T 64 (8)

ИЗВЕСТИЯ ВЫСШИХ УЧЕБНЫХ ЗАВЕДЕНИЙ. Серия «ХИМИЯ И ХИМИЧЕСКАЯ ТЕХНОЛОГИЯ»

V 64 (8)

ChemChemTech

2021

2021

DOI: 10.6060/ivkkt.20216408.6436

УДК: 543.05 : 547.3

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ И ЦВЕТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЕНОЛА С 4-АМИНОАНТИПИРИНОМ

Э.И. Цыгулева, С.Ю. Доронин

Эльмира Иршатовна Цыгулева*, Сергей Юрьевич Доронин

Кафедра аналитической химии и химической экологии, Саратовский государственный университет им. Н.Г. Чернышевского, Астраханская ул., 83, Саратов, Российская Федерация, 410012 E-mail: tatianaahrimova@mail.ru*, doroninsu@mail.ru

Впервые исследована экстракция индофенола, образованного по реакции 4-аминоантипирина с фенолом и K₃Fe(CN)₆ в присутствии неионного поверхностно-активного вещества (ПАВ) Тритона Х-100 в щелочной среде с применением методологии мицеллярной экстракции на основе «точки помутнения». Для создания pH и в качестве высаливающего агента применяли водные растворы карбоната натрия. Последний, оказывая высаливающий эффект, способствует фазовому разделению в исследуемой системе на мицеллярную фазу, насыщенную ПАВ (Тритоном Х-100) и водную фазу, обедненную ПАВ без дополнительного нагревания при комнатной температуре. Установлены оптимальные условия фазового разделения в системе 4-аминоантипирин – $K_3Fe(CN)_6$ – Тритон X-100 - Na₂CO₃: 1·10⁻³ M 4-AA; 8%-ный K₃Fe(CN)₆; (3–7)%-ный Тритон X-100; 0,25 М Na₂CO₃. Показано, что мицеллярнонасыщенные фазы ПАВ (Тритон X-100), эффективно экстрагируют аналитическую форму (индофенол), могут быть предложены для экстракционно-спектрофотометрического и цветометрического определения фенола. Так, для спектрофотометрического определения фенола ($\lambda_{makc} = 500$ нм) закон Бугера-Ламберта-Бера подчиняется уравнению вида: y = 0.053x - $-0,005, R^2 = 0,99$). Диапазон определяемых содержаний находится в интервале $2 \cdot 10^{-5} - 2 \cdot 10^{-4}$ М. Разработана методика экстракционно-иветометрического определения фенола в водных средах (канал цветности R): y = 109x - 346, $R^2 = 0,98$; $H \Gamma O C = 1.10^{-6}$ M). Построены профили лепестковых диаграмм для цветометрического определения фенола, получены зависимости их площади (S) и периметра (P) от его концентрации (P: y = 225x - 634; $R^2 = 0.99$; S: y = 18972 x -- 73663; $R^2=0.97$).

Ключевые слова: фенол, поверхностно-активные вещества, мицеллярная экстракция в "точке помутнения", цветометрия, фенольный индекс, 4-аминоантипирин

SPECTROPHOTOMETRIC AND COLORIMETRIC DETERMINATION OF PHENOL WITH 4-AMINOANTIPIRINE

E.I. Tsygulyova, S.Yu. Doronin

Elmira I. Tsygulyova*, Sergei Yu. Doronin

Department of Analytical Chemistry and Chemical Ecology, Saratov State University, Astrakhanskaya st., 83, Saratov, 410012, Russia

E-mail: tatianaahrimova@mail.ru* doroninsu@mail.ru

For the first time, the extraction of indophenol formed by the reaction of 4-aminoantipyrine with phenol and $K_3Fe(CN)_6$ was studied using the active non-ionic substance (surfactant) Triton X-100 in an alkaline medium using the micellar extraction methodology based on the "cloud point".

ChemChemTech.. 2021. V. 64. N 8

Э.И. Цыгулева, С.Ю. Доронин

Aqueous solutions of sodium carbonate were used to create pH and as a salting-out agent. The latter, having a salting-out effect, promotes the phase separation in the studied system into a micellar phase saturated with surfactants (Triton X-100) and an aqueous phase depleted in surfactants without additional heating at room temperature. The optimal conditions for phase separation in the system 4-aminoantipyrine were- $K_3Fe(CN)_6$ - Triton X-100 - Na_2CO_3 : $1\cdot10^{-3}$ M 4-AA; 8% $K_3Fe(CN)_6$; (3–7)% - Triton X-100; 0.25 M Na_2CO_3 . It has been shown that micellar-saturated surfactant phases (Triton X-100) effectively extract the analytical form (indophenol) and can be proposed for the extraction-spectrophotometric and colorimetric determination of phenol. So, for the spectrophotometric determination of phenol ($\lambda_{max} = 500$ nm), the Bouguer-Lambert-Beer law obeys an equation of the form: y = 0,053x - 0.005, $R^2 = 0.99$). The range of the determined contents is in the range $2\cdot10^{-5} - 2\cdot10^{-4}$ M. The method of extraction-colorimetric determination of phenol in aqueous media (chromaticity channel R) has been developed: y = 109x - 346, $R^2 = 0,98$; NGOS = $1\cdot10^{-6}$ M). The profiles of radar diagrams for the colorimetric determination of phenol were constructed. The dependences of their area (S) and perimeter (P) on its concentration were obtained (P: y = 225x - 634; $R^2 = 0.99$; S: y = 18972 x - 73663; $R^2 = 0.97$).

Key words: phenol, surfactants, «cloud point» micellar extraction, colorometry, phenolic index, 4-aminoantipyrin

Для цитирования:

Цыгулева Э.И., Доронин С.Ю. Спектрофотометрическое и цветометрическое определение фенола с 4-аминоантипирином. *Изв. вузов. Химия и хим. технология.* 2021. Т. 64. Вып. 8. С. 35–41

For citation:

Tsygulyova E.I., Doronin S.Yu. Spectrophotometric and colorimetric determination of phenol with 4-aminoantipirine. *ChemChemTech* [*Izv. Vyssh. Uchebn. Zaved. Khim. Khim. Tekhnol.*]. 2021. V. 64. N 8. P. 35–41

ВВЕДЕНИЕ

Фенол – токсикант, он действует на организм человека, нарушая функции нервной системы, раздражает слизистые оболочки глаз, дыхательных путей, кожу (ПДК 5 мг/м³, в водоемах 0,001 мг/л). Поэтому определение фенола и его производных – актуальная аналитическая задача.

Самые распространенные способы определения фенола являются неселективными (фотоэлектроколориметрия) и продолжительными (ВЭЖХ). Спектроскопические, электрохимические, титриметрические, хроматографические методы применяют для определения фенолов в различных водных объектах. Широкое распространение для определения фенолов получили электрохимические методы, среди которых чаще всего встречаются варианты дифференциально-импульсной и циклической вольтамперометрии [1-4].

Хроматографические методы определения фенолов преимущественно представлены высокоэффективной жидкостной хроматографией, наряду с тонкослойной, ионной, мицеллярной электрокинетической, газовой хроматографией и хроматомасс спектрометрией [5-19].

Развитие аналитической химии фенолов сопровождается исследованием новых методов концентрирования и разделения компонентов. Несмотря на тот факт, что экстракция достаточно хорошо изучена, поиск новых ее вариантов продолжается. В последние годы большое распространение получил метод предварительного концентрирования поверхностно-активными веществами (ПАВ) на основе «точки помутнения» - «cloud point extraction, CP». Он основан на разделении гомогенного раствора ПАВ на фазу, обогащенную ПАВ, и фазу, обедненную ПАВ. Так известно, что водные растворы неионных ПАВ подвергаются фазовому разделению при повышенной температуре. Анионные ПАВ способны к разделению фаз уже при комнатной температуре [20, 21]. Такие свойства могут быть применены для экстракции, очистки и концентрирования различных аналитов, в том числе и фенолов. При этом мицеллярная экстракция хорошо сочетается с атомно-абсорбционным, атомно-эмиссионным, спектрофотометрическим, хроматографическим, электрохимическим, цветометрическим и другими методами анализа.

В связи с вышесказанным, настоящая работа посвящена разработке способа мицеллярноэкстракционного концентрирования фенола неионным ПАВ с последующим спектрофотометрическим (СФМ) и цветометрическим его определением.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Аппаратура. Весы аналитические общего типа WP-11 второго класса точности с наибольшим пределом взвешивания 100 г по ГОСТ 24104-88Е.

Сушильный шкаф СНОЛ (T= 0 – 300 °C). Цифровой фотоаппарат «Samsung A8+». Двулучевой сканирующий спектрофотометр Shimadzu UV-1800. Программа обработки цифровых данных Adobe Photoshop CS6.

Реагенты. Неионный ПАВ - Triton X-100 $(C_{14}H_{22}O(C_2H_4O)_n,$ где n = 9-10), массовая доля основного вещества не менее 99,9 %. Карбонат натрия безводный, ГОСТ 83-79 Фенол кристаллический, ГОСТ 6417-72. 4-Аминоантипирин (4-АА), ТУ 6-09-3948. К₃Fe(CN)₆, ГОСТ 4206-75.

Методика получения мицеллярных фаз. Для получения мицеллярных фаз на основе неионного ПАВ (Тритон X-100) в пробирки общим объемом 10 мл вносили фенол концентрацией от $2 \cdot 10^{-4}$ до $2 \cdot 10^{-5}$ М, 0,05 мл $1 \cdot 10^{-1}$ М спиртового раствора 4-АА, 0,05 мл 8%-ного K₃Fe(CN)₆ и 1 мл 1,25 М Na₂CO₃, 0,75 мл 20%-ного Тритона X-100, содержимое тщательно перемешивали. После чего пробирки нагревали на водяной бане при температуре (80 – 90) °C, а затем охлаждали холодной водой и (или) в холодильнике.

Цветометрическая обработка и построение лепестковых диаграмм. Для цветометрического определения фенола необходимую часть цветного изображения окрашенных фаз ПАВ усредняли, применяя графический редактор AdobePhotoshop CS6, до одного пикселя с помощью фильтра «пикселизация». После усреднения цвета определяли яркость цветовых параметров R, G, B. По полученным данным строили градуировочные зависимости в координатах яркость цветового канала – pc(фенола).

Для количественного цветометрического определения фенола цифровые изображения представляли в виде лепестковых диаграмм (ЛД). По-

следние состояли из шести осей, каждая из которых соответствовала значениям интенсивностей (F_i) цветовых координат в модели RGB CMYK. ЛД строили в оболочке электронных таблиц Microsoft Excel [22-24].

Для оценки содержания фенола расчитывали геометрические параметры площади (*S*) и периметра (*P*) лепестковых диаграмм, по формулам:

$$P = \sum \sqrt{a^2 + b^2 - 2ab * \cos(ab)}, \qquad (1),$$

$$S = \sum (\frac{1}{2}a + b \cdot \sin(ab)), \qquad (2),$$

где a, b – стороны треугольника; $\cos(ab) - \cos$ угла между сторонами $a, b. \sin(ab) - \sin$ угла между сторонами a, b.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Применение методологии на основе «точки помутнения», «cloud point» (CP), в которой в каче-

стве экстрагентов применяют разбавленные водные растворы нелетучих, малотоксичных ПАВ, является хорошей альтернативой классической экстракции. Эта методология применима для концентрирования аналитов как неорганической, так и органической природы с высокими значениями коэффициентов извлечения. Методология СР-концентрирования основана на разделении гомогенных растворов ПАВ (их смесей) при нагревании, изменении рН, добавлении различных высаливателей на две изотропные фазы: одна из них, обогащенная ΠΑΒ (Surfactant-rich phase; micellar-rich phase), концентрирует вещества, до фазового разделения, распределенные по всему объему раствора; другая фаза, обедненная ПАВ, или водная фаза (micellardilute phase, micelle-poor, surfactant depleted, aqueous phase), содержит ПАВ с концентрацией до ККМ и остаточные количества экстрагируемого вещества. Обогащенная ПАВ фаза обычно является экстрагентом [20].

Ранее данный способ экстракции был исследован нами на примере реакции диазотирования 4-нитроанилина (наиболее реакционноспособный ариламин, образующий устойчивую соль – хлорид 4-нитрофенилдиазония) и последующего азосочетания, приводящего к получению окрашенных аналитических форм соответствующих азосоединений [22].

Однако для определения фенолов, в частности такого показателя как фенольный индекс [25-27], применяют реакцию с 4-аминоантипирином (схема) в присутствии окислителя (например, K_3 Fe(CN)₆), которая хорошо изучена в водных средах и не исследована в присутствии организованных сред на основе водных растворов неионных ПАВ.



Поэтому на примере системы: фенол - 4-аминоантипирин – K₃Fe(CN)₆ – Тритон X-100 - Na₂CO₃ нами реализована возможность мицеллярно-экстракционного концентрирования фенола с последующим СФМ и цветометрическим его определением с улучшенными метрологическими характеристиками, в частности, с пониженным пределом обнаружения.

Для разработки спектрофотометрического способа определения фенола фазу, обогащенную ПАВ, в которой концентрируется аналит в форме индофенола (I), необходимо отбирать и разбавлять приблизительно в 5 раз для последующей регистрации электронных спектров поглощения. При этом эффект концентрирования индофенола (I) будет снижаться. Распределение реактантов в водномицеллярной системе контролировали спектрофотометрически в диапазоне (200-800) нм, l = 1 см, при комнатной температуре. Полученные спектры поглощения представлены на рис. 1.

Спектры поглощения этой системы имеют один максимум при 500 нм (рис. 1*a*), интенсивность которого возрастает при увеличении концентрации фенола и, как следствие, аналитической формы индофенола (I). Концентрацию последней определяли по градуировочному графику, представленному на рис. 1*б*. Исходя из рис. 1*б*, установлен диапазон определяемых содержаний фенола, который составил $2 \cdot 10^{-5}$ - $2 \cdot 10^{-4}$ М.



Рис. 1. а – Спектры поглощения системы фенол - 4-AA– K₃Fe(CN)₆ – Тритон X-100 - Na₂CO₃ относительно контрольного раствора. с_{4-AA} = 1·10⁻³ M; с(Na₂CO₃) = 0,25 M; ω (Тритон X-100) = 3%; ω (K₃Fe(CN)₆) = 0,8%; с(фенола) = 1 - 2·10⁻⁵; 2 - 5·10⁻⁵; 3 - 1·10⁻⁴; 4 - 2·10⁻⁴ M. б – Зависимость оптической плотности (A) - с(фенола). y = 0,053x - 0,0045 (R² = 0,9982) Fig. 1. a - Absorption spectra of the phenol - 4-AA - K₃Fe(CN)₆ – system Triton X-100 - Na₂CO₃ relative to the control solution. c_{4-AA} = 1·10⁻³ M; c(Na₂CO₃) = 0.25 M; ω (Triton X-100) = 3%; ω (K₃Fe(CN)₆) = 0.8%; c(phenol) = 1 - 2·10⁻⁵; 2 - 5·10⁻⁵; 3 - 1·10⁻⁴; 4 - 2·10⁻⁴ M. b - Dependence of optical density (A) - c(phenol). y = 0.053x - 0.0045 (R² = 0.9982)

Оценку правильности результатов спектрофотометрического определения фенола с предварительным СР-концентрированием осуществляли методом «введено-найдено» (табл. 1).

Таблица 1

Результаты СФМ определения фенола в модельном растворе (n = 3, P = 0,95).

Table 1. Results of spectrophotometric determination of phenol in a model solution (n = 3, P = 0.95)

№ p- pa	Введено, М	Найдено, М	$X \pm \Delta X, M$	Sr, %
1	0.0.105	2,59.10-5		
2	$2,0.10^{-3}$	2,60.10-5	$(2,59 \pm 0,01) \cdot 10^{-5}$	3,4
3		2,59.10-5		
1		6,7·10 ⁻⁵	$(6.7 \pm 0.03) \cdot 10^{-5}$	
2	8,0.10-5	6,7.10-5	$(0,7 \pm 0,03)^{-10}$	4,2
3		6,7.10-5		
1		2,8.10-4	$(2.0 \pm 0.01), 10^{-4}$	
2	2,0.10-4	2,8.10-4	$(2,9 \pm 0,01)^{-10}$	5,5
3		2,9.10-4		

Предложенный спектрофотометрический способ позволяет определять фенол в диапазоне концентраций от 2.10⁻⁵ до 2.10⁻⁴ М, при этом по-грешность спектрофотометрического определения не превышала 6%.



Рис. 2. Зависимость интенсивности канала R от lgc(фенола). c_{4-AA} = $1 \cdot 10^{-3}$ M; c(Na₂CO₃) = 0,25 M; ω (Тритон X-100) = 3%; ω (K₃Fe(CN)₆) = 0,8%; c(фенола) = $1 - 1 \cdot 10^{-4}$; $2 - 4 \cdot 10^{-5}$; $3 - 1 \cdot 10^{-5}$; $4 - 4 \cdot 10^{-6}$; $5 - 2 \cdot 10^{-6}$; $6 - 1 \cdot 10^{-6}$ M

 $\begin{array}{l} \mbox{Fig. 2. Dependence of the R channel intensity on lgc(phenol).} \\ c_{4\text{-}AA} = 1 \cdot 10^{-3} \mbox{ M; } c(Na_2CO_3) = 0.25 \mbox{ M; } \omega(Triton X-100) = 3\%; \\ \omega(K_3Fe(CN)_6) = 0.8\%; \mbox{ c(phenol)} = 1 - 1 \cdot 10^{-4}; \mbox{ } 2 - 4 \cdot 10^{-5}; \mbox{ } 3 - 1 \cdot 10^{-5}; \\ \mbox{ } 4 - 4 \cdot 10^{-6}; \mbox{ } 5 - 2 \cdot 10^{-6}; \mbox{ } 6 - 1 \cdot 10^{-6} \mbox{ M} \end{array}$

Поскольку экстракционно-фотометрический вариант определения фенола требует стадии разбавления фазы, насыщенной ПАВ, нами предложен цветометрический способ регистрации аналитического сигнала в исследуемой системе (интенсивность параметров цветности), при котором не нужно разбавлять мицеллярную фазу. При этом эффект концентрирования аналитической формы

Изв. вузов. Химия и хим. технология. 2021. Т. 64. Вып. 8

ность снижения предела обнаружения фенола (и его производных) до уровня ПДК. Так, на рис. 2 представлена зависимость интенсивностия канала R (оптимальный параметр) от логарифма концентрации фенола. Уравнение регрессии имеет вид у = 109х – 346, коэффициент корреляции R² графической зависимости составил 0,98.

Оценку правильности результатов определения фенола с предварительным СР-концентрированием осуществляли методом «введено-найдено» по цветометрическому параметру R (табл. 2).

Таблица 2

Результаты цветометрического определения фенола (n = 3, P = 0,95)

Table 2. Results of colorimetric determination of phenol (n = 3, P = 0.95)

№ p-pa	Введено, М	Найдено, М	$X \pm \Delta X, M$	Sr, %
1 2	1,0.10-5	$\frac{1,3\cdot 10^{-5}}{1,3\cdot 10^{-5}}$	$(1,3\pm0,2)\cdot10^{-5}$	5,1
3		1,4.10-5		
1	5 5 10-5	5,5·10 ⁻⁵		
2	5,5.10.	5,1.10-5	$(5,3\pm0,5)\cdot10^{-5}$	9,0
3		5,2.10-5		
1	4.0.10-4	4,4.10-5		
2	4,0.10	4,6.10-5	$(4,5\pm0,2)\cdot10^{-5}$	5,2
3		4,6.10-5		

Для количественной оценки цветометрического определения фенола строили профили лепестковых диаграмм в цветовых координатах RGB СМҮК (рис. 3). Из рис. 3 видно, что профиль лепестковой диаграммы сохраняет свою форму при увеличении концентрации фенола, при этом возрастает его площадь и периметр.



Рис. 3. Профили лепестковых диаграмм системы фенол - 4-AA – K₃Fe(CN)6 – Тритон X-100 - Na₂CO₃. c(фенола) = 1 - $1 \cdot 10^{-4}$; $2 - 5 \cdot 10^{-5}$; $3 - 2 \cdot 10^{-5}$; $4 - 1 \cdot 10^{-5}$ M

Fig. 3. Profiles of radar diagrams of the phenol system- 4-AA – $K_3Fe(CN)_6$ – Triton X-100- Na₂CO₃. c(phenol) = 1 - 1 · 10⁻⁴; 2 - 5 · 10⁻⁵; 3 - 2 · 10⁻⁵; 4 - 1 · 10⁻⁵ M

ChemChemTech.. 2021. V. 64. N 8

На рис. 4 представлены зависимости площади (S) и периметра (P) лепестковых диаграмм от логарифма концентрации фенола. Линейность градуировочных зависимостей S и P от -lgc(фенола) наблюдалась в пределах $1 \cdot 10^{-6} - 1 \cdot 10^{-4}$ M, уравнения регрессии и величины достоверностей аппроксимации, представленные на рис. 4, имеют вид: периметр (P) y = 225x - 634; R² = 0,99; площадь (S) y = 18972 x - 73663; R² = 0,97.



Рис. 4. Зависимости площади (S) и периметра (P) лепестковых диаграмм от pc(фенола) Fig. 4. Dependencies of area (S) and perimeter (P) of radar diagrams on pc (phenol)

Цветометрический способ позволил определять фенол в диапазоне концентраций от $1 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-4}$ М (0,094-9,4 мг/л), т.е. на уровне единиц ПДК фенола и его летучих производных, но без дополнительной стадии концентрирования, основанной на их отгонке с водяным паром [28]. При этом погрешность цветометрического определения не превышала 10%. Таким образом, сочетание классического варианта определения фенола по реакции с 4-АА и предварительным его концентрированием отгонкой с водяным паром в сочетании с мицеллярной экстракцией неионными ПАВ дает перспективы разработки методик цветометрического определения фенола и его производных на уровне долей ПДК.

выводы

Для эффективного концентрирования индофенола, продукта взаимодействия 4-аминоантипирина с фенолом, предложена система: фенол – 4аминоантипирин – K₃Fe(CN)₆ – Тритон X-100 – Na₂CO₃. Установлены оптимальные условия фазового разделения в этой системе: $1 \cdot 10^{-3}$ M 4-AA, 8%-ный K₃Fe(CN)₆, 3%-ный Тритон X-100, 0,25 M Na₂CO₃.

Разработана методика спектрофотометрического определения фенола ($\lambda_{\text{макс}}$ = 500 нм). Закон Бугера-Ламберта-Бера подчиняется уравнению вида: y = 0,053x - 0,005, R² = 0,99) с диапазоном определяемых содержаний (2·10⁻⁵-2·10⁻⁴) М.

ЛИТЕРАТУРА

- 1. Жестовская Е.С., Доронин С.Ю. Мицеллярная экстракция в «точке помутнения» - как способ концентрирования фенолов. *Бутлеров. сообщ.* 2016. Т. 45. № 2. С. 66-81.
- Pourreza H., Rastegarzadeha C. Determination of Allura red in food samples after cloud point extraction using mixed micelles. *Food Chem.* 2011. V. 126. Is. 3. P. 1465-1469. DOI: 10.1016/j.foodchem.2010.11.158.
- 3. Mukherjee P., Padhan S.K., Dash S. Clouding behavior in surfactant systems. *Adv. Colloid Interface Sci.* 2011. V. 162. Is. 1-2. P. 59-79. DOI: 10.1016/j.cis.2010.12.005.
- 4. Шачнева Е.Ю., Онькова Д.В., Серекова С.М. Способы определения фенолов в объектах окружающей среды. *Астрахан. Вестн. эколог. образования.* 2013. Т. 26. № 4. С. 138-142.
- 5. Гаврилин М.В., Попова О.И., Губанова Е.А. Фенольные соединения надземной части шалфея мускатного (SalviaSclareaL.), культивируемого в Ставропольском крае. Химия растит. сырья. 2010. № 4. С. 99-104.
- Сурсякова В.В., Бурмакина Г.В., Рубайло А.И. Разработка методик определения фенолов в питьевой и природных водах методами капиллярного электрофореза и высокоэффективной жидкостной хроматографии. Журн. Сибир. фед. ун-та. 2010. Т. 3. № 3. С. 268-277.
 Hong-Wei Wu, Mei-Lan C., Dan S., Zhu Yan. Determina-
- Hong-Wei Wu, Mei-Lan C., Dan S., Zhu Yan. Determination of Resorcinol and Phloroglucinol in Environmental Water Samples Using Ion Chromatography with Chemiluminescence Detection. *Chin. J. Analyt. Chem.* 2012. V. 40. № 11. P. 1747-1751. DOI: 10.1016/S1872-2040 (11) 60588-4.
- Gavin Q.W., Ramage R.T., Waldman J.M., She J. Development of HPLC-MS/MS method for the simultaneous determination of environmental phenols in human urine. *Intern. J. Environ. Anal. Chem.* 2014. V. 94. N 2. P. 168-182. DOI: 10.1080/03067319.2013.814123.
- Zarejousheghania Z., Möderb M., Borsdorf H. A new strategy for synthesis of an in-tube molecularly imprinted polymersolid phase microextraction device: Selective off-line extraction of 4-nitrophenol as an example of priority pollutants from environmental water samples. *Analyt. Chim. Acta.* 2013. V. 798. P. 48-55. DOI: 10.1016/j.aca.2013.08.038.
- 10. Овчинников Д.В., Косяков Д.С., Ульяновский Н.В. Определение родственных лигнину фенолов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. *Аналитика и контроль.* 2014. Т. 18. № 3. С. 302-309. DOI: 10.15826/analitika.2014.18.3.006.
- Liu P., Kallio H., Lü D., Zhou C., Yang B. Quantitative analysis of phenolic compounds in Chinese hawthorn (Crataegus spp.) fruits by high performance liquid chromatography–electrospray ionisation mass spectrometry. *Food Chem.* 2011. V. 127. N 3. P. 1370–1377. DOI: 10.1016/j.foodchem.2011.01.103.
- Moldoveanu S.C., Kiser M. Gas chromatography/mass spectrometry versus liquid chromatography/fluorescence detection in the analysis of phenols in mainstream cigarette smoke. J. Chromatography A. 2007. V. 1141. N 1. P. 90-97. DOI: 10.1016/j.chroma.2006.11.100.

Впервые предложена методика экстракционно-цветометрического определения фенола (НГОС = $1 \cdot 10^{-6}$ М) в модельных растворах на примере исследуемой системы, основанная на зависимостях интенсивности цветометрического канала R, площади (S) и периметра (P) ЛД от концентрации или lgc(фенола) на уровне единиц ПДК.

REFERENCES

- 1. **Zhestovskaya E.S., Doronin S.Yu.** "Cloud point" micellar ecxtraction as a mode for phenols concentration. *Butlerov. Soobshch.* 2016. V. 45. N 2. P. 66-81 (in Russian).
- Pourreza H., Rastegarzadeha C. Determination of Allura red in food samples after cloud point extraction using mixed micelles. *Food Chem.* 2011. V. 126. Is. 3. P. 1465-1469. DOI: 10.1016/j.foodchem.2010.11.158.
- 3. Mukherjee P., Padhan S.K., Dash S. Clouding behavior in surfactant systems. *Adv. Colloid Interface Sci.* 2011. V. 162. Is. 1-2. P. 59-79. DOI: 10.1016/j.cis.2010.12.005.
- Shachneva E.Yu., On'kova D.V., Serekova S.M. Methods for the determination of phenols in environmental objects. *Astrakhan. Vestn. Ekologich. Obrazovaniya*. 2013. V. 26. N 4. P. 138-142 (in Russian).
- Gavrilin M.V., Popova O.I., Gubanova E.A. Phenolic compounds of the aerial part of clary sage (SalviaSclarea L.), cultivated in the Stavropol Territory. *Khim. Rastit. Syr'ya*. 2010. N 4. P. 99-104 (in Russian).
- 6. Sursyakova V.V., Burmakina G.V., Rubailo A.I. Development of methods for the determination of phenols in drinking and natural waters by capillary electrophoresis and high performance liquid chromatography. *Zhurn. Sibir. Fed. Unta.* 2010. V. 3. N 3. P. 268-277 (in Russian).
- Hong-Wei Wu, Mei-Lan C., Dan S., Zhu Yan. Determination of Resorcinol and Phloroglucinol in Environmental Water Samples Using Ion Chromatography with Chemiluminescence Detection. *Chin. J. Analyt. Chem.* 2012. V. 40. N 11. P. 1747-1751. DOI: 10.1016/S1872-2040 (11) 60588-4.
- Gavin Q.W., Ramage R.T., Waldman J.M., She J. Development of HPLC-MS/MS method for the simultaneous determination of environmental phenols in human urine. *Intern. J. Environ. Anal. Chem.* 2014. V. 94. N 2. P. 168-182. DOI: 10.1080/03067319.2013.814123.
- Zarejousheghania Z., Möderb M., Borsdorf H. A new strategy for synthesis of an in-tube molecularly imprinted polymer-solid phase microextraction device: Selective off-line extraction of 4-nitrophenol as an example of priority pollutants from environmental water samples. *Analyt. Chim. Acta.* 2013. V. 798. P. 48-55. DOI: 10.1016/j.aca.2013.08.038.
- Ovchimikov D.V., Kosyakov D.S., Ulyanovskiy N.V. Determination of lignin-related phenols by high performance liquid chromatography. *Anal. Kontrol.* 2014. V. 18. N 3. P. 302-309 (in Russian). DOI: 10.15826/analitika.2014.18.3.006.
- Liu P., Kallio H., Lü D., Zhou C., Yang B. Quantitative analysis of phenolic compounds in Chinese hawthorn (Crataegus spp.) fruits by high performance liquid chromatography–electrospray ionisation mass spectrometry. *Food Chem.* 2011. V. 127. N 3. P. 1370–1377. DOI: 10.1016/j.foodchem.2011.01.103.
- Moldoveanu S.C., Kiser M. Gas chromatography/mass spectrometry versus liquid chromatography/fluorescence detection in the analysis of phenols in mainstream cigarette smoke. J. Chromatography A. 2007. V. 1141. N 1. P. 90-97. DOI: 10.1016/j.chroma.2006.11.100.

- Андреев Ю.А., Черновьянцев М.С., Морозова В.Е. Идентификация и определение хлорированных фенолов в воде после дериватизации ангидридом монохлоруксусной кислоты газохроматографическим методом. Сорбц. и хроматограф. процессы. 2014. Т. 14. № 3. С. 449-457.
- 14. Танеева А.В., Дмитриева А.В., Новиков В.Ф., Ильин В.К. Газохроматографическое определение фенолов в поверхностных водах с использованием полиоксиэтилен бис арсената. Аналитика и контроль. 2020. Т. 24. № 4. С. 305-314. DOI: 10.15826/analitika.2020.24.4.001.
- Беланова Н.А., Карпов С.И., Селеменев В.Ф., ЧепелеваЕ.О., Дроздова Н.В., Афиногенов Ю.П. Оптимизация разделения некоторых флавоноидов методом ТСХ. Сорби. и хроматограф. процессы. 2011. Т. 11. № 6. С. 905-912.
- Галимова Д.Ф., Латыпова Г.М. Изучение полифенольных соединений рябины обыкновенной флоры Башкортостана. Изв. Самар. науч. центра РАН. 2011. Т. 13. № 5. С. 33-35.
- 17. Мяделец М.А., Дутова С.В. Хроматографическое изучение фенольных соединений Coluria Geoides (Rosaceae). *Растит. мир Азиат. России.* 2012. Т. 10. № 2. С. 43-48.
- Полуэктова Т.В., Коломиец Н.Э., Калинкина Г.И. Хроматографическое исследование изофлавоноидов климактерического сбора. *Химия растит. сырья.* 2011. № 2. С. 145-148.
- Иванов В.В., Денисенко О.Н. Полифенольные соединения Горца (рейноутрии) сахалинского. Фунд. исслед. Фарм. науки. 2013. № 10. С. 374-377.
- 20. Чернова Р.К., Доронин С.Ю. Определение органических аналитов в растворах ПАВ: ионные и мицеллярные эффекты. Саратов: Изд-во Сарат. ун-та. 2017. 200 с.
- Доронин С.Ю., Жестовская Е.С., Цыгулёва Э.И. Мицеллярно-экстракционное концентрирование и цветометрическое определение некоторых фенолов. Журн. аналит. химии. 2020. Т. 75. С. 502-509. DOI: 10.31857/S0044450220060079.
- Хорохордина Е.А., Чан Хай Данг. Методы экстракции фенольных экотоксикантов и их определения в материалах и объектах окружающей среды (обзор). Науч. вестн. Воронеж. гос. архит.-строит. ун-та. 2014. Т. 8. № 1. С. 93-105.
- Рудаков О.Б., Черноусова О.В., Черепахина Р.Г., Рудаков Я.О. Цветометрическое определение минеральных примесей в цементах с использованием мобильных устройств. Аналитика и контроль. 2020. Т. 24. № 2. С. 114-123. DOI: 10.15826/analitika.2020.24.2.003.
- 24. Шульц Э.В., Моногарова О.В., Осколок К.В. Цифровая цветометрия: аналитические возможности и перспективы использования. *Вестн. Москов. ун-та. Сер. 2. Хи-мия.* 2019. Т. 60. № 2. С. 79-87.
- Тропынина Л.В., Карташова А.В., Жилина И.В., Романов П.В. Достоверность и информативность показателя «фенольный индекс». Контроль качества продукции. 2012. № 12. С. 27–30.
- 26. Алукер Н.Л., Лаврентьева А.Л., Суздальцева Я.М. Прямые оптические методы исследования в аналитике фенола. Оптика и спектроскопия. 2020. Т. 128. № 3. С. 435-441. DOI: 10.21883/OS.2020.03.49072.137-19.
- Клячина М.Н., Денисова С.А., Вандакурова Ю.А. Использование систем вода-ПАВ-неорганический высаливатель для экстракционно-фотометрического определения фенола. Вестн. Перм. ун-та. 2014. № 1 (13). С. 70–78.
- 28. ПНД Ф 14.1.2:1.105-97 Количественный химический анализ вод. Методика выполнения измерений массовой концентрации летучих фенолов в природных и очищенных сточных водах фотометрическим методом после отгонки с водяным паром. М. 1997. 18 с.

- 13. Andreev Yu.A., Chernovyantsev M.S., Morozova V.E. Identification and determination of chlorinated phenols in water after derivatization with monochloroacetic acid anhydride by gas chromatography method. *Sorbts. Khromatograf. Prots.* 2014. V. 14. N 3. P. 449-457 (in Russian).
- Taneeva A.V., Dmitrieva A.V., Novikov V.F., Ilyin V.K. Gas chromatographic determination of phenols in surface waters using polyoxyethylene bis arsenate. *Anal. Kontrol.* 2020. V. 24. N 4. P. 305-314 (in Russian). DOI: 10.15826/analitika.2020.24.4.001.
- Belanova N.A., Karpov S.I., Selemenev V.F., Chepeleva E.O., Drozdova N.V., Afinogenov Yu.P. Optimization of the separation of some flavonoids by TLC. *Sorbts. Khromatograf. Prots.* 2011. V. 11. N 6. P. 905-912 (in Russian).
- Galimova D.F., Latypova G.M. Study of polyphenolic compounds of mountain ash in the common flora of Bashkortostan. *Vestn. Samar. Nauch. Tsentra RAN.* 2011. V. 13. N 5. P. 33-35 (in Russian).
- Myadel M.A., Dutova S.V. Chromatographic study of phenolic compounds Coluria Geoides (Rosaceae). *Rastit. Mir Asiat. Rossii.* 2012. V. 10. Is. 2. P. 43-48 (in Russian).
- Poluektova T.V., Kolomiets N.E., Kalinkina G.I. Chromatographic study of climacteric isoflavonoids. *Khim. Rastit. Syr* 'ya. 2011. N 2. P. 145-148 (in Russian).
- Ivanov V.V., Denisenko O.N. Polyphenolic compounds of the Highlander (Rhynoutria) Sakhalin. *Fund. Issled. Farm. Nauki.* 2013. N 10. P. 374-377 (in Russian).
- Chernova R.K., Doronin S.Yu. Determination of organic analytes in surfactant solutions: ionic and micellar effects. Saratov: Izd-vo Sarat. University. 2017. 200 p. (in Russian).
- Doronin S.Yu., Zhestovskaya E.S., Tsyguleva E.I. Micellarextraction concentration and colorimetric determination of some phenols. *Zhurn. Analyt. Khim.* 2020. V. 75. P. 502-509 (in Russian). DOI: 10.31857 / S0044450220060079.
- Khorokhordin E.A., Chan Hai Dang. Methods for the extraction of phenolic ecotoxicants and their determination in materials and environmental objects (review). *Nauch. Vestn. Voronezh. Gos. Arkhit-stroit. Un-ta.* 2014. V. 8. N 1. P. 93-105 (in Russian).
- Rudakov O.B., Chernousova O.V., Cherepakhina R.G., Rudakov Ya.O. Colorimetric determination of mineral impurities in cements using mobile devices. *Anal. Kontrol.* 2020. V. 24. N 2. P. 114-123 (in Russian). DOI: 10.15826/analitika.2020.24.2.003.
- Shultz E.V., Monogarova O.V., Oskolok K.V. Digital colorimetry: analytical capabilities and prospects for use. *Vestn. Moskov. Un-ta. Ser. 2. Khimiya.* 2019. V. 60. N 2. P. 79-87 (in Russian).
- Tropynina L.V., Kartashova A.V., Zhilina I.V., Romanov P.V. Reliability and information content of the "phenolic index" indicator. *Kontrol Kachestva Produktsii*. 2012. N 12. P. 27–30 (in Russian).
- Aluker N.L., Lavrentyeva A.L., Suzdaltseva Ya.M. Direct optical research methods in phenol analytics. *Opt. Spectroskop.* 2020. V. 128. N 3. P. 435-441 (in Russian). DOI: 10.21883/OS.2020.03.49072.137-19.
- 27. Klyachina M.N., Denisova S.A., Vandakurova Yu.A. The use of water-surfactant-inorganic salting-out systems for the extraction-photometric determination of phenol. *Vestn. Perm. Un-ta.* 2014. N 1 (13). P. 70–78 (in Russian).
- PND F 14.1.2: 1.105-97 Quantitative chemical analysis of waters. Technique for measuring the mass concentration of volatile phenols in natural and treated wastewater by the photometric method after stripping with steam. M. 1997. 18 p. (in Russian).

Поступила в редакцию (Received) 04.05.2021 Принята к опубликованию (Accepted) 24.06.2021