

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ  
СОБСТВЕННОСТИ,  
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

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

2170926<sup>(13)</sup> C1

(51) МПК 7 G01N30/70

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

Статус: по данным на 27.09.2016 - прекратил действие

(21), (22) Заявка: **2000100713/28, 10.01.2000**

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
**10.01.2000**

(45) Опубликовано: **20.07.2001**

(56) Список документов, цитированных в отчете о  
поиске: **RU 2117285 C1, 10.08.1998. RU 2142627  
C1, 10.12.1999. RU 94012872 A1, 27.01.1996. FR  
2551550 A1, 08.03.1985.**

Адрес для переписки:  
**394017, г.Воронеж, пр. Революции, 19, ВГТА,  
отдел ОСМП**

(71) Заявитель(и):

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

(72) Автор(ы):

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

(73) Патентообладатель(и):

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

(54) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФЕНОЛА В ПОЧВЕ

(57) Реферат:

Изобретение относится к аналитической химии. В предлагаемом способе осуществляется введение в молекулу фенола шести атомов галогенов и применение для детектирования 2,4,6-трибромфенилтрифторацетата детектора электронного захвата, чувствительность которого к галогенсодержащим соединениям в 100 раз выше, чем пламенно-ионизационного детектора. Кроме того, введение в молекулу фенола трех атомов брома значительно повышает гидрофобность молекулы, что обеспечивает при жидкостной экстракции количественное извлечение анализируемого вещества в органическую фазу, последующее ацилирование 2,4,6-трибромфенола улучшает его газохроматографические свойства. Технический результат - снижение предела обнаружения. 1 табл.

Изобретение относится к аналитической химии органических соединений (концентрирование и определение) и может быть использовано в санитарно-эпидемиологическом контроле содержания фенола в почвенном покрове, загрязненном выбросами предприятий нефтепереработки, нефтехимии и других отраслей промышленности.

Наиболее близким по технической сущности и достигаемому результату к заявляемому решению является способ определения фенола, предусматривающий химическую модификацию йодистым метилом в соответствующий эфир фенола - анизол и газохроматографическое детектирование с пламенно-ионизационным детектором (Сироткина Н. Н., Маруняк М.Н., Добров В.С. // Гигиена и санитария. - 1985. - № 9. - С. 66]. Недостатками прототипа являются низкая чувствительность способа и полуколичественное образование эфира вследствие возможности протекания побочных реакций - алкилирование по атомам углерода в ароматическом ядре фенола [Демьянов П.И. // Журн. аналит. химии. - 1992. - Т. 47. - № 12. - С. 1945].

Задачей изобретения является определение фенола в почве, снижение предела обнаружения.

Поставленная задача достигается тем, что для определения фенола в почве, включающем двухстадийную химическую модификацию, экстракционное концентрирование и газохроматографическое детектирование, новым является то, что в качестве реагентов-модификаторов применяют бром в количестве 0,05 - 0,25% и трифторуксусный ангидрид (ТФУА) в количестве 0,5 - 2,0% к массе пробы, а для детектирования используют детектор электронного захвата (ДЭЗ).

Положительный эффект по предлагаемому способу достигается за счет введения в молекулу фенола шести атомов галогенов и применения для детектирования 2,4,6-трибромфенилтрифторацетата ДЭЗ, чувствительность которого к галогенсодержащим соединениям в ~ 100 раз выше, чем пламенно-ионизационного детектора [Количественный анализ хроматографическими методами / Под ред. Э. Кэц. - М.: Мир, 199. - С. 97].

Кроме того, введение в молекул фенола трех атомов брома значительно повышает гидрофобность молекулы, что обеспечивает при жидкостной экстракции количественное извлечение анализируемого вещества в органическую фазу, а последующее ацилирование 2,4,6-трибромфенола улучшает его газохроматографические свойства - уменьшает полярность молекулы и понижает температуру кипения. Получаемые 2,4,6-трибромфенол и его трифторацетат образуются с количественными выходами, химически и термически устойчивы.

Способ определения фенола в почве включает пять этапов:

- перевод фенола из почвы в водно-щелочной раствор;
  - получение в водном растворе 2,4,6-трибромфенола;
  - жидкостную экстракцию органическим растворителем;
  - получение в органическом экстракте 2,4,6-трибромфенилтрифторацетата;
  - определение эфира фенола методом капиллярной газожидкостной хроматографии с ДЭЗ.
- Анализ выполняют по следующей методике. В коническую колбу помещают навеску воздушно-сухой почвы массой 10-100 г и обрабатывают в течение часа 100 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия (0,1 моль/дм<sup>3</sup>). Полученную водно-щелочную вытяжку отфильтровывают и вводят внутренний стандарт - п-динитробензол (расчетная концентрация в пробе - 0,005 мг/дм<sup>3</sup>). Исходный объем фильтрата делят на две равные части, в одну из которых вводят стандартную добавку аттестованного образца состава раствора фенола; расчетная концентрация в пробе - 0,005 мг/дм<sup>3</sup>. В обе части пробы добавляют бромную воду; расчетное содержание брома в пробе 0,05 - 0,25%. Бромирование проводят в течение 10 минут. После завершения бромирования избыток брома удаляют раствором тиосульфата натрия; расчетная концентрация в пробе - 0,01 моль/дм<sup>3</sup>. Перед проведением экстракции обе части пробы нейтрализуют до рН 2-3 добавлением соляной кислоты и экстрагируют 1 см<sup>3</sup> толуола в течение 10 минут. Полученные экстракты отбирают (0,5 см<sup>3</sup>) и высушивают Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Добавляют в обе части пробы катализатор - трибензиламин (расчетная концентрация в экстракте - 10 мг/см<sup>3</sup>) и трифторуксусный ангидрид (расчетное содержание ангидрида в пробе 0,5-2,0%). Ацилирование проводят в течение 5 мин; 1 - 10 мм<sup>3</sup> полученных экстрактов анализируют методом капиллярной газовой хроматографии.

Условия газохроматографического определения: температура детектора - 300°C. температура

испарителя - 320°C, температура термостата колонок - 140°C. Газ-носитель - 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.

Примеры осуществления способа

Пример 1

В коническую колбу помещают навеску воздушно-сухой почвы массой 10-100 г и обрабатывают в течение часа 100 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия (0,1 моль/дм<sup>3</sup>). Полученную водно-щелочную вытяжку отфильтровывают и вводят внутренний стандарт п-динитробензол (расчетная концентрация в пробе - 0,005 мг/дм<sup>3</sup>).

Исходный объем фильтрата делят на две равные части, в одну из которых вводят стандартную добавку аттестованного образца состава раствора фенола; расчетная концентрация в пробе - 0,005 мг/дм<sup>3</sup>. В обе части пробы добавляют бромную воду; расчетное содержание брома в пробе 0,005%. Бромирование проводят в течение 10 минут. После завершения бромирования избыток брома удаляют раствором тиосульфата натрия; расчетная концентрация в пробе - 0,01 моль/дм<sup>3</sup>. Перед проведением экстракции обе части пробы нейтрализуют до pH 2-3 добавлением соляной кислоты и экстрагируют 1 см<sup>3</sup> толуола в течение 10 минут. Полученные экстракты отбирают (0,5 см<sup>3</sup>) и высушивают Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Добавляют в обе части пробы катализатор - трибензиламин (расчетная концентрация в экстракте - 10 мг/см<sup>3</sup>) и трифторуксусный ангидрид (расчетное содержание ангидрида в пробе 0,05%). Ацилирование проводят в течение 5 мин; 1 - 10 мм<sup>3</sup> полученных экстрактов вводят в газовый хроматограф.

Содержание фенола в анализируемом образце почвы ( $\omega$ , мг/кг) рассчитывают по формуле [Новак Й. Количественный анализ методом газовой хроматографии. - М.: Мир, 1978. - 179 с.]:

$$\omega = \frac{2000 C_s V_s}{\left( \frac{S_i^* S_V^*}{S_i S_V} - 1 \right) m_p}$$

где C<sub>s</sub> - массовая концентрация аттестованного образца состава раствора фенола, мг/см<sup>3</sup>,

V<sub>s</sub> - объем вводимой стандартной добавки, см<sup>3</sup>,

m<sub>p</sub> - масса навески почвы, г,

S<sub>i</sub><sup>\*</sup>, S<sub>V</sub><sup>\*</sup> - площади пиков 2,4,6-трибромфенилтрифторацетата и внутреннего стандарта на хроматограмме пробы с добавкой, мм<sup>2</sup>,

S<sub>i</sub>, S<sub>V</sub> - площади пиков 2,4,6-трибромфенилтрифторацетата и внутреннего стандарта на хроматограмме пробы без добавки, мм<sup>2</sup>.

Способ неосуществим, так как предел обнаружения (240 мкг/кг) выше, чем по прототипу.

Пример 2.

Содержание брома - 0,05%, ТФУА - 0,5%. Анализируют, как указано в примере 1. Предел обнаружения - 18 мкг/кг. Способ осуществим.

Пример 3.

Содержание брома - 0,08%, ТФУА - 0,8%. Анализируют, как указано в примере 1. Предел обнаружения 12 мкг/кг. Способ осуществим.

Пример 4.

Содержание брома - 0,12%, ТФУА - 1,0%. Анализируют, как указано в примере 1. Предел обнаружения 8 мкг/кг. Способ осуществим.

Пример 5.

Содержание брома - 0,15%, ТФУА - 1,5%. Анализируют, как указано в примере 1. Предел

обнаружения 6 мкг/кг. Способ осуществим.

Пример 6.

Содержание брома - 0,25%, ТФУА - 2,0%. Анализируют, как указано в примере 1. Предел обнаружения 3 мкг/кг. Способ осуществим.

Пример 7.

Содержание брома - 0,3%, ТФУА -3,0%. Анализируют, как указано в примере 1. Предел обнаружения 3 мкг/кг. Способ осуществим.

Результаты определения фенола в почве предлагаемым способом приведены в табл. 1.

Из примеров 1-7 и табл. 1 следует, что предлагаемый способ определения фенола в почве осуществим в диапазоне концентраций брома 0,05 - 0,25% и ТФУА 0,5 - 2,0% по отношению к массе пробы. Дальнейшее увеличение содержания реагентов нецелесообразно, поскольку не оказывает существенного влияния на предел обнаружения фенола. При содержании брома < 0,05% и ТФУА < 0,05% образуется недостаточное количество 2,4,6-трибромфенилтрифторацетата.

По сравнению с прототипом предлагаемое техническое решение имеет следующие преимущества:

- более низкий предел обнаружения фенола в почве;
- количественный выход производных фенола;
- количественное извлечение при экстракционном концентрировании;
- более простое аппаратное решение;
- модифицирующие реагенты доступны и широко распространены.

#### Формула изобретения

Способ определения фенола в почве, включающий двухстадийную химическую модификацию, экстракционное концентрирование и газохроматографическое детектирование, отличающийся тем, что в качестве реагентов-модификаторов применяют бром в количестве 0,05 - 0,25% и трифторуксусный ангидрид в количестве 0,5 - 2,0% к массе пробы, а для детектирования используют детектор электронного захвата.

#### 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: **10.01.2002**

Номер и год публикации бюллетеня: **23-2003**

Извещение опубликовано: **20.08.2003**

---