

МЕТОДЫ ПРОБООТБОРА ВОЗДУХА

Лекция 2.

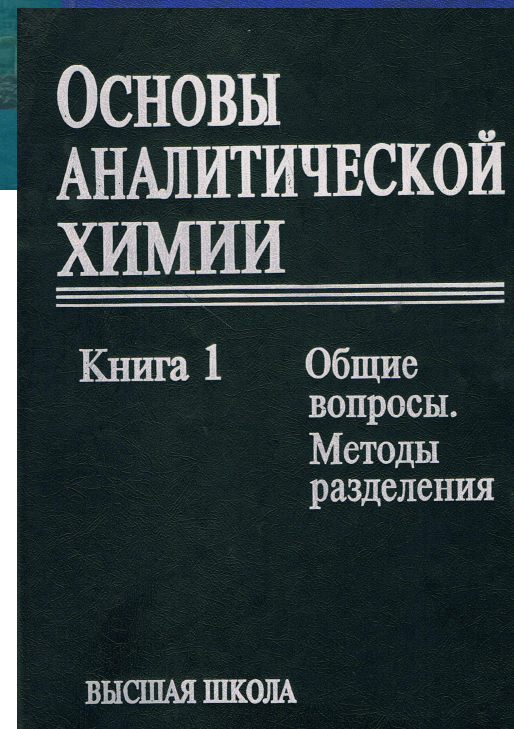
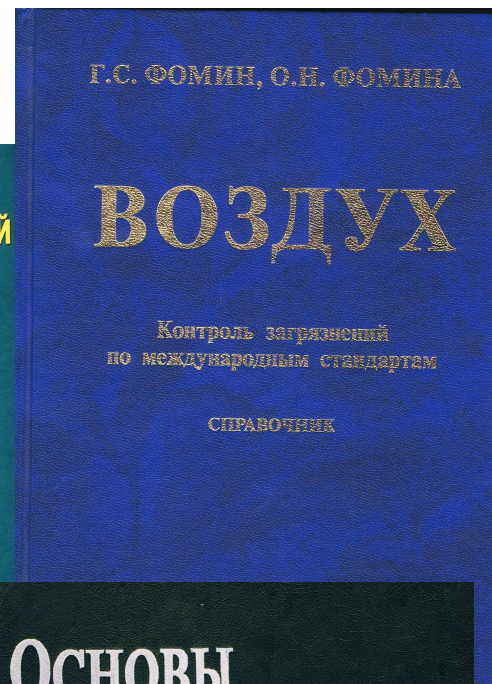
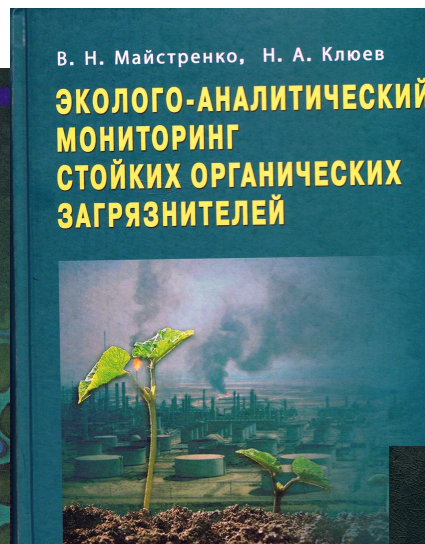
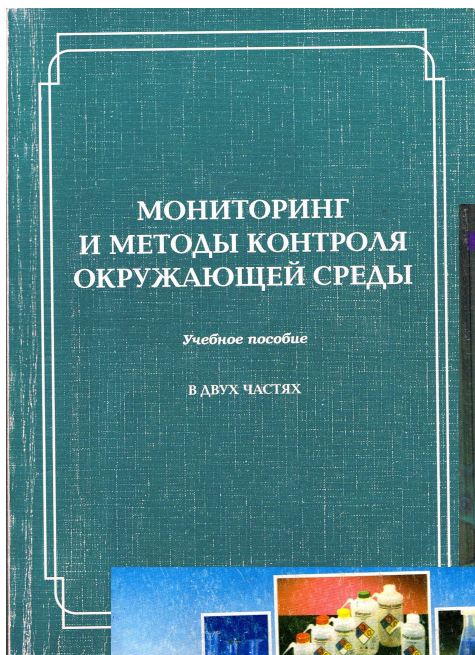
ГОСТ 17.2.6.01-86 «Охрана природы. Атмосфера. Приборы для отбора проб воздуха населенных пунктов. Общие требования».

М.К.К.О.С.
А.К. №2
Попцова
Людмила

Федоровна

1

ЛИТЕРАТУРА



Л.К.
По
Л.Ю.
Фед

Требования к методам отбора проб воздуха

- ▣ **Предохранять пробы от потери в результате растворения в конденсационной влаге.**
- ▣ **Гарантировать неизменность давления и температуры, для предотвращения ошибок, обусловленных сорбцией и десорбцией.**
- ▣ **Регулировать температуру пробы так, чтобы она не сильно отличалась от температуры ОС.**
- ▣ **Обеспечить герметичность контейнера для отбора проб.**

МККОС

Л.К. №2.

Попова

Людмила

Федоровна

3

МЕТОДЫ ПРОБООТБОРА ВОЗДУХА

- ▣ **Вакуумные (без концентрирования)** основаны на заборе небольших объемов воздуха в специальные емкости.
- ▣ **Аспирационные (с концентрированием)** основаны на пропускании известного объема воздуха с помощью различного рода аспирационных устройств через поглотительную среду или через трубку с сорбентом.

МЖКОС.
Л.К. №2.
Попова
Людмила

Федоровна

4

Классификация методов

- **Отбор проб воздуха в контейнеры и канистры.**
- **Криогенное улавливание загрязняющих веществ.**
- **Твердофазная микроэкстракция.**
- **Пробоотбор с применением пассивных дозиметров.**
- **Пробоотбор с использованием фильтров.**
- **Абсорбционные методы.**
- **Сорбционные методы:**
 - ❖ **Адсорбция.**
 - ❖ **Хемосорбция.**
- **Комбинированные методы (фильтрование + адсорбция).**

МККРОС.

А.К. №2.

Попова

Людмила

Федорова

5

Вакуумные методы (отбор проб воздуха в контейнеры)

Контейнеры – это различной формы сосуды изготовленные из стекла, нержавеющей стали и полимерной пленки.

Типы контейнеров:

- **Стеклянные газовые пипетки;**
- **Стеклянные шприцы;**
- **Стеклянные бутылки;**
- **Полимерные мешки;**
- **Резиновые камеры.**

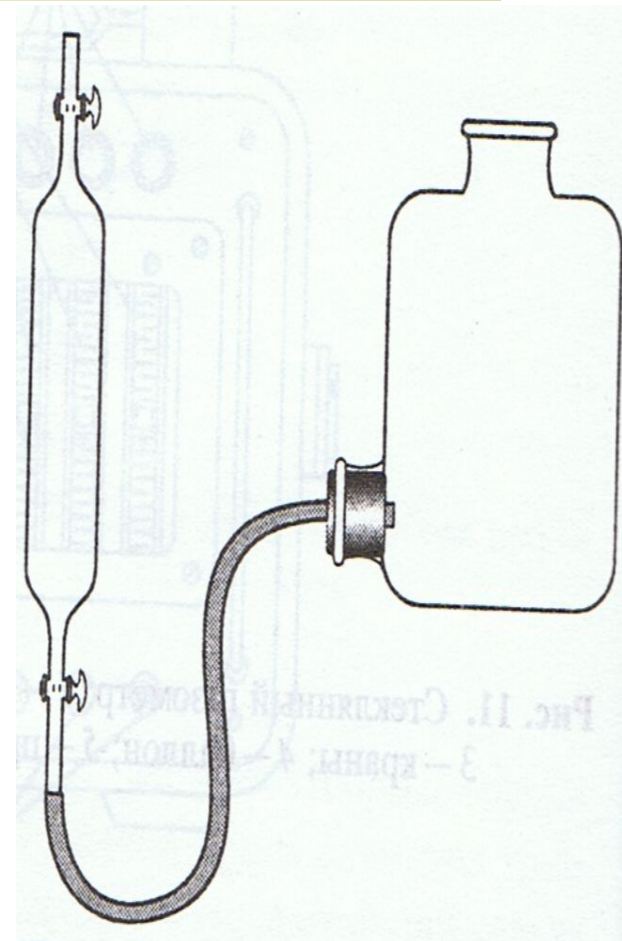
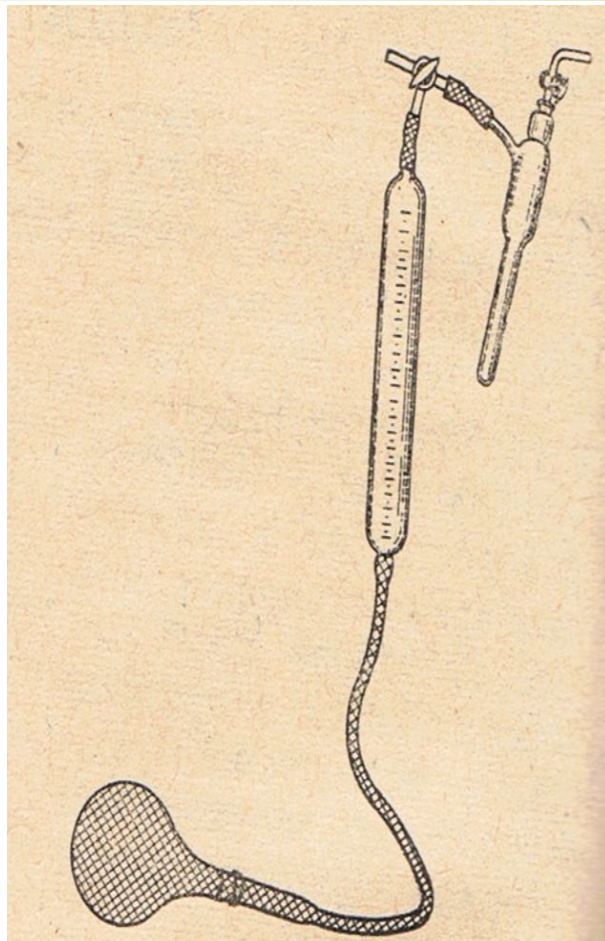
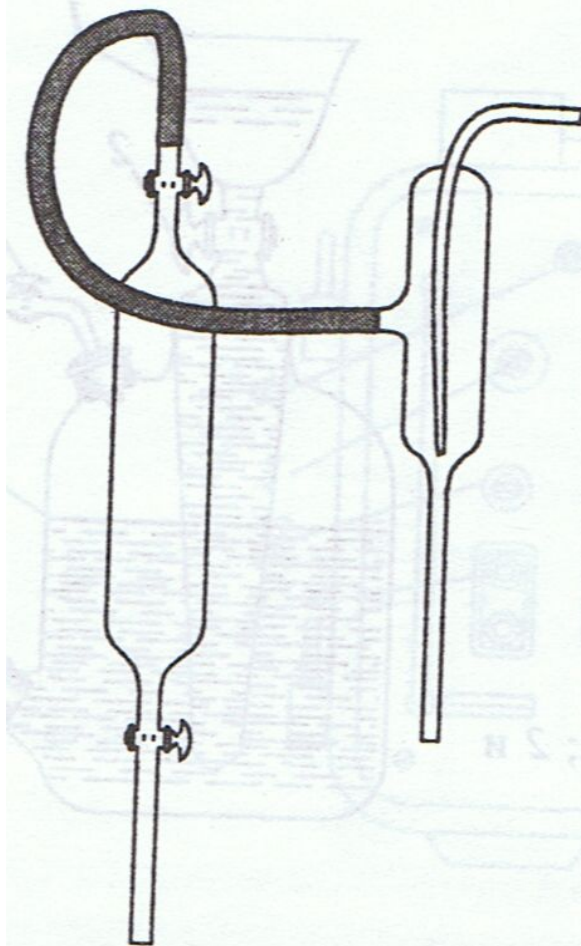
Попова

Такой пробоотбор не связан с обогащением пробы (без концентрирования определяемых компонентов)

Федоровна

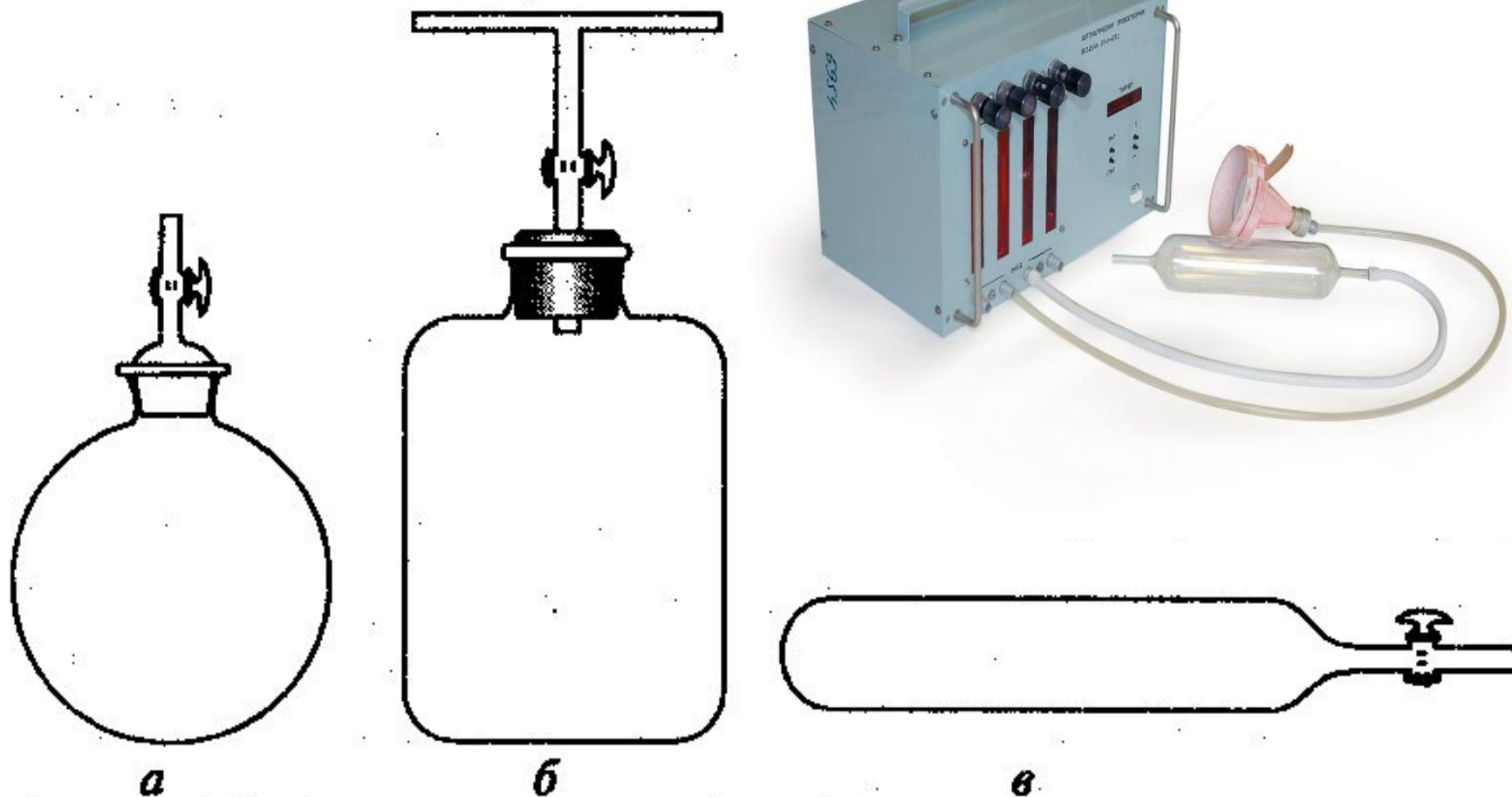
6

ВАКУУМНЫЕ МЕТОДЫ



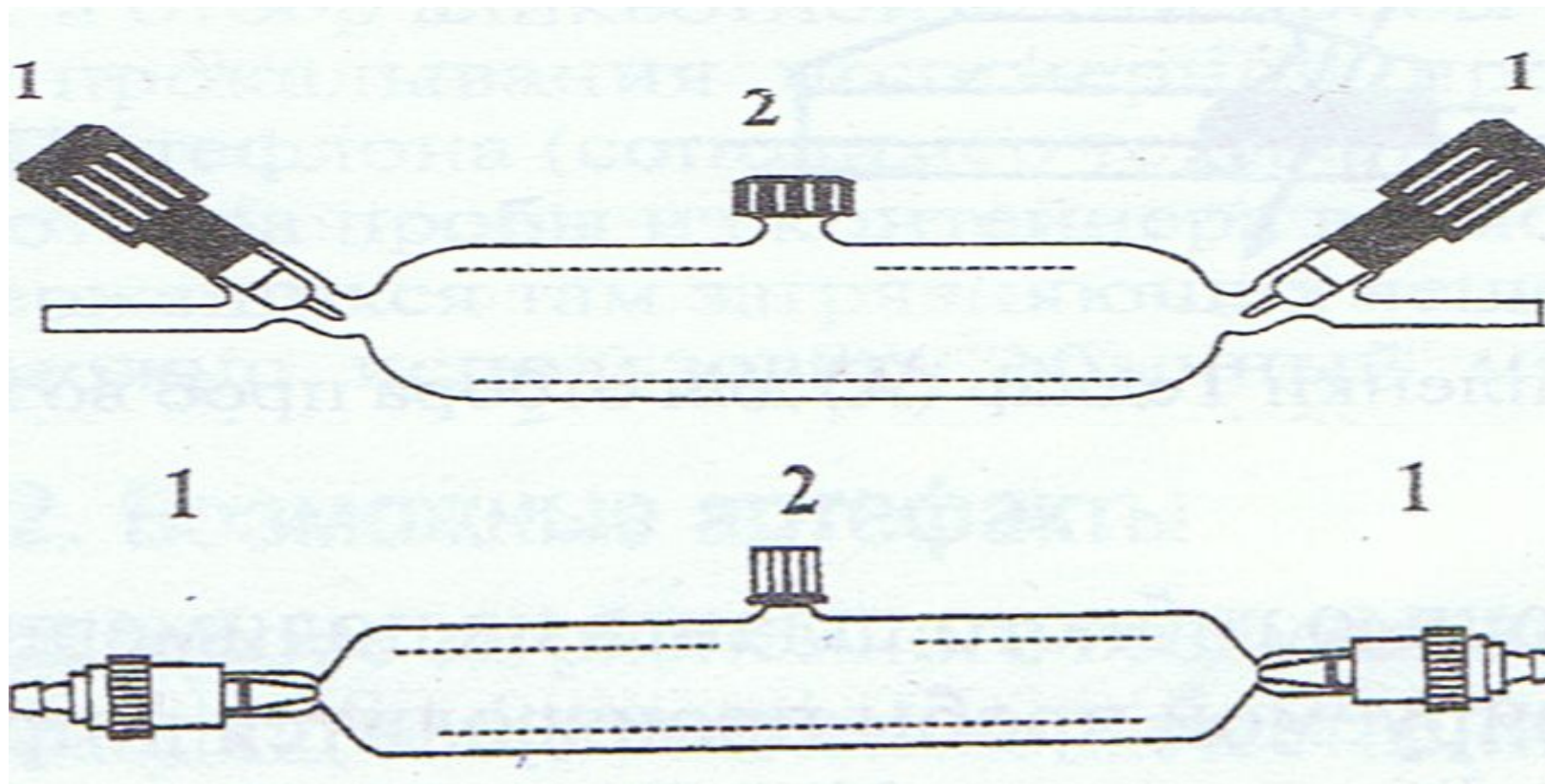
Стеклянные газовые пипетки
Федоровна

Вакуумные методы. Контейнеры



Эвакуированные сосуды:
а — колба с краном; б — склянка; в — баллон

Стеклянные пробоотборники



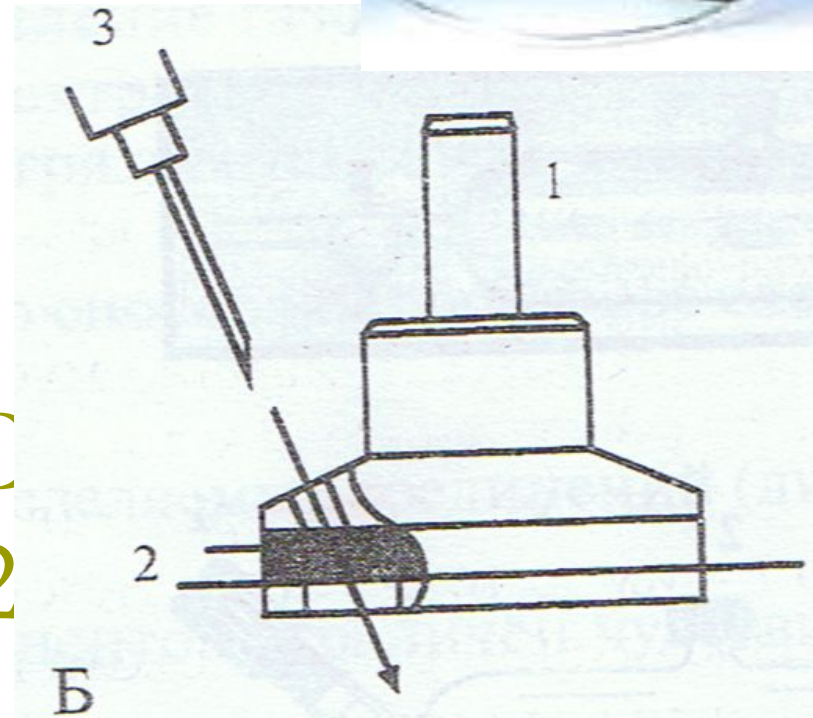
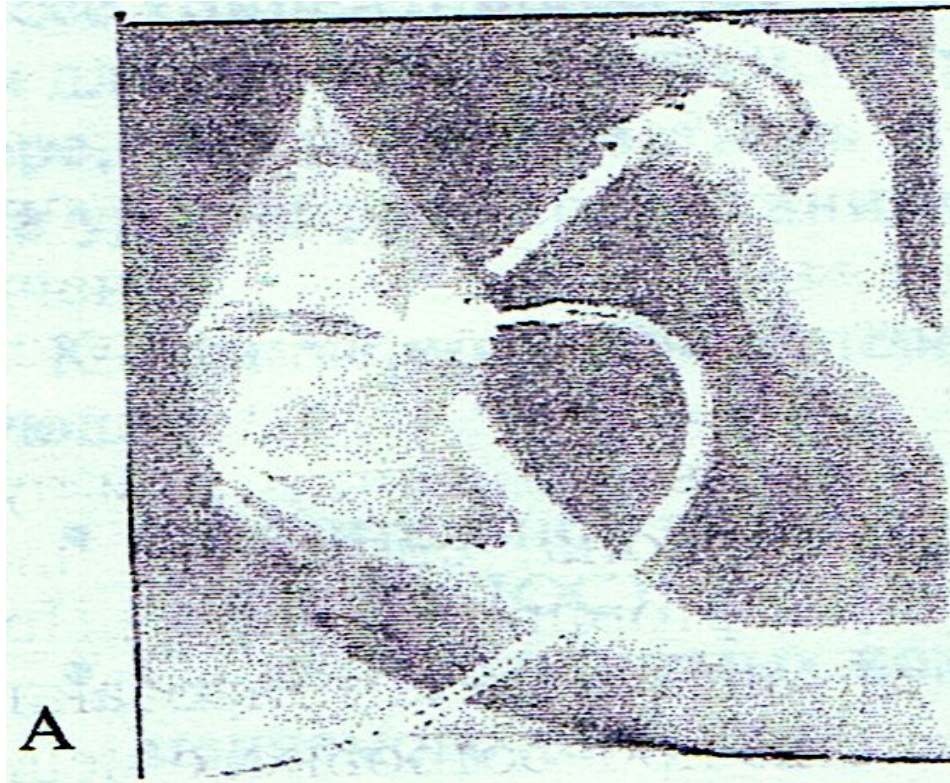
1 – вакуумные краны; 2 – клапан с тефлоновой прокладкой для отбора пробы воздуха шприцем

Людмила
Федоровна 9

Мешки из полимерных пленок

- **Пленка Тедлар** – высококачественная поливинилфторидная (ПВФ) пленка толщиной 2 мм.
- **Пленка Саран** – разновидность поливинилхлоридной (ПВХ) пленки, по свойствам близкая к тефлону, но менее проницаема.
- **Пятислойная полимерная пленка** – полиэтилен, полиамид, алюминиевая фольга, ПВХ, полиэфирная пленка (ПЭП).
- **Полиэтиленовая пленка.**

Пробоотборные мешки



А. Мешок из пленки Тедлар.

1 – стержень для присоединения полимерной трубки-воздуховода; 2 – полимерная прокладка; 3 – шприц

Б. Клапан от мешка :

Федоровна

11

Артефакты вакуумного пробоотбора

- ▣ **Сорбция (хемосорбция) целевых компонентов на стенках контейнеров;**
- ▣ **Химические реакции компонентов пробы между собой и с материалом контейнера в присутствии влаги, света и кислорода воздуха (особенно в случае реакционноспособных веществ);**
- ▣ **Потери части вещества из-за негерметичности контейнера и проницаемости полимерной пленки.**

АСПИРАЦИОННЫЕ МЕТОДЫ

Основаны на просасывании

известного объема воздуха через :

- ▣ **жидкую поглотительную среду;**
- ▣ **твердые сорбенты;**
- ▣ **фильтрующие материалы.**

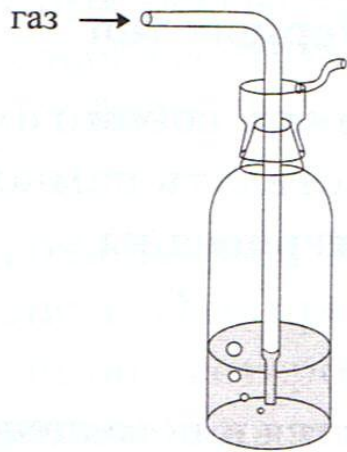
МККОС.

Применяется для определения в воздухе очень малых концентраций токсичных веществ и при оценке длительных стадий технологического процесса.

Л.К. №2
Погова
Людмила
Федоровна

13

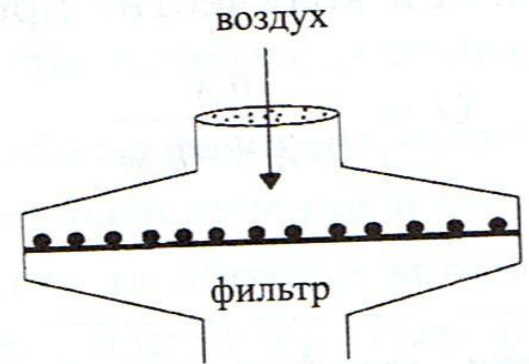
АСПИРАЦИОННЫЕ МЕТОДЫ



капилляр



стеклянный фи



**Фильтр
для отбора
взвешенных
частиц
из воздуха**

Поглощение газов жидкостями

Л.К.Л

Попов

Людм

Федоровна

Адсорбирующий патрончик

Для изготовления поглотительных трубок используют материалы, которые не сорбируют химические вещества: тефлон, нержавеющую сталь, полированный алюминий, стекло, кварц. Не рекомендуется использовать поливинилхлорид, полиуретан и резину.

Для улавливания из воздуха высокодисперсных аэрозолей и твердых частиц применяют различные фильтрующие материалы: тонковолокнистое перхлорвиниловое волокно, ацетилцеллюлозу, полистирол, стекловолокно, пенополиуретан, мембранные фильтры из нитроцеллюлозы и полимеров, фильтры из ткани. Некоторые фильтры импрегнируют химическими реагентами. Тонковолокнистая структура материала фильтра, содержащая химический реагент, обеспечивает селективное улавливание паров и аэрозолей.

Ручной аспиратор

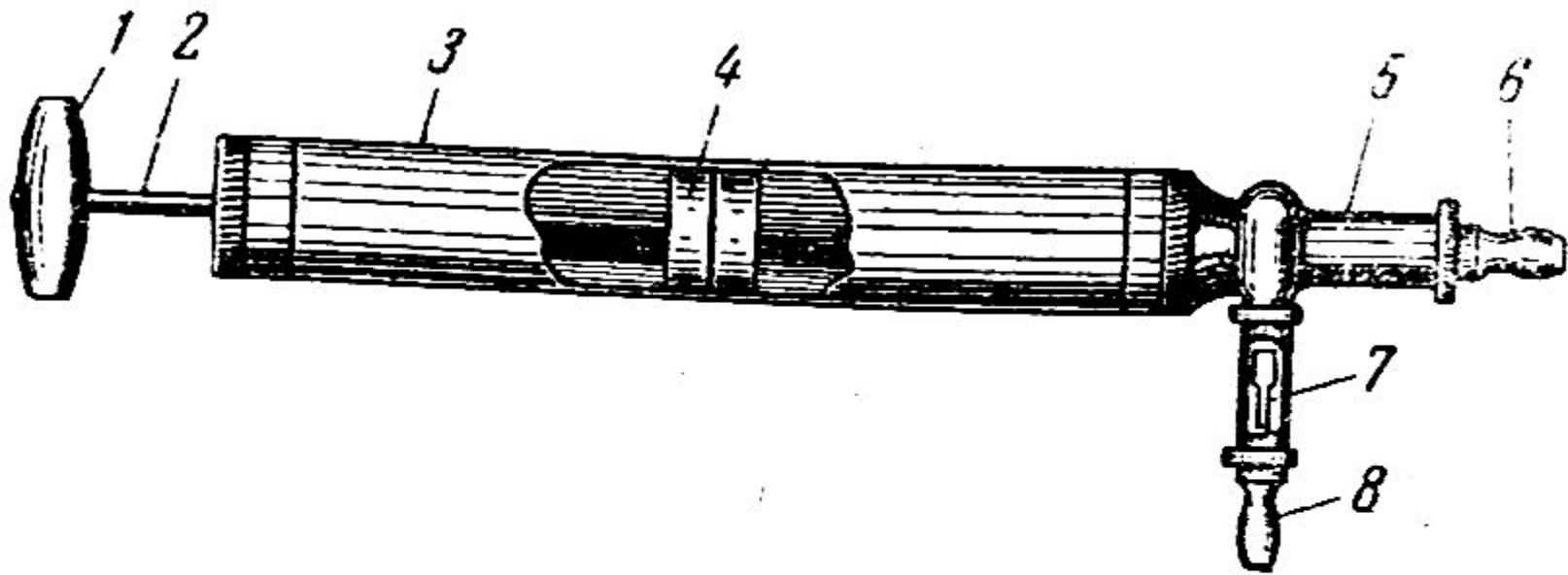
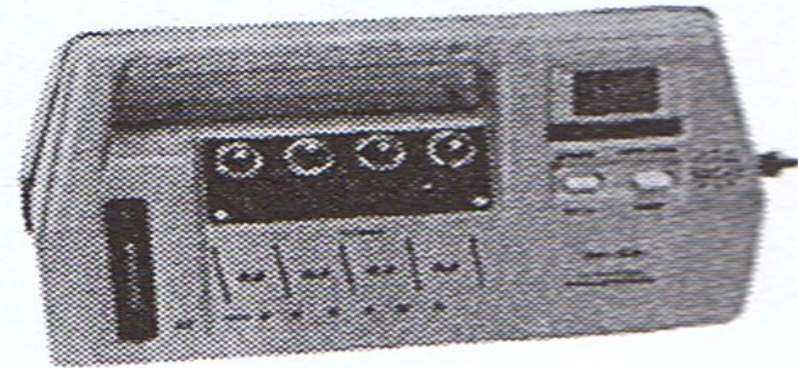
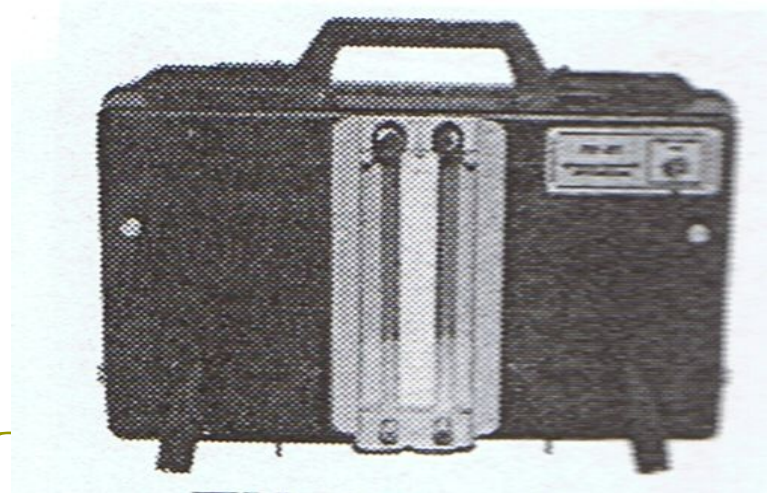


Рис. 4. Ручной насос двойного действия:
1—ручка; 2—стержень; 3—цилиндр; 4—поршень; 5, 7—па-
трубки; 6, 8—ниппели.

Автоматические аспирационные устройства



- Вид сверху: 1 – ПΟΥ-04;**
2 – сумка для транспортировки;
3 – пробоотборники воздуха;
4 – другие пробоотборники.

Другие виды пробоотборников

Горова Людмила Федоровна

17

Автоматические аспирационные устройства



Другие виды пробоотборников
Дюдмила
Федоровна 18

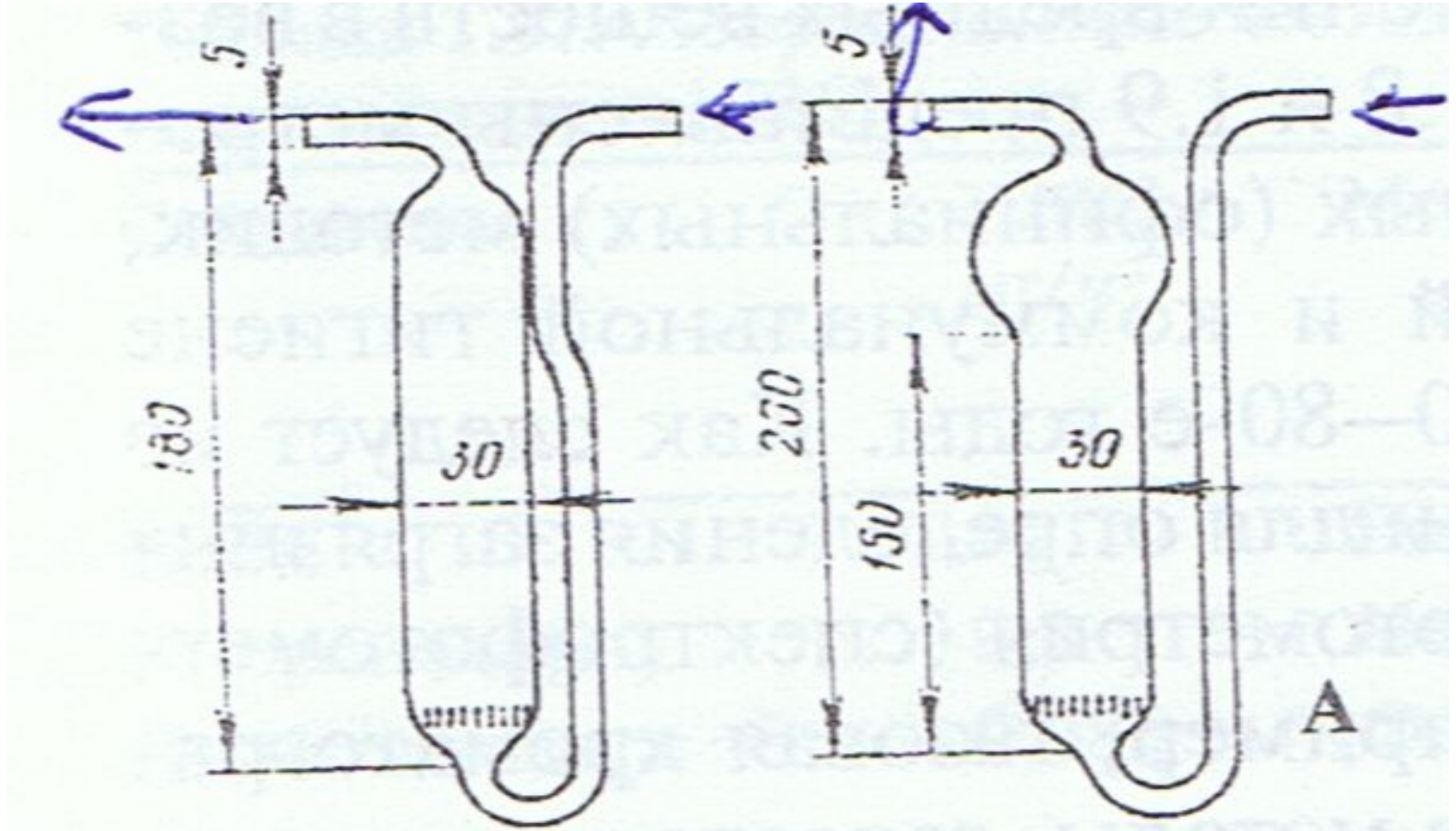
Аспирационные абсорбционные методы

Происходит поглощение вредных примесей из воздуха специальными растворами (жидкостными поглотителями), находящимися в барбатерах или абсорберах. Достоинство методов – одновременное концентрирование примесей в широком диапазоне анализируемых веществ.

Примеры жидкостных поглотителей:

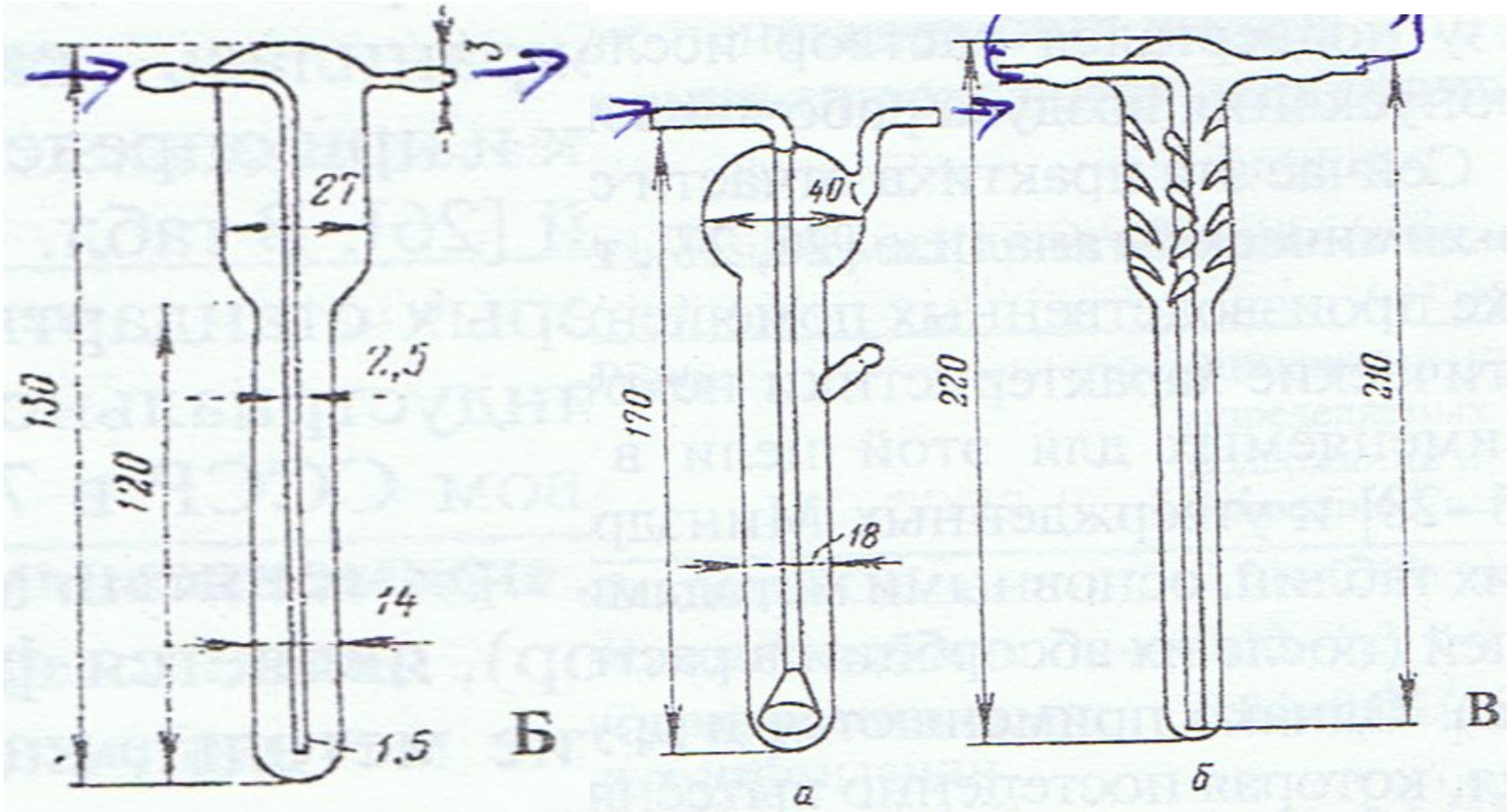
- Реактив Грисса – диоксид азота;
- Хлорат калия – диоксид серы;
- Нитрат серебра – хлороводород;
- Молибдат аммония – фосфин;
- Реактив Несслера – аммиак;
- *p*-Нитроанилин – фенол.

Типы абсорберов



Абсорберы с пористыми пластинками

Типы абсорберов



Абсорберы Зайцева (Б) Абсорберы Федорова (а) Абсорберы Рыхтера (В)

Возможные артефакты абсорбционного пробоотбора

- **Неправильное измерение объема аспирируемого воздуха.**
- **Пренебрежение агрегатным состоянием анализируемых веществ.**
- **Выбор поглотительных сред.**
- **Скорость аспирации.**
- **Наличие микропримесей сопутствующих или посторонних веществ.**

ММККОС
Л.К. №2.
Глоцова
Людмила
Федоровна

22

Аспириационные сорбционные методы

Происходит поглощение вредных примесей из воздуха специальными твердыми веществами-сорбентами, находящимися в специальных трубках-ловушках.

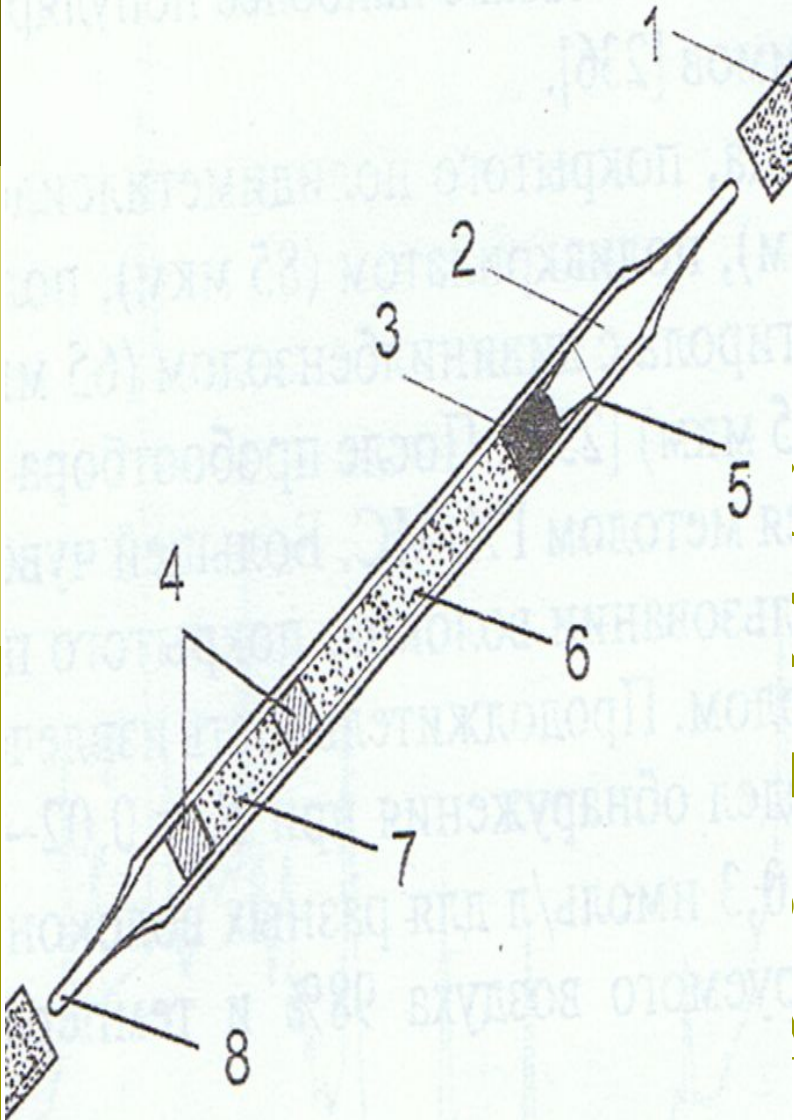
Достоинство этих методов – одновременное концентрирование примесей в широком диапазоне анализируемых веществ.

МККОС.
Д.К. №2
Голова
Людмила

Федоровна

23

Адсорбционная трубка-ловушка



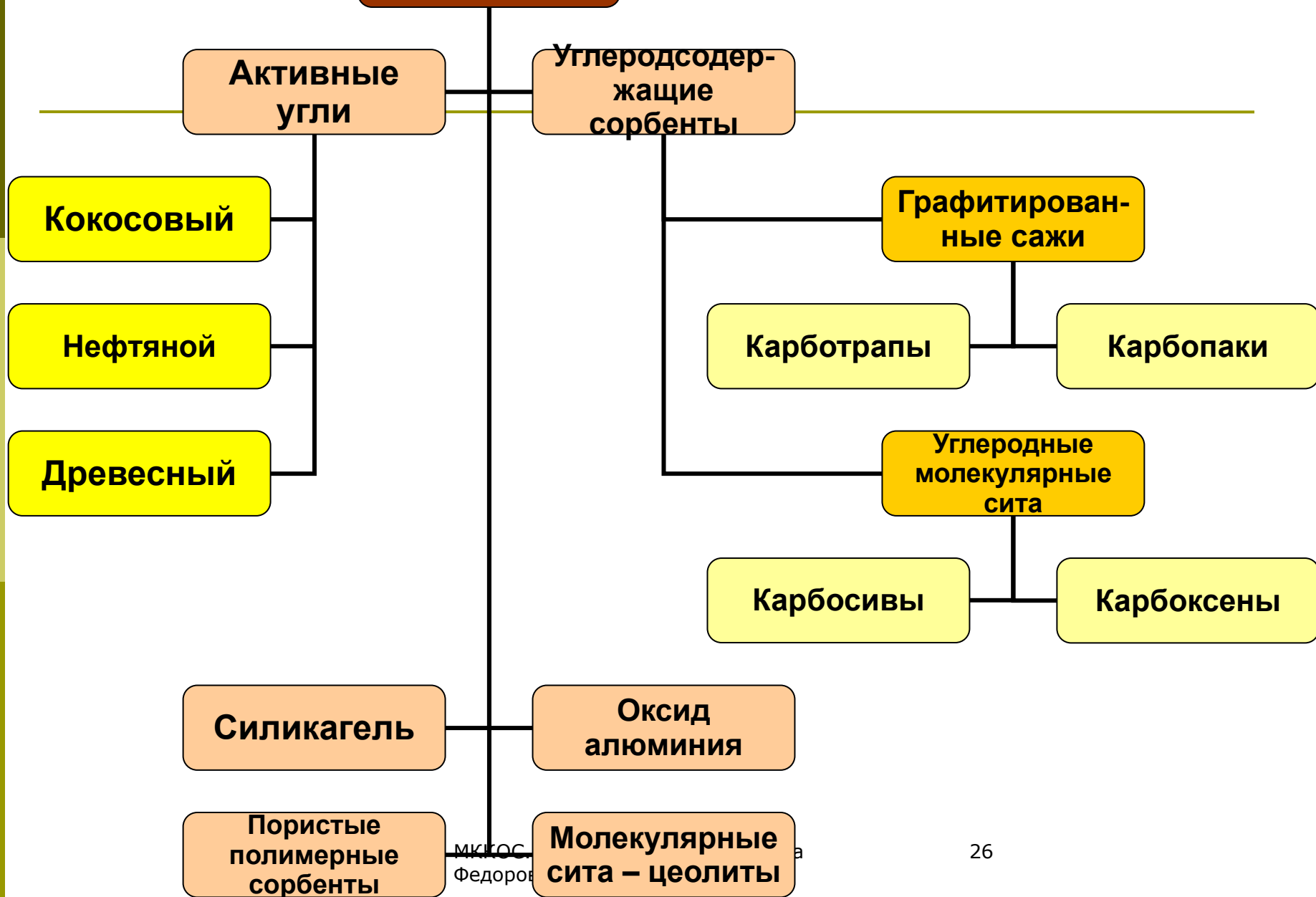
1. Заглушки из пластика, не загрязняющие пробу;
2. Стеклянная трубка со специально вытянутым концом;
3. Точно известное количество высококачественного стекловолокна;
4. Сепаратор из пенопласта определенной пористости;
5. Пружинный запор для фиксации слоя сорбента;
6. Основной слой сорбента (100 мг) с точно известной удельной пористостью и размером частиц;
7. Резервный слой сорбента (50 мг);
8. Предохранитель, позволяющий при необходимости легко отломать кончик трубки

Курс
№2
Дова
Дмида
Доревна

Требования к сорбентам

- **Эффективно улавливать из воздуха низкие концентрации загрязнителей и сохранять их до анализа.**
- **Иметь достаточно большую сорбционную емкость.**
- **Не взаимодействовать с загрязнителями при хранении пробы.**
- **Эффективно сорбировать загрязнители в присутствии других примесей.**
- **Не выделять веществ, приводящих к появлению «ложных» загрязнений.**
- **Должны быть удобные и количественные методы извлечения примесей из сорбента.**

СОРБЕНТЫ



Сорбенты

Сорбционно-десорбционные свойства сорбентов зависят от полярности поверхности, размера пор и их формы. Самые эффективные сорбенты имеют объем пор $0,5-0,6 \text{ см}^3/\text{г}$. Сорбенты, применяемые для извлечения СОЗ из воздуха, можно разделить на три группы. К *первой группе* относят гидрофильные неорганические материалы типа силикагелей и молекулярные сита. Их применяют для концентрирования веществ с гидроксильными группами и кислородсодержащих соединений (фенолы, фталаты, некоторые пестициды и др.). Молекулярные сита (цеолиты) – синтетические сорбенты со строго определенным размером пор в кристаллической решетке – извлекают из воздуха практически все вещества, размеры молекул которых меньше или совпадают с диаметром пор. Недостаток сорбентов этой группы – высокое сродство к водяным парам, которые могут вытеснять сорбированные органические соединения.

Сорбенты

Вторая группа сорбентов включает в себя гидрофобные природные и синтетические материалы на основе активных углей с сильно развитой пористой поверхностью. Они избирательно поглощают углеводороды и их производные (например, хлорпарафины), ароматические соединения (ПАУ, ПХБ, ПХДД/ПХДФ, хлорбензолы и др.), слабее – алифатические спирты, карбоновые кислоты, сложные эфиры.

Третья группа сорбентов – синтетические макропористые полимерные сорбенты с высокой степенью гидрофобности и большой удельной поверхностью. Их применяют в условиях повышенной влажности, когда использование силикагелей или активных углей практически невозможно. Иногда для отбора проб воздуха применяют непористые сорбенты: силикаты меди и магния, хлорид кальция и др., которые проявляют избирательные сорбционные свойства по отношению к некоторым веществам.

Пористые полимерные сорбенты

- **Тенаксы** (полимеры на основе 2,6-дифенил-п-фениленоксида);
- **Парапаки** (сополимеры стирола и дивинилбензола);
- **Полисорбы** (отечественные аналоги парапаков);
- **Полидифенилфталиды** (полимеры на основе дифенилфталевой кислоты);
- **Хромосорбы** (сополимеры многофункциональных и дифункциональных мономеров);
- **Полимерные смолы ХАД** (ХАД-2 или амберлит – это композиция из единичных полимерных шариков);
- **Пенополиуретан** (полиуретановая пена или пенопласт);
- **Новые отечественные полимерные сорбенты** (металлосодержащие, полиимидные и др.).

Возможные артефакты адсорбционного пробоотбора

- **Значительно (сотни и тысячи раз) возрастает концентрация примесей.**
- **Одновременно сорбируются соединения различной полярности и реакционной способности, подверженные окислению, гидролизу, полимеризации и др. превращениям.**
- **Возрастает возможность нежелательных химических реакций в концентрате при хранении пробы.**
- **Происходит взаимодействие сорбента и сорбата с образованием новых соединений, отсутствующих в воздухе.**

Десорбция примесей из сорбента

Десорбция – это извлечение сорбированных примесей с сорбентов.

Способы десорбции:

- Термодесорбция.
- Вакуумная десорбция.
- Десорбция паром.
- Экстракция растворителем.
- Экстракция в аппарате Сокслета.

Хемосорбция

Это сорбция, сопровождающаяся химическим взаимодействием между анализируемым веществом и реагентом, нанесенным на сорбент.

Примеры:

- **Силикагель + $AgNO_3$ (фосфин);**
- **Силикагель + H_2SO_4 (NH_3 ; RNH_2);**
- **Молекулярные сита + триэтанолламин (NO_2).**

Людмила

Федоровна

32

Дериватизация

Это **химическое взаимодействие** между анализируемым веществом и реагентом с образованием продукта реакции - **derivata**.

Виды дериватизации:

- **Пред-дериватизация** (химическая реакция происходит на сорбенте и продукт этой реакции – дериват затем десорбируется);
- **Пост-дериватизация** (анализируемый компонент сначала десорбируется, а затем обрабатывается реагентом для получения деривата)

Бытовую пыль, состоящую из волокон ковров, постели, одежды, волос и т. п., отбирают фильтрованием. Перед определением компонентов пыль просеивают для удаления крупных составляющих, в частности волос и волокон пуха. Остаток дробят, после чего разлагают смесью азотной и хлорной кислот.

Для анализа *транспортной пыли* (синтетическая резина из шин, пыль тормозных прокладок, продукты износа полотна дороги, стройматериалы, почва, тяжелые масла и др.) пробоотбор лучше всего проводить с помощью щетки с жестким волосом и совка для мусора. Но так как последние стираются при отборе проб и загрязняют пробу, оборудование должно быть изготовлено из пластмассовых материалов, не содержащих тяжелых металлов. Неорганические частицы после обработки кислотами отделяют центрифугированием или фильтрованием и анализируют обычно методом атомно-эмиссионной спектроскопии (АЭМА — ИСП).

Пробоотбор *индустриальной пыли*, весьма разнообразной по составу, проводят как для взвесей в воздухе, пробу переводят в раствор известными методами