

МЕТОДЫ ПРОБООТБОРА ВОЗДУХА

Лекция 2.

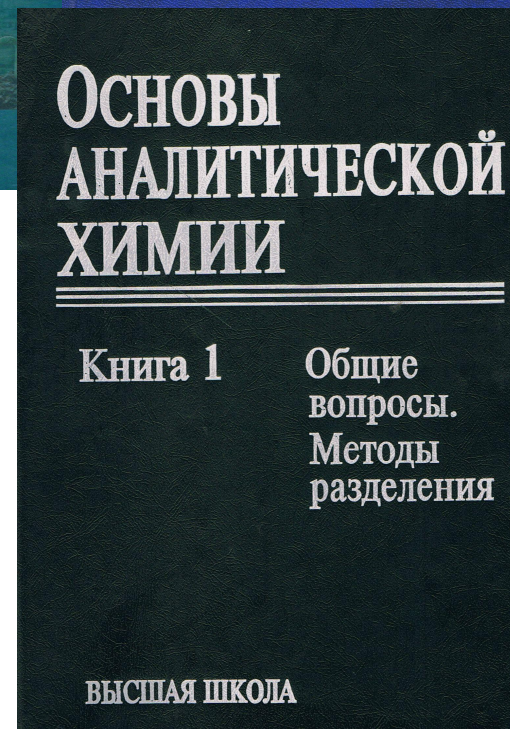
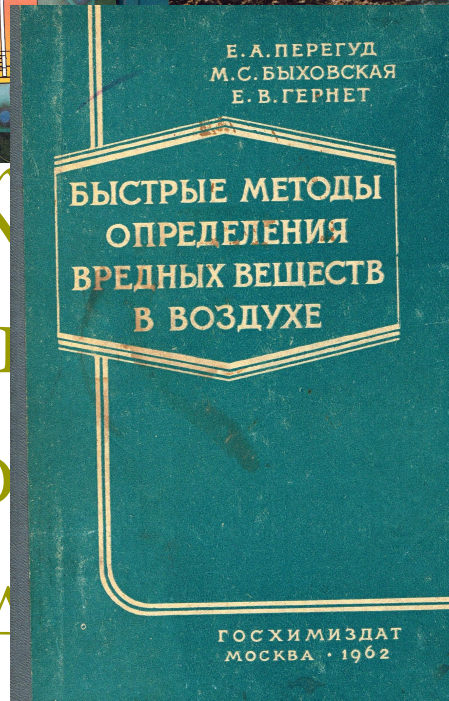
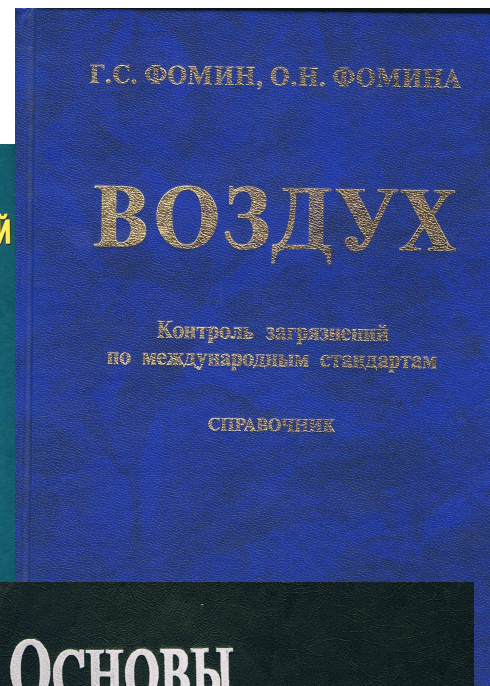
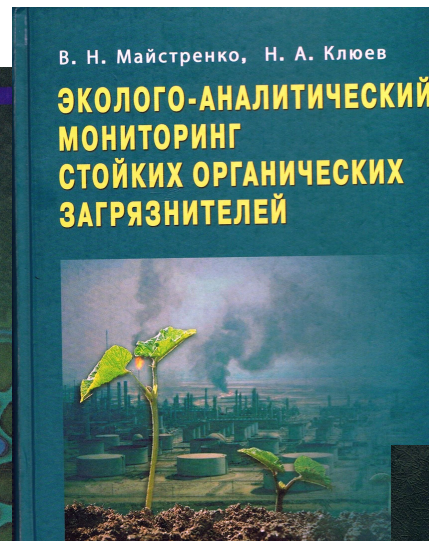
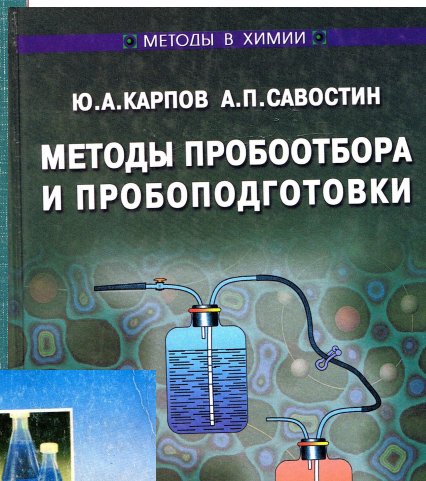
**ГОСТ 17.2.6.01-86 «Охрана
природы. Атмосфера. Приборы для
отбора проб воздуха населенных
пунктов. Общие требования».**

Людмила

Федоровна

1

ЛИТЕРАТУРА



Л.К
По
Лю
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

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.

Людмила
Федоровна

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).**

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.**

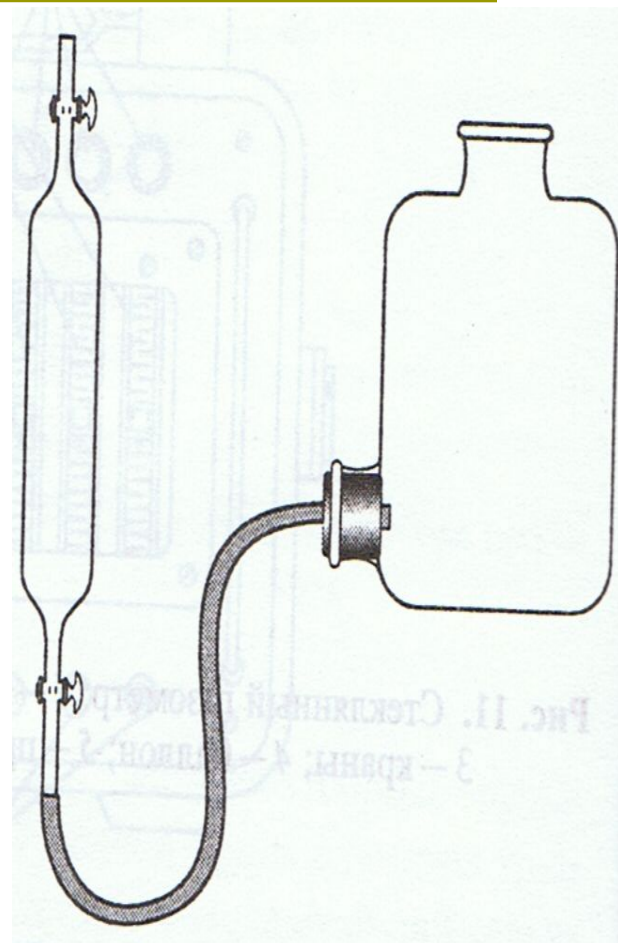
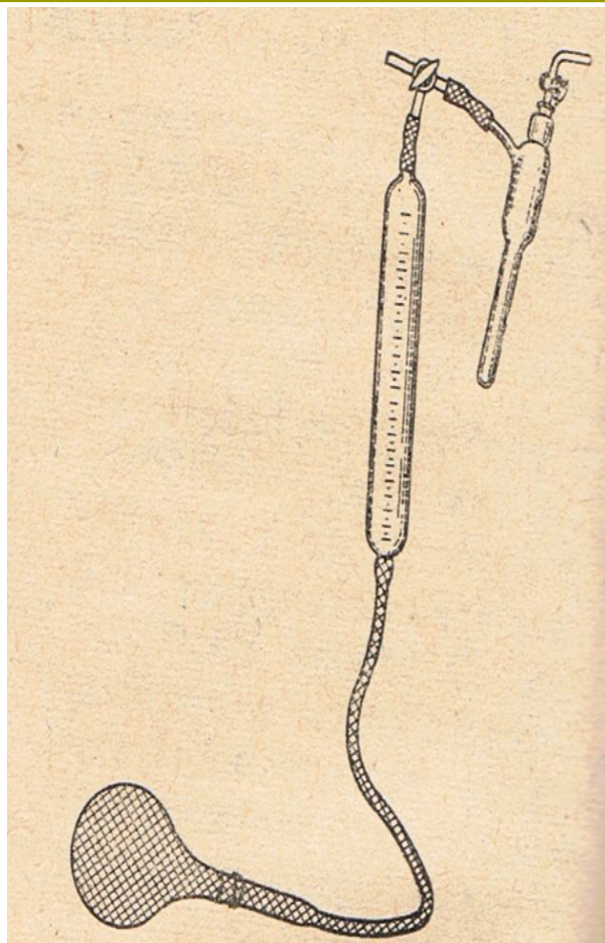
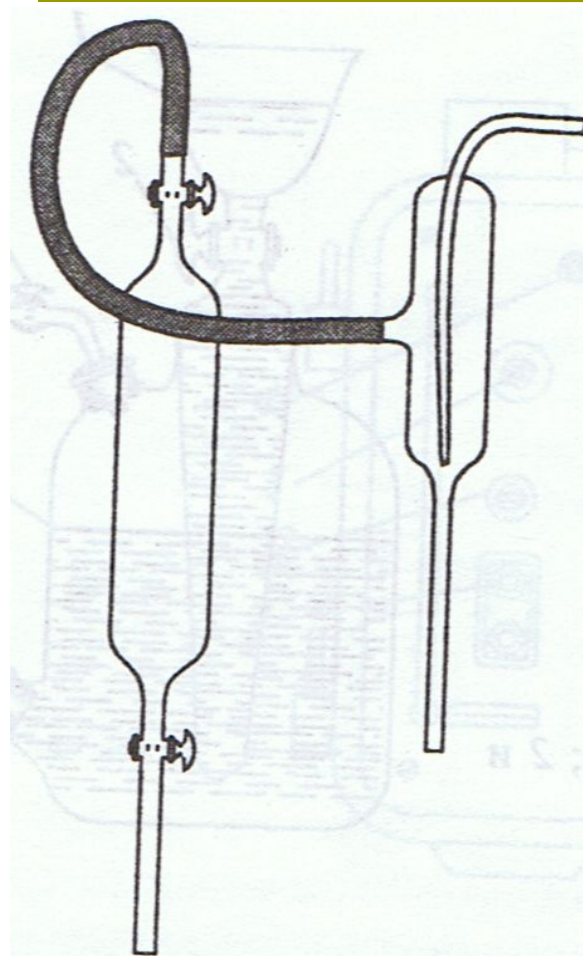
Попова

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

Федоровна

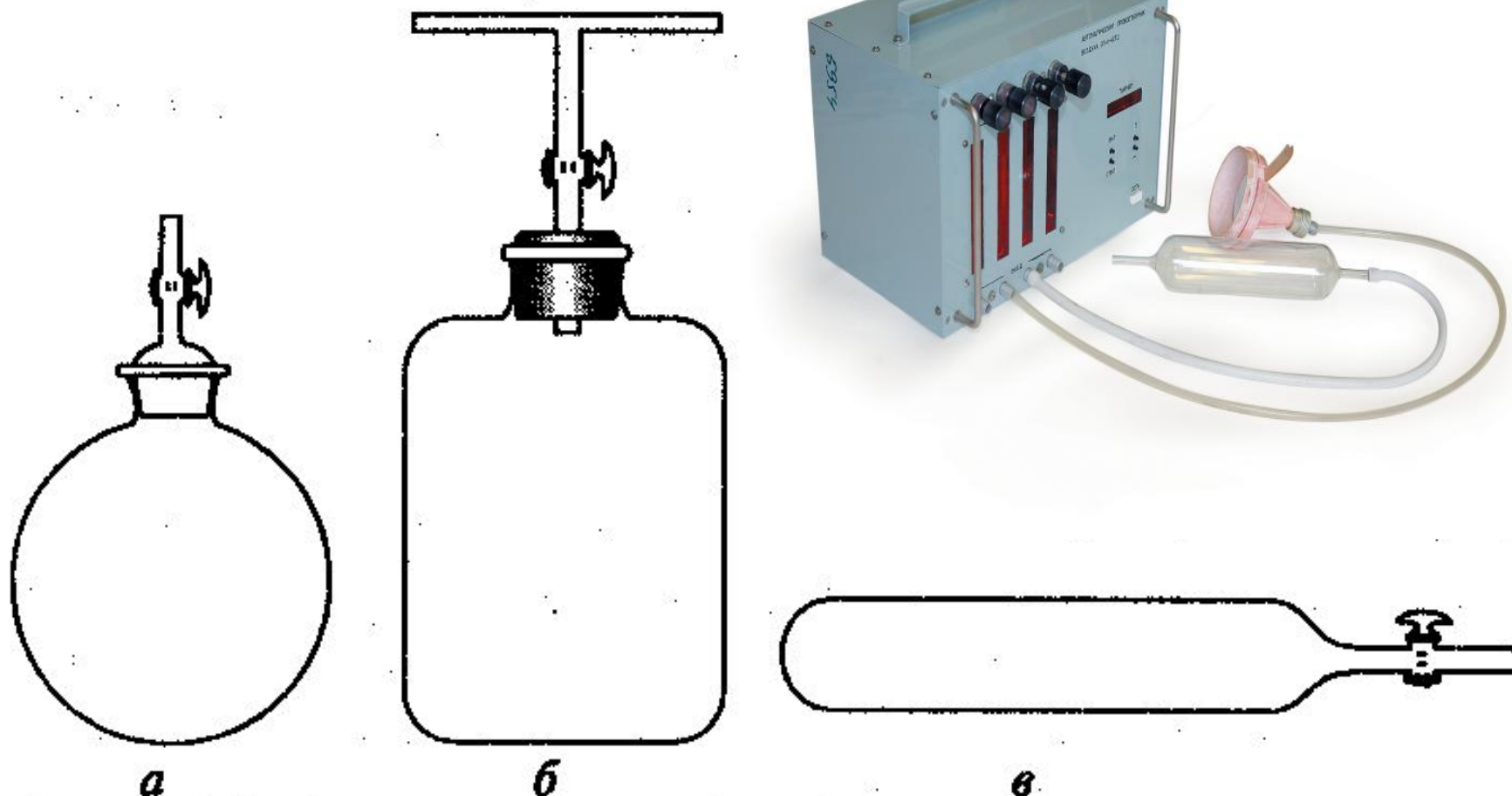
6

ВАКУУМНЫЕ МЕТОДЫ



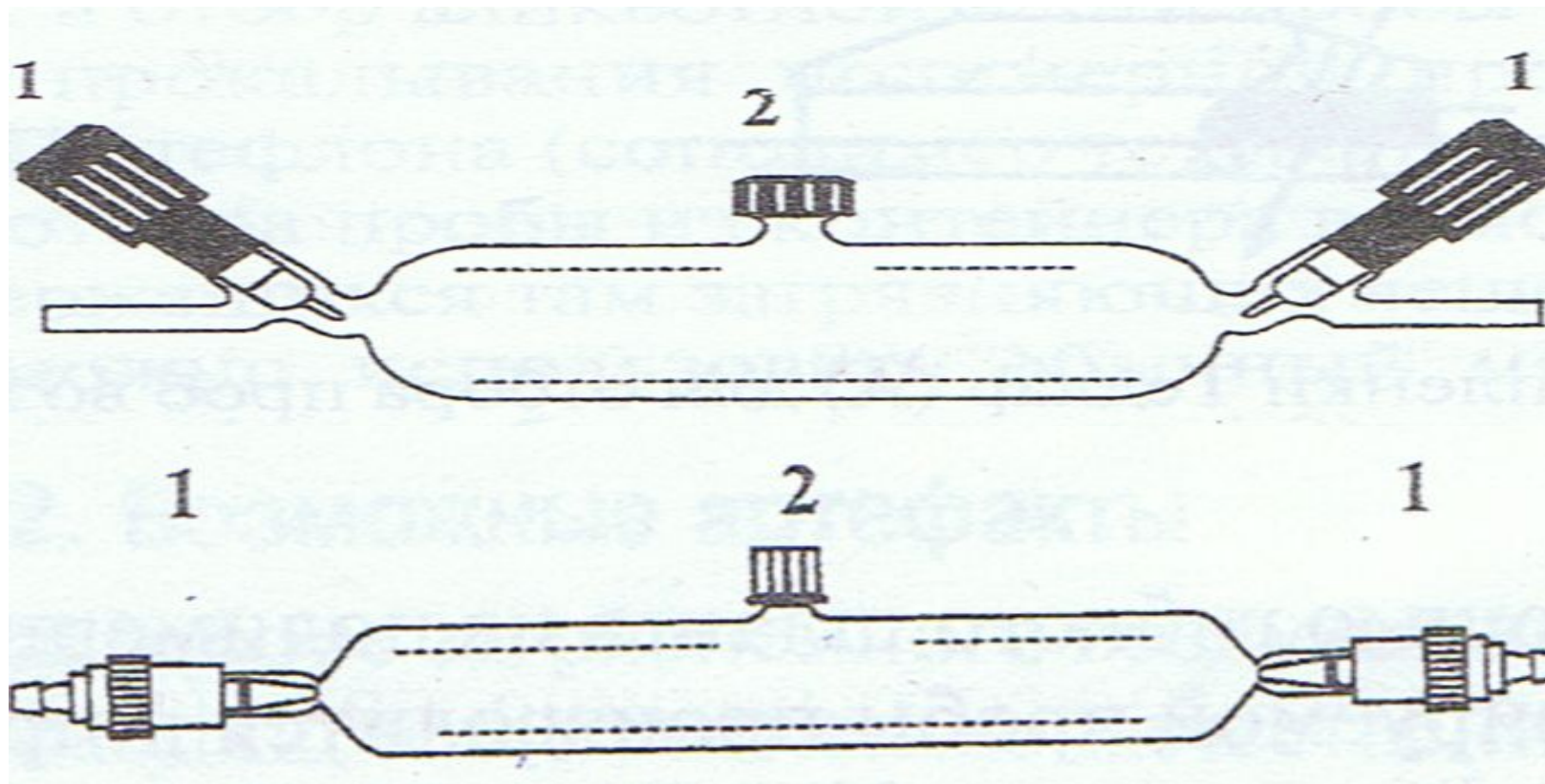
Стеклянные газовые пипетки
Федоровна

Вакуумные методы. Контейнеры



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

Стеклянные прободоотборники



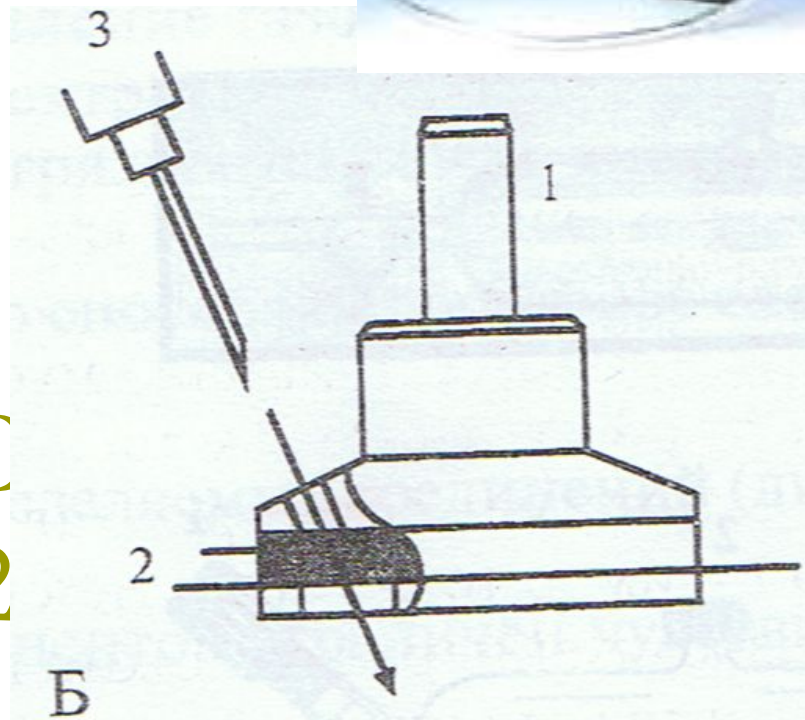
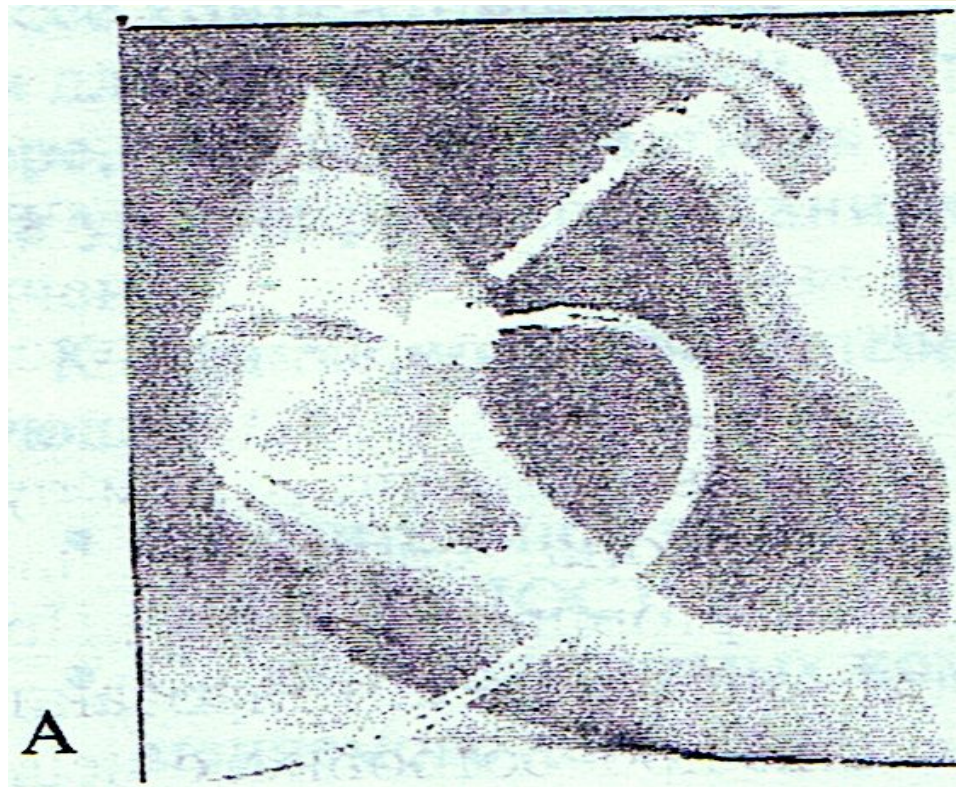
1 – вакуумные краны; 2 – клапан с тефлоновой прокладкой для отбора пробы воздуха шприцем

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.

Б. Клапан от мешка :

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

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.**

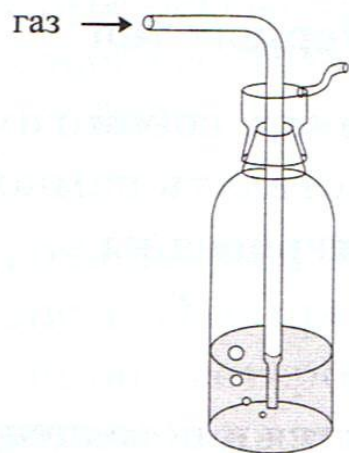
МККОС.

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

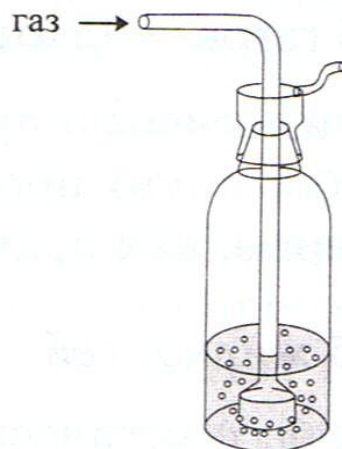
Федоровна

13

АСПИРАЦИОННЫЕ МЕТОДЫ



капилляр



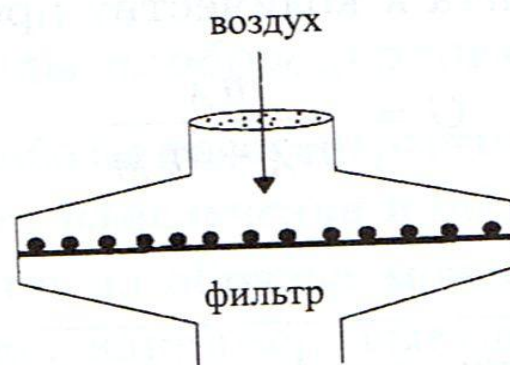
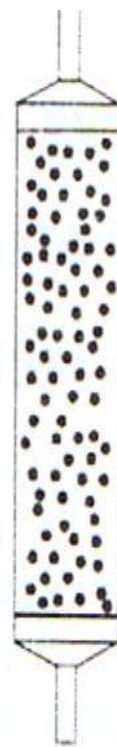
стеклянный фи

Поглощение газов жидкостями

Д.К.Л.
Попов

Людм.

Адсорбирующий патрончик
Федоровна



**Фильтр
для отбора
взвешенных
частиц
из воздуха**

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

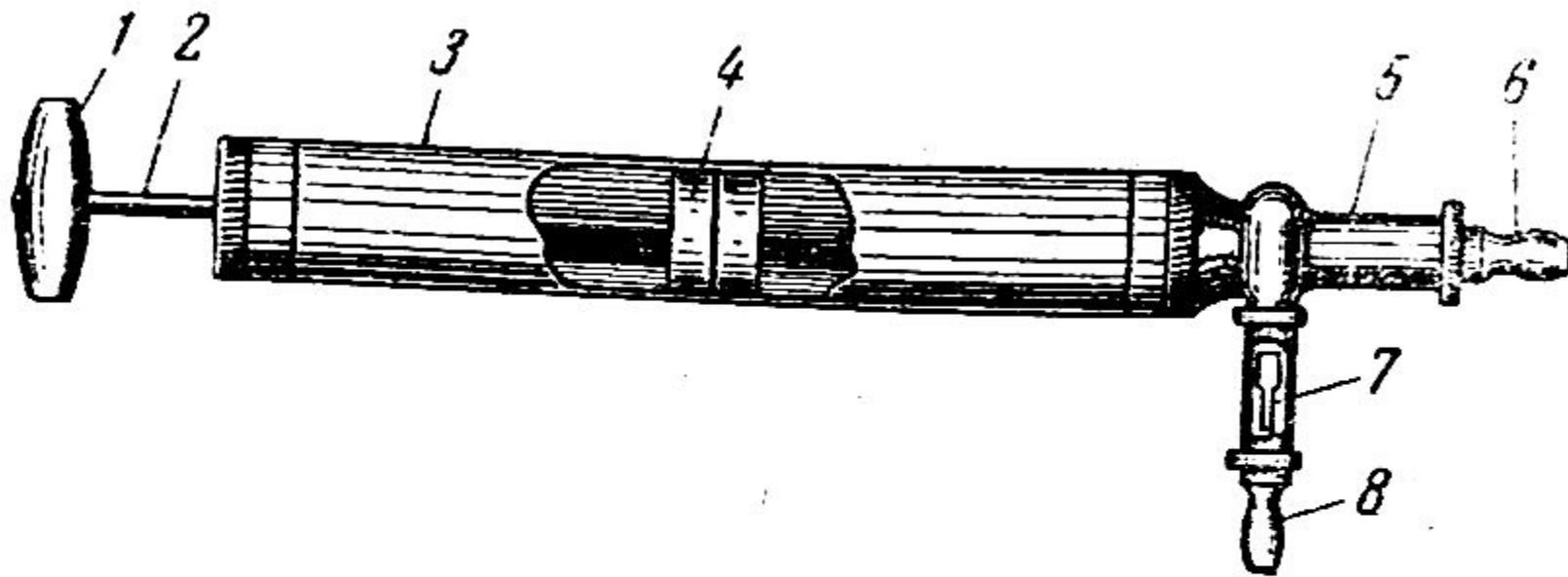
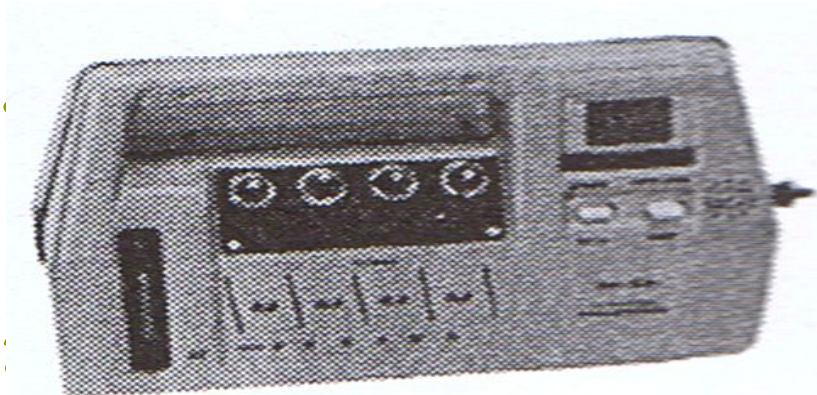
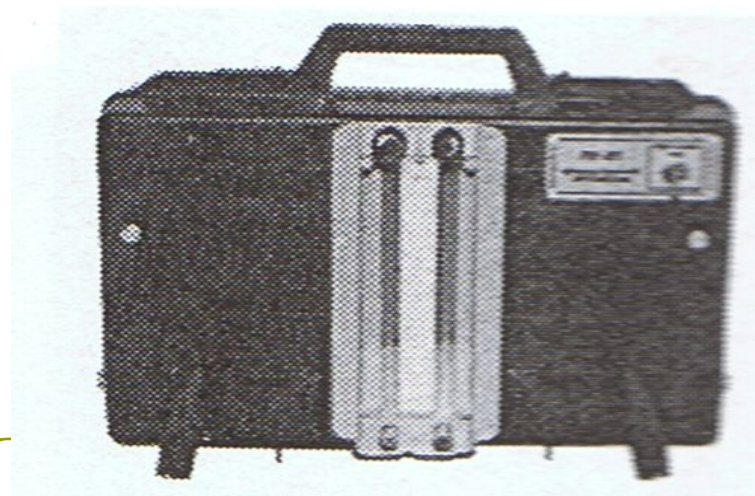
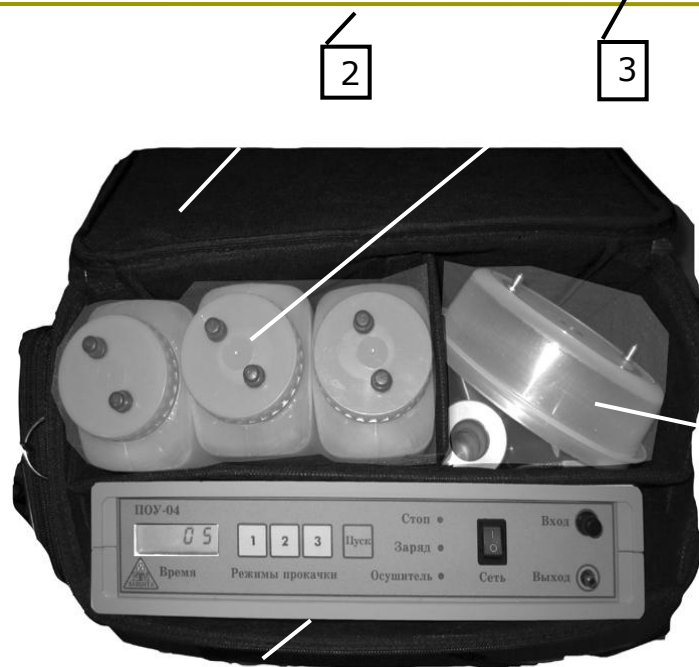


Рис. 4. Ручной насос двойного действия:
1—ручка; 2—стержень; 3—цилиндр; 4—поршень; 5, 7—патрубки; 6, 8—ниппели.

Автоматические аспирационные устройства



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

Другие виды пробоотборников

Автоматические аспирационные устройства



Другие виды пробоотборников

Федоровна

18

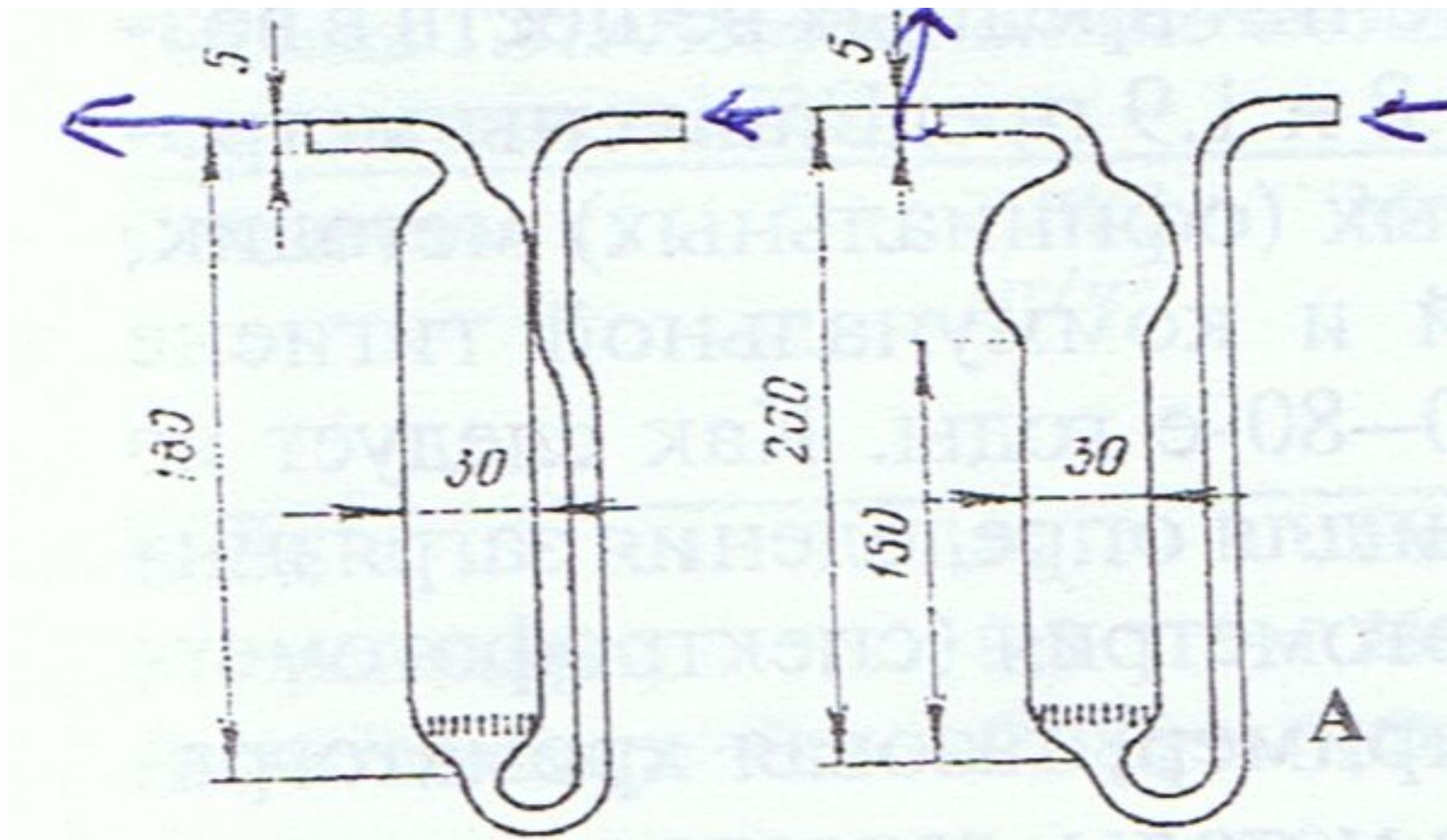
Аспирационные абсорбционные методы

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;
- п-Нитроанилин – фенол.

Типы абсорберов

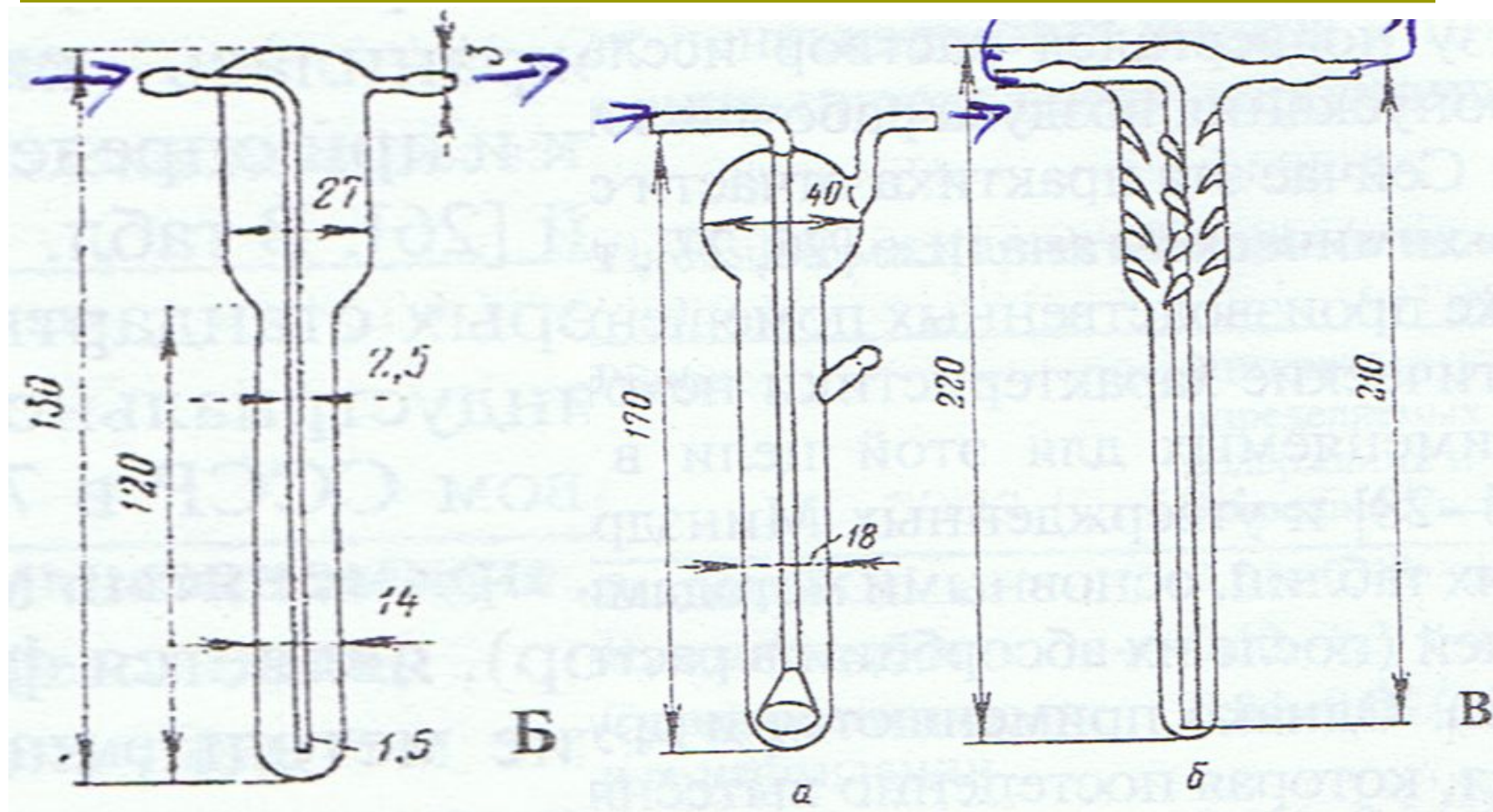


Абсорберы с пористыми пластинками

Федорова

20

Типы абсорберов



Абсорберы Зайцева (Б) 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.**

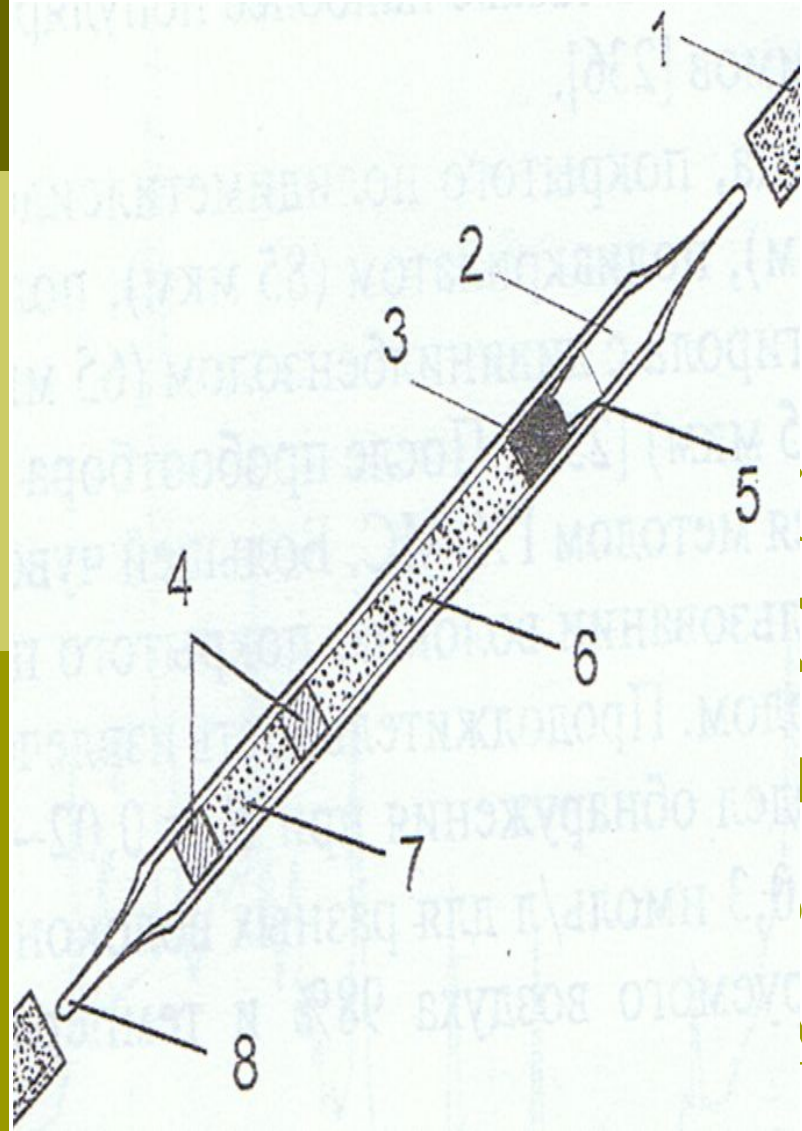
Аспириационные сорбционные методы

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.

М.К.К.О.С.
Л.К. №2
Попова
Людмила
Федоровна

Адсорбционная трубка-ловушка



1. Заглушки из пластика, не загрязняющие пробу;
2. Стекло́нная трубка со специально оттянутым концом;
3. Точно известное количество высокочистого стекловолокна;
4. Сепаратор из пенопласта определенной пористости;
5. Пружинный запор для фиксирования 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

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

Активные
угли

Углеродсодер-
жащие
сорбенты

Кокосовый

Нефтяной

Древесный

Графитирован-
ные сажи

Карботрапы

Карбопаки

Углеродные
молекулярные
ситы

Карбосивы

Карбоксены

Силикагель

Оксид
алюминия

Пористые
полимерные
сорбенты

Молекулярные
ситы – цеолиты

мкрос-
Федоро

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 + триэтаноламин (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