

УДК 543.381 : 547.56

## К ВОПРОСУ О ТОЧНОСТИ СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИХ ОЦЕНОК СУММАРНОГО СОДЕРЖАНИЯ ФЕНОЛОВ

**Т.В. Антонова, В.И. Вершинин, В.А. Иванова, П.В. Шилигин**

Омский государственный университет им. Ф.М. Достоевского  
Россия, 644077, г Омск, пр. Мира, 55а  
[antonova\\_omgu@rambler.ru](mailto:antonova_omgu@rambler.ru)

Поступила в редакцию 24 июля 2012 г.,  
после исправления – 16 октября 2012 г.

На модельных смесях известного состава проверена правильность оценок суммарного содержания фенолов  $c_{\Sigma}$ . Стандартная методика спектрофотометрического определения фенольного индекса с 4-аминоантипирином ведет к заниженным (иногда в несколько раз) оценкам  $c_{\Sigma}$ , что объясняется меньшей чувствительностью определения замещенных, многоатомных и бициклических фенолов по сравнению с простейшим фенолом (стандартным веществом). Лучшие результаты дает реакция с диазотированной сульфаниловой кислотой (ДСК). В оптимальных условиях (рН = 7.3, 360 нм) чувствительность определения разных фенолов с ДСК примерно одинакова, и погрешность оценки  $c_{\Sigma}$  (моль/л) в пересчете на фенол не превышает 20 % отн.

**Ключевые слова:** гидрохимический анализ, спектрофотометрия, фенолы, суммарные содержания, интегральные показатели, фенольный индекс.

**Антонова Татьяна Владимировна** – доцент кафедры аналитической химии ОмГУ, кандидат химических наук.

Области научных интересов – анализ природных и сточных вод, спектрофотометрический анализ.

Автор более 30 опубликованных работ.

**Вершинин Вячеслав Исаакович** – зав. кафедрой аналитической химии ОмГУ, доктор химических наук, профессор.

Области научных интересов - анализ неразделенных смесей органических соединений; математические аспекты химического анализа; история, методология и методика преподавания аналитической химии.

Автор более 180 опубликованных работ, в том числе ряда монографий, учебников и патентов.

**Иванова Вера Александровна** – студентка 5 курса химического факультета ОмГУ. Области научных интересов – гидрохимический анализ.

**Шилигин Петр Владимирович** – студент 5 курса химического факультета ОмГУ. Области научных интересов – спектрофотометрический анализ, интегральные показатели состава.

Автор 1 опубликованной работы.

### Введение

Предприятия коксохимической, нефтехимической и целлюлозно-бумажной промышленности сбрасывают в водоемы фенол, крезолы, ксиленолы, хлорфенолы, гваякол, производные лигнина и другие фенольные соединения [1]. Их токсичность весьма различна. Так, например, ПДК<sub>в</sub> 2,4,6-трихлорфенола – 0.4, фенола - 1, о-крезола – 50, а ксиленолов – 250 мкг/дм<sup>3</sup> [2]. Тем не менее, содержания индивидуальных фенолов в водах редко определяют порознь [3]. Обычно смесь фенолов, содержащихся в пробе, переводят в однотипные дериваты (хинонимины или азокрасители)

[4], измеряют оптическую плотность раствора при выбранной длине волны и рассчитывают интегральный показатель (ИП) по градуировочному графику, построенному по растворам стандартного вещества. Примером ИП является фенольный индекс (ФИ), то есть оценка суммарного содержания (в пересчете на C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>ОН) летучих фенолов, реагирующих с 4-аминоантипирином. Определяют ФИ по реакции (1) – табл. 1.

Реакция (1) лежит в основе стандартных методик [5-8]. Для повышения чувствительности и селективности анализа летучие фенолы отгоняют с паром, а окрашенные продукты их взаимодействия с 4-аминоантипирином и K<sub>3</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>]

Таблица 1

Используемые химические реакции

№ реакции	Химическая реакция
(1)	
(2)	

экстрагируют хлороформом. При прочих равных условиях величина ФИ ( $c^*$ , мг/дм<sup>3</sup>) тем выше, чем выше суммарное содержание фенолов ( $c_{\Sigma}$ ). Изучая загрязнение природных вод смесями фенолов, в качестве ПДК принимают величину ФИ, равную 1 мкг/дм<sup>3</sup> [8]. Критическое значение ФИ питьевой воды по действующим в РФ санитарным нормам составляет 0.25 мг/дм<sup>3</sup> [9].

Суммарное содержание фенолов можно оценить и по реакции Грисса, применяя в качестве реагентов диазотированную сульфаниловую кислоту (ДСК) [10-12], диазотированный пара-нитроанилин [12-14] и другие амины [3-5]. Реакция с ДСК идет по схеме (2) – табл. 1.

Фенольный индекс и аналогичные ему интегральные показатели – чувствительные, экспрессные, но весьма неточные оценки  $c_{\Sigma}$ . Эти оценки субъективны, так как  $c^*$  зависит не только от состава пробы, но и от выбора стандартного вещества и условий измерения  $A_{\Sigma}$ . Величину  $\delta c = (c^* - c_{\Sigma}) / c_{\Sigma}$  можно считать относительной погрешностью оценки  $c_{\Sigma}$  [15,16]. Обычно  $\delta c$  хорошо воспроизводится, то есть это преимущественно систематическая погрешность. Отличия  $c^*$  от  $c_{\Sigma}$  можно объяснить следующими факторами:

- а) *неселективностью фотометрической реакции*: азосоставляющими в реакции (2) могут быть не только фенолы, но и ароматические амины [4];
- б) *инертностью некоторых замещенных фенолов* (например, пара-крезола) в реакциях образования хинониминнов и азокрасителей [5];
- в) *неодинаковой чувствительностью определения разных фенолов* [3,17], что связано с различием спектров поглощения их дериватов, разной скоро-

стью дериватизации, а также различной молярной массой определяемых соединений;

г) *неаддитивностью светопоглощения* смесей фенолов после дериватизации.

Метрологические аспекты спектрофотометрического определения фенолов изучены недостаточно, а влияние фактора ( $\gamma$ ) на результаты фотометрического определения фенолов вообще не исследовано. К сожалению, в практике гидрохимического анализа близость  $c^*$  и  $c_{\Sigma}$  не проверяют, а правильность используемых методик контролируют только методом добавок. При этом ограничиваются добавками стандартного вещества (простейшего фенола  $C_6H_5OH$ ), которые, естественно, определяются с высокой точностью ( $\pm 2\%$  [10],  $\pm 5\%$  [7]). Поскольку в водах есть и другие фенолы, реальная погрешность оценки  $c_{\Sigma}$  должна быть намного выше, определить уровень этой погрешности методом стандартных добавок нельзя.

Цель наших исследований – повышение точности спектрофотометрических оценок суммарного содержания фенолов в природных и сточных водах. Достижение цели требует систематических исследований: сначала на смесях известного состава, а затем и на реальных объектах – природных и сточных водах разного типа. Настоящая статья содержит результаты первого этапа работы (анализ модельных смесей).

### Объекты и методики исследования

Из реагентов х.ч. и ч.д.а. готовили смеси, содержащие фенол (**Ф**), 2-метилфенол (**о-крезол**, **ОК**), 3-метилфенол (**м-крезол**, **МК**), резорцин (**Р**), нафтол-1 (**Н1**) и нафтол-2 (**Н2**) – табл. 2.

Таблица 2

Формулы реагентов и их условные обозначения

Формула						
Условное обозначение	Ф	ОК	МК	Р	Н1	Н2

Исходные водные растворы (0.01 моль/дм<sup>3</sup>) получали по точным навескам, более разбавленные растворы и модельные смеси готовили разбавлением и анализировали сразу после приготовления. Смеси содержали 2-4 компонента, соотношения их молярных концентраций не превышали 10:1. Выбор модельных соединений определяется как составом сточных вод, так и необходимостью сопоставления свойств фенолов разного типа. Летучесть фенолов при отборе модельных соединений не учитывали, поскольку содержание фенолов часто определяют без предварительной отгонки. Следует учесть, что фенолы, замещенные в пара-положении, в реакциях типа (1) и (2) неактивны.

Дериватизацию фенолов проводили при комнатной температуре двумя способами.

**Способ А** – по стандартной методике [14, с. 374], включающей добавление аммиачного буферного раствора с pH = 10, 4-аминоантипина и K<sub>3</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>]. После 15-минутной экспозиции проводили двукратную экстракцию образовавшихся хинониминных красителей хлороформом. Оптическую плотность экстракта измеряли на приборе КФК-2 (λ<sub>эфф</sub> = 490 нм, l = 50 мм), окраска устойчива в течение часа. Сходимость данных при повторном приготовлении растворов характеризуется значениями s<sub>r</sub> порядка 2-3 %.

**Способ Б** – по методике [12, с. 77], включающей добавление NaHCO<sub>3</sub> и ДСК. После 10-минутной экспозиции фотометрировали образовавшиеся азокрасители при выбранной аналитической длине волны (АДВ) на приборе КФК-3-01. При повторном приготовлении растворов значения s<sub>r</sub> составляют 0.5-1.5 %. Растворы устойчивы в течение 3-5 часов.

Спектры регистрировали на спектрофотометре СФ-2000 в интервале от 300 до 600 нм. Для фенола градуировки строили, используя ГСО 7270-96. Градуировочные зависимости для всех фенолов находили методом МНК, причем каждый раствор готовили трижды, а результаты измерений

Таблица 3

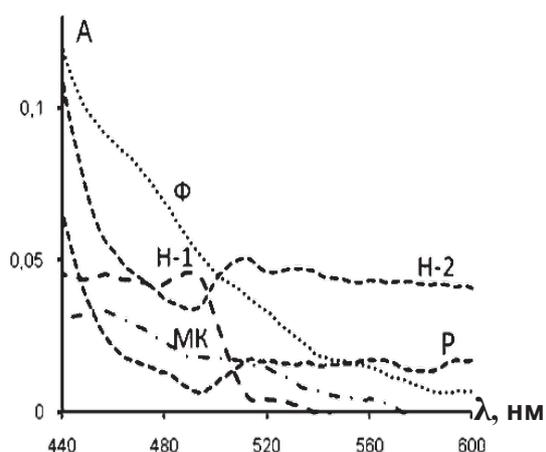
Коэффициенты чувствительности при определении индивидуальных фенолов по реакциям типа (1) с использованием молярных и массовых концентраций

Аналит	K <sub>l</sub> , дм <sup>3</sup> · мкмоль <sup>-1</sup>	K <sub>m</sub> , дм <sup>3</sup> · мкг <sup>-1</sup>
Фенол	1.15 ± 0.01	11.7 ± 0.1
Нафтол-1	1.02 ± 0.02	6.7 ± 0.2
Нафтол-2	0.79 ± 0.02	5.4 ± 0.2
Мета-крезол	0.53 ± 0.02	4.9 ± 0.2
Резорцин	0.29 ± 0.02	2.3 ± 0.2
Параметр T	3.96	5.1

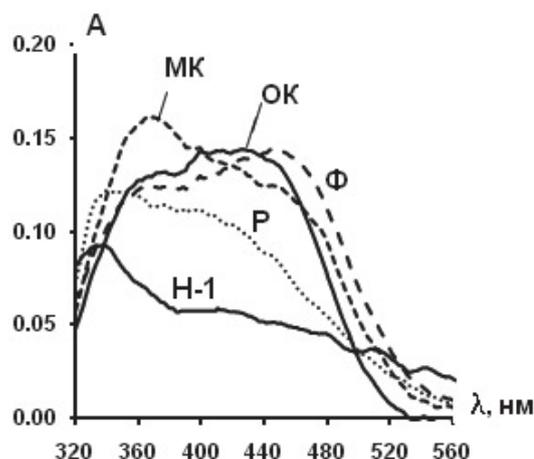
усредняли. Статистическую обработку данных вели традиционным методом, предполагая нормальное распределение случайных погрешностей (n = 3, P = 0,95). Аддитивность сигналов проверяли, используя критерии, описанные в статье [18], преимущественно 3s-критерий.

### Оценка суммарного содержания фенолов по величине фенольного индекса

Спектры поглощения экстрактов, полученных по способу А, показаны на рис. 1, а. При 460-490 нм C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>ОН дает более высокие аналитические сигналы, чем другие фенолы. В области концентраций 0.05-0.30 мкмоль/дм<sup>3</sup> градуировочные графики для всех исследуемых фенолов линейны (R<sup>2</sup> = 0.98-0.99). Наклоны графиков (коэффициенты чувствительности K<sub>l</sub>) при определении фенолов по реакции (1) различаются, образуется веер градуировочных графиков. Чувствительность определения C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>ОН при 490 нм достоверно выше, чем чувствительность определения крезолов, нафтолов и резорцина (табл. 3). Та же закономерность наблюдается и при меньших длинах волн.



а



б

Рис. 1. Спектры поглощения хинониминных (а) и азокрасителей (б), полученных из разных фенолов. Концентрации индивидуальных фенолов – 2·10<sup>-7</sup> моль/дм<sup>3</sup> (а) и 10<sup>-5</sup> моль/дм<sup>3</sup> (б)

Таблица 4

Оценка суммарного содержания фенолов в смесях по величине фенольного индекса (ФИ)

Содержание аналитов, мкг/дм <sup>3</sup>						с* (ФИ), мкг/дм <sup>3</sup>	δс, %	
Ф	МК	Р	Н1	Н2	с <sub>Σ</sub>		Эксперимент	Прогноз по [15]
8.50	-	-	-	13.02	21.52	18.2	-15.4	-32.5
8.50	-	-	13.02	-	21.52	16.8	-21.9	-25.9
-	-	-	13.02	13.02	26.05	13.0	-50.1	-48.2
-	9.77	9.95	-	-	19.72	4.5	-77.2	-69.4
-	-	9.95	13.02	-	22.97	4.5	-80.3	-58.9
-	9.77	-	-	13.02	22.79	2.7	-88.2	-55.6

Примечание: «-» – компонент в смеси отсутствует

Отношение наибольшего и наименьшего коэффициентов чувствительности при определении разных фенолов в одних и тех же условиях далее обозначается символом  $T$ . Как доказано в работе [19], чем выше  $T$ , тем большими по модулю должны быть, при прочих равных условиях, систематические погрешности оценки  $c_{\Sigma}$ . Реакция с 4-аминоантипирином ведет к высоким значениям  $T$  (3-4 единицы) и, следовательно, сумма фенолов должна определяться весьма неточно, давая  $\delta c$  на уровне десятков, а то и сотен процентов. Если градуировочные зависимости строить для массовых (а не молярных) концентраций, различия индивидуальных фенолов по чувствительности их определения усилятся из-за различия молярных масс, и это приведет к дальнейшему росту погрешностей. Примером могут быть данные по эквимольным бинарным смесям фенолов (табл. 4).

Во всех случаях оценки  $c_{\Sigma}$  оказались систематически заниженными. В некоторых случаях найденные значения ФИ были в 5-8 раз ниже действительного содержания фенолов. Это согласуется с теоретическими выкладками [15, 19]. Значения  $\delta c$ , прогнозируемые по алгоритму [15] с учетом коэффициентов чувствительности, довольно близки к реальным значениям  $\delta c$ , а небольшие расхождения – следствие случайных погрешностей измерений.

Очевидно, заниженные оценки суммарного содержания фенолов по величине фенольного индекса объясняются меньшей чувствительностью определения замещенных, многоатомных и полициклических фенолов по сравнению со стандартным веществом (простейшим фенолом) [17]. Причиной неравенства  $c^* < c_{\Sigma}$  может быть и неаддитивность аналитических сигналов, вызванная взаимодействием аналитов в ходе их дериватизации [20]. Однако специальная проверка показала, что статистически достоверные отклонения от аддитивности наблюдаются лишь для некоторых фенольных смесей, причем они могут быть как положительными, так и отрицательными, а их величина не превышает 20 % отн. Неравенство же  $c^* < c_{\Sigma}$  характерно для всех смесей, а значения  $|\delta c|$  нередко превышают 50 %. Следовательно, неаддитивность сигналов не может быть основной причиной заниженных оценок  $c_{\Sigma}$ .

По-видимому, измеряя фенольный индекс природных и сточных вод по реакции с 4-аминоантипирином, нельзя добиться приблизительного равенства  $c^*$  и  $c_{\Sigma}$ . Для правильной оценки суммарного содержания фенолов надо использовать другие способы дериватизации. А именно те, которые ведут к примерно одинаковой чувствительности определения всех фенолов.

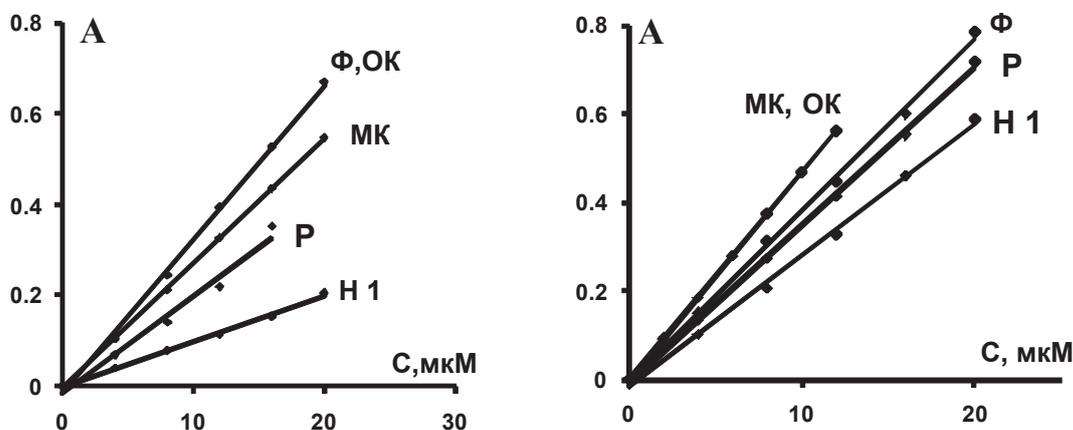


Рис. 2. Вееры градуировок при определении фенолов по реакции (2). Левый:  $\lambda = 450$  нм, pH = 8.3; правый:  $\lambda = 360$  нм, pH = 7.3

## Оценка суммарного содержания фенолов по реакции с ДСК

Спектры поглощения азокрасителей, полученных из разных фенолов по реакциям типа (2), различаются меньше, чем спектры хинониминных красителей (рис. 1, б). В условиях, рекомендуемых для определения фенолов по реакции с ДСК, градуировочные графики линейны, отличаются по наклону (рис. 2, левый), причем параметр  $T$  близок к 3. Эмпирическая оптимизация условий анализа (варьирование  $\lambda$ , pH и времени экспозиции) позволила нам уменьшить  $T$  до 1.52. (рис. 2, правый).

Чувствительность определения простейшего фенола в оптимизированных условиях оказалась не максимальной, а близкой к средней чувствительности определения других фенолов (табл. 5). Это должно было улучшить точность оценки  $c_{\Sigma}$  при использовании фенола в качестве стандартного вещества [15], что и было подтверждено в эксперименте (табл. 6). Без оптимизации условий анализа суммарные содержания фенолов (в моль/дм<sup>3</sup>) в модельных смесях оценивали с погрешностями, не превышающими 60 % (по модулю). После оптимизации эти погрешности не превышали 20 %, а в большинстве случаев - 10 %. При этом оценки  $c_{\Sigma}$  для одних смесей были занижены, а для других - завышены, в соответствии с их составом и коэффициентами чувствительности компонентов.

Предельные значения погрешностей, найденные по выборке, включающей 20 модельных смесей разного качественного и количественного состава, оказались близки к значениям, прогнозируемым по алгоритму [19] (табл. 7). Отметим, что состав конкретных смесей при прогнозировании предельных погрешностей не учитывается. Для расчетов требуется только перечень возможных компонентов смеси и чувствительность определения каждого из них.

При использовании массовых концентраций чувствительность определения простейшего фенола по реакции (2) превышает чувствительность

Таблица 5

Коэффициенты чувствительности при определении индивидуальных фенолов по реакции (2) на разных длинах волн

Аналит	Значения $K_i$ , $10^3$ дм <sup>3</sup> ·моль <sup>-3</sup>		
	450 нм	490 нм	360 нм (оптим.)
Фенол	33.8	15.5	38.8
Орто-крезол	32.9	22.5	45.1
Мета-крезол	27.4	17.6	47.0
Резорцин	21.4	12.8	35.6
Нафтол-1	10.0	7.6	29.7
Параметр $T$	3.38	2.96	1.52

Таблица 7

Интервалы погрешностей (% отн.) при оценке суммарного содержания фенолов в 20 смесях по реакции с ДСК (в пересчете на  $C_6H_5OH$ , моль/дм<sup>3</sup>)

Условия	Эксперимент	Прогноз по [19]
450 нм, pH = 8.3	от -62 до -6	от -70 до 0
490 нм, pH = 8.3	от -50 до 29	от -49 до 45
360 нм, pH = 7.3	от -5 до 18	от -24 до 17

определения остальных фенолов. В этом случае оценки содержания суммарного содержания фенолов (мг/дм<sup>3</sup>) должны быть несколько заниженными, что было подтверждено в эксперименте.

## Заключение

Судя по результатам наших исследований, измеренные по стандартным методикам значения ФИ природных и сточных вод должны быть существенно ниже, чем суммарные содержания фенольных соединений в тех же водах. Сопоставительный анализ некоторых сточных вод фотометрическим методом и методом ВЭЖХ [17, 21] подтверждает этот вывод. Составители американского стандарта

Таблица 6

Погрешности при оценке суммарного содержания фенолов в смесях по реакции (2) после оптимизации методики

Ф	Содержание фенолов, мкмоль/дм <sup>3</sup>					$c_{\Sigma}$	$c^*$ , мкмоль/дм <sup>3</sup>	$\delta c$ , %
	МК	ОК	Р	Н1				
4.0	-	4.0	-	-	8.0	7.4	7.6	
-	4.0	4.0	-	-	8.0	9.4	17.9	
-	-	4.0	4.0	-	8.0	7.9	-1.7	
-	4.0	-	-	4.0	8.0	7.6	-5.0	
4.0	4.0	-	-	4.0	12.0	11.4	-4.9	
2.0	6.0	-	-	2.0	10.0	10.8	8.2	
6.0	2.0	2.0	-	-	10.0	10.9	9.3	
2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	10.0	9.6	-4.1	

Примечание: «-» – компонент в смеси отсутствует.

ASTM D1783-01(2007) также считают ФИ не истинной, а *минимальной* концентрацией фенолов в исследуемой воде [22]. Степень проявления различий между  $c^*$  и  $c_{\Sigma}$  должна зависеть от состава смеси фенолов в исследуемой пробе. В частности, стоки целлюлозно-бумажных комбинатов содержат довольно мало  $C_6H_5OH$ , но много гваякола и других продуктов деструкции лигнина [23, 24], малоактивных в реакции (1). В подобных случаях о загрязненности воды фенольными соединениями нельзя судить по величине ФИ. Лучшие результаты могут быть получены с применением реакции (2), особенно при проведении ее в условиях, нивелирующих чувствительность определения разных фенолов.

Достоверное отличие ФИ от суммарного содержания фенольных соединений в исследуемой воде не мешает использовать этот интегральный показатель в ходе мониторинга, в качестве *относительной* характеристики загрязненности водоемов при сходных источниках загрязнения. Состав соответствующих фенольных смесей будет приблизительно одинаков, а это приведет к выполнению условия  $c^*_1 / c^*_2 \approx c_{\Sigma 1} / c_{\Sigma 2}$ . Однако использовать ФИ в качестве *абсолютной* характеристики загрязненности фенолами любых природных и сточных вод, а также нормировать значения ФИ не следует. По нашему мнению, это может привести к недооценке степени реального техногенного загрязнения водоемов.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Воробьева Т.В., Терлецкая А.В., Куцевская Н.Ф. Стандартные и унифицированные методы определения фенолов в природных и питьевых водах и основные направления их совершенствования // Химия и технология воды. 2007. Т. 29, № 4. С. 370-390.
2. Руководство по химическому анализу морских вод. РД 52.10.243-92. С.-Пб., Гидрометеиздат. 1993. 264 с.
3. Лейте В. Определение органических загрязнений питьевых, природных и сточных вод. М.: Химия. 1975. 199 с.
4. Коренман И.М. Фотометрический анализ. Методы определения органических соединений. М.: Химия. 1975. 359 с.
5. Унифицированные методы анализа вод. Под ред. Ю.Ю.Лурье. М.: Химия, 1973. 376 с.
6. Количественный химический анализ вод. Методика выполнения измерений суммарных содержаний летучих фенолов в пробах природных и очищенных сточных вод экстракционно-фотометрическим методом после отгонки с паром. ПНД Ф 14.1:2.105-97. Утверждено Госкомитетом РФ по охране окружающей среды 21.03.1997.
7. Массовая концентрация летучих фенолов в водах. Методика выполнения измерений ускоренным экстракционно-фотометрическим мето-

дом без отгонки. РД 52.24.480-2006. Утверждено Роскомгидрометом 20.12. 2006.

8. Массовая концентрация летучих фенолов в водах. Методика выполнения измерений экстракционно-фотометрическим методом после отгонки с паром. РД 52.24.488-2006. Утверждено Росгидрометом 25.09. 2006.
9. СанПиН 2.1.4.559-96. Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения. Контроль качества. Санитарные правила и нормы
10. Hilton C.L. Colorimetric identification and estimation of phenolic antioxidants / Anal. Chem. 1960. V. 32, № 3. P. 383-387.
11. Гоготов А. Ф., Лужанская И.М. Азопроизводные лигнина. Применение реакции с солями диазония для исследования лигнина // Химия растительного сырья. 2005. №4. С. 10-24.
12. Сиггия С., Ханна Дж. Количественный органический анализ по функциональным группам / Пер. с англ. А.П. Сергеева. М.: Химия, 1983. 672 с.
13. Whitlock L.R. Siggia S., Smola J. E. Spectrophotometric analysis of phenols and of sulfonates by formation of an azo dye // Anal. Chem. 1972. V. 44, № 3. P.532-536.
14. Лурье Ю.Ю. Аналитическая химия промышленных сточных вод. М.: Химия, 1984. 448 с.
15. Вершинин В.И., Бриленок Н.С., Цюпко Т.Г. Методология спектрофотометрического анализа смесей органических соединений. Погрешность оценки суммарного содержания аналитов с учетом их коэффициентов чувствительности // Ж. аналит. химии. 2012. Т. 67, № 7. С. 715-720.
16. Baena J.R., Valcarcel M. Total indices in analytical sciences // Trends in Analytical Chemistry. 2003. V. 22, № 10. P. 641.
17. Магасумова А.Т. Совершенствование системы экоаналитического контроля и мониторинга фенола и его производных в водных объектах в зоне влияния химических и нефтехимических предприятий. Автореферат дисс... канд. хим. наук. Казань, 2012. 20 с.
18. Аддитивна ли оптическая плотность смесей в ИК-области? / С.В. Усова и [др.] // Аналитика и контроль. 2011. Т. 15, № 1. С. 78-86.
19. Методология анализа неразделенных смесей. Пределы погрешности при оценке суммарного содержания аналитов в пересчете на стандартное вещество / В.И. Вершинин и [др.] // Ж. аналит. химии. 2012. Т. 67, № 12 ( в печати).
20. Власова И.В., Вершинин В.И., Цюпко Т.Г. Методология спектрофотометрического анализа смесей органических соединений. Проблема неаддитивности светопоглощения // Ж. аналит. химии. 2011. Т. 66, № 1. С. 24-33.

21. Определение ряда фенолов в поверхностных и сточных водах методом ВЭЖХ с электрохимическим детектированием / Р.М. Хатмуллина и [др.] // Башкирский химический журнал. 2008. Т. 15, № 3. С. 48-52.
22. Standard Test Methods for Phenolic Compounds in Water. ASTM D1783 - 01(2007)
23. Оптимизация нормирования сброса стоков предприятий ЦБП в водотоки / Т.Ф. Личутина и [др.]. Екатеринбург: УРО РАН, 2005. 211 с.
24. Черноусов Ю.И., Иванов Н.А., Пиялкин В.Н. Органические вещества сточных вод сульфатно-целлюлозного производства. III. Фенолы // Химия древесины. 1975, № 2. С.105-111.

## TO THE PROBLEM OF PRECISION SPECTROPHOTOMETRIC ASSESSMENTS OF THE TOTAL CONTENT OF PHENOLS

*T.V. Antonova, V. I. Vershinin, V.A. Ivanova, P.V. Shiligin*

*Omsk State University n.a. F.M. Dostoevsky*

On model mixtures of known composition correctness of assessments of a total content of phenols is checked up ( $c_{\Sigma}$ ). The standard procedure spectrophotometric determination with 4-aminopyrine leads determination of a phenolic index to underestimated (sometimes in some times) to assessments  $c_{\Sigma}$ , that speaks smaller sensitivity of determination replaced, multinuclear and dicyclic phenols in comparison with the elementary phenol (standard substance). The best results are given with reaction with diazotized sulfanilic acid (DSA). In optimum conditions (pH 7.3, 360 nm) sensitivity of determination of different phenols with DSA is almost identical, and the error of an assessment  $c_{\Sigma}$  (mole/l) in recalculation on phenol does not exceed 20 % relative.

**Keywords:** The hydrochemical analysis, spectrophotometric analysis, phenols, total content, integrated parameters, a phenolic index.