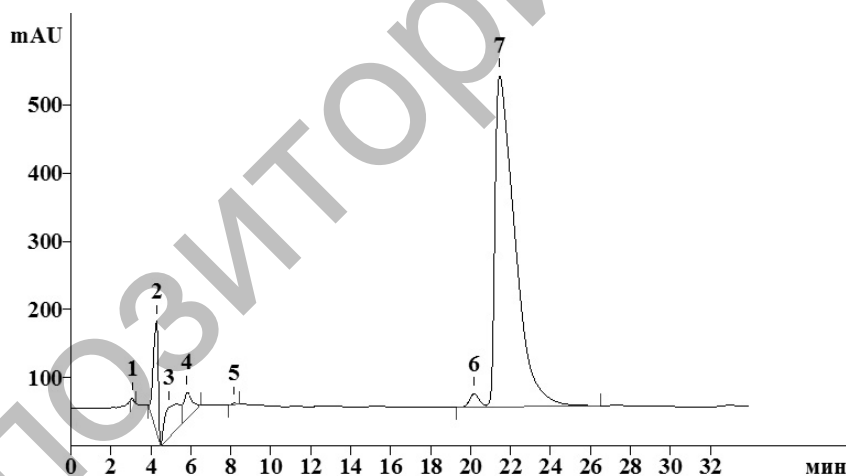


Рисунок 5. Хроматографический анализ раствора фенола после замачивания в нем бруска лиственницы при применении подвижной фазы состава В:А:ФК = 79,9:20:0,1 и скорости подачи $100 \text{ мм}^3/\text{мин}$

В результате разработки метода были определены оптимальные условия проведения хроматографического анализа: длина волны спектрофотометрического детектора — 248 нм, скорость подачи подвижной фазы — $100 \text{ мм}^3/\text{мин}$, состав подвижной фазы — вода, ацетонитрил и фосфорная кислота в соотношении 79,9:20:0,1. Среднее время проведения анализа — 30 мин. Данная методика подходит для определения концентрации фенола вплоть до $0,01 \text{ мг}/\text{см}^3$ при температуре $20 \text{ }^\circ\text{C}$ в присутствии экстрагированных из древесины веществ. Настоящая методика используется для определения концентрации фенола после адсорбции на древесных брусках.

Список литературы

- 1 Руководство по эксплуатации жидкостного хроматографа «Люмахром» 32900.00.00.00.00 РЭ. — СПб.: Люмэкс, 2013. — 76 с.
- 2 Шаповалова Е.Н., Пирогов А.В. Хроматографические методы анализа. — М.: Изд-во МГУ, 2007. — 204 с.

А.К. Сви́дерский, Ш.Ш. Хамзина, А.В. Сидоренко,
О.С. Танабаев, Д.К. Маусымбаева, Б.К. Дюсеналин

Ағымды сулардағы фенолдың төмен концентрацияларын сұйықтықтық хроматографиямен анықтау әдісін қалыптастыру

Эксперименталдық түрде фенолды «Люмахром» хроматографында анықтау әдісі қалыптастырылды. Детектор ретінде СФД 3220 спектрофотометрлік детектор қолданылды. Әдісті қалыптастыру нәтижесінде хроматографиялық талдауды өткізудің оңтайлы шарттары анықталды: спектрофотометрлік детектордың толқын ұзындығы — 248 нм, қозғалмалы фазаны беру жылдамдығы — 100 мм³/мин, қозғалмалы фазаның құрамы — сәйкесінше 79,9:20:0,1 қатынасындағы су, ацетонитрил және фосфор қышқылы. Талдау өткізудің орташа уақыты — 30 мин. Аталмыш әдіс фенолдың концентрациясы до 0,01 мг/см³ болғанға дейін температура 20 °С жағдайында ағаш сүрегінен экстракцияланған заттарды анықтауға жарайды. Алынған нәтижелерді талдау «МультиХром» бағдарламалық жабдығының көмегімен өткізілді. Әдістеме балқарағай, шегірін, үйенкі, аққайын, қарағай, терек, боз тал және ырғай сияқты жапырақты және қылқан жапырақты ағаш сұрыптарынан жасалған тақтайшаларға ағымды судан адсорбцияланған фенолдың концентрациясын анықтауға пайданылды.

Кілт сөздер: фенол, қозғалмалы фаза, ағымды сулар, талдаудың хроматографиялық әдісі, ацетонитрил, ағаш сүрегі, спектрофотометрлік детектор, толқын ұзындығы, шыңдардың бөлінуі, заттардың экстракциялануы.

A.K. Svidersky, Sh.Sh. Khamzina, A.V. Sidorenko,
O.S. Tanabayev, D.K. Mausymbaeva, B.K. Dyusenalin

Development of method for determining low concentrations of phenol in wastewater by liquid chromatography

Experimentally developed the method of determining phenol on «Lumachrom» chromatograph. As a detector was used spectrophotometric detector SFD 3220. As a result of method development were determined the optimal conditions for the chromatographic analysis: spectrophotometric detector wavelength — 248 nm, mobile phase flow rate — 100 mm³/min, mobile phase — water, acetonitrile and phosphoric acid in a ratio of 79.9: 20: 0.1. The average time of analysis — 30 min. This method is suitable for determining the phenol concentration up to 0.01 mg/cm³ at 20 °C in the presence of substances extracted from the wood. Data analysis was performed using the software «MultiChrom». The resulting technique is used for determining the phenol concentration after adsorption onto the bars of deciduous and coniferous tree species such as larch, elm, maple, birch, pine, poplar, willow and aspen.

Keywords: phenol, mobile phase, waste water, chromatographic analysis method, acetonitrile, wood, spectrophotometric detector, wavelength, separation of the peaks, extracted substance.

References

- 1 «Lumachrom» liquid chromatograph operating manual 32900.00.00.00.00 OM, Saint Petersburg: Lumex, 2013, 76 p.
- 2 Shapovalova E.N., Pirogov A.V. *Chromatographic methods of analysis*, Moscow: MSU Publ., 2007, 204 p.