

Тест-комплект по выполнению измерений  
измерений массовой концентрации фенолов  
в воде с применением фотометра  
ЭКСПЕРТ-003  
СТ-ТИТР Фенолы

Инструкция по измерению

## ВВЕДЕНИЕ

Фенолы - производные бензола с одной или несколькими гидроксильными группами. Группа моногидроксипроизводных бензола, объединяемая термином "летучие фенолы", включает в себя ряд соединений, перегоняющихся с водяным паром. Обычно к ним относят фенол, метилфенолы (крезолы), диметилфенолы (ксиленолы), этилфенолы, гваякол, моноклорфенолы и некоторые другие производные фенола с небольшими алкильными радикалами или другими заместителями. В том случае, когда летучие фенолы определяют фотометрическим методом с 4-аминоантипирином, выражая результат анализа в пересчете на собственно фенол, результат анализа обозначают также термином «фенольный индекс».

Производные фенола, имеющие в пара-положении такие заместители как алкильные, арильные или нитрогруппы, не вступают в реакцию с 4-аминоантипирином, поэтому даже при высокой концентрации их в воде они не будут включаться в показатель «фенольного индекса».

Фенолы могут образовываться в природных водах в результате естественных процессов метаболизма водных организмов, при биохимическом распаде и трансформации органических веществ. Основными источниками антропогенного поступления фенолов в водные объекты являются сточные воды многих отраслей промышленности - химической, коксо- и нефтехимической, текстильной, целлюлозно-бумажной и др.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) фенола в водных объектах рыбохозяйственного назначения составляет 0,001 мг/дм<sup>3</sup>. Эта же величина ПДК установлена для суммы летучих фенолов, выраженной в пересчете на фенол (фенольного индекса) для водных объектов хозяйственно-питьевого водопользования при условии применения хлора для обеззараживания воды в процессе ее очистки и при определении условий сброса сточных вод, подвергающихся обеззараживанию хлором, так как хлорпроизводные фенолов более токсичны, чем сам фенол. В других случаях допускается присутствие летучих фенолов в водных объектах хозяйственно-питьевого и культурно бытового водопользования в концентрации 0,1 мг/дм<sup>3</sup>.

В **СанПиН 2.1.4.1074-01** «Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения. Контроль качества» для фенольного индекса установлен норматив 0,25 мг/дм<sup>3</sup>.

Таким образом, определение фенолов на фотометре «Эксперт-003» с тест-комплект «Фенолы» следует проводить в воде, не подвергаемой дальнейшему обеззараживанию хлором. В противном случае, следует применять более чувствительные методики определения, например, **РД 52.24.480-2006**, **РД 52.24.488-2006**, **ПНД Ф 14.1:2.104-97**, **ПНД Ф 14.1:2.105-97** и пр.

## 1 НАЗНАЧЕНИЕ

Тест-комплект «Фенолы» предназначен для отбора и подготовки пробы воды к анализу на фотометре «Эксперт-003» с целью определения массовой концентрации фенолов в питьевых и природных водах.

Диапазон измерений массовой концентрации фенолов (в пересчете на фенол): 0,005-1,0 мг/дм<sup>3</sup>. Погрешность: ± 20% в диапазоне 0,05-0,1 мг/дм<sup>3</sup> и ± 15% в диапазоне 0,1-1,0 мг/дм<sup>3</sup>.

Тест-комплект «Фенолы» включает все необходимые материалы и реактивы для отбора и подготовки пробы к фотометрическому анализу. Расчет массовой концентрации фенолов (в пересчете на фенол) выполняется фотометром «Эксперт-003» автоматически по заводской градуировке, сохраненной в памяти.

Область применения: лабораторный анализ, экспресс-анализ в полевых условиях.

## 2 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на образовании красных антипириновых красителей - окрашенных соединений фенола, его производных и гомологов с 4-аминоантипирином в присутствии персульфата аммония при  $pH = 10,0 \pm 0,2$ . В реакцию практически не вступают *p*-крезол и те пара-замещенные фенолы, в которых замещающими группами являются алкил-, арил-, нитро-, бензоил-, нитрозо- и альдегидные группы. Частично реагируют пара-замещенные фенолы, в которых замещающими группами являются карбоксил-, галоген-, метоксил- и сульфатгруппы.

Оптическую плотность окрашенных растворов измеряют на фотометре «Эксперт-003» с картриджем «525» в кювете 50 мм относительно нулевого раствора.

Массовая концентрация фенолов (в пересчете на фенол) рассчитывается автоматически по градуировочному графику, сохраненному в памяти фотометра.

## 3 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

Определению мешают окислители, например, свободный хлор или гипохлориты, устраняемые добавлением тиосульфата и отстаиванием.

## 4 СОСТАВ ТЕСТ-КОМПЛЕКТА «ФЕНОЛЫ»

- Реагенты:

Реагент	50 определений	100 определений
<b>Реагент № 1</b> Аммонийно-аммиачный буферный раствор $pH = 10,0-10,2$	Флакон-капельница 30 см <sup>3</sup> раствора (2 шт.)	с Флакон-капельница с 30 см <sup>3</sup> раствора (4 шт.)
<b>Реагент № 2</b> 4-аминоантипирин	Пластиковая виала навеской 0,01 г (100 шт.)	с Пластиковая виала с навеской 0,01 г (200 шт.)
<b>Реагент № 3</b> 20 % раствор персульфата аммония	Флакон-капельница 30 см <sup>3</sup> раствора (1 шт.)	с Флакон-капельница с 30 см <sup>3</sup> раствора (2 шт.)

- Шприц 20 см<sup>3</sup> для отбора пробы
- Стакан пластиковый 50 см<sup>3</sup> – 2 шт.
- Палочка для перемешивания – 2 шт.

## 5 УСЛОВИЯ ХРАНЕНИЯ И ТРАНСПОРТИРОВАНИЯ

Тест-комплект следует хранить в сухом темном и прохладном месте при температуре от 0 до 20°C; транспортировать при температуре не ниже минус 5°C. Вскрывать реагенты непосредственно перед анализом.

Срок годности – 6 месяцев.

## 6 ОТБОР ПРОБЫ

Процедура отбора проб воды регламентируется требованиями **ГОСТ Р 56237-2014**, **ГОСТ 31861-2012** и др.

Отобрать шприцем 20 см<sup>3</sup> пробы исследуемой воды и перенести в стакан.

**ПРИМЕЧАНИЕ** При наличии в воде взвешенных и коллоидных веществ пробу предварительно отфильтровать.

## 7 ОБРАБОТКА ПРОБЫ

В стакан с 20 см<sup>3</sup> пробы внести реагенты в следующем порядке:

- **Реагент № 1** – 8 капель
- **Реагент № 2** – содержимое виалы
- **Реагент № 3** – 4 капли

Перемешать раствор палочкой и оставить на 5 минут для развития окраски.

## 8 ПРИГОТОВЛЕНИЕ ХОЛОСТОЙ ПРОБЫ

Отобрать шприцем 20 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и перенести во второй стакан. Далее внести реагенты в том же порядке, что и при обработке пробы.

## 9 ИЗМЕРЕНИЕ

- Включить фотометр «Эксперт-003». Установить картридж **«525»**. Нажать кнопку **«ИЗМ»**. Кнопками **«←»** и **«→»** выбрать градуировку **«Фенолы»** (см. Протокол градуировок). При необходимости выполнить градуировку по стандартным растворам фенола (**Приложение А**).
- Внести в кювету 50 мм холостую пробу, приготовленную по п. 8 (с момента внесения последнего реагента должно пройти ровно 5 минут). Установить кювету в фотометрической ячейке.
- Нажать кнопку **«Ф1»** (или **«НОЛЬ»** для модели фотометра «Диалог») для обнуления показания оптической плотности.
- Извлечь кювету, вылить холостую пробу. Залить в кювету пробу, обработанную по п. 7 (с момента внесения последнего реагента должно пройти ровно 5 минут).
- Установить кювету в фотометрической ячейке, дождаться стабилизации показания оптической плотности и считать значение массовой концентрации фенолов с дисплея фотометра с округлением до предпоследнего знака.
- Если измеренное значение превышает 1,0 мг/дм<sup>3</sup> (верхнюю границу диапазона измерений), разбавить пробу дистиллированной водой и повторить операции по п.п. 7-9. Измеренное значение концентрации должно находиться в пределах 0,005-1,0 мг/дм<sup>3</sup>. Для расчета конечного результата умножить измеренное значение концентрации на коэффициент разбавления.

## Приложение А

### Градуировка фотометра по стандартным растворам фенола

Используя аттестованный раствор фенола (ГСО или др.), приготовить шкалу стандартных растворов с массовой концентрацией 0,0; 0,005; 0,01; 0,03; 0,05; 0,1; 0,3; 0,5; 1,0 мг/дм<sup>3</sup>.

Отобрать по 20 см<sup>3</sup> каждого из стандартных растворов и обработать реагентами в соответствии с п. 7.

Выполнить градуировку фотометра в соответствии с Руководством по эксплуатации, используя картридж «525» и кювету 50 мм. В качестве холостой пробы при обнулении показания оптической плотности использовать обработанный нулевой раствор (с концентрацией фенола 0 мг/дм<sup>3</sup>).

Выполненная градуировка будет сохранена в памяти фотометра под выбранным номером.