**Республика Северная Осетия-Алания**

**Государственное бюджетное профессиональное образовательное учреждение «Профессиональное училище №8»**

**Исследовательская работа на тему:**

**«**Экомониторинг атмосферного воздуха промышленных зон г.Беслана»

**Автор:** Занина Меланья Сергеевна, 1 курс

**Рук-ль: преподаватель химии ГБПОУ ПУ№8**

**Кайтукова Мадина Багратовна**

**Беслан 2**

**Содержание**

Введение………………………………………………………3

1. Литературный обзор………………………………………….3

2. Обсуждение результатов …………………………………….6

2.1 Разработка методик

2.2 Контроль меди, кадмия и цинка…………………………………8

3. Экспериментальная часть………………………………….13

Выводы…………………………………………………………14

Литература……………………………………………………..15

**Введение**

Атмосферный воздух характеризуется многокомпонентностью, непрерывной изменчивостью, высокой степенью разбавления загрязнений. Предельно до­пустимые концентрации загрязнений в атмосфере крайне низки и определя­ются соответствующими стандартами и временем экспозиции (воздействия). Для адекватной оценки воздушной среды с учетом конкретных производст­венных факторов (температуры, влажности, наличия сопутствующих приме­сей) необходимо применять наиболее чувствительные и селективные физико-химические методы анализа.

Аналитическому контролю содержания вредного вещества в производ­ственной воздушной среде, а тем более в условиях атмосферного воздуха, должна предшествовать экспериментальная разработка методики или при­способление имеющейся методики к интересующему экотоксиканту и усло­виям его выделения в окружающую воздушную среду. Разработка методики в лабораторных условиях в первую очередь предполагает поиск чувствитель­ной реакции, позволяющей количественно определять величину, соответст­вующую установленной ПДК, а также являющуюся наиболее специфичной в данной системе сопутствующих веществ. Постоянно расширяющееся ис­пользование ядовитых веществ и вызванное этим усиление количественного и качественного загрязнения воздуха обуславливает необходимость постоян­ного совершенствования методов и средств контроля воздушной среды.

Анализ состояния окружающей среды Республики Северная Осетия- Алания позволяет выделить некоторые экологические проблемы, которые типичны для многих регионов: нерешенные вопросы утилизации отходов производства и потребления, загрязнение атмосферного воздуха, особенно в крупных населенных пунктах, загрязнение водных объектов неочищенными и недостаточно очищенными сточными водами, рост антропогенного воздействия на биоразнообразие, высокая заболеваемость и естественная убыль населения.

В настоящее время формируется и последовательно реализуется единая политика в области экологии, направленная на охрану окружающей среды и рациональное использование природных ресурсов.

**Литературный обзор:**

1.1 **Сравнительная оценка физико-химических методов контроля загрязнений атмосферного воздуха**

Современный анализ воздуха располагает множеством методов и средств измерения. Выбор метода анализа, типа аналитического прибора при решении той или иной практической задачи зависит от многих требований или условий, но наиболее общим и важнейшим техническим и экономиче­ским критерием остается точность единичного (однократного) измерения пробы.

В литературе, посвященной проблемам контроля загрязнений окру­жающей среды, можно найти достаточно много обширных и исчерпывающих обзоров состояния методов и средств анализа атмосферного воздуха . На основании этих и некоторых других данных сделана попытка выделить наиболее характерные особенности ряда наиболее распространенных мето­дов контроля и оценить возможность их применения для экомониторинга ат­мосферы.

Для контроля низких концентраций загрязнителей воздуха и воды осо­бенно перспективны инверсионные вольтамперометрические методы анали­за. В этой группе методов определяемый металл сначала электролитически накапливают на электроде при заданном значении приложенного потенциала.

К преимуществам ДИП перед другими физико-химическими методами анализа, использующимися для контроля объектов окружающей среды, отно­ся следующие : во-первых, большая номенклатура контролируемых элементов; широкие интервалы определяемых содержаний от десятков до -10 8% , правильность и высокая воспроизводимость результатов (относительное стандартное отклонение результатов анализа 0,3% и менее); во- вторых, с помощью ДИП можно проводить многоэлементный анализ. При мне обязательны концентрирование определяемых элементов и отделение мешающих компонентов.

Таблица 1

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Метод | Оборудование | Цена **US $** | Относительная селективность | Продолжительность, час. | Чувствительность,  % | Точность  анализа,  % |
| Спектрометрия в видимой области | Колориметр, спектрофотометр | 800  3000 | Удовлетворительная | 0,5-1,0 | 5\*10-7-10-5 | 1-5  5-10 |
|  |  |  |  |  |  |  |
| Ультрафиолетовая спектрометрия | УФ  спектрофотометр | 3000 | Удовлетворительная | 0,5-1,0 | 10-3-10-2  5\*10-7-10-5 | 1-5  5-10 |
|  |  |  |  |  |  |  |
| Пламенная эмиссионная спектроскопия | Пламенный фотометр и спектрофотометр | 3000  5000 | Хорошая | 0,25-1,0 | 10-5-10-3  10-7-10-5 | 0,5-3  5-10 |
| Атомно-абсорбционная спектроскопия | АА-  спектрофотометр | 4000-  9000 | Прекрасная | 0,25-1,0 |  | 0,5-3  5-10 |

1. **Обсуждение результатов**

Роль методического обеспечения при определении техногенных за­грязнителей в пылегазовых выбросах вольтамперометрическими мето­дами.

При разработке методик учитывалась необходимость проведения измерений с высокой точностью, селективностью и оперативностью. Методики должны предусматривать простую пробоподготовку, основанную на исполь­зовании недефицитных, дешевых реактивов и удовлетворять правилам техники безопасности.

Полярографический метод применяется для анализа следовых коли­честв органических и неорганических веществ, находящихся в разных агрегатных состояниях, в том числе, в виде аэрозолей и паров. При анализе атмосферного воздуха взвеси, полученные методом фильтрации через фильтры приборы, содержащие поглотительные жидкости или адсорбенты, переходят в раствор, состав которого указывается в полярографических методиках. Этот раствор подвергается анализу с помощью приборов, называемых полярографами.

Химический анализ воздушной среды слагается из двух последова­тельных этапов: отбора пробы, выполняемого непосредственно на производ­стве, и количественного определения вещества в отобранной пробе . От­бор проб воздуха является существенным этапом в исследовании, так как ре­зультаты самого точного, тщательно выполненного анализа теряют всякий смысл при неправильно проведенном отборе проб . Достоверность и точ­ность определения концентрации вредного вещества в воздухе в значитель­ной степени зависит от правильности выбора способа отбора проб. Основной целью проводимых исследований являлась разработка вольтамперометрических методик контроля переведенных в раствор техно­генных загрязнителей атмосферы, обеспечивающих высокую чувствитель­ность, точность, избирательность, достоверность и экспрессность анализа.

При разработке вольтамперометрических методик анализа, как прави­ло, исследуется широкий круг вопросов, связанных с оптимизацией условий определения того или иного вещества в контролируемых объектах с заданной точностью, чувствительностью, селективностью и экспрессностью.

**2.2 Контроль меди, кадмия и цинка**

Для экспресс-анализа воздушных проб на содержание Си, Cd и Zn методом ДИП в данной работе использован универ­сальный хлоридно-аммиачный фоновый электролит состава 1% МН4С1+

: 0,25% NH4OH. В аммиачной среде медь, кадмий и цинк образуют хорошо полярографируемые комплексы состава M(NH3)n .

Отбор пробы воздуха и подготовка к анализу Воздух со скоростью 20 л/мин аспирируют через фильтр АФА - ВП - 18, помещенный в патрон. Отбирают 200 л воздуха. Фильтр с отобранной пробой переносят в стакан и дважды обрабатывают 10 мл горячего 3%-ного раствора азотной кислоты и 2 раза горячей водой. После каждого промыва­ния жидкость сливают, а фильтр отжимают стеклянной палочкой. Все про­мывные жидкости сливают в фарфоровую чашку и выпаривают на водяной бане ДО сухого остатка. К остатку добавляют несколько раз по 1 мл дистил­лированной воды и выпаривают до удаления HNO3 (проба лакмусовой бу­мажкой). Остаток растворяют в 3 мл аммиачного раствора хлорида аммония и переносят в центрифужную пробирку. Чашку ополаскивают аммиачным раствором хлорида аммония два раза по 1 мл, сливая жидкость в ту же про­бирку. Раствор центрифугируют или отстаивают.

**Ход анализа**

Для вольтамперометрического измерения отбирают часть (0,5 - 2,5 мл) осветленного анализируемого раствора и помещают в мерную колбу на 25 мл, добавляют 2,5 мл фонового электролита 10% NH4CI + 2,5% NH4OH, до­водят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой и переме­шивают. Переносят раствор из колбы в стакан, добавляют 400-500 мг суль­фита натрия для обескислороживания. После повторного перемешивания до полного растворения Na2S03 подготовленную к анализу смесь переносят в электрохимическую ячейку и полярографируют.

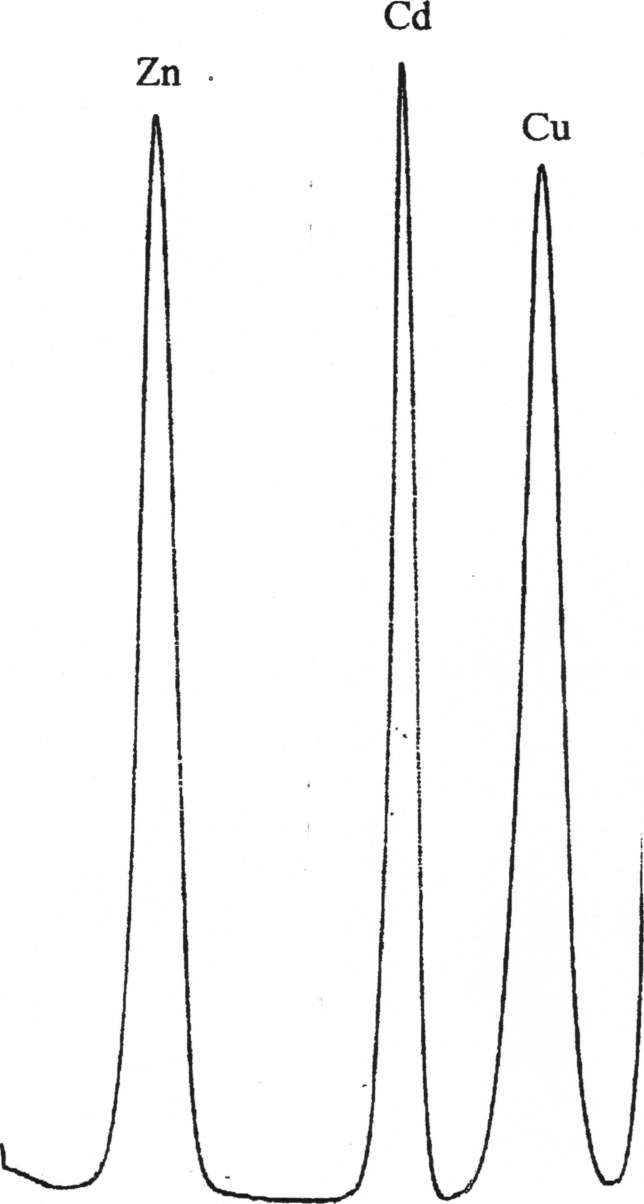


Рис. 2. ДИП кривые меди (10мкг/мл), кадмия(5мкг/мл) и цинка (20мкг/мл) на фоне 1% NH4CI + 0,25%NH4OH

Проверка правильности результатов полярографического анализа Си, Cd, Zn, Pb(рис2) в воздушных пробах производилась фотоколориметрическим ме­тодом. Пробы отбирались аспирационным способом, а затем переводились в растворенное состояние путем соответствующей химической обработки фильтров. Подготовленные к анализу растворы контролировались поляро­графическим и фотоколориметрическим методами.

**Контроль меди**

Отбор проб воздуха и подготовка к анализу

Воздух со скоростью 10-15 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП- 20, помещенный в патрон. Отбирают 500 л воздуха. Фильтр с отобранной пробой помещают в кварцевую чашку, вводят 2 мл HN03 (2:3) и 0,2 мл H2S04 (конц.) и прокаливают на песчаной бане до прекращения выделения дыма. Помещают чашку с пробой в муфельную печь, нагретую до температуры 430±30°С, и выдерживают до полного озеленения фильтра. К золе прибавляют ;5 мл HN03 (2:3) и упаривают на водяной бане до влажных солей. Прибавляют к остатку 5-7 мл дистиллированной воды и повторяют операцию ула­живания. Остывшую пробу растворяют в 10 мл фонового электролита 6 М IC1, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 25 мл и доводят ее объем до метки фоном.

Ход анализа

Подготовленный к анализу раствор помещают в электрохимическую ячейку и проводят электроконцентрирование меди на СРКЭ при потенциале -0,50),(рис3).В в течение 90 с при включенной мешалке вольтамперометрического датчика. После успокоения (в течение 10 с) регистрируют кривую анодного растворения сконцентрированной на ртутном электроде амальгамы меди .

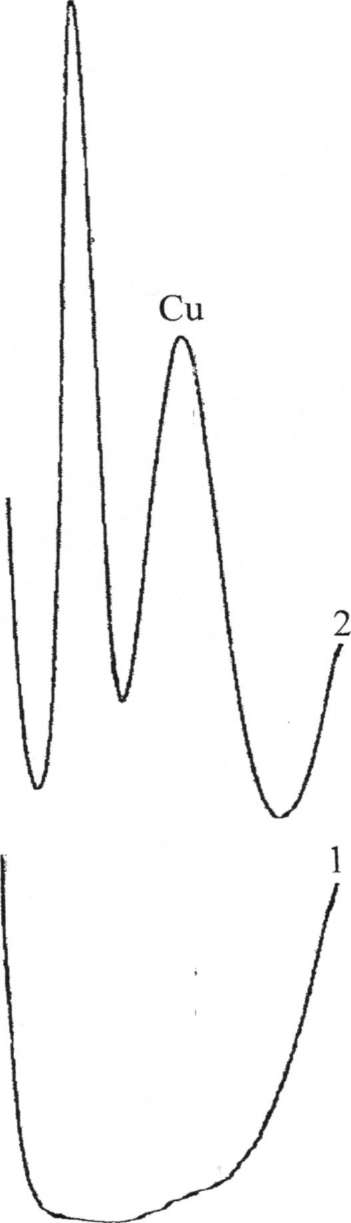


Рис.3. Инверсионные ДИП кривые меди и сурьмы

на фоне 6м HC1(UH=-0,50B; тн=90с) *1-фон;* 2 - Сси(И)=0,10мкг/мл;

Содержание меди в анализируемом растворе определяют по градуировочному графику, линейному в диапазоне 0-1,0 мкг/мл Cu(Il), или методом стандартных добавок, измеряя высоту инверсионных пиков при потенциале (-0,31) В.

**Контроль сурьмы**

Отбор проб воздуха и подготовка к анализу

Воздух со скоростью 10-15 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП- 20, помещенный в патрон. Отбирают 500 л воздуха.

Фильтр с отобранной пробой переносят в фарфоровый тигель, залива­ют 10-15 мл смеси концентрированной соляной и азотной кислот (3:1), по­мещают на электрическую плитку и растворяют осадок на фильтре при пере­мешивании в течение 10-15 мин. Далее фильтр отжимают стеклянной палоч­кой, промывают бидистиллированной водой, сливая промывную жидкость в тот же тигель. Фильтр удаляют, раствор упаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 15 мл 6 М солянокислого фонового электролита, приливая его порциями по 5 мл, и аналитически переносят в мерную колбу на 25 мл. Объ­ем раствора доводят до метки фоном и перемешивают.

**Ход анализа**

Подготовленный к анализу раствор переносят в электрохимическую ячейку и проводят электронакопление сурьмы на СРКЭ при потенциале (-0,35) В в течение 30 с при включенной мешалке вольтамперометрического датчика. После стадии успокоения (10 с) регистрируют анодную кривую со скоростью развертки потенциала 5 мВ/с в интервале напряжений от (-0,35) до (-0Д5) В. Измеряют высоту инверсионных ДИ11 пиков при потенциале (-0,19) В и определяют концентрацию сурьмы в растворе методом стандартных добавок, либо по градуировочному графику.

.

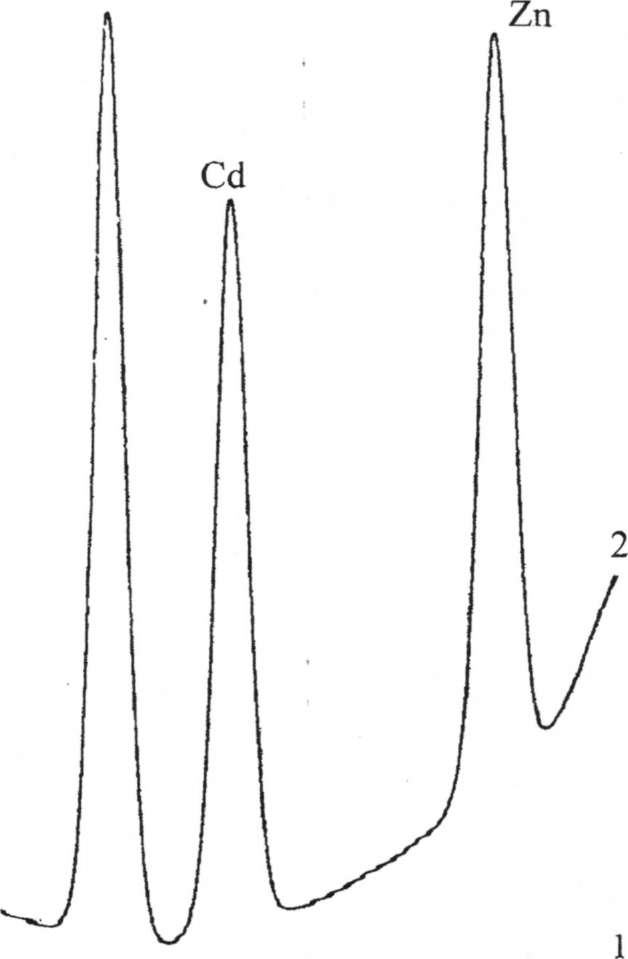


Рис.4. Инверсионные ДИП кривые цинка, кадмия и свинца на фоне 2% СН3СООН (UH=-1,10В; т„=30с); 1 - фон; 2 - СХп(п)=0,04мкг/мл; Ccd(ii) =0,03мкг/мл; Срь(Ш) =0,06мкг/мл.

**Контроль свинца и кадмия**

Отбор проб воздуха и подготовка к анализу

Воздушные пробы отбирают и подготавливают к анализу по методике, описанной в «Контроль меди». Охлажденный остаток пробы (влажные соли) растворяют в 10 мл фонового электролита 2% СН3СООН. Раствор с пробой переводят в мерную колбу вместимостью 25 мл и доводят фоном до метки.

**Ход анализа при определении свинца**

Подготовленный к анализу раствор переносят в электрохимическую ячейку и проводят электронакопление свинца на СРКЭ при потенциале (- 0,50) В в течение 15 с при включенной мешалке вольтамперометрического датчика. После успокоения (10 с) регистрируют кривую анодного растворе­ния сконцентрированной на ртутном электроде амальгамы свинца со скоро­стью развертки потенциала 10 мВ/с в интервале напряжений от (-0,50) до (- 0,25) В.

Содержание свинца в анализируемом растворе определяют по градуировочному графику, линейному в диапазоне 0-0,1 мкг/мл Pb(II), или методом стандартных добавок, измеряя высоту инверсионных ДИП пиков при потенциале (-0,32) В. (рис4)

**Контроль цинка**

Отбор проб воздуха и подготовка к анализу

Воздух со скоростью 10-15 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП- 20, помещенный в патрон. Отбирают 500 л воздуха.

Фильтр из патрона переносят в стакан, приливают 10 мл азотной ки­слоты (1:1) и нагревают на водяной бане 10 мин. Далее фильтр промывают 3 раза 3 мл бидистиллированной воды и отжимают стеклянной палочкой, про­мывные воды сливают в тот же стакан. Содержимое стакана упаривают на водяной бане, приливают 5 мл бидистиллированной воды и снова упаривают. Сухой остаток растворяют в 10 мл фонового электролита 2% СН3СООН. Рас­твор аналитически переносят в мерную колбу на 25 мл и доводят фоном до метки.

**Ход анализа**

Подготовленный к анализу раствор заливают в электрохимическую ячейку и проводят электроконцентрирование цинка на СРКЭ при потенциале (-1,20) В в течение 60 с. Во время накопления раствор перемешивают. После стадии успокоения (Юс) регистрируют инверсионную вольтамперную кри­вую цинка со скоростью анодной развертки потенциала 10 мВ/с в интервале напряжений от (-1°,20) до (-0,75) В.

Содержание цинка в анализируемом растворе определяют по градуировочному графику, линейному в диапазоне 0-0,10 мкг/мл, либо методом стандартных добавок, измеряя высоту инверсионных ДИП пиков при потен­циале (-0,93) В.

При проведении измерений фотометрическим и полярографическим методами наблюдается хорошая сходимость для всех 5 элементов. Вместе с тем видно, что применение вольтамперометрического метода обеспечивает точность контроля атмосферного воздуха на содержание тяжелых металлов. Длитель­ность контроля переведенных в раствор воздушных проб методом инверси­онной вольтамперометрии по сравнению с фотоколориметрическим спосо­бом анализа снижена в среднем в 10 раз и составляет 3-5 мин.

**3. Экспериментальная часть**

Метод дифференциальной импульсной полярографии

Дифференциальная импульсная полярография является одним из са­мых прогрессивных методов полярографии, особенно при анализе следов элементов.

Идея импульсной полярографии предложена Баркером в 1957г. Как известно , одной из основных помех полярографии является емкост­ной ток, который, накладываясь на диффузионный ток электрода, приводит к уменьшению чувствительности полярографа. Например, в классической по­лярографии емкостной ток сопоставим по значению с диффузионным током электроактивного вещества при его концентрациях на уровне 10"5моль/л. Это является основным фактором, ограничивающим использование классической полярографии в следовом анализе веществ. Следовательно, для повышения чувствительности полярографии необходимо устранить влияние тока заря­жения. Метод Баркера основан на приложении к ячейке прямоугольного скачка поляризующего напряжения и кратковременном измерении тока спус­тя некоторое время от начала скачка.

Электролитическое накопление вещества из разбавленного раствора большинстве случаев проводится при постоянном потенциале, который выбирается таким образом, чтобы требуемая электродная реакция протекала с остаточной скоростью. Раствор во время электролиза перемешивается, чтобы осуществлялся постоянный перенос деполяризатора из раствора. Для стационарных электродов по истечении определенного времени перемешивание прекращается и раствор успокаивается. За этот период поток вещества к электроду уменьшается и соответственно величина электролитического тока также быстро падает до величины стационарного диффузионного тока. После стадии успокоения проводится растворение выделенного вещества.

При исследовании зависимости тока от электродного потенциала, ме­лющегося линейно со временем, результирующая поляризационная кривая имеет вид пика, положение которого (потенциал пика <рп) характеризует данное вещество (по аналогии с характеристической величиной в классической полярографии), а его высота (или площадь) пропорциональна концентрации вещества в растворе при поддержании постоянных условий предэлектролиза. Вольтамперные инверсионные методы называют катодными или анодными в зависимости от характера инверсионного процесса (восстановления или окисления соответственно).

Высота пика обычно зависит от следующих факторов;

а) количества вещества, осажденного на электроде, которое является функцией его концентрации в растворе, потенциала накопления, продолжительности накопления, скорости потока вещества из объема раствора к электроду (т.е. интенсивности перемешивания), площади активной поверхности электрода, состава раствора, температуры и электрохимических свойств системы;

б) условий процесса растворения, особенно от скорости поляризации, площади активной поверхности электрода.

**Выводы**

На основании данных литературного обзора проведен сопоставительный анализ наиболее широко используемых для экомониторинга атмосферы физико-химических методов контроля, позволивший выбрать для контроля техногенных загрязнителей воздушной среды метод дифференциальной импульсной полярографии.

В результате изучения сложившейся в г.Беслан ситуации сделан вывод о необходимости первоочередных работ области усовершенствования контроля химического состава воздуха.

Проведены теоретические и экспериментальные исследования по разработке высокоизбирательных вольтамперометрических методик экспресс- анализа воздуха на содержание меди, кадмия, цинка, свинца, сурьмы.

Проверка на промышленных пробах разработанных вольтамперометричеcких методик показала их преимущества в сравнении с использующимися в аналитической практике фотометрическими методиками контроля техноген­ных загрязнителей и подтвердила хорошие перспективы применения вольтамперометрии для экомониторинга воздушного бассейна. В дальнейшем планируется разработка методик определения вольфрама, молибдена и кадмия.

**Список использованной литературы**

1. Вагин B.C. Экология и безопасность республики Северная Осетия-Алания // Тез. докл. II Междунар. конф. «Безопасность и экология горных террито­рий». Владикавказ. 1995. С. 21-29.
2. Полетаева JI.H., Сафронов Т.А. Особенности загрязнения воздушного бас­сейна горных территорий промышленными выбросами // Тез. докл. II Меж­дунар. конф. «Безопасность и экология горных территорий». Владикавказ. 2006. С. 110-111.
3. Дмитриев М.Т., Казнина Н.И., Пинигина И.А. Санитарно-химический анализ загрязняющих веществ в окружающей среде. Справ. Изд. М.: Химия,
4. Другое Ю.С., Беликов А.Б. и др. Методы анализа загрязнений воздуха. М.: Химия, 1984. 384 с.
5. Электроаналитические методы в контроле окружающей среды. М.: Химия,
   1. Химия окружающей среды / Под ред. Дж. О.М. Бокриса. М.: Химия, 1982. 672
   2. Перегуд Е.А. Химический анализ воздуха. Л.: Химия, 1976. 328 с.
   3. Сидоренко Г.И., Можаев Е.А. Санитарное состояние окружающей среды и здоровье населения. М.: Медицина, 1987. С. 6.
   4. Манита М.Д. и др. Современные методы определения атмосферных за­грязнений, населенных мест. М.: Медицина, 1980. 225 с.
   5. Санитарно-химический контроль воздуха промышленных предприятий

/Под ред. С.И. Муравьевой. М.: медицина, 1982. 352 с.

* 1. <http://electrozinc.ugmk.com/ru/>
  2. <http://chem21.info/info/1004812/>