

Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего профессионального образования

**Санкт-Петербургский государственный технологический
университет растительных полимеров**

Экологический мониторинг (Атмосфера)

**Методические указания
к лабораторным работам**

Санкт-Петербург
2010

14-17

Министерство образования и науки Российской Федерации

Государственное образовательное учреждение
высшего профессионального образования

**Санкт – Петербургский государственный технологический
университет растительных полимеров**

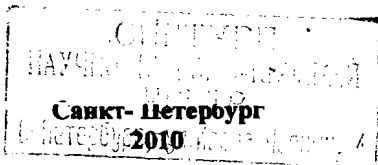
**Кафедра охраны окружающей среды и рационального использования
природных ресурсов**

Экологический мониторинг (Атмосфера)

Методические указания к лабораторным работам

Факультет - инженерно-экологический

**Специальность – 280.201 «Охрана окружающей среды и рациональное
использование природных ресурсов»**



НАУЧНО-ИНФОРМАЦИОННЫЙ ЦЕНТР САНКТ-ПЕТЕРБУРГСКОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО УНИВЕРСИТЕТА РАСТИТЕЛЬНЫХ ПОЛИМЕРОВ

УДК 504.064.36

Экологический мониторинг (Атмосфера): методические указания к лабораторным работам / сост. Т.И. Буренина, О.А. Шанова; ГОУВПО СПбГТУРП. СПб., 2010-34с.

Методические указания составлены в соответствии с программой дисциплины «Экологический мониторинг». Указания содержат лабораторные работы по определению некоторых типичных загрязняющих веществ в атмосферном воздухе, в выбросах в атмосферу, в воздухе рабочей зоны.

Предназначены для студентов специальности 280201 «Охрана окружающей среды и рациональное использование природных ресурсов».

Рецензент: ~~_____~~ доцент кафедры физической химии СПбГУ,
канд. хим. наук М.А. Синякова

Подготовлены и рекомендованы к печати кафедрой охраны окружающей среды и рационального использования природных ресурсов ГОУВПО СПбГТУРП (протокол № 1 от 30.09.09).

Утверждены к изданию методической комиссией инженерно-экологического факультета ГОУВПО СПбГТУРП (протокол № 6 от 15. 10.09).

© ГОУВПО Санкт-Петербургский
государственный технологический
университет растительных полимеров, 2010

ВВЕДЕНИЕ

Одним из наиболее важных направлений развития охраны окружающей среды является осуществление контроля за её состоянием.

Применение надёжных и чувствительных методов контроля способствует разработке обоснованных природоохранных решений на основе информации о качестве окружающей среды.

В предлагаемых методических указаниях рассматриваются организационные и экоаналитические вопросы контроля уровня загрязнения атмосферного воздуха и выбросов в атмосферу. В рамках лабораторного практикума студенты имеют возможность ознакомиться со способами отбора (концентрирования) проб воздуха, методами и методиками их анализа и освоить их на примере типичных загрязняющих веществ: диоксида серы, оксидов азота, монооксида углерода, взвешенных веществ (пыли).

Методические указания предназначены для студентов всех форм обучения специальности 280201 «Охрана окружающей среды и рациональное использование природных ресурсов».

I. ОБЩИЕ ВОПРОСЫ ОРГАНИЗАЦИИ КОНТРОЛЯ ЗАГРЯЗНЕНИЯ АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА

В условиях непрерывного роста промышленности и сельскохозяйственного производства, развития транспорта степень загрязнения атмосферного воздуха выбросами и выделениями вредных веществ может в ряде случаев превысить санитарно-гигиенические нормативы.

Служба наблюдений и контроля за состоянием атмосферного воздуха состоит из двух частей: наблюдений (мониторинга) и контроля.

Первая система обеспечивает наблюдение за качеством атмосферного воздуха в городах, расположенных вне зоны влияния конкретных источников загрязнения, вторая система обеспечивает контроль источников загрязнения и регулирование выбросов вредных веществ в атмосферу.

Наблюдения за загрязнением атмосферы проводятся на стационарных, маршрутных и передвижных (подфакельных) постах.

Стационарный пост – это специально оборудованный павильон, в котором размещена аппаратура, необходимая для регистрации концентраций загрязняющих веществ и метеорологических параметров по установленной программе. Стационарные посты оборудованы метеорологической аппаратурой и приборами контроля за 3 – 6 приоритетными веществами.

Местоположение стационарных постов выбирается обычно на границе санитарно-защитной зоны по согласованию с Росгидрометом и Роспотребнадзором.

Для постов наблюдений устанавливаются четыре программы наблюдений: полная, неполная, сокращенная, суточная.

Полная программа наблюдений предназначена для получения информации о разовых и среднесуточных концентрациях, наблюдения проводятся ежедневно непрерывно (автоматическими устройствами) или дискретно в 01, 07, 13 и 19 ч местного времени, либо по скользящему графику: вторник, четверг, суббота - 07, 10, 13 ч; понедельник, среда, пятница - 15, 18, 21 ч.

Наблюдения по первой программе предусматривают измерения содержания в воздухе диоксида серы, монооксида углерода, оксидов азота, пыли (типичных загрязняющих атмосферу веществ), и специфических примесей, характерных для промышленных выбросов в данном населенном пункте.

По неполной программе наблюдения проводятся ежедневно, но только в 07, 13, 19 ч местного декретного времени с целью получения информации о разовых концентрациях. В районах, где температура воздуха ниже 45°C, наблюдения проводятся по сокращенной программе ежедневно, кроме воскресенья, в 07 и 13 ч по местному декретному времени, такие наблюдения нужны для получения сведений только о разовых концентрациях. Наблюдения по сокращенной программе допускается проводить также в местах, где средние месячные концентрации меньше 1/20 ПДКм.р. или меньше нижнего предела диапазона измерений примеси используемым методом.

Суточная программа наблюдений служит для получения информации о среднесуточных концентрациях, измерения проводят путем непрерывного суточного отбора проб.

Одновременно с отбором проб воздуха определяют следующие метеорологические параметры: направление и скорость ветра, температуру, давление и относительную влажность воздуха.

При неблагоприятных метеорологических условиях (туман, продолжительная инверсия температур и т.д.) отбор проб воздуха должен производиться круглосуточно через каждые 3 часа.

Результаты измерений на стационарных постах сопоставляются со значениями среднесуточных ПДК.

Маршрутный пост - место на определенном маршруте в городе. Он предназначен для регулярного отбора проб воздуха в фиксированной точке местности

при наблюдениях, которые проводятся с помощью передвижной аппаратуры. Такие посты применяют в том случае, когда невозможно или нецелесообразно установить стационарный пост или необходимо более детально изучить состояние загрязнения воздуха в отдельных районах. Маршрутные наблюдения осуществляются с помощью автолабораторий. В день на такой машине можно произвести отбор 8-10 проб воздуха. Порядок объезда маршрутных постов ежемесячно меняется таким образом, чтобы отбор проб воздуха на каждом пункте проводился в разное время суток. Результаты измерений на маршрутных постах могут сопоставляться как со среднесуточными, так и с максимально-разовыми ПДК в зависимости от условий и времени осреднения при отборе проб.

Передвижной (подфакельный) пост - предназначен для отбора проб поддымовым (газовым) факелом с целью получения материалов по распространению вредных веществ от отдельных источников выбросов в зависимости от метеорологических условий и оценки влияния этих источников на загрязнение атмосферы.

Подфакельные наблюдения могут быть регулярные и специальные, т. е. наблюдения по расширенной программе.

Отбор проб воздуха производится последовательно по направлению ветра на расстояниях от источников выброса 0,2-0,5, 1, 2, 3, 4, 6, 8, 10, 15 и 20 км, а также с наветренной стороны источника.

Наблюдения под факелом проводятся за типичными для данного предприятия ингредиентами с учетом объема выбросов и их токсичности. Отбор проб воздуха при проведении подфакельных наблюдений производится на высоте 1,5 м от поверхности земли в течение 20-30 мин не менее, чем в 3-х точках одновременно. Интервал между отборами 10 мин. В зоне максимального загрязнения отбирается не менее 60 проб воздуха, а в других зонах минимум 25.

Результаты измерений на подфакельных постах сопоставляются, как правило, с максимально-разовыми ПДК.

Контроль загрязнения воздуха, проводимый на подфакельных и передвижных постах, может быть использован для контроля наблюдения нормативов ПДВ.

Контроль качества атмосферного воздуха включает отбор проб, анализ воздушной пробы, расчет концентрации определяемых веществ и сравнение их с нормативными величинами.

Предельно допустимые концентрации (ПДК) типичных загрязняющих веществ в атмосферном воздухе и в воздухе рабочей зоны приведены в приложении 3.

Система мониторинга атмосферного воздуха была бы не полной, если бы не включала контроля за источниками выбросов загрязняющих веществ на самих предприятиях. Такие наблюдения должны производиться на предприятиях имеющимися или создаваемыми там службами или с использованием услуг внешних организаций.

Норматив на выброс – действующий норматив ПДВ (г/с, т/год) – это количество загрязняющего вещества, при поступлении которого в атмосферу в единицу времени с учетом рассеивания выброса в атмосфере и совокупности всех других источников, расположенных в данном районе, не образуется концентрация, превышающая ПДК.

Величину фактического выброса M (г/с) рассчитывают по формуле:

$$M = C_0 * V_0, \quad (1)$$

где C_0 – концентрация загрязняющего вещества, г/м³, V_0 – производительность источника выбросов в атмосферу, м³/с.

Контроль за соблюдением норматива ПДВ заключается в отборе газовой пробы, пробоподготовке, анализе пробы, расчете фактического выброса и сравнения его с предельно допустимым.

2. ТЕХНИКА ОТБОРА ПРОБ ВОЗДУХА

Одним из основных элементов анализа качества атмосферного воздуха является отбор проб. Если отбор проб выполнен неправильно, то результаты самого тщательного анализа теряют всякий смысл.

Отбор проб атмосферного воздуха осуществляется аспирационным способом путем пропускания воздуха через специальные поглотительные приборы.

В результате пропускания воздуха через поглотительный прибор осуществляется концентрирование анализируемого вещества.

Пробы подразделяются на разовые (период отбора 20-30 мин) и средние суточные (определяются путем осреднения не менее четырех разовых проб

атмосферного воздуха, отобранных через равные промежутки времени в течение суток).

Обычно для получения средних суточных значений концентрации загрязняющих веществ в атмосферном воздухе пробы воздуха отбирают в 07, 13, 19, 01 ч по местному времени.

Для отбора проб воздуха используются электроасpirаторы, пылесосы, эжекторы, а также устройства, регистрирующие объем пропускаемого воздуха (реометры, ротаметры).

Важным элементом систем пробоотбора атмосферного воздуха являются поглотительные приборы, которые в зависимости от агрегатного состояния улавливаемых веществ можно разделить на две группы: для газообразных веществ и для аэрозолей (пыли).

В связи с агрессивностью химических веществ, улавливаемых из воздуха, поглотительные приборы изготавливаются чаще всего из специальных марок стекла.

Для улавливания газообразных веществ в поглотительные растворы используются поглотители Рыхтера, Полежаева, Зайцева, поглотители с пористой пластинкой.

Эффективность поглощения обеспечивается как за счет удлинения пути газовоздушного потока в поглотительном растворе (поглотительные приборы Зайцева, Полежаева, скорость аспирации соответственно до 0,5 л/мин, 3 л/мин), так и за счет увеличения контакта с поглотительным раствором в результате дробления потока на мелкие пузырьки (поглотители с пористой пластинкой и поглотители Рыхтера; скорость аспирации соответственно до 4 л/мин; до 50 л/мин).

Широкое распространение для отбора газообразных веществ находят сорбционные трубки, предложенные ГУ «ГГО им. А.И. Воейкова», которые могут долго храниться перед использованием и легко транспортируются.

Сорбционная трубка содержит пленочный твердый сорбент, представляющий собой гранулы непористого носителя (стекла), покрытые пленкой специально подобранного невымываемого раствора реактива, дающего малолетучее соединение с улавливаемым веществом. В качестве добавок, обеспечивающих невымываемость растворов, могут быть рекомендованы этиленгликоль, глицерин. Сорбционная трубка со слоем стеклянных гранул обозначается буквами СТ и тремя цифрами. 1-я цифра обозначает объем слоя гранул в миллилитрах, а 2-я и 3-я – нижний и верхний пределы диаметра зерен в миллиметрах.

В основном используются трубки СТ-112 или СТ-212. Для изготовления сорбционных трубок используют химически-стойкие стекла (боросиликатное стекло (пирекс)).

Обычные стеклянные емкости (пипетки, баллоны) используются чаще всего при отборе проб воздуха для определения содержания оксида углерода и других газовых примесей, особенно таких, природа которых не установлена.

Заполнение стеклянных емкостей анализируемым воздухом производится путем продувания сосуда 10-кратным объемом анализируемого воздуха, после чего сосуд закрывается.

Для улавливания из воздуха взвешенных веществ: аэрозолей и крупных частиц пыли – применяются поглотительные приборы, основным элементом которых является фильтр.

Фильтродержатели представляют собой трубки с конусовидными насадками либо металлические, либо изготовленные из других материалов.

В зависимости от условий отбора и характера анализируемого вещества используют самые разнообразные фильтры: бумажные, мембранные, из ультратонких волокнистых полимерных материалов (перхлорвинила, полистирола).

В практике работ по контролю загрязнения атмосферного воздуха используются фильтры, изготовленные из фильтрующих материалов Петрянова. Они состоят из ультратонких волокнистых полимеров типа АФА, ФПП, ФПА.

Высокая эффективность улавливания взвешенных веществ (даже размером 0,01 мкм) обуславливается сложным механизмом их диффузии, инерции и электростатического притяжения в слоях ультратонких волокон этих фильтров.

Фильтры АФА изготавливают с рабочей поверхностью круглого сечения 3, 10, 20 и 160 см².

Каждый фильтрующий элемент фильтров АФА вкладывается в защитное бумажное кольцо с выступом.

Фильтры, требующие длительной транспортировки к месту анализа или особой чистоты, вкладываются в конвертики из кальки. В маркировку фильтров АФА вводятся дополнительные буквы, обозначающие вид анализа, материал волокон и цифры, указывающие рабочую поверхность фильтров.

Аналитические аэрозольные фильтры АФА – ВП предназначены для определения весовой концентрации аэродисперсных примесей. Они изготавливаются в виде дисков из перхлорвинила двух типов: АФА – ВП – 10, АФА – ВП – 20.

Фильтры АФА – РП гидрофобны и стойки по отношению к кислотам и щелочам.

Аналитические аэрозольные фильтры типа АФА – Х предназначены для проведения химического (микрхимического и радиохимического) анализа аэродисперсных примесей.

Фильтры типа АФА – Х изготавливаются 3-х типов, отличающихся между собой материалом ультратонких волокон.

Фильтры АФА – ХА нестойки к кислотам и щелочам;

Фильтры АФА – ХП и АФА – ХС – устойчивы к действию кислот и щелочей. Из вышесказанного следует, что при выборе фильтра следует учитывать стойкость материала фильтра по отношению к анализируемым веществам.

Отбор разовых проб производится в поглотительные приборы, которые с помощью шлангов присоединяются к электроасpirатору. При отборе газообразных проб воздуха, для защиты ротаметров от брызг поглотительного раствора к выходным штуцерам присоединяют защитные патроны, заполненные силикагелем с диаметром зерен 0,5 – 3,0 мм. Для задержки мешающих анализу аэрозолей перед поглотительным прибором устанавливают фильтры.

Рассмотрим порядок отбора разовых проб диоксида серы, диоксида и оксида азота и пыли. Основные характеристики пробоотбора этих веществ приведены в таблице 1.

При отборе проб воздуха для определения в нем содержания диоксида серы используются два поглотительных прибора: прибор Рыхтера или сорбционная трубка. Необходимо во время отбора избегать попадания света на поглотительный прибор, защищая его экраном из черной бумаги. При отборе проб воздуха, содержащих диоксид азота, используются U – образные трубки с пористой пластинкой №1 или сорбционные трубки.

Срок хранения проб, отобранных в U – образные трубки, составляет не более двух суток, а в сорбционные трубки – около недели.

Часто бывает необходимо знание содержания в воздухе как диоксида, так и оксида азота отдельно. В этом случае между двумя поглотительными (U – образные или сорбционные трубки) устанавливается U – образная трубка с окислителем.

В первый поглотительный прибор поступает смесь оксида и диоксида азота; диоксид азота поглощается, а оксид азота поступает в U – образную трубку, где при помощи окислителя (хромовый ангидрид) переходит в диоксид азота с эффективностью не менее 90 %.

Табл.1. Характеристики поглотительных устройств

Вещество	Поглотительный прибор	Объем поглотительного раствора, мл	Скорость аспирации, л/мин
Диоксид серы	Прибор Рыхтера Сорбционная трубка	6 0,1-0,2 ТХМ	2 0,5-2,0
Оксид углерода	Сорбционная трубка	-	0,2-0,4
Диоксид азота	U – образная трубка с пористой пластинкой №1	6	0,25
Пыль (взвешенные вещества)	Сорбционная трубка	0,1-0,2	0,5-2,0
	Фильтр АФА-ВП-20 Фильтр ФПП-15		До 50 До 100

Используемый в U – образной трубке регулятор влажности обеспечивает долговременность и эффективность работы окислителя. В процессе работы цвет окислителя изменяется от желтого до зеленовато – коричневого, что свидетельствует о необходимости его замены.

При отборе проб воздуха для определения в нем оксида углерода используется сорбционная трубка диаметром 4-6 мм, заполненная цеолитом марки NaY-11-1298, модифицированного раствором нитрата серебра.

Отбор разовых проб пыли производится на фильтрующие материалы, закрепленные в фильтродержателях. Чтобы свести к минимуму ошибки измерений концентрации пыли, нужно правильно подобрать фильтры и производить отбор при заданных скоростях и времени отбора при соблюдении изокINETических условий: объемная скорость отбора должна быть не меньше скорости ветра в месте отбора. Для этого используются конусные насадки разных диаметров (25-55 мм). При использовании насадок такого размера объемная скорость отбора проб атмосферного воздуха находится в пределах 150-280 л/мин. Реализация этого условия возможна лишь при наличии специального оборудования, с помощью которого можно отбирать с такими большими объемными скоростями.

В случае контроля источников выбросов отбор представительных проб усложняется, так как газовые потоки часто гетерогенны, характеризуются высокой температурой, влажностью, многокомпонентностью, неоднородны по времени и диаметру газохода. В связи с этими факторами необходимо применять специальные устройства подготовки пробы к анализу и транспортировке до места нахождения аналитического прибора. К этим устройствам относятся пробоотборные трубки, фильтрующие элементы, устройства охлаждения и осушения пробы, средства аспирации.

3. МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИЙ НЕКОТОРЫХ ТИПИЧНЫХ ЗАГРЯЗНЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ

3.1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИОКСИДА СЕРЫ (ТЕТРАХЛОРМЕРКУРАТНЫЙ МЕТОД)

ПРИНЦИП И ХАРАКТЕРИСТИКА МЕТОДА

Метод основан на взаимодействии дихлорсульфитомеркурата, образующегося в процесс поглощения диоксида серы раствором тетрахлормеркурата натрия, с формальдегидом и парарозанилином или фуксином. Образующееся при этом соединение окрашивает раствор в красно-фиолетовый цвет, по интенсивности которого определяют содержание диоксида серы.

Определению мешают оксиды азота, озон и соли некоторых тяжелых металлов. Влияние оксидов азота устраняется добавлением сульфаминовой кислоты, озона – выдерживанием пробы перед фотометрированием, солей тяжелых металлов – добавлением трилона Б и ортофосфорной кислоты.

Чувствительность определения 0,1 мкг в анализируемом объеме пробы.

Диапазон измеряемых концентраций в атмосферном воздухе составляет 0,003-0,24 мг/м³ при отборе пробы объемом 40 л, при контроле на источниках выбросов диапазон концентраций 0,5 – 1000 мг/м³.

АППАРАТУРА

Сорбционные трубки СТ-112 с двумя перфорированными перегородками, между которыми помещается 1 мл стеклянного порошка (фракция 1-2 мм). Отбор проб с использованием пропитанного твердого носителя исключает опасность отравления поглотительным раствором, позволяет работать при отрица-

тельных температурах и уменьшает погрешность анализа. Поглощительный прибор Рыхтера.

РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

1. Натрия гидроксид, х.ч.
2. Йод, фиксанал или йод кристаллический, ч.д.а. и калий йодистый, х.ч.
3. Крахмал растворимый, ч.
4. Натрий сернистокислый безводный, ч.д.а.
5. Натрий уксуснокислый, ч.
6. Окись ртути (желтая или красная), ч.д.а.
7. Парарозанилин гидрохлорид, ч.
8. Соляная кислота, х.ч.
9. Сульфаминовая кислота, х.ч.
10. Тиосульфат натрия, фиксанал или натрий серноватистокислый, ч.д.а., калий йодистый, х.ч., калий йодноватистый, х.ч., высушенный при 180°C , натрий углекислый, х.ч.
11. Трилон Б (двунагриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты), х.ч.
12. Формальдегид.
13. Ортофосфорная кислота (пл. 1,7), х.ч.
14. Фуксин основной (для фуксинсернистой кислоты), ч.д.а. (если нет 7).
15. Хлористый натрий, х.ч.
16. Этиленгликоль, ч.д.а.
17. Поглощительный раствор, 0,04 М раствор тетрахлормеркурата (ТХМ) натрия Na_2HgCl_4 , 8,7 г окиси ртути, 4,68 г хлорида натрия и 0,07 г трилона Б растворяют при легком нагревании в 9 мл 10 Н соляной кислоты. Переносят раствор в мерную колбу на 1 л, добавляют примерно 800 мл воды, медленно перемешивая, добавляют 124 мл 0,1 Н раствора NaOH и доводят до метки водой. Раствор оставляют на сутки и в случае выпадения осадка фильтруют. Проверяют рН раствора, который должен быть в пределах 5,4-6,4. В случае необходимости рН доводят до нужного значения 0,1 Н раствором гидрата окиси натрия или соляной кислоты. Срок хранения раствора не более 6 месяцев (осторожно раствор ядовит!).
18. Сульфаминовая кислота, 0,6%-ный раствор. Растворяют 0,6 г сульфаминовой кислоты в 100 мл воды; раствор сохраняется не более 2 дней.
19. Формальдегид, 0,2%-ный раствор. 0,2 мл 40%-ного раствора формальдегида разбавляют до 100 мл дистиллированной водой в мерной колбе.

Раствор готовят перед использованием. В исходном растворе определяют содержание формальдегида йодометрически.

20. Ортофосфорная кислота, 3 М раствор. 205 мл концентрированной ортофосфорной кислоты растворяют в 1 л воды.
21. Соляная кислота, 1 Н раствор. 86 мл концентрированной соляной кислоты доводят водой до 1 л.
22. Исходный раствор парарозанилина (или фуксина), 0,2%-ный раствор. 0,2 г парарозанилина (или фуксина) растворяют в мерной колбе емкостью 100 мл в 1 Н растворе HCl .
23. Рабочий раствор парарозанилина (или фуксина). В мерную колбу емкостью 250 мл приливают 200 мл 3 М раствора фосфорной кислоты, 20 мл исходного раствора парарозанилина (или фуксина) и доводят до метки водой. В темноте при комнатной температуре в хорошо закрытой посуде раствор устойчив 6 месяцев.
24. Крахмал, 0,2%-ный раствор. Растирают 0,4 г растворимого крахмала и 0,002 г йодной ртути HgI_2 (для предохранения раствора от разрушения микроорганизмами) с небольшим количеством воды и получают пасту, медленно добавляют к 200 мл горячей воды; продолжают нагревание до получения прозрачного раствора, затем охлаждают. Раствор хранят закрытым в стеклянном сосуде.
25. Йод, 0,1 Н раствор. Готовят из фиксанала или навески, для чего в мерной колбе емкостью 1 л растворяют 40 г йодистого калия в 25 мл воды, затем вносят 12,7 кристаллического йода. После растворения йода объем раствора доводят до 1 л водой.
26. Йод, 0,01 Н раствор. Готовят 10-кратным разбавлением 0,1 Н раствора йода.
27. Тиосульфат натрия ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), 0,1 Н раствор. Готовят из фиксанала или навески, для чего в мерной колбе емкостью 1 л растворяют 25 г тиосульфата натрия в свежeproкипяченной воде, защищенной от воздействия CO_2 , к раствору добавляют 0,1 г карбоната натрия и доводят объем до метки. На следующий день определяют титр раствора по йодату калия KIO_3 . Для этого 1,5 г высушенного KIO_3 растворяют в мерной колбе емкостью 500 мл. 50 мл этого раствора переносят в коническую форму с притертой пробкой, прибавляют 2 г йодистого калия KI и 10 мл разведенной (1:10) соляной кислоты. Колбу закрывают пробкой и через 5 мин титруют раствором тиосульфата до появления слабожелтой окраски.

Затем прибавляют 5 мл раствора крахмала и титруют до исчезновения голубой окраски. Нормальность тиосульфата рассчитывают по формуле:

$$N = 2,8 * \frac{a}{V}, \quad (2)$$

где a – навеска йодата калия, мг; V – объем раствора тиосульфата, пошедший на титрование, мл; 2,8 – коэффициент, рассчитанный по формуле:

$$\frac{0,1(\text{нормальность} - \text{йода})}{35,67(\text{грамм} - \text{эквивалент} \text{KJIO}_3)} * 1000 = 2,8. \quad (3)$$

28. Тиосульфат натрия, 0,01 Н раствор. Готовят 10 – кратным разбавлением 0,1 Н раствора тиосульфата натрия предварительно прокипяченной водой, защищенной от CO_2 .

29. Исходный стандартный раствор. Растворяют 0,64 г сульфита натрия (Na_2SO_3) в 500 мл предварительно прокипяченной дистиллированной воды. Этот раствор соответствует содержанию от 320 до 400 мкг SO_2 г 1 мл. Точное определение содержания SO_2 определяют йодометрически. Для этого в колбы емкостью 500 мл вносят по 50 мл точно отмеренного раствора йода. В одну из колб (контрольную) прибавляют 25 мл воды, а в другую – 25 мл исходного раствора сульфита натрия. Колбы закрывают пробками и через 5 мин титруют 0,01 Н раствором тиосульфата (как указано в пункте 27). Содержание диоксида серы (мкг/мл) в исходном растворе рассчитывают по формуле:

$$\frac{(V_1 - V_2) * N * \text{Э}}{V}, \quad (4)$$

где V_1 и V_2 – объемы растворов тиосульфата, израсходованные при контрольном титровании стандартного раствора соответственно, мл; N – нормальность раствора тиосульфата, г-экв/л; Э – микроэквивалент SO_2 , равный 32,0 мкг; V – объем раствора сульфита, взятый для титрования, мл.

30. Рабочий стандартный раствор сульфита с содержанием SO_2 10 мкг в 1 мл. Готовят соответствующим разбавлением исходного стандартного раствора поглотительным раствором. Раствор устойчив в течение 30 дней при хранении его в холодильнике.

31. Раствор для пропитки сорбента. В колбе на 100 мл растворяют 1,6 г

уксусно-кислого натрия в поглотительном растворе (0,04 М раствор ТХМ натрия), добавляют 15 мл этиленгликоля и доводят объем до метки поглотительным раствором. Раствор устойчив в течение 6 месяцев (Раствор ядовит!).

ПОДГОТОВКА СОРБЦИОННЫХ ТРУБОК К РАБОТЕ

Новые трубки предварительно моют следующим образом: помещают трубки в высокий стеклянный стакан, заливают раствором соляной кислоты (1:1) так, чтобы полностью были погружены в раствор трубки, и кипятят в течение 10-15 мин. Далее трубки промывают и кипятят в дистиллированной воде. Эту операцию повторяют 2-3 раза, каждый раз меняя дистиллированную воду. Затем при помощи резиновой груши трубки промывают дистиллированной водой еще 2-3 раза и сушат при температуре 100-120⁰С. Ипользованные для анализа трубки промывают как указано выше, но без добавления концентрированной HCl .

Пропитка трубок: В чистую сухую трубку засасывают при помощи резиновой груши раствор для пропитки так, чтобы он смочил слой стеклянных гранул, затем тщательно выдувают излишек этого раствора. Обработанные раствором трубки оставляют на 24 часа в вертикальном положении для стекания излишка пропитывающего раствора и тщательно вытирают снаружи фильтровальной бумагой. После этого трубки помещают по отдельности в стеклянные нумерованные пробирки или полиэтиленовые мешочки и транспортируют к месту отбора проб. Срок хранения пропитанных трубок один месяц.

ОТБОР ПРОБ

Для определения разовой концентрации SO_2 исследуемый воздух протягивают через поглотительный раствор Рыхтера, содержащий 6 мл поглотительного раствора (п.17), или сорбционную трубку, обработанную щелочным раствором ТХМ натрия (п.31), со скоростью 0,5 - 2 л/мин в течение 20 мин. При отборе проб сорбционная трубка должна находиться в вертикальном положении заполненным концом вниз. Перед трубкой помещают патрон с фильтром АФА-В-10 для задержания пыли. Поглотительные приборы необходимо защищать от света экраном из черной бумаги.

Срок хранения отобранных проб в холодильнике не более 5 дней, без холодильника – 1-2 дня. Схемы отбора проб представлены на рис.2 и рис.4 (без окислительного патрона) – Приложения 1,2.

ХОД АНАЛИЗА

При отборе проб в жидкостные поглотительные приборы доводят уровень раствора в поглотительном приборе водой до метки (6 мл). Переводят жидкость из поглотительного прибора в пробирку и отбирают 5 мл раствора для анализа. В 5 мл каждой пробы добавляют по 0,2 мл сульфаминовой кислоты, встряхивают и оставляют на 10 мин для разрушения нитратов и окислов азота. Затем приливают точно по 0,4 мл формальдегида и по 1 мл раствора парарозанилина или фуксина. Одновременно проводят измерения нулевой пробы, для чего 5 мл поглотительного раствора анализируют аналогично пробе.

Содержимое пробирок тщательно встряхивают и через 30 мин определяют оптическую плотность растворов в кюветах шириной 10 мм при длине волны 575 нм (светофильтр №7 для ФЭК - 56) относительно воды. Время от добавления последнего реактива до измерения оптической плотности для всех проб должно быть одинаковым.

При отборе проб в сорбционные трубки их помещают в стеклянные пробирки и заливают 6 мл дистиллированной воды. Путем нескольких прокачиваний при помощи резиновой груши переводят пробу в раствор. Трубку удаляют, а из пробирки отбирают 5 мл раствора для анализа.

Оптическую плотность нулевого раствора определяют следующим образом. Обработанную, как указано выше, трубку помещают в пробирку, заливают 6 мл дистиллированной воды и несколько раз прокачивают воду при помощи резиновой груши. Затем трубку вынимают и отбирают из пробирки 5 мл раствора для анализа. Анализируют, как указано выше. Значение оптической плотности нулевого раствора должно быть не более 0,030. Если она превышает это значение, необходимо провести дополнительную очистку фуксина или парарозанилина.

Количество диоксида серы в пробе определяют с помощью калибровочного графика по разности результатов оптической плотности растворов пробы и нулевого.

КАЛИБРОВОЧНЫЙ ГРАФИК

Для построения калибровочного графика готовят серию стандартных растворов в мерных колбах емкостью 100 мл согласно таблице 2 и тщательно

перемешивают. Для приготовления шкалы стандартов по 5 мл каждого стандарта переносят в пробирки и проводят все операции согласно ходу анализа. Одновременно измеряют оптическую плотность нулевой пробы. Для большей точности измерений при построении калибровочного графика пробирки желательно термостатировать при температуре 20-25°C. Температура при калибровке и анализе не должна отличаться более чем на 2°C.

Табл. 2. Растворы для приготовления шкалы стандартов при определении SO₂

Раствор	Номер стандартного раствора						
	1	2	3	4	5	6	7
Рабочий стандартный раствор (10 мкг/мл), мл	0,2	1	2	4	8	12	16
Поглотительный раствор, мл	До 100 мл в каждую колбу						
Содержание SO ₂ в 5 мл стандартного раствора, мкг	0,1	0,5	1,0	2,0	4,0	6,0	8,0

Калибровочный график строят по средним значениям, вычисленным из результатов измерений 3-5 шкал. Проверку графика следует проводить при смене партии реактива, но не реже одного раза в месяц. Для построения калибровочного графика при отборе проб в сорбционные трубки готовят серию стандартных растворов в мерных колбах емкостью 100мл. В каждую колбу вносят по 1,7 мл раствора для пропитки сорбента, рабочий стандартный раствор согласно табл. 2 доливают до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Остальные операции проводят так как указано выше.

Концентрацию SO₂, мг/м³, рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{M * 6}{Q_0 * a}, \quad (5)$$

где M – количество SO_2 , найденное в a мл пробы, взятой для анализа, мкг; b – общий объем пробы, мл. a – объем пробы, взятой для анализа, мл; Q_0 – объем пробы воздуха, нл ($0^\circ C$, 760 мм Hg).

Значения ПДК для контроля качества атмосферного воздуха представлены в Приложении 3.

Принципиальная схема для отбора проб воздуха из газохода, пробоотборная трубка и положение её в сечении газохода показаны в Приложении 1 (рис.1 – 3). Величину фактического выброса (г/с) рассчитывают по формуле (1). Производительность источника выбросов в атмосферу и значение ПДВ задаются преподавателем.

3.2. РАЗДЕЛЬНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОКСИДА И ДИОКСИДА АЗОТА

ПРИНЦИП МЕТОДА

Метод основан на окислении оксида азота хромовой кислотой до диоксида и улавливании последнего раствором йодистого калия. При взаимодействии диоксида азота с сульфаниловой кислотой образуется диазосоединение, которое, реагируя с α – нафтиламином, дает азокраситель, окрашивающий раствор от бледно-розового до красного цвета.

По интенсивности окраски раствора определяют количество диоксида азота.

Озон не мешает определению содержания диоксида азота в концентрациях, превышающих концентрацию NO_2 в 3 раза.

Метод рекомендуется для определения разовых концентраций.

Чувствительность определения 0,1 мкг в анализируемом растворе.

РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

1. Калий йодистый, х.ч.
2. Натрий азотистокислый, х.ч.
3. Поглотительный раствор: 40 г йодистого калия растворяют в 500 мл воды. Полученный раствор должен быть бесцветным и храниться в банке из темного стекла. Срок хранения 2 недели.
4. Натрий сернистокислый, х.ч., 0,06%-ный раствор. 0,03 г сернистокислого натрия растворяют в 50 мл воды; раствор готовят перед анализом

5. Уксусная кислота, х.ч., 12%-ный раствор. 64 мл концентрированной кислоты помещают в мерную посуду на 500 мл и доводят водой до метки.
6. Сульфаниловая кислота, ч.д.а. 0,5 г сульфаниловой кислоты растворяют в 150 мл 12%-ного раствора уксусной кислоты; хранить раствор в плотно закрытой склянке из темного стекла.
7. α – нафтиламин, ч.д.а. 0,2 г α – нафтиламина растворяют в 20 мл воды при нагревании на водяной бане до образования лиловых капель на дне колбы. Раствор осторожно сливают в темную склянку, оставляя осадок в колбе, и приливают к раствору 150 мл 12%-ного раствора уксусной кислоты.
8. Составной реактив (реактив Грисса - Илосвая). Перед анализом смешивают растворы α – нафтиламина и сульфаниловой кислоты в отношении 1:1.
9. Хромовый ангидрид (CrO_3), ч.д.а.
10. Инертный пористый носитель (типа ГНД – ТС - М). Промывают горячей водой и высушивают в сушильном шкафу.
11. Сорбент диоксида азота. Инертный носитель с размером зерен 0,32 – 0,5 мм, обработанный согласно п.10, смачивают раствором (20%-ным водным) триэтанолamina, помещают в чашку и сушат 40-69 мин при температуре $90-95^\circ C$. После высушивания сорбент должен рассыпаться.
12. Стабилизатор влажности. К 40 г безводного ацетата натрия медленно, по каплям, при постоянном перемешивании добавляют 13 мл воды. Получают гранулированные кристаллические зерна.
13. Окислитель. Инертный пористый носитель с размером зерен 0,32 – 0,5 мм смачивают раствором, содержащим 17 г триоксида хрома в 100мл воды. Избыток раствора сливают, реагент высушивают при температуре $105-115^\circ C$ и хранят в колбе с притертой пробкой.
14. Исходный стандартный раствор. 2-3 г азотистокислого натрия растирают и сушат при температуре $50-60^\circ C$ в течение 2 часов. Навеску 0,1500 г растворяют в мерной колбе емкостью 100 мл. 1 мл полученного раствора соответствует 1000 мкг NO_2 .

15. Раствор, 1 мл которого соответствует содержанию 10 мкг NO₂, готовят разведением исходного стандартного раствора поглотительным раствором в 100 раз.
16. Рабочий стандартный раствор. Готовят 10-кратным разбавлением раствора, содержащего 10 мкг/мл NO₂, поглотительным раствором. 1 мл рабочего раствора соответствует 1 мкг NO₂. Исходный стандартный раствор сохраняется в течение 2 недель в склянке из темного стекла. Рабочий стандартный раствор готовят перед анализом.
17. Раствор для пропитки сорбционных трубок. 40 г йодистого калия растворяют в 40 мл дистиллированной воды и добавляют 15 г этиленгликоля.

ОТБОР ПРОБ

При определении фактического выброса от источника исследуемый воздух протягивают со скоростью 0,25 – 0,5 л/мин в течение 20 мин через систему, состоящую из двух последовательно соединенных поглотительных приборов Зайцева, содержащих по 6 мл 8%-ного раствора КJ.

При отборе пробы атмосферного воздуха для определения разовой концентрации оксида и диоксида азота исследуемый воздух протягивают через систему, включающую две сорбционные трубки, обработанные пропитывающим раствором, и расположенной между ними стеклянной трубки, заполненной 15 мл стабилизатора влажности и 10 мл окислителя, разделенных тампоном из стекловаты, с расходом 0,5 - 2,0 л/мин в течение 20 мин. При отборе сорбционная трубка должна быть укреплена в вертикальном положении слоем сорбента вниз.

Для определения среднесуточной концентрации исследуемый воздух протягивают через СТ с расходом 0,1 л/мин в течение 24 часов. Первый поглотительный прибор служит для поглощения NO₂ из воздуха, второй – для поглощения NO₂, образовавшегося в результате окисления NO.

Принципиальная схема отбора пробы представлена на рис.4. Приложения 2 (окислитель помещают между сорбционными трубками).

ХОД АНАЛИЗА

Уровень раствора в поглотительных приборах доводят дистиллированной водой до метки 6 мл. Для анализа 5 мл раствора из каждой пробы переносят в пробирку и добавляют по 0,5 мл составного реактива. Содержимое пробирок тщательно встряхивают и через 20 мин (непосредственно перед измерением) в пробирку приливают по 5 капель 0,06 %-ного раствора сернистого натрия и

еще раз встряхивают. Измеряют оптическую плотность растворов в кюветах шириной 10 мм при длине волны 540 нм (светофильтр №6 ФЭК - 56) относительно воды. Время от добавления составного реактива до измерения оптической плотности для всех проб должно быть одинаковым. Одновременно с анализируемой пробой проводят измерения оптической плотности нулевой пробы, для чего 5 мл поглотительного раствора анализируют аналогично пробам. Значение оптической плотности нулевого раствора должно быть не более 0,01. Количество двуоксида азота в пробах находят по калибровочному графику по разности результатов измерений оптической плотности растворов пробы и нулевого.

При отборе проб в СТ их помещают в стеклянные пробирки и заливают 6 мл дистиллированной воды. Путем нескольких прокачиваний при помощи резиновой груши переводят пробу в раствор. Трубку удаляют, а из пробирки отбирают 5 мл раствора для анализа. Анализируют, как указано выше.

При анализе среднесуточных проб сорбционные трубки помещают в стаканчики, содержащие 50 мл дистиллированной воды. С помощью резиновой груши пробу переводят в раствор, отбирают 5 мл раствора в пробирку и анализируют, как указано выше. Концентрацию NO, NO₂, мг/м³ рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{M * b}{Q_0 * a}, \quad (6)$$

где M – количество NO, NO₂, найденное в a мл пробы, взятой для анализа, мкг; b – общий объем пробы, мл; a – объем пробы, взятой для анализа, мл; Q_0 – объем пробы воздуха, приведенный к нормальным условиям, нл.

Величину фактического выброса (г/с) рассчитывают по формуле (1).

Производительность источника выбросов в атмосферу и значение ПДВ задаются преподавателем.

КАЛИБРОВОЧНЫЙ ГРАФИК

Для построения калибровочного графика готовят серию стандартных растворов в мерных колбах емкостью 50 мл согласно таблице 3.

Для приготовления шкалы стандартов отбирают в пробирки по 5 мл каждого стандартного раствора и проводят все операции согласно ходу анализа. Калибровочный график строят по средним значениям, вычисленным в результате измерений 3-5 шкал.

Табл. 3. Растворы для приготовления шкалы стандартов при определении NO_x

Раствор	Номер стандартного раствора						
	1	2	3	4	5	6	7
Рабочий стандартный раствор (1 мкг/мл), мл	1	2	3	6	8	10	20
Поглотительный раствор, мл	До 50 мл в каждую колбу						
Соответствует содержанию диоксида азота в 5 мл стандартного раствора, мкг	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0	2,0
Оксид азота в 5 мл стандартного раствора, мкг	0,065	0,13	0,26	0,39	0,52	0,65	1,5

Отобранные пробы в герметичной упаковке и в темноте сохраняются одну неделю, в холодильнике - три недели.

Подготовка СТ к отбору - см. методику определения двуокиси серы (ТХМ способ).

3.3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОНООКСИДА УГЛЕРОДА

Определение концентрации монооксида углерода (СО) в настоящее время повсеместно осуществляется газохроматографическим способом. При этом возможны два варианта: путем химического превращения монооксида углерода в метан и детектированием последнего с помощью ДИП; путем непосредственного детектирования СО с помощью катарометра. В первом случае определению СО мешает присутствие в газе углекислого газа (CO_2). Поэтому целесообразнее при анализе использовать второй метод. Отбор проб газа, содержащего СО, проводят путем протягивания его потока через сорбционную трубку диаметром 4-6 мм, заполненную цеолитом марки NaY (фракция 0,6-1,0 мм), модифицированного раствором нитрата серебра (AgNO_3). При взаимодействии СО с нитратом серебра образуется комплексное соединение, легко разлагающееся на исходные вещества при температуре 200-250 °С.

Через сорбционную трубку пропускают поток загрязненного воздуха объемом не меньше 5-10 л с объемной скоростью 0,2-0,4 л/мин.

Далее сорбционную трубку подсоединяют к крану дозатора хроматографа, нагревают до 250°С, вводят поток гелия, который вместе с десорбированным при этом СО поступает в хроматографическую колонку длиной 2 м, диаметром 3 мм, заполненную СаХ.

Калибрование прибора ведут абсолютным способом.

3.4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЕСОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ПЫЛИ

ПРИНЦИП И ХАРАКТЕРИСТИКА МЕТОДА

Запыленность воздуха определяют по привесу, полученному после аспирации воздуха через аэрозольный фильтр.

Метод рекомендуется для определения разовых и среднесуточных концентраций. Чувствительность определения 0,2 мг пыли в пробе. Диапазон измеряемых концентраций 0,1-10 мг/м³ при отборе пробы воздуха 2 м³.

ОТБОР ПРОБ

Для определения разовой концентрации пыли исследуемый воздух протягивают через фильтр АФА - ВП - 20 со скоростью до 50 л/мин. Фильтр перед отбором проб должен быть доведен до постоянного веса (выдерживается 2 часа в помещении, где производится взвешивание).

Для определения среднесуточной концентрации пыли исследуемый воздух протягивают через один и тот же фильтр из ткани ФПП - 15 6 раз по 20 мин с той же скоростью, что и при отборе разовых проб, через равные промежутки времени.

Срок хранения отобранных проб в герметичной упаковке неограничен.

ХОД АНАЛИЗА

После отбора пробы фильтр, сложенный вчетверо запыленной поверхностью внутрь, не менее часа выдерживают в помещении, где проводилось первое взвешивание, и доводят до постоянного веса.

Если отбор пыли проводился при относительной влажности воздуха около 100%, то фильтр необходимо поместить в эксикатор с плавленым хлористым кальцием на 2 часа или в сушильный шкаф с температурой 40-50°С на 30-50

мин, а затем 40-50 мин выдерживать в условиях комнатной температуры и влажности.

Количество пыли определяют по разности веса после и до протягивания анализируемого воздуха. Расчет концентрации пыли C (мг/нм³) производится по формуле:

$$C = \frac{m}{V_0}, \quad (7)$$

где m – количество пыли, найденное в пробе, мг; V_0 – объем протянутого воздуха, нл (0°С, 760 мм Нг).

При необходимости дальнейшего использования фильтры после весового анализа аккуратно вкладывают с помощью пинцета в тот же пакет, в котором они находились до отбора пробы и передают для химического анализа.

Пакетики должны быть вложены в полиэтиленовые мешочки, на которые нанесены следующие данные: наименование и номер города, номер фильтра и пункта, дата и время отбора, начальный и конечный вес фильтра, скорость аспирации, температура и атмосферное давление во время отбора пробы.

4. ЭКСПРЕСС-МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАГРЯЗНЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Экспресс – метод определения концентрации загрязняющих веществ применяется, в основном, для контроля качества воздуха рабочей зоны, редко на источниках выбросов в атмосферу. Экспрессные методы анализа позволяют проводить определения концентраций токсичных веществ в воздухе простыми приёмами и получать результаты быстро, непосредственно на месте отбора пробы. Эти методы важны не только при анализе производственной воздушной среды, но могут служить оперативным средством контроля атмосферы в процессе изучения характера и зоны распространения вредных промышленных выбросов.

Экспрессные методы, как и большинство обычных методов анализа воздушной среды - колориметрические. В основе каждого из них лежит цветная реакция, протекающая в различных средах - в растворах, на реактивной бумаге или твёрдых сорбентах (обычно на силикагеле, импрегнированном раствором реагента).

Экспрессные методы в зависимости от принципов, положенных в их основу, и от техники определения делятся на три группы:

- 1) колориметрия растворов по стандартным шкалам;
- 2) колориметрия с применением реактивной бумаги;
- 3) линейно – колористический метод, основанный на применении индикаторных трубок.

Линейно-колористический метод (ЛКМ) основан на получении окрашенного слоя индикаторного порошка. Длина окрашенного слоя пропорциональна концентрации исследуемого вещества в фиксированном объеме воздуха, протягиваемого через индикаторную трубку (ИТ).

Основными преимуществами данного метода являются:

- 1) быстрота проведения анализа и получение результатов непосредственно в месте отбора пробы воздуха;
- 2) простота метода и аппаратуры, что позволяет проводить анализ лицам, не имеющим специальной подготовки;
- 3) малая масса, компактность и низкая стоимость аппаратуры;
- 4) не требуется регулировка и настройка аппаратуры перед проведением анализов;
- 5) не требуются источники электрической и тепловой энергии.

Наряду с этими преимуществами ЛКМ имеет и серьезные недостатки. Это, в основном, высокая погрешность метода (25 - 35 %) и узкая область применения.

Но, несмотря на эти недостатки, применение ЛКМ особенно эффективно для экспрессного контроля токсичных и взрывоопасных веществ в аварийных ситуациях, при проведении сварочных работ в газоопасных местах, для контроля герметичности оборудования и поиска неполадок.

Как уже было отмечено, сутью линейно-колористического метода является окрашивание индикаторного порошка в индикаторной трубке, при этом длина окрашенного слоя зависит от концентрации определяемого вещества. В индикаторном порошке происходит реакция между исследуемым веществом и цветореагентом, нанесённым на зерна носителя с образованием окрашенного продукта. Необходимыми условиями возможности определения концентрации вещества в воздухе по длине изменившегося окраску слоя индикаторного порошка являются: контрастность и интенсивность окраски при минимальных определяемых концентрациях, достаточная длина окрашенного слоя и четкая граница раздела окрасок, длина окрашенного слоя должна увеличиваться с ростом концентрации определяемого вещества.

Для осуществления экспресс-анализа используют газоанализаторы, состоящие из воздухозаборного устройства и комплекта индикаторных средств (КИС).

К воздухозаборным устройствам предъявляются следующие требования: они должны обеспечивать отбор проб воздуха с небольшой погрешностью ($\pm 5\%$), быть герметичными, простыми в эксплуатации, портативными, а окончание времени просасывания должно быть четко определено. КИС обычно включает в себя сами ИТ с нанесенной на них шкалой (шкала может прилагаться отдельно, на ней указывается объем отбираемого воздуха), а также фильтрующие трубки для устранения мешающих компонентов.

Газоанализатор химический ГХ-4 состоит из аспирационного устройства АМ-3 и герметичных ИТ (70-125 мм), на которых нанесена шкала для определения концентрации ЗВ и количество ходов аспиратора. АМ-3 (Приложение 4, рис.5) представляет собой ручной сильфонный прибор с объемом одного хода 100 мл. С помощью ГХ-4 определяют CO , SO_2 , H_2S , NO_x .

Также применяют аспиратор АМ-0059 и ручной насос-пробоотборник НП-3М (Приложение 4, рис.6-8).

Аспиратор АМ-0059

Аспиратор представляет собой сильфонный насос ручного действия, работающий на прокачивание воздуха за счет раскрытия пружины предварительно сжатого сильфона и выброса воздуха из сильфона через клапан при сжатии пружины.

ПОДГОТОВКА К РАБОТЕ

1. Произвести внешний осмотр аспиратора и убедиться в отсутствии механических повреждений.
2. Проверить время раскрытия аспиратора без трубки, для чего сжать сильфон и нажать рычаг (3) (время раскрытия около 2 с).
3. Проверить работоспособность источника питания: вскрыть ИТ, установить её в резиновый обтюратор (1) и включить прибор кнопкой (8), при этом на табло (7) должна появиться цифра «0».

ПОРЯДОК РАБОТЫ

1. Включить прибор кнопкой (8), при этом на табло (7) появится цифра «0».
2. Вскрыть ИТ при помощи скобы на корпусе аспиратора.
3. Вставить ИТ по направлению стрелки в гнездо обтюлятора (1).

4. Держа корпус (2) одной рукой, другой сжать сильфон (5) до фиксации его рычагом (3), при этом на табло цифра «0» замигает.
5. Нажать указательным пальцем на рычаг (3), при этом начнется разжатие сильфона и на табло (7) вместо цифры «0» должна появиться цифра «1», что свидетельствует об окончании прокачивания 100 см^3 воздуха и о том, что аспиратор готов к дальнейшей работе.
6. Для прокачивания необходимого количества воздуха повторяют п.п.4-5, не отсоединяя ИТ, прибор позволяет совершить 19 циклов.
7. После прокачивания воздуха отсоединить ИТ, определить концентрацию вещества по шкале и сравнить её с ПДК.
8. Выключить прибор кнопкой (8).

Насос-пробоотборник НП-3М

Насос состоит, в основном, из цилиндра (3), в котором размещается шток с поршнем (5). Роль обратного клапана на поршне выполняет сквозное отверстие, прикрытое манжетой, надетой на шток и прижатой к поршню пружиной. На один из концов цилиндра наворачивается крышка с фиксатором (4), удерживающая шток в требуемом положении. К другому концу цилиндра с помощью переходной втулки крепится насадка (1). В переходной втулке помещен защитный патрон с сорбентом. На насадке сбоку находится заточенное отверстие, предназначенное для обламывания концов ИТ. Внутри насадки под смотровым окном закреплена контрольная мембрана, прижатая возвратной пружиной к смотровому окну. Под уплотнительной втулкой закреплена сетка, защищающая детали и узлы насоса от абразивных частиц.

ПОРЯДОК РАБОТЫ

Работа насоса основана на создании разрежения в цилиндре при перемещении штока и заполнения цилиндра исследуемым воздухом. Насос приводят в рабочее состояние вытягиванием штока из исходного положения. При этом шток фиксируется на позициях «50» и «100», что соответствует просасыванию 50 и 100 см^3 воздуха. При создании разрежения в цилиндре срабатывает сигнальное устройство – контрольная мембрана прогибается и из смотрового окна пропадает изображение черной точки, которое вновь появляется после окончания просасывания. Перед введением штока в цилиндр его поворачивают на 90 градусов, при этом воздух выходит через обратный клапан.

После прокачивания воздуха отсоединяют ИТ, определяют концентрацию вещества по шкале и сравнивают её с ПДК.

Для определения концентрации ЗВ используют зависимость

$$c_0 = \kappa \cdot L. \quad (8)$$

Проведение экспресс-анализа включает в себя следующие операции:

- 1) разгерметизация ИТ;
- 2) выбор шкалы и объема воздуха, необходимого для проведения анализа;
- 3) просасывание анализируемого воздуха через ИТ;
- 4) определение концентрации ЗВ;
- 5) сравнение концентрации вещества с ПДК_{рз}.

Приложение 1

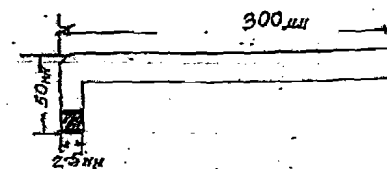


Рис. 1.
Пробоотборная трубка

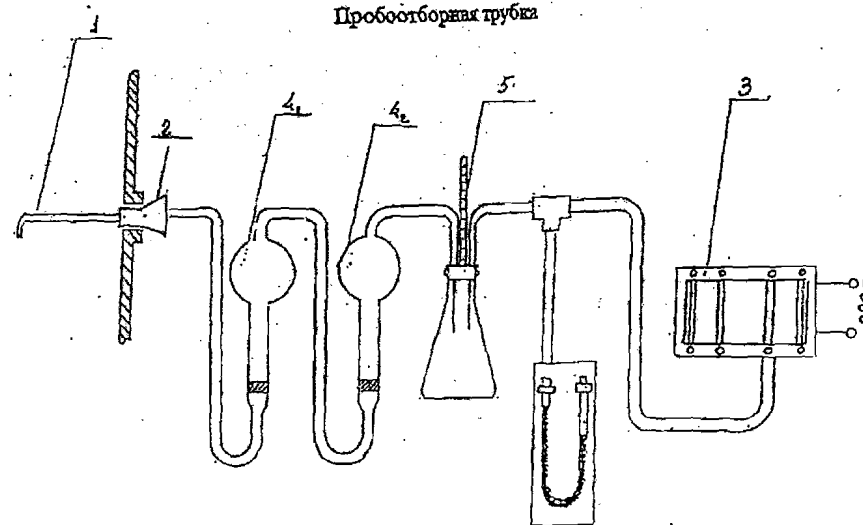


Рис. 2. Схема отбора проб воздуха в поглотители с пористой пластинкой

- 1.- пробоотборная трубка
- 2.- пробка
- 3.- аспиратор
- 4_а - поглотительные проборы
- 5.- термометр

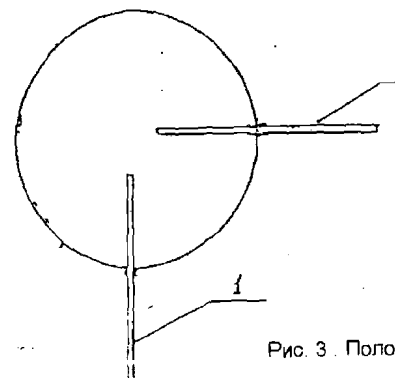


Рис. 3. Положение пробоотборных трубок в газохолде

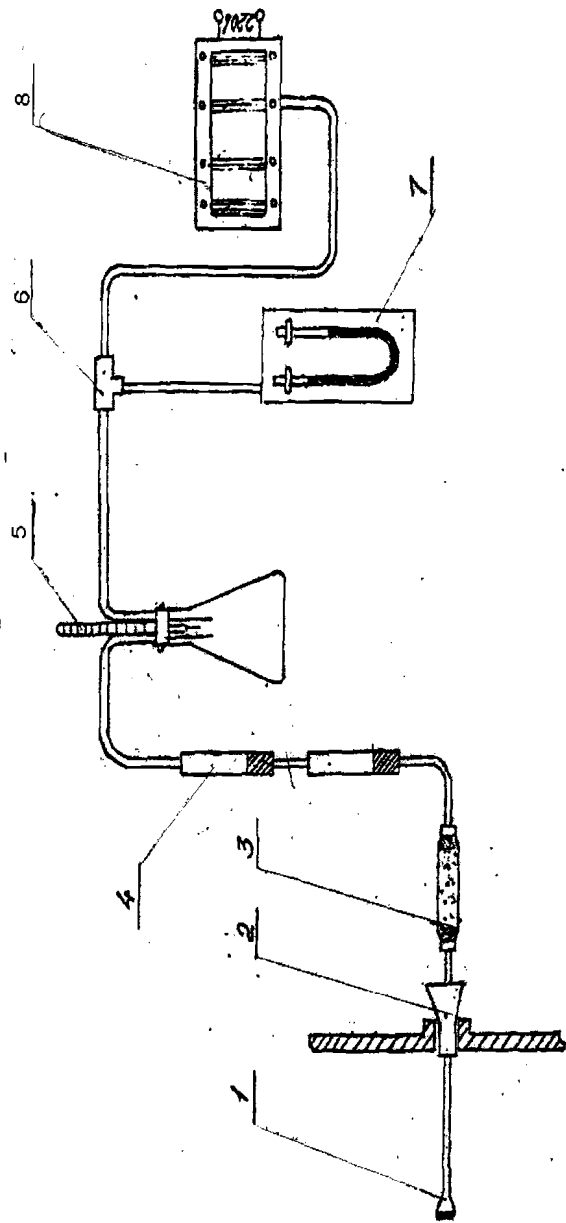


Рис. 4. Схема отбора пробы на оксиды азота с использованием сорбционных трубок.
 1 – пробоотборная трубка; 2 – пробка; 3 – окислительный пагрон; 4 – сорбционные трубки; 5 – термометр; 6 – тройник;
 7 – м.номер; 8 – тройник;

Нормативы ПДК загрязняющих веществ в атмосфере

Вещество	ПДК м.р., мг/м ³	ПДК с.с., мг/м ³	ПДК _{РЗ} мг/м ³	Класс опасности
Азота диоксид	0,20	0,04	5	2
Азота оксид	0,40	0,06	-	3
Аммиак	0,20	0,04	20	4
Серы диоксид	0,5	0,05	10	3
Углерода оксид	5,0	3,0	20	4
Взвешенные вещества	0,50	0,05	-	3
Бенз(а)пирен	-	0,000001	-	1
Толуол	0,6	-	50	3
Сероводород	0,008	-	10	2

Приложение 4

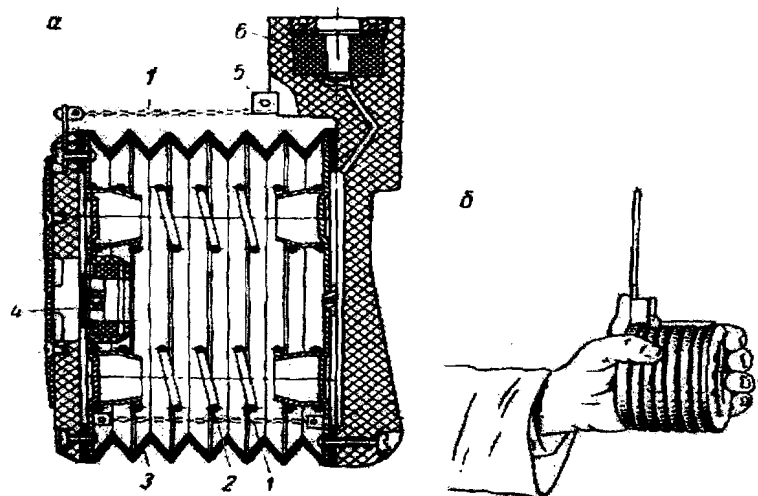


Рис. 5. Химический газоанализатор АМ-3 (ГХ-100):

а – разрез по воздухозаборной части; б – общий вид;

- 1 – дистанционные цепочки, ограничивающие ход меха;
- 2 – пружины, удерживающие мех;
- 3 – резиновый мех;
- 4 – выпускной клапан;
- 5 – проушина для отламывания концов индикаторной трубки;
- 6 – мундштук с резиновой шайбой, являющейся гнездом для вставки индикаторной

трубки

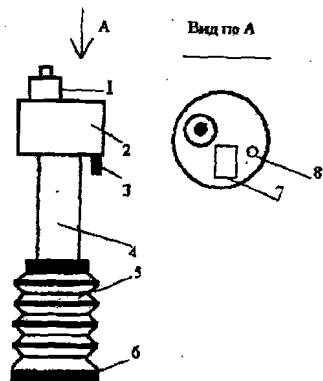


Рис. 6. Аспиратор АМ-0059: 1 – обтюратор; 2 – корпус; 3 – спусковой рычаг; 4 – рукоятка; 5 – сильфон; 6 – основание; 7 – жидкостно-кристаллический индикатор; 8 – кнопка

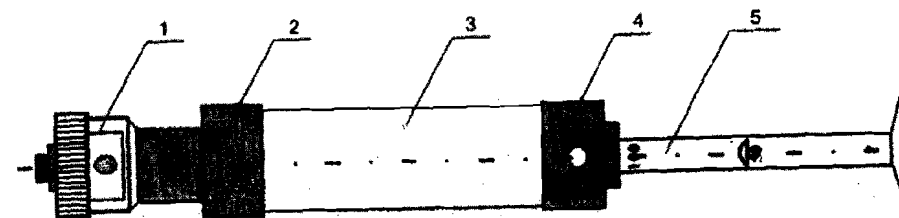


Рис. 7. Внешний вид насоса-пробоотборника НП-3М:
1 – насадка; 2 – переходная втулка; 3 – цилиндр; 4 – крышка; 5 – шток

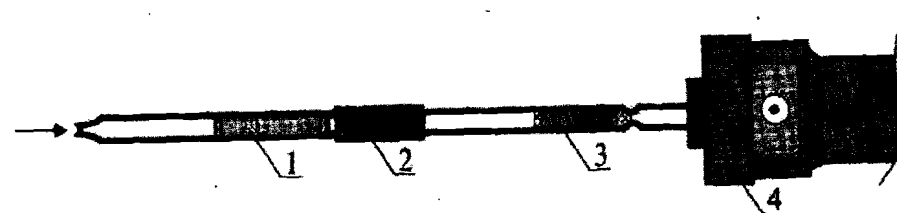


Рис. 8. Схема соединения трубок с насосом-пробоотборником НП-3М:
1 – фильтрующая трубка; 2 – переходный шланг; 3 – индикаторная трубка; 4 – насос

Библиографический список

Руководство по контролю загрязнения атмосферы. РД 52.04.189-89. – М.: Гидрометеоздат, 1981.

Дмитриев М.Т., Казнина Н.И., Пинигина И.А. Санитарно-химический анализ загрязняющих веществ в окружающей среде: справ. изд. – М.: Химия, 1989.

Беккер А.А., Агаев Т.Б. Охрана и контроль загрязнения природной среды. – Л.: Гидрометеоздат, 1980.

Тарасов В.В., Тихонова И.О., Кручинина Н.Е. Мониторинг атмосферного воздуха: учебное пособие. – М.: ФОРУМ: ИНФРА-М, 2007.

Горелик Д.О., Конопелько Л.А. Мониторинг загрязнения атмосферы и источников выбросов. Аэроаналитические измерения. – М.: Издательство стандартов, 1992.

Другов Ю. С., Родин А. А. Пробоподготовка в экологическом анализе: практическое руководство. – М.: Бином, Лаборатория знаний, 2009.

Информационный перечень методик выполнения измерений концентраций загрязняющих веществ в выбросах промышленных предприятий. – СПб НИИ «Атмосфера», ООО Центр «Маркетинг-экология», 2002.

Фомин Г.С., Фомина О.Н. Воздух. Контроль загрязнений по международным стандартам. – М.: Протектор, 2002.

Индикаторные трубки и газоопределители. – СПб.: «Крисмас+», 2005.

Содержание

ВВЕДЕНИЕ	3
1. ОБЩИЕ ВОПРОСЫ ОРГАНИЗАЦИИ КОНТРОЛЯ ЗАГРЯЗНЕНИЯ АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА	3
2. ТЕХНИКА ОТБОРА ПРОБ ВОЗДУХА	6
3. МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИЙ НЕКОТОРЫХ ТИПИЧНЫХ ЗАГРЯЗНЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ	11
3.1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИОКСИДА СЕРЫ (ТЕТРАХЛОРМЕРКУРАТНЫЙ МЕТОД)	11
3.2. РАЗДЕЛЬНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОКСИДА И ДИОКСИДА АЗОТА	18
3.3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОНООКСИДА УГЛЕРОДА	22
3.4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЕСОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ПЫЛИ	23
4. ЭКСПРЕСС-МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАГРЯЗНЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ	24
ПРИЛОЖЕНИЯ	29
БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК	34

Татьяна Ивановна Буренина
Ольга Александровна Шанова

Экологический мониторинг (Атмосфера)

Методические указания к лабораторным работам

Редактор и корректор Т.А. Смирнова
Техн. редактор Л.Я. Титова

Темплан 2010г., поз.42

Подп. к печати 29.03.10. Формат 60 X 84/16. Бумага тип. № 1:
Печать офсетная. Объем 2,25 п.л.; 2,25 уч.-изд. л. Тираж 100 экз.
Изд. № 42. Цена «С». Заказ 2257

Ризограф ГОУВПО Санкт-Петербургского государственного технологического университета растительных полимеров, 198095, Санкт-Петербург, ул. Ивана Черных, 4.