

Шығыс Қазақстан облысы
әкімдігінің білім
басқармасы
КМКҚ «Геология барлау
колледжі»



КГКП «Геологоразведочный
колледж» управления
образования Восточно-
Казахстанского областного
акимата

**1514000 «Экология және жер қойнауын пайдалану
салаларындағы табиғи ресурстарды тиімді қолдану»
мамандығына арналған «Геоэкологиялық зерттеулердегі
аспаптар мен зертханалық әдістер» пәнінен базалық тірек
конспектісі**

Оспанова А. К.

**1514000 «Экология және жер қойнауын пайдалану
салаларындағы табиғи ресурстарды тиімді қолдану»
мамандығына арналған «Геоэкологиялық зерттеулердегі
аспаптар мен зертханалық әдістер» пәнінен базалық тірек
конспектісі**

Колледждің әдістемелік кеңесінде бекітілген

Әзірленген 2012
(мерзім)

Қайта өңдеген 2017
(мерзім)

Семей қаласы, 2017 ж.

Оспанова А. К. 1514000 «Экология және жер қойнауын пайдалану салаларындағы табиғи ресурстарды тиімді қолдану» мамандығына арналған «Геоэкологиялық зерттеулердегі аспаптар мен зертханалық әдістер» пәнінен базалық тірек конспектісі. – 93 бет.

Базалық тірек конспекті оқу жұмыс бағдарламасына сәйкес 1514000 «Экология және жер қойнауын пайдалану салаларындағы табиғи ресурстарды тиімді қолдану» мамандыққа әзірленген және 3 курс студенттеріне арналған. Ол құрамында «Геоэкологиялық зерттеулердегі аспаптар мен зертханалық әдістер» пәні бойынша 6 тараудан тұрады, негізгі теориялық және тәжірибелік материалдар, сондай-ақ, құрамында бақылау сұрақтары мен тапсырмалары бар. Негізгі түсініктердің анықтылығына, олардың ерекшеліктері мен түрлеріне қысқа мерзімде жаңа ақпараттарды пайдалана отырып студент жауап бере алады және емтиханды сәтті тапсыра алады. Базалық тірек конспектісі студенттерге ғана емес, оқытушыларға да сабаққа дайындалу және оны өткізу кезінде тиімді.

Мазмұны

	Пәннің тақырыптық жоспары	
1.	Тақырып1. Кіріспе	8-9
I Бөлім. Табиғи ортаның жағдайын талдауға арналған аспаптар мен жабдықтар.		
2.	Тақырып1.1.Аспаптар мен жабдықтарға қойылатын талаптар	9-10
3.	Тақырып 1.2. Талдаудың фотометриялық әдістерінің мазмұны	10-13
4.	Тақырып 1.2 Талдаудың фотоөлшемдік әдістерінің аспаптары	13-14
5.	Зертханалық жұмыс 1.2 КФК – 2, КФК – 3 аспаптарының әрекет ету принципі., жұмыс істеу тәртібі. Аспаптарды жұмысқа дайындау	14-17
6.	Тақырып 1.3. Талдаудың атомдық-спектрөлшемдік әдістерінің аспаптары	17-19
7.	Зертханалық жұмыс 1.3. Атомды-абсорбциялық және атомды –эмиссиялық спектрофотометрлердің қолданылуы, әрекет ету принципі	19-21
8.	Тақырып 1.4. Электрохимиялық әдістердің аспаптары мен жабдықтары	21-24
9.	Зертханалық жұмыс 1.4. Иономерді жұмысқа дайындау. Ерітіндінің рН немесе ионселективті электродтарды пайдаланып, иондардың бірінің концентрациясын анықтау	24-27
10.	Тақырып 1.5. Талдаудың хроматографиялық әдістерінің аспаптары мен жабдықтары	27-33
11.	Тақырып 1.6. Газталдағыштар және индикаторлық түтікшелер	33-35
12.	Тақырып 1.7. Сынамаларды алуға арналған жабдықтар. Су, топырақ, ауа сынамаларын алу әдістемесі	35-39
13.	Зертханалық жұмыс 1.7. Электроаспиратордың құрылысымен және жұмыс істеу.тәртібімен танысу, жұмысқа дайындау. Ауа сынамасын іріктеу	39-41
14.	Тақырып 1.8. Өлшеу нәтижелерін өңдеу және жазу формасы	41-43
II Бөлім. Атмосфералық ауаны және жұмыс аймағының ауасын талдау.		
15.	Тақырып 2.1. Атмосфералық ауаны және жұмыс аймағының ауасын талдаудың әдістері	43-46
16.	Тақырып 2.2. Ауадағы газтәрізді және аэрозольді қоспалардың болуын өлшеудің нәтижелерін өңдеу	46-48
17.	Зертханалық жұмыс 2.2. Сүзгілерді дайындау және	48-52

	орнату. Шаң-тозаңның болуына ауа сынамасын іріктеу. Ауадағы шаңның концентрациясын анықтау	
III Бөлім. Табиғи және пайдаланылған суларды талдау.		
18.	Тақырып 3.1. Табиғи және ағынды сулардағы негізгі ластаушы заттардың тізімі, химиялық құрамының құрлысы мен процесстері. Нәтижелерді өңдеу	52-55
19.	Тақырып 3.1. Судың физикалық көрсеткіштерін анықтау тәсілдері. Су сынамаларын талдаудың физикалық-химиялық әдістері	55-58
20.	Тақырып 3.2. Су сапасының физикалық қасиеттерін анықтау	58-60
IV Бөлім. Топырақты талдау.		
21.	Тақырып 4.1. Топырақтың ластану көздері, негізгі ластаушы заттар	60-62
22.	Тақырып 4.2. Топырақ сынамаларын талдаудың физико-химиялық әдістері	62-66
23.	Зертханалық жұмыс 4.2. Топырақта ауыр металдардың болуын сандық анықтаудың әдістері	66-70
V Бөлім. Радиоактивті ластанулар және оларды өлшеу.		
24.	Тақырып 5.1. Иондаушы сәулеленулердің физикалық табиғаты және олардың затпен әрекеттесуі. Иондаушы сәулеленулердің биологиялық әрекеті	70-74
25.	Тақырып 5.2. Радиоактивті сәулеленулерді анықтау және өлшеу әдістері	74-77
26.	Тақырып 5.3. Дозиметриялық аспаптар, олардың қолданылуы мен сақталуы	77-81
27.	Тақырып 5.4. Радиометриялық өлшеулер	81-84
VI Бөлім. Геологиялық объектілерді талдау.		
28.	Тақырып 6.1. Геологиялық объектілерді талдау	84
29.	Тақырып 6.2. Материалды талдауға дайындаудың негіздері	84-89
30.	Тақырып 6.3. Химиялық және физикалық-химиялық талдау	89-93
31.	Қолданылған әдебиеттер тізімі	93

3. Пәннің тақырыптық жоспары мен мазмұны

№ п/ п	Бөлімдер мен тақырыптардың атауы	Оқытудың күндізгі формасындағы оқу уақытының көлемі (сағат).		
		барлығы	теория	Зерт /тәж
1.	Кіріспе.	2	2	
2.	I Бөлім. Табиғи ортаның жағдайын талдауға арналған аспаптар мен жабдықтар.			
3.	Тақырып 1.1. Аспаптар мен жабдықтарға қойылатын талаптар.	2	2	
4.	Тақырып 1.2. Талдаудың фотоөлшемдік әдістерінің аспаптары.	6	4	2
5.	Тақырып 1.3. Талдаудың атомдық-спектрөлшемдік әдістерінің аспаптары.	4	2	2
6.	Тақырып 1.4. Электрохимиялық әдістердің аспаптары мен жабдықтары.	7	5	2
7.	Тақырып 1.5. Талдаудың хроматографиялық әдістерінің аспаптары мен жабдықтары.	2	2	
8.	Тақырып 1.6. Газталдағыштар және индикаторлық түтікшелер.	2	2	
9.	Тақырып 1.7. Сынамаларды алуға арналған жабдықтар. Су, топырақ, ауа сынамаларын алу әдістемесі.	4	2	2
10	Тақырып 1.8. Өлшеу нәтижелерін өңдеу және жазу формасы.	2	2	
	II Бөлім. Атмосфералық ауаны және жұмыс аймағының ауасын талдау.			
11	Тақырып 2.1. Атмосфералық ауаны және жұмыс аймағының ауасын талдаудың әдістері.	6	4	2
12	Тақырып 2.2. Ауадағы газтәрізді және аэрозольді қоспалардың болуын өлшеудің нәтижелерін өңдеу.	2	2	
	III Бөлім. Табиғи және пайдаланылған суларды талдау.			
13	Тақырып 3.1. Су сапасының физикалық көрсеткіштерін анықтау. Су сынамаларын талдаудың физикалық-химиялық әдістері.	8	6	2
	IV Бөлім. Топырақты талдау.			

14	Тақырып 4.1. Топырақтың ластану көздері, негізгі ластанушы заттар.	4	4	
15	Тақырып 4.2. Топырақты талдаудың негізгі әдістері.	6	4	2
	5 Бөлім. Радиоактивті ластанулар және оларды өлшеу.			
16	Тақырып 5.1. Иондаушы сәулеленулердің физикалық табиғаты және олардың затпен әрекеттесуі. Иондаушы сәулеленулердің биологиялық әрекеті.	2	2	
17	Тақырып 5.2. Радиоактивті сәулеленулерді анықтау және өлшеу әдістері.	2	2	
18	Тақырып 5.3. Дозиметриялық аспаптар, олардың қолданылуы мен сақталуы.	2	2	
19	Тақырып 5.4. Радиометриялық өлшеулер.	2	2	
	6 Бөлім. Геологиялық объектілерді талдау.			
20	Тақырып 6.1. Геологиялық объектілерді талдау.	2	2	
21	Тақырып 6.2. Материалды талдауға дайындаудың негіздері.	3	3	
22	Тақырып 6.3. Химиялық және физикалық-химиялық талдау.	3	3	
	Пән бойынша барлығы	73	59	14

Сабақ №1

Кіріспе.

Тақырыбы : Кіріспе. Басқа пәндермен байланыс.

Жоспар:

1. Қала агломерациялары мен өнеркәсіптік кешендердің геоэкологиялық зерттеулердің міндеттері.
2. Басқа пәндермен байланысы
3. Қоршаған табиғи ортаны бақылаудың негізгі әдістері
4. Аспаптар бойынша жалпы мағлұмат

1. Геоэкологиялық зерттеулердің негізгі бағыттары төмендегідей:

- а) Табиғи орта компоненттерін оқу (ауа, су, топырақ)
- б) Топырақтың пестицидтармен, гербицидтармен (топырақтың ластануын анықтау)
- в) Құрғатылған және суармалы жерлердегі қолайсыз процестерді анықтау
- г) Жазықтықтағы өзендердегі ГЭС, үлкен су қоймаларының жағымсыз әсерінің сипаттамасы
- д) Тау-кен аймақтарында ландшафттардың бұзылуын, қоршаған ортаның ластануын оқу
- е) Тау-кен аймақтарында топырақтың ластануын, жер үсті және жер асты суларының ластануын оқу.
- ж) Геоэкологиялық жұмыстар жүргізу үшін ландшафтылы-геохимиялық жағдайларды зерттеу, оқу

Геоэкологиялық зерттеулер дайындық, далалық, аналитикалық камералдық жұмыстардан тұрады.

ГЭ зерттеулер экологиялық апат аймақтарында, экологиялық аномалиялар аймақтарында жүргізіледі. ГЭЗ-дің негізгі ерекшеліктері – геохимиялық, геоэкологиялық гидгеологиялық және т.б. зерттеулер нәтижесінде кешенді түрде зерттеулер жүргізу. Зерттеулер арнайы аспаптарды пайдаланып, зертханалық түрде өткізіледі. ГЭЗ-тің соңғы нәтижесі ретінде:

- а) Табиғи және техногенді факторлардың бірлігін бағалау
- б) ҚО тиімді пайдалану және қорғау бойынша әр түрлі шаралар жүргізу

ГЭЗ-дің негізгі міндеттері:

- а) Әр түрлі техногенді әсері бар аймақтары бар және карталау
- б) Табиғи ортаның жағдайын және онда болып жатқан экологиялық процестердің әсерін анықтау
- в) Техногендік әсер нәтижесінен қоршаған ортаның өзгерістерін оқу
- г) ҚО жағдайы туралы құзырлы орындарға, табиғат қорғау органдарына қауіпті, қауіпсіз экологиялық жағдайлар жайында шұғыл ақпарат беру
- д) ҚО-ға зиянды және зиянсыз процестердің әсері бойынша ұсыныстар дайындау

2. «Геоэкологиялық зерттеулердің аспаптары мен зертханалық әдістері» пәні көптеген пәндермен байланысады: органикалық, бейорганикалық химия, қоршаған орта жағдайларын бақылау, физ-хим талдау негіздері, физколл. химия, гидрогеология, геофизика, геохимия және т.б.

3. Талдаудың химиялық әдістері заманауи талаптарға сай келе бермейді. Табиғаттағы технологиялық, биологиялық процестерді басқару үшін талдаудың тез, шұғыл жүргізілетін түрлері қажет. Сондықтан тез жүретін «экспресс» әдістер табылған. Олардың физикалық және физ-химиялық әдістері өте сезімталдығымен ерекшеленеді. Мысалы: радиометриялық анализ кейбір қоспаларды $10^{-9}\%$ дейін анықтайды.

Бақылау әдістері

Визуальді

- Колориметрлік
- сызықты-колориметрлік
- титриметрлік
- хромотографиялық

Аспапты (инструментальді)

- аспираторлы (көрікті, электроаспиратор)
- гравиметриялық (анал. таразы)
- потенциометриялық (иономер 74)
- фотометриялық (СФ-26, СФ-46, КФК-2,

КФК-3)
-хроматография (хроматограф. ЛХМ-8МД)

Қоршаған орта жағдайын бақылауда, агрохимиялық қызмет саласында аспапты әдістер үлкен орын алады. Сандық талдауда үлкен орынды математикалық әдістер, мысалы: ЭВМ-да нәтижелерді өңдеу, тәжірибені жобалау және т.б. алады.

Заттарды талдауда қолданылатын түрлі аспаптарды әдістердің аралас өткізілуі заманауи «гибридті» әдістерді береді. Мысалы: хроматографияның фотометриямен үйлесуі хроматофотометрияны береді. Хроматомасс-спектрокопия қолданылады. Автоматтанған талдағыштар үлкен мағынаға ие болды.

Заманауи аналитикалық химия, физика, кванттық механика, радиоэлектроника, жартылай өткізгіш техника жетістіктерін пайдаланады.

Терең орналасқан электрондарды зерттеуге талдаудың физикалық әдістеріне негізделген эмиссионды, флуоресцентті, рентгенспектрлі әдістер пайдаланылады. Ядролы-магнитті резонансты (ЯМР) және электронды-парамагнитті резонансты (ЭПР) әдістер пайдаланыла бастады.

Атмосфералық ауаны зерттеуде «УГ-2», «Палладий-3», «ГИАМ» газталдағыштарын қолданады. Ауадағы зиянды коспаларды анықтауда сорбциялық түтіктер, сіңіргіш аспаптар көмегімен ауаны сорып, ерітінділердің сіңіргіштігіне талдау жүргізеді. Олар КФК-2, КФК-3, т.б. фотометриялық тәсілмен анықталады.

Автокөліктің шығарған газдарындағы СО мөлшерін анықтауға 121-ФР-01 газталдағыштары және инфралиттің көптеген түрлері қолданылады. Ол үшін колибрлік графиктер тұрғызу керек.

Газталдағыштар бірнеше түрлі болады: газиндикаторлы, оптико-акустикалық, электрохимиялық.

Зиянды заттарды анықтау үшін индикаторлық түтіктер, фильтрлеуші патрондар қолданылады.

Судың химиялық көрсеткіштерін зерттеуге барлық әдістерді пайдаланады.

Атомды-эмиссионды әдіспен спектроскопиямен Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , яғни судың құрғақ қалдығындағы сілтілік металдарды анықтауға болады.

Атомды-абсорбциялық спектроскопия әдісімен судағы ауыр металдарды, бағалы металдарды (Au, Ag) ерітіндіде анықтауға болады.

Фотометриялық әдіс кеңінен қолданылады. Бұл әдіспен судағы барлық зиянды заттарды анықтауға болады.

Хроматографиялық әдіспен хлорорганикалық пестицидтер мен мұнай өнімдерін, фенолдардың концентрациясын анықтауға болады.

Бақылау сұрақтары:

1. Қала агломерациялары мен өнеркәсіптік кешендердің геоэкологиялық зерттеулердің міндеттері қандай?
2. Басқа пәндермен байланысы қандай?
3. Қоршаған табиғи ортаны бақылаудың негізгі әдістері не?

Сабақ №2

I бөлім. Табиғи орта жағдайларын талдауға арналған аспаптар мен жабдықтар.

Тақырып 1.1 : Аспаптар мен жабдықтарға қойылатын талаптар

Жоспар:

1. Аспаптар мен әдістердің сезімталдығы
2. Анықтау шектері
3. Талдау әдістерінің сезімталдығы
4. Өлшеу нәтижелерінің дұрыстығы және жаңғыртылуы
5. Метрология жайында мағлұмат

1. Талдау әдісін таңдамас бұрын талдаудың мақсатын, міндеттерін, жетістіктері мен кемшіліктерін нақты білу керек.

Әдіс дегеніміз – анықталатын заттың талдау әжісінің негізіне қаланған принциптер жиынтығы. Талдау әдісін таңдауда анықталатын компоненттің құрамын, анықталатын заттың концентрациясын ескеру қажет. Зат концентрациясы талдау барысында көп өзгеруі мүмкін. Әдістің сезімталдығын заттың ең кіші (минималды) мөлшерімен, берілген әдіспен, берілген әдістемемен анықтауға болады. Анықталатын құрамның төменгі шегі әдістің мүмкіншіліктерін, нәтижелерін көрсетеді.

Әр түрлі әдістердің сезімталдықтарын зертханашы салыстыра отырып, әдіс түрін таңдайды. Мысалы: Силикатты кендерде Na мөлшерін анықтау үшін гравиметриялық әдіс қолданылады, онымен Na-дың миллиграмдық мөлшерін анықтауға болады. Микрограмдық мөлшерін анықтау үшін жалынды фотометрияны, аса таза судағы Na-дың нано және пикограмдық мөлшерін анықтау үшін лазерлі спектрофотометрияны қолданады. Аспаптың сезімталдықтары техникалық құжаттарында (төлқұжаттарында) көрсетіледі.

2. Анықтау шегі дегеніміз – бұл берілшен әдістеме бойынша сенімді ықтималдығы бар белгілі бір құрамдас бөліктің болуын анықтауға мүмкіндік беретін ең кіші құрам. «Анықтау шегі» ұғымы сапалық талдауда қарастырылып сенімді ықтималдығы жоғары болатын компоненттің ең кіші мөлшерін анықтауда қарастырылады. Анықтау шегі минималды аналитикалық сигналмен беріледі. Минималды анықталған аналитикалық сигнал және анықтау шегі ауытқудың орташа мәніне қарағандағы тербелісімен есептеледі. ($S_{\text{фон}}$)

$S_{\text{фон}}$ – фонның аналитикалық сигналының стандартты ауытқуы
Сандық химиялық талдауда анықталатын қоспалар диапазонын келтіреді. Бұл жоғарғы және төменгі шекаралы белгіленген анықтау облысы.

Жоғарғы шек – берілген методика бойынша анықталатын компоненттердің ең көп мөлшері. Химиктер әдетте анықталатын қосылыстардың төменгі шектерін пайдаланады.

Төменгі шек – бұл құрамды анықтау аралығын шектейтін, құрам анықтаудың ең кіші мәні. Анықтау шегін есептеудің бірнеше әдістемелері бар.

3. Талдау әдісін немесе әдістемесін таңдау талданатын үлгінің қасиеттері мен ерекшеліктеріне байланысты болады. Әрқашан объектінің физикалық қасиеттерін ескеру керек:

- ✓ агрегаттық жағдайын
- ✓ ұшқыштығын
- ✓ механикалық төзімділігін
- ✓ гигроскопиялылығын

Талдау әдісін таңдауда үлгінің химиялық қасиеттері үлкен орын алады. Үлгінің барлық қасиеттерін біле отырып, талдау әдісін таңдайды. Егер әдіс немесе әдістеме бір ғана компоненттен анықтаса, ондай әдіс спецификалық немесе арнайы деп аталады. Жоғарғы сезімтал әдістер ретінде ионометрия, ААА, ферментативті әдістер қарастырылады.

Бақылау сұрақтары:

1. Аспаптар мен әдістердің сезімталдығы дегеніміз не?
2. Анықтау шектері қалай анықталады?
3. Талдау әдістерінің сезімталдығы
4. Өлшеу нәтижелерінің дұрыстығы және жаңғыртылуы
5. Метрология жайында мағлұмат беріңіз.

Сабақ №3

Тақырыбы 1.2. Талдаудың фотометриялық әдісінің қолдану аймақтары. Жарық жұтылу заңдары.

Жоспар:

1. Жарық жұтудың негізгі заңдылықтары
2. Фотометриялық талдаудың қолданылуы
3. Фотометриялық талдаудың метрологиялық сипаты.

1. Фотометриялық әдістерде талданатын заттар молекуласымен жарықты таңдап жұтылуы қолданылады. Сіңіру нәтижесінде жұтқыш заттың молекуласы минимальді E_1 энергиясы негізгі күйден аса жоғарғы энергиялық күйге E_2 ауысады. Жарық энергиясының нақты анықталған квантының жұтылуымен шақырылған электронды ауысулары, ол электронды спектрлерде сіңіргіш молекулалардың нақты белгілі сіңіру жолағының болуымен сипатталады. Бірақ жарық жұтылуы квант энергиясы ΔE мен сіңірілетін квант энергиясы айырмалары сәйкес келгенде ғана болады, яғни (E_2) және бастапқы (E_1) қалыптағы жұтушы молекуласының квантталған энергетикалық деңгейі арасында сәйкестік болған кезде болады.

$$h\nu = \Delta E = E_2 - E_1$$

h - Планк тұрақтысы ($h = 6,62 \cdot 10^{-34}$ Дж/с)

ν – жұтылудың жиілігі

Фотометриялық әдістер тура және жанама болып бөлінеді. Тікелей әдісте анықталатын ион M R-реагент көмегімен жарық жұтқыш қосылыс MR-ға айналдырып, соңынан осы қосылыс ерітіндісінің жарық жұту қарқындылығын өлшейді. Жанама әдісте қосымша қосылыстарды пайдаланады, мұнда олар анықталатын ионмен өзі бұзылады немесе жаңа жарық жұтқыш қосылысқа айналады.

Интенсивтілігі J_0 жарық ағыны сіңіргіш заттың (ерітіндінің) қабатынан өткенде сіңіру нәтижесінде, шашаырауда, шағылысуда J мәніне дейін азаяды. Түскен жарық ағынының интенсивтілігі J_0 және ерітіндіден өткен J жарық ағынының интенсивтілігін тәжірибе жүзінде анықтауға болады.

J_0 және J интенсивтілігі аралығындағы қатынас Бугер-Ламберт заңымен анықталады

Бугер – Ламберт – Бер заңы:

$$J = J_0 \cdot e^{-ae}$$

e – натурал логарифм

a – сіңіру коэффициенті

e – сіңіру қабатының қалыңдығы

$T = J/J_0$ қатынасы өткізу деп атайды, % есептейді.

Егер T 1 см қабат қалыңдығында қарастырылса, онда өткізу коэффициенті деп аталады.

Сәулеленудің сіңірілуі оптикалық тығыздықпен сипатталады

$$D = \lg(J_0 / J) = -\lg T$$

Сіңіруші ерітіндінің концентрациясы мен оптикалық тығыздығы D арасындағы байланыс Бер заңы бойынша:

Ерітіндінің оптикалық тығыздығы D еріген заттың концентрациясына тұрақты қабат қалыңдығына тура пропорционал:

$$\lg(J_0 / J) = kC$$

k – пропорционалдың коэффициенті

C – еріген зат концентрациясы

Боялған ерітінді қабатынан өткен жарық ағынының монохроматты интенсивтілігінің түскен жарықтың интенсивтілігіне, боялған ерітіндінің концентрациясына, ерітіндінің қабат қалыңдығына тәуелділігі Бугер- Ламберт-Бердің біріккен заңымен анықталады. Бұл заң фотометриялық талдау әдістерінің негізіне жатады.

$$J = J_0 \cdot 10^{-E\lambda^{CL}}$$

Боялған бір заттың ерітінділері бірдей концентрацияда, бірдей қабат қалыңдығында немесе басқа бірдей жағдайларда түскен жарықтың бірдей мөлшерін сіңіреді, яғни мұндай ерітінділердің жарық сіңіруі бірдей.

Жарық сіңірудің негізгі заңын сақтағанда ерітіндінің оптикалық тығыздығы D сіңірудің молярлық коэффициентіне, сіңірілген зат концентрациясына C , ерітіндінің қабат қалыңдығына тура пропорционал:

$$A = -E_{\lambda}cl$$

Графикалық сызбасында С мен Д (тұрақты қабат қалыңдығында) тәуелділігі координата басынан өтетін түзу сызық.

2. Фотометриялық талдаудың қолданылуы

Фотометриялық талдау фотоэлементті қолдануға негізделген, ол металл пластинаға жағылған жартылай өткізгіш қабаты.

Фотоэлементке түскен жарық ағыны электр тоғын туғызады, оның күші жарықтанудың интенсивтілігіне байланысты. Онымен қоса түстің бақылануы гальвонометрдің көрсеткішімен өлшенеді.

Фотоколориметрдің 2 түрі бар:

1. тура әрекетті немесе бір сәулелі (КФК-2)
2. дифференциалды немесе 2 сәулелі (ФЭК-56М)

1-шісі 1 фотоэлемент, ал 2-шісі 2 фотоколориметр оптикалық немесе электрлі компенсациялы деп атайды.

ФМА кең қолданылады, әдістемелері қарапайым, сезімталдығы және көптеген реакциялардың талғамдылығы (селективтілігі) анықталды. Көбінесе өсімдік, топырақ, кендегі, хим. балқымалардағы, химиялық реактивтердегі әр түрлі элементтерді көрсетеді. Бұл әдіс көмегімен атмосфералық ауадағы зиянды заттардың топырақтағы, судағы мөлшерін анықтауға болады.

Ауыл шаруашылық, химия, тамақ, медицинада және т.б. қолданады.

Фотометриялық талдаудың метрологиялық сипаттамалары

1. Анықталатын құрамдардың төменгі шегі. Фотометриялық талдаудың әдістерімен анықталатын концентрацияның минималды мәні 10^{-7} м (көбіне 10^{-6} , 10^{-9} м) құрайды, яғни бұл әдіс орташа сезімталды әдістерге жатады.

2. Жаңғыртылуы: Фотометриялық анықтаулардың жаңғыртылуына негізделген кездейсоқ қателер келесі себептерге байланысты болады:

- талданатын ерітінділерді дайындау кезіндегі қателер
- фотометрленетін қосындыға анықталатын компоненттің толық енгізілуі;
- сыртқы компоненттердің әсері;
- бақылау тәжірибесіндегі қателік;
- кюветаның қалыңдылығының әртүрлілігіне байланысты қателіктер, олардың жұмыс істеу шегінің жағдайы, сондай-ақ олардың кювета ұстағыштағы орнатылуының жаңғыртылуы;
- керекті бір қою жіне тіркеу жүйесінің 0-ге түзетілуі, 100 % өткізгіш қателігі;
- жарықтандыру көзінің және қабылдау-күшейткіш жүйесінің тұрақсыз жұмысы.

Селективтілігі.

Селективтілікті шектейтін негізгі фактрлар – ерітіндідегі сіңіруші молекулалар сызығының спектрлік ені және спектр компоненттерін жабатын спектрлік кедергілер болып табылады. Сонымен қатар сіңіру спектрінің комплексі жиі сіңіру реагентіне негізделген. Сондықтан фотометрлік әдістер спектрлі және селективті емес болып табылады. Мұнда селективтілік басты түрде сынама дайындау кезеңінде реагент дайындау, анықталатын заттың боялған затпен өзара селективті әрекеттесуімен қамтамасыз етіледі.

Фотометриялық талдаудың жаңғыртылуы кездейсоқ қателіктердің 2 түріне негізделген аналитикалық (әдістемелік және химиялық) инструменталды.

Фотометриялық талдаудың абсолютті жаңғыртылуы мұндағы зерттелетін және стандартты ерітіндінің оптикалық тығыздығына қатысты таза еріткіш немесе ерітіндінің «бос тәжірибесімен» өлшенеді, аналитикалық сигналдың өлшеміндегі қателікке негізделген.

Бақылау сұрақтары:

1. Жарық жұтудың негізгі заңдылықтары қандай?
2. Фотометриялық талдау қайда қолданылады?
3. Фотометриялық талдаудың метрологиялық сипаттамалары қандай?

Сабақ №4

Тақырыбы 1.2 : Талдаудың фотометриялық әдістерінің мазмұны

Жоспар:

1. Түстің қанықтылығын өлшеу әдісі
 2. Талдаудың фотометриялық әдісінің аспаптарының әрекет ету принципі, жұмыс істеу тәртібі
 3. Талдаудың фотометриялық әдісінің аспаптары
1. Электромагниттік сәулеленудің жұтылуының қарқындылығын өлшеудің кез келген әдісінің негізіне осы сәулеленудің қарқындылығының зерттелетін ерітіндіден өткеннен кейін бәсеңдеуі жатады. Ол үшін әдетте электромагниттік сәулеленудің екі ағынын салыстырады: бірінші – зерттелетін ерітіндіден өткен ағын, ал екіншісі – анықталған белгілі стандарт ерітіндіден немесе еріткіштен өткен ағын. Егер анықталатын компоненттің қосылысы көрінетін аймақта электромагниттік сәулеленуді сіңіретін болса, онда 2 жарық ағынын визуалды және фотоэлектрлік аспаптардың көмегімен салыстыруға болады. Егер бақылауды тек визуалды түрде жүргізетін болсақ, онда ерітінділердің бояуының түсінің ерекшеліктерін ғана байқай аламыз, олардың айырмашылық дәрежесін бағалау, дәлдеу мүмкін емес. Техниканың дамуымен фотоэлектрлік аспаптардың шығарылуларына байланысты визуалды әдістер өз мағынасын жоғалтты, көбінесе қолданылмайды.
- Фотоэлектрлік әдістердің жетістіктері, артықшылықтары:
- талдау жүргізетін аналитиктің көз жанарының шаршауын болдырмау, жұмысын жеңілдету
 - өндірісті, өнеркәсіпті бақылауды автоматтандыру
 - ерітінділерді УК және ИҚ спектр аймақтарында оптикалық тығыздығын өлшеу, фотометриялық талдау әдісінің қолдану аймағын кеңейту.
2. Барлық фотоэлектрлік колориметрлердің әрекет ету принциптері: зерттелетін ерітіндісі бар немесе еріткіші (салыстыру ерітіндісі) бар кюветадан өткен электромагниттік сәуле ағыны фотоэлементке түседі және сәулелену энергиясын электр энергиясына айналдырады. Фотоэффект заңдары бойынша: пайда болған фототоктың күші фотоэлементке түсетін электромагниттік сәулеленудің интенсивтілігіне тура пропорционал. Осыған байланысты электромагниттік сәулелену ағындарының интенсивтіліктердің қатынасын Бугер заңында фототоктардың қатынасымен ауыстыруға болады. Басқаша айтқанда ерітінділердің оптикалық тығыздығын фотоэлектрлік анықтауда электромагниттік сәулелену ағындарының әлсіреуін өлшемейді, керісінше электромагниттік сәулеленудің әсерінен пайда болған фототоктың өлшемін алады.

Жұмыс істеу тәртібі

Фотометр, фотоколориметрде, спектрофотометрде жұмыс істемес бұрын аспаптың төлқұжатымен, жұмыс істеу тәртібімен мұқият танысу керек. Аспаптарда өлшеулерді желіге қосқаннан кейін 15-20 минуттан соң жүргізеді. Осы уақыт ішінде жарықтандыру шамы қызып, жұмыс режимі қалыптасады.

Қолданылатын кюветалардың тазалығы да үлкен орын алады. Жұмыс соңынан кюветалар тазалап, жуылып, төңкерілген қалыпта сүзгіш қағазында үстін шыны қалпақпен жауып сақталады. Жұмыс барысында кюветаларды электромагниттік сәулелену тогы отпейтін қабырғасынан ұстау керек.

Стандартты және зерттелетін ерітінділердің оптикалық тығыздығы салыстырмалы (нольдік) ерітіндімен қатынасы бойынша өлшенеді. Осындай ерітінді ретінде еріткішті қолданады, бірақ зерттелетін ерітіндіні реактивтің қоспасынсыз алуға да болады. Егер берілген толқын ұзындығында қолданылатын реактив электромагниттік сәулені сіңірсе, онда салыстыру ерітіндісі ретінде реактивтің ерітіндісін еріткіште ерітіп қолданады. Реактивтің концентрациясы зерттелетін сынаманың концентрациясынан аспау керек

Талдаудың фотометриялық әдісінің аспаптары

ФЭК-56М фотоэлектроколориметрі

2 сәулелі боялған түсті ерітінділердің концентрациялардың олардың абсорбциялылығын және салыстырмалы ерітіндінің абсорбциялылығымен салыстыру арқылы өлшеуге арналған құрал. Ол 315-670 нм толқын ұзындығының диапазонында жұмыс істейді.

КФК-2, КФК-3 фотоколориметрлері.

1-сәулелі аспап. Ерітінділердің абсорбциялылығын және өткізу коэффициенттерін 315-980 нм диапазондарында өлшеуге негізделген. Ерітінділердегі заттардың концентрациясын градуирлеу графиктерін тұрғызу әдісімен, стандарттау қоспа қосу әдісімен анықтайды.

СФ-26, СФ-46 спектрофотометрлері

1-сәулелі, өткізу коэффициентін және оптикалық тығыздықты 186-1100нм спектр аймағында өлшеуге арналған құрал.

Бақылау сұрақтары:

1. Фотоэлектрлік әдістердің жетістіктері, артықшылықтары қандай?
2. Талдаудың фотометриялық әдісінің аспаптарының әрекет ету принципі қандай?
3. Талдаудың фотометриялық әдісінің аспаптарының жұмыс істеу тәртібі қандай?

Сабақ №5

Зертханалық жұмыс 1.2

Тақырыбы: КФК – 2, КФК – 3 аспаптарының әрекет ету принципі., жұмыс істеу тәртібі. Аспаптарды жұмысқа дайындау.

Мақсаты: Студенттерді КФК – 2, КФК – 3 аспаптарында өлшеу жүргізуге үйрету. Олардың әрекет ету принципімен, техникалық құжаттармен, жұмыс істеу тәртіптерімен таныстыру.

Құрал – жабдыктар: КФК – 2, КФК – 3, жалынды СФ, сызбалар.

Жоспар:

1. КФК – 2 құрылысы, қолданылуы, жұмыс істеу тәртібі.
2. КФК – 3 құрылысы, қолданылуы, жұмыс істеу тәртібі.

Жұмыс барысы:

Қауіпсіздік шаралары: КФК – 3

1. КФК аспабында шаң – тозаңсыз, қышқыл сілтілердің буынсыз таза бөлмелерде жүргізіледі.
2. Аспаптың қасында басқа үлкен заттар болмауы керек.
3. Колориметр жерге сенімді қосылуы керек.
4. Электр сымдары оқшауланған, ашық жерлері болмауы керек.
5. Барлық реттеу жұмыстары колориметрді желіден айырғаннан кейін жүргізіледі.

Қауіпсіздік шаралары: КФК – 2

1. КФК аспабында шаң – тозаңсыз, қышқыл сілтілердің буынсыз таза бөлмелерде жүргізіледі.
2. Аспаптың қасында басқа үлкен заттар болмауы керек.
3. Фотометр жерге қосылуы керек.
4. Электр сымдары оқшауланған, ашық жерлері болмауы керек.
5. Тоқтың ашық мөлшерінде фотометрдің предохранителі, α кернеу желісін өшіргіш тетігі болуы керек. Сымдардың маркалары мен предохранительдердің түрлері фотометрдің техникалық құжаттарына сай болуы керек.

6. Қоректену желісіне қосудың жарықтық индикациясы болып сандық таблода ПУСК басқышын басқаннан кейін ақпараттардың көрінуі табылады.

Фотометрді жұмысқа дайындау:

1. Фотометрді күн сәулесі түспейтін жұмыс орнына орнатады.
2. « Сеть » тумблерін қойып, кювета бөлімінің қақпағын жауып қояды,
3. Фотометрді 220 В, 50 Гц желіге қосады. « Сеть » тумблерін басады. Фотометр автоматты түрде жұмысқа дайындалады.
 - Индикаторда шығарушы заводтың белгісі « АОА ЗОМЗ » шығады, кейін « ПРОГРЕВ ПРИБОРА » α уақытты кері санау жүреді.
 - 1 минут өткеннен кейін индикаторда « Автоградуировка » жазуы шығады, бұл кезде « нөлдік санау » автоматтыесептеледі, α сәулелену көзі қосылады; индикаторда толқын ұзындығының мәні α таймер көрсеткіші шығады.

$$\lambda = XXXXnm$$

- 10 минут өткеннен кейін фотометр дыбыстық сигнал береді α индикаторда « ГОТОВ К РАБОТЕ » « ВВЕДИТЕ РЕЖИМ » сөзі шығады.

Жұмыс істеу тәртібі:

1. Фотометрді жұмысқа дайындап алады.
2. Толқын ұзындығын қоятын бұрағыш арқылы керекті толқын ұзындығын қояды.
3. Кювета бөліміне « бос сынама » α зерттелетін сынаманы орналастырылады. « Бос сынамасы » бар кюветаны кюветаұстағыштың арғы ұясына, зерттелетін сынаманы жақын ұясына қояды. Ауыстыру тұтқасы арқылы шеткі сол жаққа бұрайды, жарық ағынына « бос сынама » енгізіледі. Кювета бөлімінің қақпағын жабады.
4. Режим таңдау басқышымен « Д » («С») қажетті өлшеу режимін таңдайды. « τ - өткізу коэффициенті », « А – оптикалық тығыздық ».
5. « # » басқышын басамыз. Индикаторда « градуировка » сөзі шығады, 3-5 секундтан кейін оың орнына « измерение » шығады.

$$\tau = 100 \pm 0.2 \% (A = 0,000 \pm 0,002)$$

Егер «100» (0,000) мәндері үлкен ауытқумен шықса, қайтадан « # » басқышын басады.

6. Кювета ауыстырғыш тұтқаны оңға толық бұрайды. Бұл кезде жарық ағынына зерттелетін сынама енгізіледі. Индикаторда сынаманың өткізу коэффициенті немесе оптикалық тығыздығы көрсетіледі.

Ерітіндідегі зат концентрациясын фактор бойынша анықтау алдын ала:

1. Толқын ұзындығын таңдау.
2. Кювета таңдау.
3. Градуирлеу графигін салып, факторизация коэффициентінің (F) мәнін анықтау.
4. Микропрцессорлы жүйенің жадына F мәнін енгізу.
5. Зат концентрациясын анықтау жұмыстарын жүргізу керек.

1. Градуирлеу графигін салу және факторизация коэффициентін анықтау.

Градуирлеу графигін салу келесідей жүргізіледі:

Берілген заттың белгілі концентрациядағы ерітінділер қатарын дайындайды. Барлық ерітінділердің оптикалық тығыздықтарын өлшеп, горизонталь оське белгілі концентрацияларды, ал вертикаль осьте соларға сәйкес оптикалық тығыздықты салады. Концентрацияның оптикалық тығыздықтан тәуелділік графигі түзу сызық болады. График бойынша факторизация коэффициентін есептейді. Ол үшін графиктің орта бөлігіндегі концентрациясы (C) α осы бөлікке сәйкес оптикалық тығыздықты (D) алады.

$$F = C/D$$

Егер график салу барысында оптикалық тығыздық пен концентрация арасындағы тәуелділік түзу сызықты болмаса, онда факторизация коэффициентін анықтайды. Бұл жағдайды концентрацияны градуирлеу графигі бойынша анықтайды.

II. Факторизация коэффициентін микропроцессорлы жүйе жадына енгізу.

1. Фотометрді жұмысқа дайындайды.
2. Қажетті толқын ұзындығын қою.
3. Кювета бөліміне «бос сынаманы» α зерттелетін сынаманы қою.
4. «Д» басқышын басып фактор бойынша концентрация өлшеу режимін таңдау. Бұл кезде индикаторда «Сф – КОНЦЕНТРАЦИЯ ПО ФАКТОРУ» шығады.
5. «В» басқышын басады. Индикаторда «ВВЕДИТЕ Кф = 0,000» шығады. Бұл кезде курсор Кф мәнінің бірінші разрядында болады. «В» басқышын басу арқылы курсорды оңға немесе «А» басқышын басып курсорды солға жылжытып, қажетті санды басып МЖП жадына Кф факторизация коэффициентінің мәнін енгізеді. Егерде теру барысында қате жиберілсе, онда курсорды керекті разрядқа қояды α сәйкес сан басқышын басады.
6. «Д» басады. Индикаторда «Актив = X.XXX» «К = X.XXX». Курсор жоғалып кетеді. «К» енгізу аяқталды.
7. «Д» басады. Төменгі индикаторда «КИНЕТИКА» шығады. Фотометр жұмысқа дайын.
8. «#» басады. «Градуировка» шығады. 3-5 секунд индикаторда «Нажмите – * А = 0.000 $\pm$ 0.002» градуирлеу аяқталды.
9. Зерттелетін ерітіндіні жарық шоғына қояды. «*» басқышын басады, фотометр активтілікті өлшейді. Нәтижені 15 сек. береді.

Индикаторда жоғарыда – реакцияның жүру уақыты

төменде – $dt = 15$ с уақыттағы активтілік

$$\langle t = xx : xx$$

$$dA/dt = x.xxx \rangle \text{ көрсетіледі.}$$

10. Активтілік А формула бойынша анықталады:

$$A = A_i - A_o / t * K$$

A_i – зерттелетін ерітіндінің реакцияға дейінгі оптикалық тығыздығы;

t – реакция уақыты;

K – априорлық коэффициент;

i – уақыт интервалының реттік номері.

Тапсырма:

- 1) Аспаптарды әдістеме бойынша оқу.
- 2) Аспап сызбасын салу.
- 3) Ерітіндінің оптикалық тығыздығын КФК-3 анықтау.

Бакылау сұрақтары:

- 1) КФК-2, КФК-3 не өлшеуге арналған?
- 2) Олардың әрекет ету принциптері қандай?
- 3) КФК-2де жұмыс істеу тәртібі қандай?
- 4) КФК-3те жұмыс істеу тәртібі қандай?
- 5) Факторизация коэффициенті қалай анықталады?
- 6) КФК-3те оптикалық тығыздық қалай өлшенеді?
- 7) Жалынды СФ қолданылуы α әрекет ету принципі қандай?
- 8) ФПЛ-1де жұмыс істеу тәртібі қандай?

Ескертү:

- 1) МПЖ жадысына енгізілген Кф мәні фотометаді өшіргенде сақталады.

- 2) Егер МЖП жадысына алдын ала Кф мәні енгізілсе, алғашқы кезде мәлімет индикаторда көрсетіледі, яғни «Кф = х.ххх».
- 3) «Д» немесе «С» басқышын басады. «Сф – концентрация по фактору» режимін таңдау.
- 4) «#» басу. Төменгі индикаторда «Градуировка» сөзі шығады. Градуирлеу аяқталған соң «Измерение: Сф = 0.000 ± 0.002» шығады. Егер «0.000» мәнінде үлкен ауытқу болса, қайта «#» басылады.

III. Ерітіндінің оптикалық тығыздығының өзгеру жылдамдығын анықтау.

- 1) Фотометрді жұмысқа дайындау.
- 2) Толқын ұзындығын қою.
- 3) Кювета бөліміне сынамаларды орналастыру.
- 4) Активтілікті өлшеу режимін таңдау. «Д» басқышын басады, «Кинетика» индикаторда шығады.
- 5) «А» басқышын басады. «ВВЕДИТЕ: ткинети = Хмин» шығады. Ол үшін тмин кинетикалық өлшеулер уақытын енгізіледі. 1-9 дейінгі сандар енгізіледі
- 6) «Д» басқышын басады. Индикаторда «Кинетика» сөзі, қосымша тмин уақыты жадыға енгізіледі.
- 7) «В» басқышын басады. Индикаторда «Актив = х.ххх
К = х.ххх» шығады.
- 8) «А» басқышын басады. Индикаторда курсор пайда болады

Сабақ №6

Тақырып 1.3 : Талдаудың атомды- спектрометриялық әдістерінің аспаптары.

Жоспар:

- 1.Талдау әдісінің мәні
2. Қолдану аймағы
3. АЭС спектрофотометрлердің әрекет ету принципі
4. ААС спектрофотометрлердің әрекет ету принципі

1. Спектрофотометрлік талдау: Бугер – Ламберт – Бердің жарық сіңіру заңына негізделген, монохроматты сәулелену ерітінділерімен жарық сіңірілуін өлшеу әдістерін топтастырады. Монохроматты сәулеленуді пайдаланудың артық шығыны – спектрдің төмен аймағында жарық сіңірілуді өлшеуді дәл жүргізуде. Аспаптардың оптикалық құрылысындағы айырмашылықтар жарықтың спектрге ыдырауы спектрофотометрлерді УК, көрінетін және ИҚ спектр аймақтарында пайдалануға мүмкіндік береді. Латын компоненттің сіңіру максимумына жуық спектр аумағында басқа жарық сіңіргіш заттар қатысында өлшеуді жүргізуге болады. Спектрофотометрлік анықтауларда көбіне қосылыстардың жарық сіңіруі жоғары реакцияларды қолданады. Спектрофотометрлердің көбі абсорбциялықты, өткізгіштікті, оптикалық тығыздықты, концентрацияны анықтайды. Сондықтан анықталатын заттың концентрациясын есептеу үшін бірнеше әдістерді қолданады:

А) графикалық – градуирлеу графигін пайдалануға негізделген

Б) есептеп анықтау – егер ерітінділерді талдау жарық сіңіру заңына бағынса, 2 ерітінді дайындайды: эталонды – белгілі концентрациялы және зерттелетін. Анықтау нәтижелері бойынша анықталатын заттың С анықтайды.

$$\tilde{N}_o = \frac{A_x \tilde{N}_y}{A_y}$$

2. Спектрофотометрлік талдауды ерітінділердің аз концентрациясында бір компонентті анықтауға қолданады.

а) ААА қолданылуы

ААА атомды-абсорциялық спектроскопия периодтық жүйенің көптеген элементтерін анықтауға қолданады. Әдістің талғамдылығы, сезімталдығы және жоғарғы дәлдігі, жылдамдығы және анықтау жүргізілуінің автоматтандырылуының қарапайымдылығына байланысты әдіс кең қолданыс тапқан. Бұл әдіс металлургияда, тау-кен ісінде, химия өнеркәсібінде, ауыл шаруашылығында, экологиялық зерттеулерде, тамақ өнеркәсібінде, биохимияда және медицинада қолданылады.

Агрохимиялық салада ААА топырақтағы Na, K, Ca, Mg иондарының алмасуын анықтауға қолданылады. Экологиялық зерттеулерде топырақ құрамындағы ластаушы заттардың ауыр металдардың минималды мөлшерін анықтауға қолданады. Өсімдік материалдарында (сулы және құрғақ күлденуден кейін) АА әдіспен микроэлементтердің: Zn, Mn, Fe, Mg және т.б. мөлшерін анықтайды. Ал тамақ құрамында металдар пайдалы минерал немесе зиянды элемент ретінде болуы мүмкін. Мысалы: ет және сүт өнімдерінде Pb, Cu, Hg, As мөлшерін анықтайды. Металл қалдықтарын сок және жеміс шырындарында анықтайды. ААС табиғи суларды (теңіз, өзен) және ағын, қалдық суларды металдарға талдауға қолданылады.

б) АЭС қолданылуы

Эмиссионды талдауды агрохимиялық, топырақ зерттеулерінде, химия өнеркәсібінде, биологияда және медицинада қолданылады. Агрохимиялық салада сілтілік (K, Na) және сілтілік жер (Mg, Ca, Ba, Sr) металдарды анықтауда қолданады.

3. АЭС спектрофотометрлердің әрекет ету принципі.

АЭС жоғарғы температура әсерінен бос атомдар қозады, сонан соң қалыпты күйге оралғанда жарық шығарады. $A \rightarrow A^*$, $A^* \rightarrow A + h\nu$. Шыққан жарықтың жиілігі (толқын ұзындығы) сапалық көрсеткіш болады, ал спектр сызықтарының интенсивтілігі зат концентрациясына тура пропорционал болады.

$$J = a \cdot \varepsilon$$

a – эмпирикалық өлшем

АЭС әдісі бос атомдардың немесе бір атомды иондардың термиялық қоздыруға және қоздырылған атомдардың шығару оптикалық спектрін тізімге алуға негізделген. Бірақ сәулеленудің интенсивтілігі қоздырылған бөлшектердің санына тура пропорционал.

Талданатын ерітінділер горелка жалынына енгізіледі. Онда талданатын заттың атомы жалын энергиясын сіңіріп, қозады – кейбір электрондары ядродан алыс электрондарға қосылады, соңынан қайта ауысу нәтижесінде жарықтанып белгілі толқын ұзындығындағы жарық шығарады. Осы шыққан жарықты шығару спектрі немесе эмиссиялық деп атайды.

Эмиссиялық спектрлер қарапайым бірнеше спектрлік сызықтардан тұрады, олар бір-бірінен әрбір элементке сәйкес толқын ұзындығында болады. Бұл талдау жүргізгенде металдарды бөлуді, сандық және сапалық талдау жүргізуге қолдануға болады. Элементке сәйкес спектр сызығын жарық фильтрі арқылы бөліп, фотоэлементке бағыттайды. Онда пайда болған токтың мөлшерін гальванометрмен өлшеп, қарақындылығын анықтайды. Концентрацияны калибрлік график әдісімен табады. Әдіс – сезімтал, сілтілік металдар үшін 0,1 - 0,001 мкг в 1 мл.

4. ААС спектрофотометрлердің әрекет ету принципі.

ААС бос атомның жарықты сіңіруіне негізделген.



Өткен жарық интенсивтілігі кемиді. Атомдардың жарық сіңіруі Бугер-Ламберт-Бер заңына негізделген.

$$\lg \frac{J_0}{J} = Kcl = A$$

K – сіңірудің атомдық коэффициенті

A – атомдық сіңіру

l – қабат қалыңдығы

ААС да абсорбциялық резонансты сәулелену болады, электрондар негізгі күйден жақын орналасқан Жоғарғы энергетикалық күйге ауысады. Анықтау барысында үлгінің бір бөлігін

аэрозольге айналдырады және осы будың сіңірілуін, яғни анықталатын сай сәулеленуді өлшейді. Атомизация нәтижесінде атомдардың біраз бөлігі жалынмен қоздырылып, көп бөлігі қозбаған күйде болады. Қозбаған атомдар әр элементке сәйкес резонанстық сәулеленуді сіңіреді. Бұл кезде атом электрондары жарықты сіңіріп, жоғарғы энергетикалық күйге ауысады.

Әдіс - өте сезімтал 10^{-4} ; қателік мөлшері 1-5% болуы мүмкін. Атомдардың жарықты сіңіруі монохроматор арқылы откен жарықтың J әлсіреуін көрсетеді, ол қабат қалыңдығы және сіңіретін атомдардың концентрациясына байланысты. Бұл тәуелділік жарық жұту заңымен сипатталады. $A=E_{\chi}cl$ графикалық түзу сызықпен суреттеледі. ААС жіңішке сызықты сәулеленуді тіркейді.

Қазіргі кезде атомды абсорбциялық принцип негізінде өлшеудің бірнеше модификацияланған аспаптары бар: «Спектр-5М» аспаптың спектральді диапазонының ені 190-800 нм, бір талдау жүргізу уақыты – 1 мин, «КВАНТ-АФА», «КВАНТ-Z.ЭТА», «МГА-915». Заманауи талаптарға сәйкес әлемдік фирмалардың шығарған электронды компьютерлік бағдарламалы «SPECORD», «VARIAN» атомды абсорбциялық спектрофотометрлері кең қолданылады.

Ал атомды-эмиссиондық спектрометрлерге «ЭРИДИАН-500», «СПЕКТРОСКАН», «ИКМЕТ-01», «ИНЛАН-РФ» сериясындағы аспаптар жатады.

Бақылау сұрақтары:

1. Атомды-эмиссиялық әдістің мәні неде?
2. Атомды-эмиссиялық спектрофотометр не үшін қажет?
3. Аспаптың құрылысы қандай?
4. АЭС әрекет ету принципі неге негізделген?
5. Атомды-абсорбциялық спектрофотометрдің әрекет ету принципі қандай?
6. Спектрофотометрдің жұмыс істеу тәртібі қандай?
7. Әдіс қайда қолданылады?

Сабақ №7

Зертханалық жұмыс 1.3.

Тақырыбы: Атомды-абсорбциялық және атомды –эмиссиялық спектрофотометрлердің қолданылуы, әрекет ету принципі

Мақсаты: атомды-абсорбциялық спектрофотометрдің жұмыс істеу принципімен таныстыру. ФПЛ-1 аспабының сызбасы бойынша құрлысымен, әрекет ету принципімен, атомды-эмиссиялық спектрофотометрдің жұмыс істеу тәртібімен таныстыру.

Құрал-жабдықтар: аспаптың сызбасы. ФПЛ-1 аспабының сызбасы.

Жоспар:

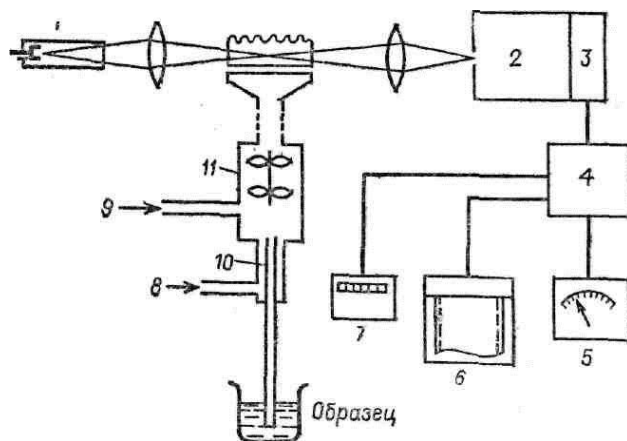
1. Атомды-абсорбциялық спектрофотометрдің әрекет ету принципі.
2. Жұмыс істеу тәртібі.
3. Жалынды фотометрдің принципіальді сызбасы
4. ФПЛ-1
5. Жұмысқа дайындық

Бақылау сұрақтары:

1. Атомды-абсорбциялық спектрофотометрдің әрекет ету принципі қандай?
2. Спектрофотометрдің жұмыс істеу тәртібі қандай?
3. Әртүрлі элементтерді анықтау үшін қандай жалынды қолданады?
4. Концентрацияны қалай табуға болады?

Әрекет ету принципі.

Анықталатын элементтің сызықтық спектрін шығаратын разрядты түтікшенің жарығын зерттелетін заттың аэрозолі шашыратылған горелканың жалынынан өткізеді. Өлшенетін резонансты сызықтың орналасуына сәйкесспектр аймағын монохроматормен бөледі. Содан кейін сызықтан бөлінген сәуле фотокөбейткішке түседі. Шығарушы күшейткішпен күшейтіледі және сызықтық гальванометрмен тіркеледі. Монохроматордағы сәуленің дисперленуіне призмалар немесе дифракциялық торлар қызмет етеді. әртүрлі элементтердің автоматизациясы үшін жалын қолданылады: ауа-пропан, ауа-сутек, ауа-ацетилен, ауа-оттегі.

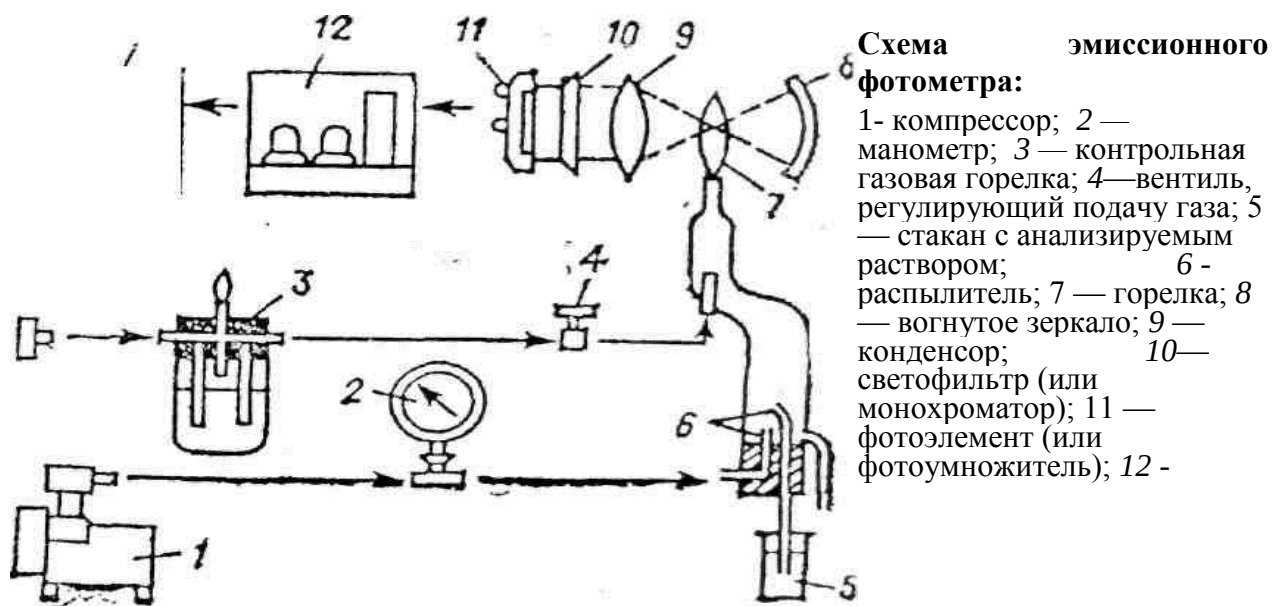


Жұмыс істеу тәртібі.

Шамды ашық катодпен қоректену көзіне қосады және шамның қалыпты жұмысын қамтамасыз ететін ток күшін орнатады. Газ бергішті ашады, жалынды жағады және оның биіктігін орнатады. Компрессорды қосады. Тазартылған су бойынша аспапты нөлге келтіреді. Содан кейін эталонды ерітінділерді талдайды, оларды жалынға концентрацияларының өсу ретімен енгізеді. Эталонды ерітінділердің концентрациясын өлшеп, концентрацияның абсорбциялылығына байланысты градуирленген график құрады. Жалынға талданатын сынаманы енгізеді, оның абсорбциялылығын өлшейді және градуирленген график арқылы анықталатын элементтің концентрациясын табады.

1. Жалынды фотометрдің принципіальді сызбасы:

Эмиссионды жалынды фотометр 3 негізгі түйіннен тұрады: шашыратқыш, өлшегіш құралдың жарықфильтрі және монохроматоры.



усилитель; 13 - стрелочный гальванометр

Суретте көрсетілген: 1-зерттелетін ерітінді; 2-шашыратқыш; 3-шамның жалыны; 4-жарықфильтрі(монохроматор); 5-фотоэлемент; 6-гальванометр.

Зерттелетін ерітіндіні(1) шашыратқыш арқылы(2) аэрозольге айналдырады (сығылған ауа немесе оттегі арқылы жұмыс) және жалынға (3) жанғыш ауа қоспасын немесе оттегі, сутегі(кейде қандай да бір көміртек: ацетилен, пропан, бутанмен) енгізеді. Жалынды фотомерлік анықтаулардың нақтылығы және сезімталдығы оның ерітінді шашырату қабілеті және шамның жұмыс істеуіне біршама байланысты. Жарықфильтр (4) спектрден өлшеуге қолданылатын арнайы спектрлік сызықты бөледі. Фотоэлемент (5) сонымен қатар гальванометр (6) спектрлік сызықтың қарқындылығын өлшеуге қолданылады.

Бұл әдісте жалынның температурасы өте маңызды. Пропан, бутан қоспасы бар ауа жағуда температура 1700-1900°C дейін жетеді және сілтілі металлдың атомы ғана қозады. Сілтілі-жер металлдарды анықтау үшін ацетилен қоспасы бар ауа жалыны қажет, ол 2300°C дейін температураны береді. Әмбебап болып оттекті сутегі бар қоспа(2500°C) немесе ацителен (3150°C) жалынын есептейді.

2. **ФПЛ-1** калий, кальций, натрийдің сандық анықтауына арналған. Спектрдің қозу көзі-жанғыш қоспа жалыны: пропан-бутан-ауа. Ауа шашырату камерасынан араластыру камерасына шыққанда, ол капиллярлы түтікшеде разрядталады. Ерітінді капиллярға стаканнан енеді және аэрозоль түрінде жалынға беріледі. Аэрозоль шам жалынына түседі, одан кейін ол жанады және жалын энергиясының әсерінен анықталатын элемент атомдары қозу күйіне өтеді, бірақ кейін электрондардың кері айналу нәтижесінде-энергия сәулеленуге тән нақты толқын ұзындығының сәулесі түрінде шығады.

Жарық ағыны жарықфильтрден өтіп фотоэлементке түседі. Фотоэлементте туындаған фототок лампалы күшейткішке өтеді және стрелкалық микроамперметрде көрсетіледі.

3.Жұмысқа дайындық. Аспапты желіге қосады, жанғыш газы бар баллонның редукторының вентилін ашады және сулы монометр бойынша қысымын қояды. Шамды жағып, компрессорды қосады және монометр көмегімен қысымды бақылайды. «Газ» және «ауа» вентильдерін түзету арқылы шамның жалыны көгілдір, ақырын жануы үшін жарқылдаусыз болуына дейін жөндейді. Жарықфильтрін орнатады, микроамперметрді «нөлге» келтіреді. Эталонды ерітінділерді фотометрлейді, одан кейіе график тұрғызады. Стандартты жұмыстар фотометрдің жалынды шашыратқышына анықталатын элемент концентрациясының өсу ретімен түседі. Әрбір стандартты ерітінді үшін орташа есебін жазады. Анықталатын сынаманы жалынға енгізеді және график бойынша зат концентрациясын табады.

$m=C_x V$ V -колба көлемі.

Бақылау сұрақтары:

- 1.Атомды-эмиссиялық әдістің мәні неде?
- 2.Атомды-эмиссиялық спектрофотометр не үшін қажет?
- 3.Аспаптың құрылысы қандай?
- 4.АЭС әрекет ету принципі неге негізделген?
- 5.ФПЛ-1-дің жұмыс істеу тәртібі қандай?
- 6.Әдіс қайда қолданылады?

Сабақ №8-9.

Тақырыбы 1.4 : Талдаудың электрохимиялық әдістеріне арналған аспаптар мен жабдықтар. Әдістерді қолдану. Ион сұрыптаушы электродтар.

Жоспар:

1. Электрохимиялық әдістердің негізі
2. Потенциометрия, электродтар түрлері
3. Ионометрия
4. Классикалық полярография

5. Вольтамперометрия

1. Электрохимиялық талдау әдістерінде ток, потенциал немесе электроөткізгіштіктің ерітінді концентрациясына тәуелділігін зерттейді немесе ерітіндіні қолайлы титрантпен титрлеп, эквивалентті нүктені анықтау үшін аталған параметрлерді өлшейді. Токты және потенциалды өлшеуге де, сырттан беруге де болады. Өлшенетін және берілетін параметрлерді комбинациялауға негізделген бірнеше әдіс бар. Олар потенциометрия, вольтамперметрия, кулонометрия, кондуктометрия, электрогравиметрия.

Потенциометриялық талдау – бұл таладнатын ерітіндіге салынған электрод потенциалының өзгеруіне немесе, басқаша айтқанда, гальвани элементінің электрқозғаушы күші (ЭҚК) бойынша ион концентрациясын анықтауға негізделген талдаудың электрохимиялық әдістерінің бірі.

Гальвани элементі екі электродтан тұрады, ал оның ЭҚК осы электродтар потенциалдарының айырмасын құрайды. Потенциометриялық талдау үшін, индикаторлық электрод пен салыстырма электродтан тұратын, гальвани элементтерін қолданады. Біріншісінің потенциалы ерітіндідегі анықталатын ионның концентрациясына тәуелді, ал екіншісінің потенциалы осы ионның концентрациясын тәуелді емес. Сондықтан гальвани элементінің ЭҚК ерітіндідегі анықталатын (потенциаланықтаушы) ионның концентрациясына ғана тәуелді.

Потенциометриялық талдау әдісі тура потенциометрия (ионометрия) және потенциометриялық титрлеу болып екіге бөлінеді. Тура потенциометрия әдісі зерттелетін ерітіндіге батырылған индикаторлы электрод потенциалын өлшеп, Нерст теңдеуі бойынша ион концентрациясын есептеуге негізделген.

$$E = E^0 + \frac{RT}{nF} \ln \frac{a}{a'} = E^0 + \frac{RT}{nF} \ln \frac{[OX]}{[Red]} * \frac{y_{ox}}{y_{red}}$$

E^0 – редокс жүйесінің стандарт потенциалы

R – универсал газ тұрақтысы, 8,312 (Дж/моль/К)

T – абсолюттік температура, К

F – Фарадей тұрақтысы, 96500 (Кл/моль)

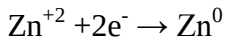
n – Электродтық теакцияға қатысқан электрод саны

a_{ox}, a_{red} - редокс жүйесіндегі қатысқан және тотықсызданған формалардың активтілігі

$[OX], [Red]$ – олардың молярлы концентрациясы

Y_{ox}, Y_{red} – активтілік коэффициенттері

Мысалы:



Нерст теңдеуі бойынша: $E_{Zn^{2+}/Zn} = E^0_{Zn^{2+}/Zn} + \frac{RT}{2F} \ln \frac{a_{Zn^{2+}}}{a_{Zn}}$

Бос металл активтілігі тұрақты болады, сонда потенциал тек Zn^{2+} ионының концентрациясына тәуелді болады. Тура потенциометрия сутегі иондарының концентрациясын немесе ерітінділердің рН анықтау үшін қолданылады. Потенциометрия мембраналық (ионсұрыптаумен) және металдың индикаторлық электродтарды қолданады. Ионсұрыптаушы (мембраналық) электродтардың пайда болуы электрод – ерітінді шекарасында ионалмасулар болуына негізделген. Ал металл электродтардың потенциалы электрон алмасу процестерімен фазааралық шекарада анықталады.

Ионсұрыптаушы электродтар – бұл өте сезімтал элементтер, датчиктер болады, олардың потенциалы ерітіндідегі анықталатын ионның активтілігіне сызықты тәуелді болады.

Құрылысы бойынша бұл электродтардың басым бөлігін жартылай өткізгіш мембранадан тұрады. Ол жұқа пленка, ол электродтың жұқа бөлігін бөліп тұрады. Ол тек қана бір түрлі иондарды ғана бөлу дәрежесіне ие. Мембрананың белгілі заряд белгісі бар иондарды өткізу қасиеті ионгенді топтардың болуына негізделген. Егер мембрана A^+ ионды екі ерітіндімен (активтілігі a_1 (талданатын ерітінді) және a_2 (ішкі ерітінді) әрекеттесе, онда ішкі және сыртқы

мембранада ионалмасу болады. A^{+} иондардың активтілігі әр түрлі болғандықтан ерітіндіде және мембранада шекаралық E_1 және E_2 потенциалдар пайда болады. Ішкі және сыртқы ерітінділерге салынған электродтар көмегімен E_1 және E_2 мембраналық потенциалдар айырмасын өлшеуге болады.

$$E_m = E_1 - E_2$$

Ионсұрыптаушы электродтар бірнешеге бөлінеді:

- 1) біріншілік – кристалдық мембраналы
- 2) қатты матрицалы
- 3) қозғалмалы таратқыштары бар – оң зарядталған, теріс зарядталған, зарядталмаған
- 4) Сенсимуированды

Шыны мембраналар арнайы шынылардан жасалады. Олардың құрамы мембрана жоғары талғамды, бір ионды басқа иондардың қатысында анықтай алатындай етіп жасалады. Ең бірінші шыны электрод рН өлшеуге жасалған. Электродтың негізгі бөлігі – жіңішке рН сезімтал мембрана. Ішкі ерітінді ретінде $AgCl$ қаныққан $0,1M$ HCl ерітіндісі қолданылады. Шыны электродтың әрекет етуі жұқа шыны қабатпен сулы ерітінді арасындағы пайда болған потенциалдар айырмасына негізделген.

Шыны түтіктің ұшына шыны қабат жапсырылады немесе арнайы шыныдан жасалған жұқа қабатты шарик үрленеді. Түтік іші $0,1 M$ HCl ерітіндісіне толтырылады. Бұл түтікті зерттелетін ерітіндіге батырып, әл.клтпен стандартты электродпен қысады. Осындай тізбектің ЭҚК-і H активтілігімен байланысты. Шыны электродтарды әртүрлі ерітінділердің рН анықтауға, ал кристалл мембраналы электродтарды F^{-} , Cl^{-} , I^{-} , NO_3^{-} және т.б. анықтауға қолданады. Индикаторлық электродтар ерітіндінің компоненттерімен әрекеттеспеуі керек, сондықтан оларды химиялық инертті металдардан жасайды.

Активті және инертті металл электродтарға ажыратылады. Активті металл электродтар- ттр жүйесінде қайтымды тотықсызданған форма түзетін металдардан жасайды. Мұндай электродтардың потенциалдары өз иондарының активті факторларды болады.

Мысалы: $Ag^{+} + e^{-} \leftrightarrow Ag$; $E = E_{Ag^{+}/Ag}^0 + 0.059 \lg a_{Ag^{+}}$

Мұндай электродтар 1 ретті электродтар деп аталады.

Инертті металл электродтар бағалы металдардан (Pt , Au) жасалады. Олар тотыққан және тотықсызданған формадағы электрондарды тасымалдаушы қызметін атқарады, олардың потенциалы тотыққан, тотықсызданған формадағы активтіліктер факторының қатынасы болып табылады. Бұл электродтарды потенциометриялық тотығу тотықсыздану титрлеуде қолданады.

Потенциалды өлшеу

Ионды электродтары бар ұяшықтардың кедергісі өте үлкен (10^8 Ом) амперметр қажет. Оның кіретін кедергісі ұяшықтың кедергісінен бірнеше рет жоғары болу керек. Аналитикалық зертханаларда сандық вольтамперметрлерді немесе шкалалы, рН бойынша калибрленген вольтметрлерді қолданады. Бұл аспаптар иономерлер (рН метр) мВ-милливольты деп аталады.

Салыстыру электродтары

Бұл электродтар өлшенетін индикаторлық электродтарға қарағанда эталон ретінде қызмет атқарады. Олардың потенциалдары тұрақты және ерітіндінің концентрациясына тәуелді емес.

Түрлері:

1. колумельді – сынаптан, колумельден және KCl -дан жасалған.
2. хлоркүміс электроды – күміссымын қаныққан $KCl + AgCl$ ерітіндісіне батырылған, электр тогын жақсы өткізеді.
3. Сынапты-сульфатты – Hg сульфаттан, электролит $1 M$ H_2SO_4 ерітіндісінен тұрады.
2. Ионометрия

Индикаторлық электрод ретінде ион электродтар қолданылатын тура потенциометрия әдісін ионометрия деп атайды. Бұл ыңғайлы, экспресс заманауи әдіс. Талдау жүргізу уақыты тек қана сынама дайындауға кетеді, өлшеу жүргізуге 1-2 мин кетеді. Басқа физ-хим

әдістерден ионометрия қарапайымдылығымен, арзандылығымен ерекшеленеді. Заманауи портативті иономер әр түрлі иондарды, еріген газдарды тек лабораторияда емес, далалық жағдайда анықтауға болады.

Анықтаудың 3 практикалық әдісі бар:

1. электродты градуирлеу әдісі
2. градуирлеу график әдісі
3. қоспа қосу әдісі

Бақылау сұрақтары:

1. Электрохимиялық әдістердің негізі неде?
2. Потенциометрия, электродтардың қандай түрлері бар?
3. Ионометрия дегеніміз не?
4. Классикалық полярографиялық ұяшықтың құрлысы қандай?
5. Ионсұрыптаушы электродтар нешеге бөлінеді?

Сабақ №10

Зертханалық жұмыс 1.4.

Тақырып: Иономерді жұмысқа дайындау. Ерітіндінің рН немесе ионселективті электродтарды пайдаланып, иондардың бірінің концентрациясын анықтау

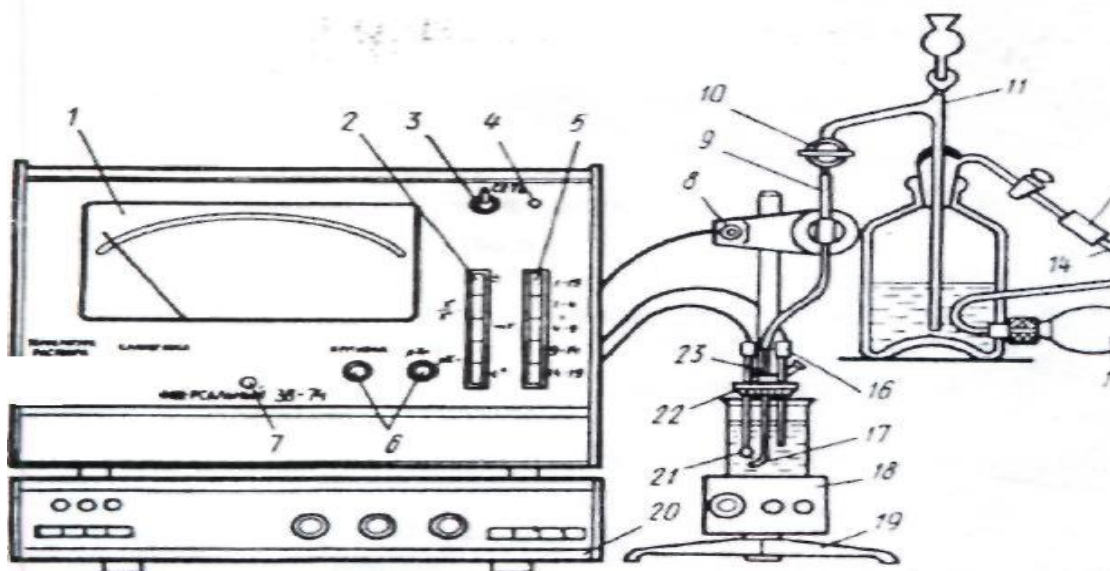
Мақсаты: ЭВ-74 иономерінің көмегімен судың және ерітінділердің рН анықтауға студенттерді үйрету.

Жабдықтар: Аспаптар, ЭВ-74, цилиндрлер, тамызғыштар және өзге химиялық ыдыс, реактивтер.

Жоспар:

1. ЭВ-74 құрылысы
2. Ерітіндінің рН анықтау
3. Судың физикалық қасиеттерін анықтау.

ЭВ-74 құрылысы (схемасы), аспап.



ЭВ-74 әмбебап ионөлшегіш:

1 – рН-милливольтметр; 2 – жұмыс түрін таңдау кнопкасы; 3 – желіні сөндіргіш; 4 – іске қосу индикациясының кішкене тесігі; 5 – өлшеу диапазонын таңдау кнопкасы; 6 – аспапты оперативті басқару саптары; 7 – нөлдің түзеткіші; 8 – электромагнитті клапан; 9 – диаметрі

2мм резеңке түтік; 10 – біржүрісті кран; 11 – микробюретка; 12 – диаметрі 4,5мм резеңке түтік; 13 – қысқыш; 14 – үш айыр; 15 – груша; 16 – қосымша электрод; 17 – мөлшерлеу түтігі; 18 – араластырғыш; 19 – штатив; 20 – автоматты титрлеу блогы; 21 – өлшеуіш

Ерітіндінің рН анықтау.

Өлшеудің алдында иономердің айырып-қосқыштарын «t» және «1-19» қалпына орнатыңыз. Иономерді желіге қосыңыз және 20 минут қыздырыңыз.

Электродтары бар стақанды сәл көтеріңіз, үстелді жылжытыңыз, электродтарды тазартылған сумен шайыңыз, судың қалдықтарын сүзгіш қағазбен жойыңыз. Зерттелетін ерітіндісі бар стақанға электродтарды салыңыз. Аспаптың «катиондар/аниондар», «рХ», «-1-19» кнопкаларын бірізді басыңыз.

Көрсететін аспаптың «-1-19» шкаласында тілдің орналасуын байқаңыз, тиісті диапазондағы кнопканы басыңыз. Егер «-1-19» шкаласы бойынша көрсеткіштер 8-9 цифрларының аралығында болса, «4-9» диапазонының кнопкасын басу қажет. «0-5» жоғарғы шкаласы бойынша рН дәл мәнін анықтаңыз. Есептеу 4-тен 9-ға дейін басталады.

Иономер тілінің көрсеткіштерін жазып алыңыз. Осымен зерттелетін ерітіндінің рН анықтау аяқталды. Кнопкаларды сөндіруді кері тәртіппен жүргізіңіз. Электродтарды тазартылған сумен шайыңыз және таза тазартылған суда қалдырыңыз.

Судың физикалық қасиеттерін анықтау.

1.Фотометриялық әдіспен лайлылықты анықтау.

Сіңіргіш жарығының қалыңдығы 3-5 мм кюветаға жақсылап араластырылған сынаманы құяды, $\lambda = 540$ нм кезінде оптикалық тығыздықты өлшейді. Сүзу арқылы уақытша заттар алынып тасталған, сыналатын су бақылай ерітіндісі болып табылады. Лайлылықтың құрамы градустық график бойынша мг/л анықталады.

2.Иісті анықтаудың органолептикалық әдістері.

60⁰С температура кезінде иіс анықталады. Шыны сауытқа 100мл зерттелетін суды өлшеп құяды, шыны сауыттың аузын сағаттық шынымен жабады және 60⁰С суда қыздырады. Шыны сауыттың құрамын бірнеше рет араластырады. Шыныны бір жаққа қарай ығыстырып, иістің сипаты мен қарқындылығын жылдам анықтайды. Иістің қарқындылығы t-20-60⁰С кезінде анықталады (2 кесте).

3.Температура

Оттегілік режим, сонымен қатар өздігінен тазару үрдістерінің қарқындылығы тәуелді болатын, суқоймада жүріп жататын үрдістерге ықпал етеді. Судың t⁰өлшеу үшін, сынамаларды іріктеу орындарында термометрді зерттелетін суға 5-10 минутқа салады.

4.Мөлдірлік

Өлшеу үшін диаметрі 2,5 см, биіктігі 50см шыны цилиндр, 3,5 мм әріптер қарпі қолданылады. Жақсылап араластырылған су сынамасын цилиндрге құяды және цилиндр түбінен 4 см биіктікте қаріптің үстінен орналастырады. Қаріптің оқылуы мүмкін болғанға дейін, цилиндрдегі суды төгеді. Сынаманың мөлдірлігі см беріледі.

Суқоймадағы судың температурасы бір мезетте өтіп жататын, күн радиациясы, булану, атмосферадағы жылу алмасу, ағыстармен жылудың тасымалдануы және басқа факторлар сияқты, бірнеше үрдіс болып табылады.

Температура – бұл оттегілік режим, өздігінен тазару үрдісінің қарқыны айтарлықтай деңгейде тәуелді болатын, суқоймада жүріп жататын физикалық, химиялық, биологиялық, биохимиялық үрдістерге ықпал ететін, маңызды фактор. Температураның мәні судың оттегімен қанығу дәрежесін, сілтіліктің түрлі формаларын, карбонатты-кальцийлі күйді анықтау үшін қолданылады.

Су ағзаларының тіршілік әрекеті үрдістерінің нәтижесінде, аэробты және анаэробты жағдайларда органикалық заттардың биохимиялық ыдырауы кезінде, суқойманың құрамындағы компоненттердің, сонымен қатар химия, металлургия, азық-түлік, мұнай өңдеу өнеркәсіптерінің пайдаланылған суларымен химиялық әрекеттесуі кезінде суға түсетін, иісті заттар судың иісін тудырады. Иістің түрі, қарқындылығы мен тұрақтылығы олардың құрамын негіздейтін құрам, гидрогеологиялық жағдайлар, температура, рН, биологиялық жағдай және т.б. сияқты бірқатар факторларға тәуелді.

Судың мөлдірлігі оның түсіне және лайлылығына, яғни ондағы түрлі боялған және өлшенген органикалық және минералды заттардың мөлшеріне негізделеді. Суқоймаға түсірілетін, белгілі бір мөлшердегі ақ пластина байқалатын немесе ақ қағазда белгілі типтегі және көлемдегі қаріп көрінетін бағанның биіктігі мөлдірлік өлшемі болып табылады. Судың мөлдірлігі объектідегі сүзілмеген сынамада анықталады. Өлшеу үшін түбі химиялық төзімді оптикалық шыныдан жасалған шыны цилиндр қолданылады. Цилиндрдің градуствелуі сантиметрмен беріледі. Цилиндрге миллиметрлік қағаздан жіңішке жолақ жапсырылады.

Жерүсті суларының түстілігі гумустық заттардың және Fe^{3+} болуына негізделген. Түсті анықтаудың 3 әдісі бар:

1. далалық жағдайларда бөтелкедегі су сынамасының түсін зерттеу, еріген және ерімеген өлшенген заттарға негізделген, көзге көрінетін түсті ғана анықтауға болады.
2. визуалды әдістермен су сыманысының түсін анықтау. Әдіс табиғи ауыз суына, сонымен қатар болмашы түсі бар өнеркәсіптік суларға қолданылады. Түсті визуалды анықтауды титрлеу әдісімен жүргізеді. Ол үшін К бихроматының жән Со сульфатының стандартты ерітіндісін пайдаланады.
3. КФК-2, КФК-3 оптикалық аспаптарының көмегімен түсті анықтау. Түстілік градуствармен анықталады.

2 кесте

Иістің қарқындылығы	Иістің пайда болу сипаты	Балл
Жоқ	Білінбейді	0
Өте әлсіз	Маман зертханалық зерттеу жүргізген кезде иіс анықталады	1
Әлсіз	Назар аударғанда ғана иісі білінеді	2
Білінеді (айқын)	Иісі білінеді және суды құйған кезде жағымсыз күй тудырады	3
Өте күшті	Суды пайдалануға жарамсыз ететіндей, иісі күшті	5
Айқын	Иісі су жайлы жағымсыз пікір тудырады	4

Тапсырма:

1. Зертхананың шүмегінен су сынамасын іріктеу.
2. ЭВ-74 иономерінде судың рН анықтау.
3. Осы судың физикалық қасиеттерін анықтау.

Бақылау сұрақтары:

1. ЭВ-74 құрылысы қандай?
2. Судың рН қалай анықтайды?
3. Лайлылықты, иісті, температураны, мөлдірлікті қалай анықтайды?
4. Судың физикалық қасиеттері қандай мақсатпен анықталады?

Сабақ №11

Тақырып 1.5 : Талдаудың хроматографиялық әдістерінің аспаптары мен жабдықтары
Жоспар:

1. Талдаудың хроматографиялық әдістерінің жалпы сипаттамасы.
2. Сұйықтық хроматография
3. Газды хроматография

I. Хроматографияның талдау негізін салушы орыс физиологы және биохимигі Михаил Семенович Цвет (14.05.1872 ж.т.) 1903 жылы ол өзінің ашқан жаңалығы туралы Варшава Университетінің биология бөлімінің жаратылыс танушылар қоғамының ортасында мәлімдеді. М.С.Цвет адамдардың назарына белгісіз табиғаттың құпиясы – қоспалардың сорбциялық бөлінуін ашып, қолданды. М.С.Увет хроматография принципін ашып, 126 сорбенттің қасиеттерін зерттеп, сұйықтық және адсорбциялық бағандық хроматографияны жасады. 1931 жылға дейін хроматография баяу дамыды. Хроматографияның гүлденуі Ледерердің, Винтерштейннің жұмыстарынан кейін басталды. (XX ғ. 30 жылдары.) 1938 жылы Измаилов пен Шрайбер жұқа қабаттың хроматографияны ұсынды. 1941 жылы Мартин мен Синг таралмалы сұйықтық хроматографияны ашады. Кейіннен бұл әдіс қағаз бетінде жүргізіле бастады. 1947 жылы Т.Б. Гапон және Е.П. Гапон, Ф.М. Шемякин ионалмасу хроматографияның негізін қалады. 1948 жылы олар тұнбалық хроматографияны ұсынды. 1952 жылы Мартин мен Джеймс жаңа әдіс - газ сұйықтық таралмалы хроматографияны ұсынды. Хроматографиялық талдау әдісі технологияда, экологияда, қоршаған ортаның ластануын бақылауда таптырмайтын әдіс. Хроматография кеңінен қолданылатын әдіс. Хроматографияның жаңа тәсілдерімен молекулалық массасы 1-ден 10^6 дейінгі газтәрізді, сұйық, қатты заттарды анықтауға болады (изотоптар, металлдар, синтетикалық полимерлер, белоктар). Хроматография:

- Ғылыми зерттеу зертханаларында
- Биологияда, медицинада
- Формацевтикада, криминалистикада
- Пестицидтердің маңызды кластарын анықтауда
- Қоршаған орта мониторингінде қолданылады.

Хроматография – заттар қоспасын бөлу және талдау әдісі, әдіс заттардың екі фаза қозғалмайтын немесе стационар (СФ) және қозғалмалы фаза (ҚФ) арасында әр түрлі таралуына оның ерігіштігіне және адсорбциялық қабілетіне тәуелді. Хроматографиялық процесс кезінде стационар фаза бойымен қозғалмалы фазамен бірге жылжитын зат сорбциясы мен десорбциясы кезектеліп көп рет қайталанады.

Стационар фаза келесі төрт қасиеттердің біреуіне ие болу керек:

1. Қозғалмалы фазадағы затты физикалық сорбциялауы керек
2. Қозғалмалы фазадағы затты химиялық сорбциялауы керек
3. Бөлінетін заттарды талғамды ерітуі керек.
4. Құрылысы кеуекті болып, бір заттарды өткізіп, келесі заттарды ұстап қалуы керек.

Талданатын қоспа компоненттері қозғалмалы фазамен бірге тұрақты фаза бойымен қозғалады. Стационар фазаны металл немесе шыны түтікке салып, бағана дап атайды. Оның ішкі диаметрі, ұзындығы белгілі болады. Сорбент бетімен әрекеттесу күштеріне байланысты компоненттері бағана бойымен әр түрлі жылдамдықпен жылжиды. Бір компоненттер жоғары қабатта қалады, ал кейбіреулері әрекеттесу дәрежесінің төмендігіне байланысты бағананың төменгі бөлігінде қалады.

Хроматография – гибридіті аналитикалық әдіс, мысалы хроматографиялық бағана – аналитикалық жүйенің бір бөлігі, оған бөлумен анықтау кіреді. Әдіс компонентті қоспаны бөлуге, компоненттерді бөліп алуға, олардың мөлшерін анықтауға негізделген. Сондықтан сигналдарды детекторлар (оларды жазу және өңдеу) үлкен орын алады.

Сорбция дегеніміз – сұйық және қатты сіңіргіштермен (сорбенттермен) заттардың сіңірілуі. Бет ауданы үлкен сіңіретін зат сорбент деп аталады. Егерде сорбент өзінің бетімен сіңірсе, оны адсорбент деп атайды, құбылысты адсорбция, сіңірілетін затты адсорбтив деп атайды. Егер де сорбент бүкіл көлемімен сіңірсе оны абсорбент, құбылысты абсорбция, сіңірілетін затты абсорбтив деп атайды. Қыздырылғанда сіңірілген газдар қайта бөлініп шығады, оны десорбция деп атайды.

Кез келегін хроматографиялық жүйеде қайтымды А затының молекулаларының ҚФ-дан СФ ауысуы болады. $A_K \leftrightarrow A_C$.

Бұл процесс таралу коэффициенті немесе тепе-теңдік константасымен сипатталады:

$$\frac{V_K}{V_C} = K' \frac{V_K}{V_C}$$

Мұндағы m_C, m_K – қозғалмалы және стационар фазадағы зат мөлшері

V_C, V_K – СФ және ҚФ көлемдері

K' - сыйымдылық коэффициенті

Ұсталу уақыты элюент ағынының жылдамдығына тәуелді, сондықтан бағандық хроматографияда ұсталу көлемі V_R сипаттамасын қолданады.

$V_R = t_R U$, мұндағы U – элюенттің көлемдік жылдамдығы.

K' және шығу уақыты арасында тәуелділік болады:

$K' = \frac{t_K - t_0}{t_0}$, мұнда, t_K – А компоненттің ұсталу уақыты
 t_0 – СФ –мен әрекеттескен заттың шығу уақыты.

Хроматографияның жіктелуі:

1. Әрекеттесу механизмі бойынша:

- таралмалы – стационар фазада бөлінетін заттардың ерігіштігіне байланысты;
- адсорбциялық – қатты сорбент пен адсорбцияланатын затты бөлуге байланысты;
- эксклюзионды – бөлінетін заттың молекуласының өлшемі және формаларына байланысты бөлу;

- аффинді – кейбір биологиялық және биохимиялық процесстердің спецификалық әрекеттесуіне байланысты (антитело – антиген, фермент – субстрат т.б.)

2. Орындау техникасы бойынша:

- бағандық – арнайы бағанда орындалады
- жазықтық – 1) қағаздық – бөлу арнайы қағазда жүргізіледі

2) жұқақабатты – бөлу сорбенттің жұқа қабатында жүргізіледі

3. Мақсаты бойынша:

- аналитикалық – сандық және сапалық талдау
- препараттық – заттарды таза күйде алуға, концентрлеуге және микрокоспаларды бөлу
- өнеркәсіптік – процессті автоматтандыруда өнімбағанадын датчикке түседі.

4. Алу әдістері бойынша:

- элюентті
- ығыстырмалы
- фронтальді.

II. Сұйықтық бағандық хроматографияның (СБХ) классикалық нұсқасында хроматографиялық бағана ($d=0,5-5$ см және ұзындығы 20-100 см болатын іші сорбентпен толтырылған) арқылы элюент (ҚФ) жіберіледі. Элюент ауырлық күші әсерінен қозғалады. Оның қозғалу жылдамдығын бағананың төменгі жағында орналасқан кранмен реттеуге болады. Талданатын ерітінді сынамасын бағананың үмтіңгі бөлігіне орналастырылады. Сынаманың бағана бойымен қозғалуына байланысты коспоненттердің бөлінуі жүреді. Белгілі бір уақыт өткеннен кейін элюент фракцияларын алады, одан кейін кез келген әдіспен заттардың концентрациясын анықтайды. Классикалық бағандық хроматографияның аппаратурасын жетілдіруге келіп, оны перспективалы заманауи әдістердің біріне айналдырды. Бұл әдіс жоғары эффектілі сұйықтық хроматография әждісі атауына ие болды (ЖСХ). Қазіргә кезде бұл әдіс органикалық қоспаларды талдаудың негізгі әдістеріне айналды.

Бағана тат баспайтын металлдан немесе шыныдан жасалған ішкі диаметрі 2-6 мм ұзындығы 10-25 см болатын, іші тегістелген шыны түтікше. Бағана өлшемі 3,5-10 мкм болатын сорбент бөлшектерімен толтырылған. Бағана арқылы толтыру үшін сорбент суспензиясын арнайы таңдалған еріткішпен $p=50-80$ МПа қысымда толтырады. Мұндай бағаналардың бөлу қабілеттері жоғары болады, ашық бағаналардан 100 есе артық нәтиже көрсетеді. Сұйықтық хроматография - араласпайтын фазалар арасында заттарды бөлуді қарастырады. Заттар СФ арқылы өтеді. Сұйық хроматографияның 3 тәсілі бар:

1. Қатты сұйықтық қ-с
2. Сұйық – сұйық с-с
3. Сұйық – газ с-г

Қатты –сұйық хроматография – адсорбциялық хроматография болып табылады. Адсорбент ретінде силикогель, белсендірілген көмір, Al_2O_3 алынады.

Сұйық – сұйық хроматография – таралмалы хроматография болып табылады. СФ ретінде қолданылатын ерітіндіні инертті тасымалдағышқа жағады, алынған толтырғыш қабаты арқылы сұйықтықты (ҚФ) өткізеді, ҚФ СФ-мен әрекеттеспейді керек.

Сұйық хроматография сандық және сапалық анализде, ароматты көмірсутектерде, полимерлерде, ПАВ, пестицидтерді, гербицидтерді, дәрілік препараттарды, майларды, көмірсіларды талдауда қолданады.

Хроматографиялық детектор дегеніміз – бағанадан шығатын талданатын заттың мөлшері және таза зат мөлшерінің өзгерісіне байланысты келіп түсетін сигнал беретін құрылғы. Детектор бағанадан шығатын коспоненттерді тіркеп, мөлшерін анықтап береді. Сұйық хроматографияда қолданылатын детекторлардың әрекет ету принципі УК және спектрдің көрінетін аймағында, жалында ионизациялауда, адсорбция жылуын, сыну көрсеткішінің ауысуына, жарық жұтылуына негізделген.

Детекторларды 2 топқа бөлуге болады:

6. Сұрыптаушы – (селективті) – олар белгілі бір класстағы қосылыстарға сезімтал
7. сұрыптаушы емес (неселективті) универсальді – олар кең диапозондағы заттарға сезімтал.

Детекторлардың негізгі сипаттамалары: сезімталдығы, детекторлау шегі, сызықтығы, жаңғыртылуы, қолданылу мен қызмет ету қарапайымдылығы.

СХ-ның адсорбциялық нұсқасында СФ және ҚФ-лардың полярлығына байланысты, оларды нормальді – фазалық хроматография (НФХ) және қайтымды фазалық хроматография (ҚФХ) жіктейді. НФХ-да полярлы адсорбент және полярлы емес қозғалмалы фаза қолданады, ал ҚФХ – полярлы емес адсорбент және полярлы ҚФ қолданылады. Екі жағдайда да СФ-ға қарағанда ҚФ-ны таңдау маңызды. СХ-да қолданылатын СФ ҚФ-мен

әрекеттеспеуі керек., талдау жағдайларына механикалық және химиялық тұрақты болуы керек, қажетті талғамдылықты және эффектілікті қамтамасыз етуі керек. СФ талданатын қоспа компоненттерін жақсы ерітіп, ҚФ-мен араласпауы керек. Әр түрлі класты қоспаларды талдау үшін бағаналардың 3 типін қолданады:

1 типті: бағаналарды силикагельмен толтырады, оған тұрақты сұйық фаза жағылған, ҚФ ретінде полярлы емес ерітіндіні алады (мысалы гексан). 2 типті бағаналарды қатты тасымалдаушыға жағылған бета-оксидипропианитролмен толтырылады. ҚФ ретінде полярлы емес сұйық алынады. 3 типті бағаналарды «қайтымды фазалық» режимде жұмыстар жүргізуде ұсынылады, СФ ретінде полярлы емес ерітінді, ал ҚФ ретінде полярлы ерітінді қолданылады.

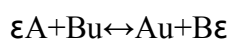
Қатты тасымалдаушы ретінде силикогель, хромосорб, белсенді көмір, Al_2O_3 қолданылады. Силикогель арнайы сорбенттерге жатады. Оның бетінде адсорбция адсорбцияланушы затпен беткі силаноль топтар $\equiv Si_2O_4$ арасындағы сутектік байланыс түзілуі әсерінен жүреді. Силикогельді, көмірсуларды, спирттерді фенолдарды, альдегидтерді, органикалық қышқылдарды, аминдерді, косплексті қосылыстарды бөлуге қолданылады. Al_2O_3 - бұл сорбенттің беті (Al^{+3} және O^{2+} иондарынан түзілген) поляризациялау қасиетіне ие, күшті электростатикалық алаң түзуге қабілетті. Модификацияланған сорбенттер. Ж.Эф СХ-да бөлудің көп түрлерін модификацияланған сорбенттерде жүргізеді, химиялық модификацияға тек қана силикогель ұшырайды.

Қозғалмалы фаза (ҚФ) белгілі талаптарға сәйкес болуы керек:

1. Талданатын затты еріте алу
2. Төмен тұтқырлықты болу керек
3. Бағананың сипаттамасын өзгертпеуі керек
4. Қоспасыз құрамы болуы керек
5. Детекторға қатысты инертті болуы керек

Еріткішті екінші қайтара қолдануға болмайды. Хроматографияда жоғары қысымда қолданылатын еріткіш құрамында газдар болмауы керек, себебі олар еріткіш детектор арқылы өткенде детектордан шығу кезінде шудың деңгейінің көтерілуіне әкеледі. Газдарды еріткішті қыздыру әдісімен немесе вакуумды пайдалану арқылы келтіреді немесе осы әдістерді аралас қолданады.

Ионалмасу хроматографиясы (ИАХ) сұйықтық хроматографияның бір түрі. ИХ негізіне ион алмасу реакциялары жатады. Бұл процесс талданатын ерітіндімен ионалмасушының қозғалмалы иондарының арасында жүреді. Бұл процесс мына теңдеумен жазылады.



Мұнда ε - индексі – еріткіш фазасы, u – ионалмасушы фаза. Ионалмасу процесі стехиометриялы, осы қасиетімен молекулалық адсорбциялық және таралмалы хроматографиядан ерекшеленеді. ИХ бөлу талданатын иондардың қарама-қарсы белгіден иондарға ұқсастығын бөлуге негізделген. Ол ионалмасушыда (ионитте) қатаң бегіленген. ИХ-да мұндай иондарды бекітілген деп атайды. Ал олардың зарядын компенсациялаушы иондарды – қарсы иондар деп атайды. Қарсы иондар ионалмасуға қатысады, ҚФ құрамына кіреді.

Ионалмасу процесінің динамикасы хроматографиялау барысында анықталатын А ионы, сынамамен бағанаға егізілген, теңдеуге сәйкес қарсы В ионмен ион алмасады. Ион алмасу процесі элюенттің үздіксіз қозғалысында болғандықтан, тепе-теңдік А иондарының десорбция бағытына қарай ығысады. Ерітіндіден түсетін бета ионына алмасады. Уақыт өткеннен кейін кері реакция жүреді. Ионит қайтадан қалпына келеді. Бұл уақытта сынама зонасы бағана бойымен қозғалып, жаңа тепе-теңдік орнайды. Бағанадан өту барысында х-ның басқа түрлеріндегідей сорбция-десорбция процесі бірнеше рет қайталанады. Бекітілген иондарға өте ұқсас иондардың зонасы аз ұқсас иондарға қарағанда қалып қояды, себебі, ҚФ

қарсы иондардан тұрады, хроматография процесі аяқталғаннан кейін ионалмастырушы өзінің бастапқы қалпына келеді.

Газды хроматография .

Газды хроматография (ГХ) аналитикалық химияның жақсы дамып келе жатқан түрлерінің бірі. Бұл әдіс тек ғана химиялық зерттеулерде ғана қолданылмай, мұнай өнеркәсібінде, медицинада, мұнай химиясы, мұнай өңдеу өнеркәсібінде, газ өнеркәсіптерінде жақсы қолданылады.

Әдістің маңызды ерекшелігі – әр түрлі заттарда, ҚО объектерінде, материалдарда микро қоспаларды анықтау. Газды хроматография әдісі 1-ші анализден бастап қоспаның сандық сапалық талдауын жасайды және 100- 200 ұшқыш компоненттерге дейін анықтайды.

Газды хроматография жеке компоненттерге немесе жеке компоненттер тобына бөлінетін күрделі заттарды бөлудің физикалық – химиялық әдісіне жатады. Бөлу бөлінетін компоненттердің қозғалмалы газдың және тұрақты фазалар арасында молекулаларының таралуына негізделген. Бұл фазалар арасында анықталатын компонент үшін динамикалық тепе – теңдік орнайды. Тасығыш – газ ағыны қысымында анықталатын қоспаның компоненттері әр лүрлім жылдамдықта хроматографиялық бағана бойымен жылжиды.

Анықталатын компонент үшін қозғалу жылдамдығы газдың екі тұрақты фазалар арасында таралуының константасы бойынша анықталады.

Хроматография занының қозғалу жылдамдығы таралу константасының кері пропорционал. Себебі, жақсы сорбцияланатын компоненттер сорбент қабаты арқылы нашар сорбцияланатын компоненттерге қарағанда баяу қозғалады.

Бөлу процесі бөлінетін компоненттердің ұшқыштық пен ерігіштікке негізделген.

Хроматографиялық бағанадан $S_F < \text{ерігіштігі төмен}$, берілген температурада ұшқыштығы жоғары компонент тез өтеді.

Талданатын сынаманы буландырғыш арқылы тасығыш – газ ағынына еңгізеді. Тасығыш газ сынаманы бағана және детектор арқылы өтуіне қызмет етеді. Бағана хроматографтың негізгі бөлігі болып табылады, онда талданатын сынама құрамдас бөліктерге бөлінеді. Сынаманың бөлінген компоненттері тасығыш газбен бірге бағанадан шығып, детектормен тіркеледі. Детектор сигналдары тіркегіш құрал лентасына жазылады.

Газды хроматографияның 2 түрі бар:

- 1) Газ адсорбциялық (қатты фазалық),
- 2) Газ сұйықтың

Газ адсорбциялық хроматографияда S_F ретінде қатты адсорбент ,газсұйықтықта бұндай фаза ретінде инертті тасымалдаушыға жағылған сұйықтық алынады.

2) Компоненттердің бағанадан шығуы сигнал түзеді, нәтижесінде өздігінен жазғыштың лентасында хроматограмма жазылады. Анықталатын заттың хроматограммасы химиялық шыңның бітліктеріне сәйкес болоды. Сынаманың енгізілу уақытынан шыңның максимумының шығуына диінгі уақытты ұсталыну уақыты деп атайды. Бағананың толтырылған затымен сіңірілмейтін кампонент (мысалы: ауа) бағанадан тасығыш- газ жылдамдығымен температура 0 уақыт арасында өтеді. Кез –келген компоненттің молекулалары бағанадан тасығыш – газ жылдамдығымен өтетіндіктен, газ фазасында болған уақытта бұл уақытта бұл молекулалар S_F байланысады, сондықтан

$$t' = t - t^0$$

Алынған шаманы адсорбцияланатын компоненттің ұсталу уақытын есептемегендегі ұсталу уақыты деп атайды.

Ұсталынууды сипаттау үшін ұсталыну көлемі ұғымы **VR** қолданылады. VR- ұсталыну уақытының тасығыш-газдың көлемдік жылдамдығының айналу туындысы. (Затты элювирлеу үшін бағанада затты белгілі бір жылдамдықпен жылжымалы заттың көлемі өткізу керек.)

3) ГХ-ны препараттық мақсаттарда химиялық препараттарды тазалауда, қоспадан жекелеген заттарды бөлуге қолданылады. Газды хроматографтың көмегімен «Венера» ғарыштың аймағында Венераның

атмосферасының құрлысы анықталған. ГХ-фтарды ғарыш кемелерінің тұрғын бөліктерінде қолданылады: себебі адам организмі көптеген Zn ды бөледі және олардың көп шоғырлануы зиян, қолайсыз жағдайларға әкеледі. Шекті нормаларды бұзғанда хроматографтың автоматты жүйесі аспапқа ауаны тазалауға команда береді. ГХ-ұшқыш заттарды бөлу әдісі. ҚФ-ретінде инертті газ (тасығыш- газ) СФ арқылы өтеді. СФ үлкен беткі бөлікті болады. ҚФ ретінде H_2 , He , Ar , CO_2 (көмірқышқыл газы) алынады. Тасымалдаушы газ бөлінетін компоненттермен, СФ-мен әрекеттеспейді.

Бөліну процессі бөлінетін компоненттердің ұшқыштығына α ерігіштігіне негізделген. Х-қ бағанадан СФ-да ерігіштігі төмен, ал берілген t -да ұшқыштығы жоғары компонент тез өтеді.

ГХ-ны органикалық қосылыстарды талдауда сериялық әдіс ретінде кеңінен қолданады. Осы әдіспен периодтық жүйенің ұшқыш комплекс түріндегі барлық элементтерін анықтауға болады. Жоғары сезімталды және сұрыптаушы детекторлар микроқоспаларды 10^{-10} % концентрацияларда да тіркейді.

4) Газадсорбциялық химияның ерекшелігі – бұл әдісте СФ ретінде беті жоғары активті адсорбенттерді, СФ және ҚФ арасындағы адсорбциясы электростатикалық табиғаты бар молекулаларалық әрекеттесулер есебінен жүреді.

Аналитиктер үшін тұрақты t -да адсорбцияланған заттардың мөлшері осы заттың газ фазасындағы концентрациясына тура пропорционал болуы маңызды. Бұл жағдайда анықталатын компонент бағана бойымен тұрақты жылдамдықпен, оның концентрациясына қарамай қозғалады. Заттардың бөліну олардың әртүрлі жылдамдықпен қозғалуына негізделген. Сондықтан ГАХ адсорбентті, оның ауданы сіңіру бетінің табиғатын тағдау өте маңызды.

ГАХ-да адсорбент ретінде Al_2O_3 , силикогель, кеуекті шыны, белсенді көмір қолданылады. Белсенді адсорбенттердің беті тегіс болмауы ГАХ-ның негізгі кемшіліктері ГАХ-ны газ қоспаларын төмен қайнайтын көмір сутектерді, активті функционалды топтары жоқ қосылыстарды және талдауда кеңінен қолданады.

СФ сұйық фазалар. Бағананың талғамдылық пен қамтамассыз ету үшін тұрақты сұйық фазаны дұрыс таңдау керек. Бұл фаза компоненттер үшін жақсы еріткіш болуы керек, лайлы емес, химиялық инертті, тасымалдаушыға шаққанда су тұтқырлықты, жұқа қабат түзуі керек. СФ бөлу компоненті үшін бөлу қабілеттілігі максимальді жоғары болуы керек. Сұйық фазаның 3 типі болады. 1 полярлы емес, полярлы және аз полярлы.

Тұрақты сұйық фазаның және бөлінетін заттардың қасиеттерін біле отырып, берілген қоспаны бөлу үшін селективті сұйық фазаны таңдап алуға болады. Таңдау барысында компоненттердің ұсталу уақыты талдауға ыңғайлы, СФ полярлығы мен талданатын сынаманың полярлығы бір-бәріне жуық болатындай етіп алады.

Сұйық фазаны қатты тасымалдағышқа біркелкі етіп жаңу үшін оны ұшқыш еріткіш (эфир) пен араластырады. Бұл ерітіндіге қатты тасымалдағышты қосады, қоспаны қыздырады еріткіш ұшып кетеді, ал сұйық фаза тасымалдаушыда қалады.

5) Аналитикалық химияда практикалық газсұйықтық х-яны көп қолданады. Бұл сұйық СФ-ның көптүрлілігіне байланысты, осы талдауға қажетті сезімтал фазаны таңдауда жеңілдетеді.

Тасымалдағыш пен сұйық СФ арасында компоненттердің таралу механизімі олардың сұйық фазада еруіне негізделген.

Бақылау сұрақтары:

6. Талдаудың хроматографиялық әдістерінің жалпы сипаттамасы қандай?
1. Сұйықтық хроматография нені қарастырады?
2. Газды хроматография қалай жіктеледі?

Тақырып 1.6 : Газталдағыштар және индикаторлық түтікшелер

Жоспар:

1. Газталдағыштар
2. Индикаторлық түтікшелер

I. Газталдағыштар – газды қоспаның құрамын бақылауға мүмкіндік беретін аспап. Жұмыс аймағының ауалы ортасын талдау үшін белгілі бір уақыт аралығында талданатын компоненттің концентрацияларын үздіксіз тіркейтін автоматтандырылған аспаптар қызығушылық тудырады. Аспаптар сигналды құрылғымен жабдықталуы керек. Өндірістік автоматтандырылған газталдағыштар әрекет ету принципіне байланысты былайшы жіктеледі:

- механикалық
- дыбысты және ультрадыбысты
- жылулық (термохимиялық)
- магнитті
- электрохимиялық
- ионизациялық
- оптикалық
- жартылай өткізгіштікті
- аралас – термомагнитті және оптика – акустикалық

Оптикалық газталдағыштар. Олардың жұмыс істеу принципі ИҚ, УК және спектрдің көрінетін аймағында сәулелік энергияны газдармен таңдамалы жұтылуына негізделген. Газдар, молекулалар екі немесе одан да көп түрлі атомдар санынан тұрады. Сәулелік энергияны спектрдің көрінетін аймағында жұтады. Осы принципке негізделген аспаптар жеткілікті талғамдылыққа ие, себебі сәулелік энергияны жұту тек белгілі бір, берілген газдың жұту спекторына сәйкес келетін толқын ұзындығында жүреді. Сәулеленуді жұтуына негізделген аспаптарға СО-ны анықтауға арналған оптикалық газталдағыштар жатады. УК сәулелерді жұту қабілетіне көптеген газдар ие, бірақ олардың кейбіреуі ғана бір бірінен ажыратылатын және жеткілікті қарқынды жұту спектрлеріне ие. Бұл әдісті қолдану аймағын шектейді. Газдармен спектрдің УК аймағында сәулелік энергияның жұтылуына негізделген газталдағыштар ауадағы Нg буларын, Ni, О₃ карбонилдарын анықтауға қолданылады.

Фотометриялық газталдағыштарының әрекет етуі спектрдің көрінетін аймағында ауаның талданатын компонентімен әрекеттескенде өзінің түсін өзгертетін ерітінділермен немесе индикаторлық ленталармен сәулелік энергияның жұтылуына негізделген. Бұл аспаптар жоғары сезімталдығымен, талғамдылығымен, конструкциясын универсальдылығымен – бір аспап бірнеше токсикалық заттарды анықтауға қолданылуы мүмкін; ерекшеленеді.

Фотометриялық газталдағыштардың 2 түрі бар: сұйықтықтық және ленталық. Біріншісінде ауаның талданатын компонентінің концентрациясын ерітіндінің жарық жұтуы бойынша өлшейді, екіншілерінің әрекет ету принципі алдын ала ауаның талданатын компонентімен реакцияға түсетін ерітіндімен өңделген немесе ылғалданған индикаторлы лентаның түсінің фотометрленуіне негізделген. Ленталы газталдағыштардың жұмысы сызықтық-колористикалық әдіске негізделген. Қағаз лентаның бойына реактив ерітіндісін жағады. Зерттелетін ауа реактивпен әрекеттескенде индикаторлы лентаның бетінде боялған жолақ пайда болады, оның ұзындығы талданатын компоненттің концентрациясына пропорционал.

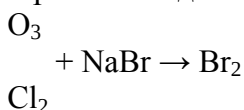
Термохимиялық газталдағыштар жұмысы ауаның талданатын компонентінің химиялық реакциясының пайдалы жылулық әсерін өлшеуге негізделген. Термохимиялық газталдағыштардың 2 типін ажыратады. 1 типке талданатын компоненттің каталитикалық тотығуы қатты катализаторда, одан талданатын ауа өткен сәтте жүретін аспаптар жатады. Каталитикалық тотығудың жылулық әсері қарсыласу термометрімен және термобатареямен өлшенеді. 2-ші типке ауаның талданатын компоненттің каталитикалық тотығуы қыздырылған белсенді, бір уақытта өлшеуіш мосттың иығы болып табылатын жіпте жүреді. 1 тип

газталдағыштары $10 \cdot 100 \text{ мг/м}^3$ қатар концентрацияларды талдау үшін, 2 тип аспаптары салыстырмалы талдау үшін қолданады, олар тез әрекет етуімен ажыратылады, бұл әсіресе, өрт және жарылуға қауіпті қаттарды бақылау кезінде маңызды.

Электрохимиялық газталдағыштар 2 түрге бөлінеді.

1. Кондуктометриялық.
2. Гальваникалық.

Кондуктометриялық газталдағыш газ қоспасынан (H_2S , NH_3 , SO_2) компонентті сіңіру барысында ерітіндінің электрөткізгіштігінің өзгеруін өлшеуге негізделген. Гальваникалық газталдағыштардың жұмысы электрохимиялық ұяшықтарда талданатын газ бен электролит арасындағы ішкі тізбекте ЕҚК-ін тудыра жүретін электрохимиялық реакцияға негізделген. Бұл аспаптардың әрекет ету принципі Фарадей заңына негізделгендіктен, олар реакция нәтижесінде пайда болған ток күшін аралас және талданатын ұяшық арқылы өтетін ауа мөлшері бойынша аралас болуы мүмкін. Потенциметриялық кулонометрия негізінде атмосфералық ауадағы және өндірістік бөлменің ауасындағы H_2S , SO_2 мөлшерін анықтауға арналған «Атмосфера-1М» жасалған. Ауадағы газ SO_2 анықтауда оның йодпен HI түзе жүретін реакциясын қолданады, соңынан электрохимиялық ұяшықтың электродында электрототығады. «Атмосфера-1М» кулонометриялық газталдағышы атмосфералық ауада және жұмыс орнының ауасында Cl_2 және O_3 мөлшерін анықтауға арналған. Бұл үздіксіз жұмыс істейтін, қозғалмалы, автоматы түрде көрсеткіштерді жазатын және сигналдың кез келген жүйесінде жұмыс істейтін түрі. Газдық қоспадағы O_3 және Cl_2 анықтағанда алдын ала олардың NaBr -мен Br_2 түзе жүретін реакциясын қолданады. Соңынан өлшеуіш электродта тотықсызданады, түзілген ток O_3 үшін өлшеуін концентрация болады. Бұл кезде электрохимиялық ұяшық гальваникалық элемент режимінде жұмыс істейді.



«Атмосфера» типті газталдағыштары қоректену бөлігінен, зарядтаушы бөліктен, өздігінен жанғыш потенциомер, өздігінен жанғыш милливольтметр, ауыстырғыш, датчик сияқты элементтерден тұрады.

Опτικο-акустикалық газталдағыштардың әрекет ету принципі опτικο-акустикалық эффектiге, яғни газ тұйық кеңiстiкте УК сәулеленуде периодты түрде жылиды және суиды. Бұл кезде газды қоспаның қысымының тербелуі байқалады. Мұндай УК сіңіруге негізделген аспаптарға ОАГ SO_2 , CH_4 анықтауға арналған ГИАМ аспабы жатады. Лазерлі газталдағыштар ауадағы CH_4 -тегі көміртегі мөлшерін анықтауға арналған. Олар қалалық және трасс магистральді газ құбырларын тексеретін қозғалмалы зертхана құрамына кіреді. Олар арқылы газ құбырларында тесік, ақаулар болмауын қадағалайды. Лазерлі газталдағыштың ірекет ету принципі өлшеу әдісі тура абсорбциялық өлшеу әдісіне негізделген. Мұнда өлшеу метанның сәулеленуін $\lambda=3,39 \text{ нм}$ резонансты сіңіруге негізделген. Сәулелену көзі ретінде сәулелену жиілігі CH_4 сәулеленуінің резонансты сіңірілуінің жиілігімен сәйкес келетін газды лазерлерді қолданады. Газталдағыш автокөлікке жылдамдығы 10 км/сағ қозғалыста өлшеу жүргізу үшін қолданылады.

Ауадағы зиянды заттарды анықтауда қарапайым құралдар кеңінен қолданыс тапты. Олардың көмегімен жұмыс орнының ауасындағы зиянды заттарды анықтауға болады. Мұндай аспаптарға әмбебап газталдағыштары УГ-1, УГ-2 газталдағыштар, ГХ-2, көміртегін тез анықтайтын аспаптар жатады. Бұл аспаптар ауа сынамасын алатын құрылғыдан және индикаторлық түтіктер жинағынан тұрады. УГ-2 көмегімен H_2S , NH_3 , SO_2 , NO , CO_2 , NO_2 , C_2H_2 , бензин, HCl және т.б. көптеген заттарды анықтауға болады.

II. Өндірістік орындарда зиянды заттардың ауадағы мөлшерін экспрессті әдіспен индикаторлық түтікшелер ауаны өлшеуге болады. Осы әдістің жақсы жақтары:

- Талдаудың жылдамдығы
- Талдау жасалатын жерде нәтижелерді алу

- Құрылғылардың және әдістің қарапайымдылығы
- Талдаудың қажетті сезімталдылығы және нақтылығы
- Жылулық және электр энергиясының көздері қажет емес.

Индикаторлық түтік – герметикалық шыны түтік, активті реагентпен әрекеттескен қатты тасушымен толтырылған. Al_2 , O_5 , фосфор, шыны хроматографиялық тасушылар. Тасушының табиғаты, құрамы индикаторлық порошоктың қасиеттеріне әсер етеді.

Индикаторлық түтіктің ішіндегі зат тұрысы ауа өткізетін гигроскопиялық мақтадан немесе стекловоломнан жасалған прикладкамен сипатталады.

Индикаторлық түтік ені ұшынан шынымен дәнекерленеді. Оларды қолданар алдында екі ұшын сындырып, ауа сынамасын өткізеді. Зиянды заттардың концентрациясын индикаторлық парашоктың түсінің өзгеруімен немесе боялған индикаторлық парашоктың ұзындығымен анықтайды. Зиянды заттарды градуирленген шкала бойынша есептейді.

Кейбір индикаторлық түтіктер қосымша түтіктермен беріледі: қышқылдатқыш, кептіргіш және фильтрлеуші.

Кейбір индикаторлық түтіктерде бірнеше компоненттерден тұратын және ұзақ сақтау кезінде бұзылатын реагенттер қолданылады. Барлық компоненттер бөлінген және түтікті қолдану кезінде араласып кетеді. Компоненттердің біреуі ерітінді түрінде ампулада орналасады, ампула индикаторлық түтікшеде таралған және оны ауа өткізбес бұрын арнайы құрылғымен сындырады. Нәтиженің дәлдігін жоғарлату үшін температуралық түзетулердің және түзетуші коэффициенттер қолданылады.

Индикаторлық түтіктермен өлшеулер жүргізулер ауа тәрізді құрылғыға қосылады. Өлшеулерді түтікшені разирметизациялаудан кейін бір минуттан кеш емес бастау керек, ол зиянды заттардың қоршаған ортадан түтікшеге диффузиялануын болдырмау үшін керекті. Индикаторлық түтікшелерден өткен ауа мөлшері, түтікшелерді эксплуатациялау кезіндегі инструкциядағы мәліметтерге сай болуы тиіс. Бұнда осы түтіктің түріне арналған ауа тәрізді құрылғыны қолдану қажет. Бастапқы және соңғы белгідегі индикаторлық түтіктегі шекараның дұрыс көрінбеуі кезінде, зиянды заттың концентрациясы шкаладағы жоғарғы және төмен бөліктегі шекарасы алынады. Өлшеудің нәтижесіне орташа көрсеткіш алынады.

Бақылау сұрақтары:

1. Газталдағыштар қалай жіктеледі?
2. Оптикалық газталдағыштардың әрекет ету принципі қандай?
3. Электрохимиялық газталдағыштар нешеге бөлінеді?

Сабақ №13

Тақырып 1.7. Суды, ауаны, топырақтың сынамасын алуға арналған аспаптар. Суды, ауаны, топырақтың сынамасын алу әдістемесі.

Жоспар:

I. Сынаманы алудың, тасымалдаудың, газды сынаманы дайындаудың техникалық құралдары.

1. Сынама алу зондылары мен сүзгіштері.
2. Сынаманы тасымалдау магистральдары
3. Сынаманы суыту құрылғылары.
4. Сынаманы аспирациялау құралдары
5. Атмосфералық ауаның сынамасын алу

II. Топырақ сынамасын алу және талдауға дайындау

III. Табиғи сулардың сынамаларын біріншілік өңдеуге және сақтауға арналған аспаптар мен алу құрылғылары.

1. сынама алушылардың түрлері мен олардың берілуі.
2. Сынама алуға арналған аспаптарға қойылатын техникалық талаптар.
3. Физикалық және химиялық талдауға арналған сынама алу құрылғылары.
4. Сынамаға арналған контейнерлердің түрлері.
5. Сынаманы алу әдістемесі.

Сынама алынатын ауданға қажетті құрылғылар жеткізіледі. Ауа сынамасын алу негізгі және арнайы шектелген заттар. Ол үшін пневмометрикалық түтікшені газоходтың тесігіне қояды және газды заттарды анықтайды. Шаңды анықтау үшін статикалық және динамикалық қысымды микронометрмен, газоходтағы газдың жылдамдығын және электроаспиратор арқылы өткен ауаның көлемін есептеу. Газоходқа соңында металлды патрон орналасқан газ тәріздес түтікшені қояды, зертханада патрон өлшеніп алыну қажет және 20 минут ішінде ауаны өткізеді.

Жарылғыш және өртқауіпті атмосферада электрлік аспаптарда сынама алуға тиым салынады.

Газды бақылау газды сынамада және газоходта жоғары температуралы ағында, ылғалдылықта, шаңданған және химиялық агрессивтілікте алынады.

Осыған байланысты сынаманы талдауға дайындауға және аспапты құру орнына дейін тасмалдауға арнайы құрылғылар қолдану қажет.

Бұл құрылғыларға жатады: сынама алу зондылары, фильтрационды элементтер, сынаманы суыту құрылғысы, сынаманы аспирациялау құралдары. (газ шығынын тудырушы)

1. Сынаманы газоходтан түтік тәріздес тот баспайтын болаттан жасалған $d = 10-30$ мм және ұзындығы - $0.5-2.5$ м зонд арқылы алады. Газды біріншілік тазарту зондта газоходтың ішінде немесе сыртында орнатылған металды керамикалық фарфор арқылы жүргізіледі. (Ішкі немесе сыртқы фильтрация әдісі).

Ішкі фильтрация әдісін қолдануда фарфорды конденсатты болдырмау үшін қосымша қыздырудың қажеті жоқ. Бірақ бұл жағдайда фарфорға үлкен жылдамдықпен қозғалатын шаң бөлшектері әсер етеді, ол аспаптың тез бұзылуына әкеледі.

Ішкі фильтрация ұзақ қолданады, бірақ тәсіл фарфорды қосымша қыздыруды қажет етеді. Бұл зонд конструкциясын қиындатады. Фильтрационоды материал ретінде талшықты және шыны маталы фарфорлар қолданылады. Сынаманы шаңнан тазарту үшін зонд конструкциясына қатысы жоқ құралдарды пайдалануға болады.

2. сынаманы тасмалдау кезінде жеңіл еритін зиянды заттардың конденсаттың түсуін болдырмау үшін сынама температурасын шық температурасынан жоғары ұстау қажет. Бұл жағдайда газ магистральдарын өнеркәсіппен шығарылған қыздыру құрылғылары бар, газоходтан сынама алуға қолайлы құрылғысы бар, газдың температурасын 200°C дейін тұрақты ұстайтын, сынаманы шаңнан жартылай және толық тазалайтын газды магистральдар қолданылады.

3. Ыстық сынаманы газталдағышқа берер алдында суыту қажет. Суыту кезінде түскен конденсаттағы жеңіл еритін зиянды заттарды зертханалық тәсілдермен анықтауға болады.

Талдау уақыты барысындағы кеткен ауа шығыны бойынша конденсаттың мөлшері және ондағы зиянды заттардың мөлшері бойынша газталдығыштың көрсетулеріне түзетулер енгізуге болады. Өнеркәсіппен арнайы сынаманы суытуға және конденсатты жинақтауға мүмкіндік беретін тоңазытқыштар және сынаманы $200-20^{\circ}\text{C}$ тасмалдаушы қондырғылар шығарылады.

4. Газ шығынын тудырғыш - газ сынамасын дайындау жүйесінің негізгі бөлігі болып табылады. Ол сынама алу орнынан біріншілік өлшегіш ауыстырғышқа дейін газдың берілуін қамтамасыз етеді және бұл кезде сынама алынатын магистральдарда орнатылған сынама дайындау құрылғыларының пневматикалық кедергісін боолдырмайтын қысымның белгілі төмендеуіне әкеледі.

Қазіргі кезде газоаналитикалық техникада мембраналық, ротационды және эжекторлы шығын тудырғыштар қолданылады. Олар газ қысымының ауытқуларын төмендетеді және газ шығынын азайтады.

5. Атмосфералық ауа сынамасын алуда бірлік және тәуліктік концентрацияларды анықтау бақылау постыларында жүргізіледі. Сынама алу ауыстырғыш және вакуумды тәсілмен аспирационды жүргізіледі.

Аспирационды тәсілде зерттелетін ауа белгілі жылдамдықта белгілі бір заттар ұсталатын жұтушы ерітіндіден өткізіледі.

Ауыстырғыш тәсілде сынаманы 10-дық көлемдегі ерітіндіде сосудтан зерттелетін ауаны жіберіп, газқабылдағыштан алады (газды пипеткалар, бутыльдер).

Вакуумдық тәсілде сынама алу зерттелетін ауданда толтырылатын сосудта жүргізіледі. Сынама алу үшін аспиратор қажет (электронды аспиратор), далалық жағдайда компрессорлық қондырғы автомашина ПХПВ – 1М, жұтқыш аспаптар, пневматикалық приборлар, микроанометрлер, газоанализаторлар қажет.

II. Топырақтың ластануын бақылау сынамасы 3 жылда 1 рет жүргізіледі. Топырақ жамылғысының техногенді ластануларының деңгейін бақылау негізінде үш негізгі параметрлер жатады:

- а) топырақ сынамасының аралас сынамасын алынатын элементарлы учаскенің мөлшері, ол топырақ ластану деңгейін бейнелейді.
- б) сынама мөлшері, ол топырақтың аралас үлгісінің жағдайын үшін қажет.

II. Топырақтың ластануын анықтайтын сынама 3 жылда 1 рет алынады. Топырақ жамылғысының техногенді ластануында зерттеуде үш негізгі параметрлер жатыр:

- а) топырақтың ластану деңгейін көрсететін, аралас сынамасын алатын учаскенің ауданын анықтау;
- б) топырақтың аралас сынамасын алуға арналған алдын ала қажетті сынама мөлшері;
- в) басты учаске – ландшафттың генезисін, топырақтың қасиетін көрсететін көрсететін геоморфологияның бірлігі;

Басты учаскеге қарап элементарлы учаскенің ауданын анықтайды, олар ластану көзінен қашықтығына байланысты, әдетте ластау көзі алыста орналасса соғұрлым учаске ауданы үлкен болу қажет деген ережеге сәйкестендіріледі. Элементарлы учаске аясында аралас сынаманы құрауға арналған сынама алынатын жұмыс ауданын таңдайды, элементарлы учаскенің ауданы үлкенірек болса, ал топырақтың жамылғысы қалың болса, онда осы учаскеге байланысты сынама учаскесін таңдайды. Ауданды және оның конфигурациясын топырақ жамылғысының, жер бедерінің және т.б. байланысты таңдайды.

Картада – ауданның жобасы көрсетілген, яғни онда желбағыты мен жер бедері басқада карталы материалдарды қолдана отырып салады.

Өнеркәсіптің алаңында сынама ауданын белгілейді. Үлкен өнеркәсіп территориясындағы желдің бағытында 20-30 км, ал аз қайталанатын жел бағытында 2 есеге аз. Зерттеу барысында учаскенің зерттеу төлқұжаты жасалады, аудан сынамасының спаттамасы, сонымен қатар талон және топырақтың сипаттамасы жазылады.

Нүктелік сынаманың аралас сынаманы алу үшін көп болса, соғұрлым топырақтағы құрамдардың ауытқуы қатты болады. Ластану көзінің ластаушылары аз болған жерде табиғидан ерекшеленеді. Олардан 20 нүктелік сынаманы топырақ тереңдігі 5 – 20 см алады. Миграцияны бақылап отыру үшін нүктелік сынаманы бүкіл топырақ профилінен алады.

Аралас сынаманы нүктелік сынамаданалады, олардың салмағы бірдей және 200 г аспау қажет, нүктелік сынаманың ауданы сынама алу тәсіліне байланысты.

Топырақ сынамасын бурмен алғанда қадама саны 20 – 40 тұрады, олар бірдей бөлікте сынама алу ауданының диагоналі бойынша ұлғая береді.

Топырақ сынамасын күрекпен алғанда конверт бойынша (25 нүктелік сынама) орналастырады. Нүктелік сынаманы крафт – қағазға немесе полиэтиленді пленкаға салады, араластырады, 3-4 ширетейді. Ширектеуден қалған топырақ біркелкіленеді 6 – 9 квадратқа бөледі.

Нүктелік сынаманы таңдағанда қосымша ластанулар болмауы қажет және сынаманы металлды емес құралдармен іріктеді.

III. 1. Табиғи суларды біріншілік өңдеу жасауға және сынамаларды сақтауға арналған аспаптар мен құралдар мыналарға бөлінеді:

Сынама алу аспаптары;

Біріншілік өңдеу қондырғылары;

Сынаманы сақтауға арналған қондырғылар.

Сурдың сынамасын алуға арналған аспаптар берілуі бойынша бөлінеді:

- а) суағындарынан, теңіздерден алынатын су сынамаларын алуға арналған аспаптар
- б) ұңғыма, құдық және тау кен жұмыстарының суларынан алынатын сынамалар аспаптары.
- в) атмосфералық жауындардың сынамаларына арналған аспаптар.

Жұмыс істеу режиміне байланысты аспаптар бөлінеді: автоматты, жартылайавтоматты және қолмен жұмыс істейтін.

2. 1) Табиғи суларды біріншілік өңдеу жасауға және сынамаларды сақтауға арналған аспаптар мен құралдар сынамамен бірге герметикалықты сақтауы қажет.

Су сынамасын беткі қабаттан алған кезде камераның герметикалылығы шартты болуы міндетті емес.

2) сынама алу материалдары химиялық тұрақты және алған сынамалардың камерада болу кезінде құрамын өзгерпеуі керек

3) автоматты сынама алушылар үздіксіз және периодты әрекеттегі болу керек.

4) автоматты алушылар берілген бағдарлама бойынша жұмыс істеуге мүмкіндік беруі керек.

5) автоматты сынама алушылар 3-5 С температурасы бар термостат қондырғысымен қамтамасыздандырылуы керек.

6) автоматты сыналушылар сынама 0,5; 1; 3л сыйымдылығын және алынған сынама саны – 24 болуын қамтамасыз ету керек.

7) жартылайавтоматты сынама алушыларда сигналды құрылғысы болу керек, олар оператордың сынама алуға дайын екенін білдіреді және берілген бағдарламаның аяқталғанын білдіреді.

8) камера сыйымдылығы барлық жобаланған құрамдарды анықтауға мүмкіндік беруі керек.

9) сынама алушылар керекті тереңдіктен сынама алуға мүмкіндік беру керек.

10) сынама алушыны бір уақытта сынманы ала отырып су температурасын өлшеуге мүмкіндік беретін модификация түрінде дайындау қажет.

11) сынама алушының ұзындығы кемдегенде 3м ден аспауы қажет.

12) сынама алушының автоматты басқаруы жұмыс уақытын 5 сағаттан кем болмауын қамтамасыз керек.

13) тұнбаны алушылар сұйық тұнбаларды келесі химталдау үшін жинауды, сақтауды қамтамасыз ету керек.

14) тұнбаны алушыларда беткі қабылдау қабатын жауын жауғанда ашық ұстайтын және құрғақ периодта жабықұстайтын қондырғы болуы керек.

15) тұнба алушылардың қабылдау беті площадь 100мл сынаманы алуға мүмкіндік беру керек.

3. Бірреттік сынамаларды әдетте шелекпен (қолмен) немесе бөтелкемен алынады.

Нақты сынаманы алу үшін өлшенген бөтелке тығынмен жабылып су айдынына тығылады. Шекті тереңдікте тығынды алады, бөтеені толтырады мұнда су құрамын өзгертетін ауаның немесе басқа да газдардың болмауын қадағалау қажет, сондықтан сынама алу үшін арнайы бөтелкелер қолдану керек (мысалы: ауасы алынған бөтелкер).

Микробиологиялық зерттеуге арналған сынамаларға стерильді пробиркалар немесе пластмассалы бөтелке қолдану қажет.

4. көбіне жай сынама алуға, әдетте табиғи сулардың физикалық және химиялық параметрлерінде полиэтиледі және боросиликатты шынылы ыдыстар қолданылады, яғни инертті материалдан жасалған ыдыстар өолданылады.

Сынама сақталатын ыдыс және оның тығыны:

а) ластанудың себепшісі болмауы қажет

б) қандайда бір элементті абсорбирлеуге немесе адсорбирлеуге

в) сынамадағы қандайда бір элементпен реакцияға түсуге

г) мөлдір емес немесе қараңғыланған шынылы ыдыстар жарықтың сынамаға түсуін азайтады.

Жаңа шынылы ыдыстарды сумен немесе жуғыш заттармен шаңды жою үшін жуылады, сосын $K_2Cr_2O_7 + H_2SO_4$ (хромпик) қоспасымен жуылады, сосын дистильденген сумен шайылады.

Хромды қышқылдың адам және қоршаған ортаға зиянына байланысты, оның орнына жуғыш заттарды қолдануға болады (егер олр сынаманың ластануына алып елмеген жағдайда ғана).

Полиэтиленді ыдыстарды тазартады (1 моль HCl), сосын 1 – 2 күнге кебуге қояды, сосын дистильденеген суммен шаяды, балық пластмассалық ыдыстар жоғары сезімді талдауға жарай бермейді.

Ашық сынама алушылар— бұл ашық тесігі бар ыдыстар, олар беткі сынама алуға арналғандар. Жабық — крышкасы бар жартылай корпус немесе сынаманы тереңде алуға арналған шашыратқыш клапанды.

Сынама алуға арналған насостар: сорғышты, жерасты немесе пневматикалық, қолмен немесе механикалық басқарылатын эжекционды болып бөлінеді. Насостар керекті терндікке лебедка арқылы жіберіледі.

5. сынама алған кезде құжатта қарқынды сулардың әсерін анықтау үшін сынаманың орнын, сынаманы сулардың араласуы жүретін жерде және ағыс бойымен алады.

Сынаманы жағадан жағаға дейінгі тереңдікте ағыс бойымен алғандағы есеп беруде келесі мәліметтер болу қажет:

- а) өзеннің атауы
- б) сынама алған жердің нақты және толық сипаттамасын беру
- в) сынама орны
- г) сынама алынған мерзімі
- д) сынаманы орындаған маманның аты жөні
- е) сынама алғандағы метеожағдайлар (температура, жауын мөлшері, ауданы)
- ж) судың сырт көрінісі мен температурасы
- з) өзеннің ағысы
- и) сынама үлгісінің сипаттамасы (иісі, түсі, мөлдірлігі)
- к) сынама алуға арналған қондырғы түрі
- л) үлгілерді консервациялау әдісі
- м) тасмалдау және сақтау әдісі.

Талдау қорытындысын өңдеу.

Ауа сынамасының қорытындысын өңдеу.

Ауадағы аңды анықтаған кезде есептеу үшін арнайы формулалар қолданылады. Бұл кезде ауа жіберу көлемі және салмағы есептелінеді.

Ауадағы шаңды сынамасын алған кезде NO, NO₂, CO, SO₂ қабатты сорбентте анықтау үшін, есептеулер әдістеме бойынша жүргізіледі.

Трубаның диаметрін біле отырып ауа көлемін есептейді, ол эл.аспиратормен анықтау үшін қажет, сосын индикаторлық түтік және АМ – 5 арқылы SO₂, NO, NO₂, CO өнеркәсіп шығарындыларын анықтайды.

Бақылау сұрақтары:

1. Сынаманы алудың, тасымалдаудың, газды сынаманы дайындаудың техникалық құралдары қандай?
2. Табиғи суларды біріншілік өңдеу жасауға және сынамаларды сақтауға арналған аспаптар мен құралдар қалай бөлінеді?
3. Топырақ сынамасын алу және талдауға дайындау қалай жүргізіледі?

Сабақ №14

Зертханалық жұмыс 1.7.

Тақырып: Электроаспиратордың құрылысымен және жұмыс істеу тәртібімен танысу, жұмысқа дайындау. Ауа сынамасын іріктеу.

Тәжірибенің мақсаты: Студенттерді жұмыс аймағының ауасынла шаңның мөлшерін анықтауға үйрету.

Жабдықтар: электроаспиратор, таразы, сүзгіштер.

Бақылау сұрақтары.

1. Электроаспираторда жұмыс жасау тәртібі қандай?
2. Шаңның мөлшерін зерттеу қалай жүргізіледі?
3. Есептеулерді қай формула бойынша жүргіземіз?

Тәжірибенің барысы. I Ұйымдастырушылық кезең

II Нұсқау.

1. Электроаспиратордың міндеті. Аспиратор қоспалардың мөлшерін талдау мақсатында ауа сынамаларын іріктеуге арналады. Электроаспиратормен ауадағы шаңды: SO_2 , CO , CO_2 , NO және NO_2 , H_2S анықтау мақсатында іріктейді.

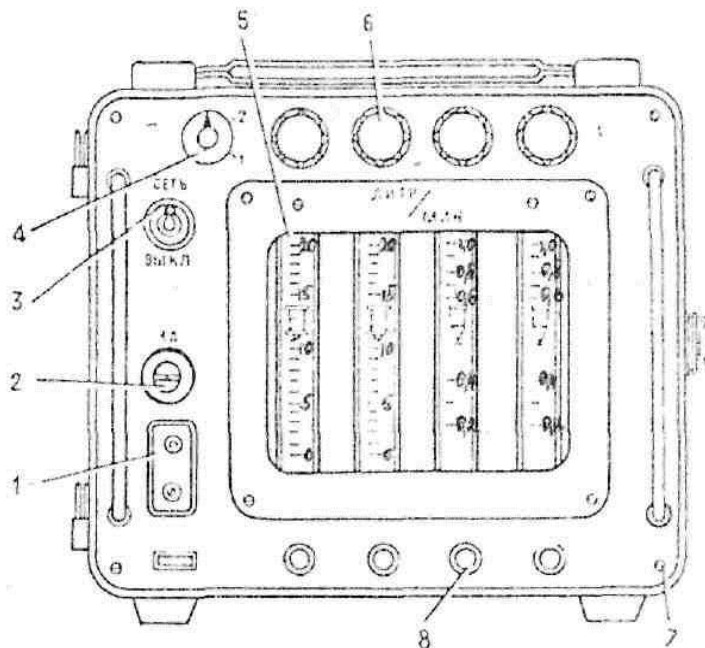
2. Электроаспираторда жұмыс жасау тәртібі:

- а) 220 V желіге қосу.
- б) Босату клапанын тексеріңіз, ол ашық болу керек.
- в) Штуцерлерге сүзгішті жалғаңыз.
- г) Ротаметрдің вентильдерін шегіне жеткенше ашыңыз.
- д) Тумблердің орнын ауыстырып, аспираторды қосыңыз.
- е) Ротаметрлердің саптарымен ауа қозғалысының қажетті жылдамдығын орнатыңыз және уақытты белгілеңіз.

депна в прилож. 1.

Рис. 1. Передняя панель аспиратора:

1—входная колодка; 2 — гнездо предохранителя; 3 — тумблер включения и выключения аппарата; 4 — разгрузочный клапан; 5 — ротаметр; 6 — ручка вентили ротаметра; 7 — винт (для крепления панели к кожуху); 8 — штуцер



3. Ауадағы шаңның концентрациясын анықтау тәртібі.

- а) Сүзгішті аналитикалық таразыда өлшеңіз және оның бастапқы салмағын мг жазып алыңыз.
- б) Өлшенген сүзгішті сүзгіұстағышқа орналастырыңыз, оны штуцерлерге жалғаңыз.
- в) 10-20л/мин шығынмен ауаны сорыңыз, сонымен бірге секундомерді қосыңыз. Ауаны сүзгіш арқылы 20-30 мин сорыңыз.
- г) Сүзгішті сүзгіұстағыштан ажыратыңыз және оны қайта өлшеңіз, соңғы салмағын мг жазып алыңыз.

д)
$$C = \frac{(q_2 - q_1) \cdot 100\rho}{Q \cdot t}$$
 формуласы бойынша мг/м^3 шаңның (C) массалық

концентрациясын есептеңіз.

Q – ауа шығынының орташа мәні, л/мин.

t – сорылатын ауаның ұзақтығы, мин.

q_2, q_1 - сүзгіштің соңғы және бастапқы салмағы, мг.

1000 – метрлерден куб метрлерге ауа көлемін қайта есептеу коэффициенті.

1. Өлшеулерді орындаңыз, есептеулер жүргізіңіз, жұмыс аймағының ауасында шаңның таралуы туралы қорытынды жасаңыз. Ауаның сапасы туралы қорытынды жасаңыз.

Сабақ №15

Тақырып 1.8: Өлшеу нәтижелерін өңдеу және жазу формасы

Жоспар:

1. Аналитикалық сигнал. Өлшеулер жүргізу.
2. Химиялық талдаудың қателері. Нәтижелерді өңдеу.
3. Талдауды компьютерлендіру
4. Берілгендерді басқару және жинау.

1. Аналитикалық сигнал. Өлшеулер жүргізу.

Сынаманы алып, дайындағаннан кейін химиялық талдаулар жүргізіледі. Оларды компонентті анықтау немесе оның мөлшерін анықтау үшін жүргізіледі. Бұл мақсатта аналитикалық сигнал өлшенеді. Кей жағдайда тікелей құрамды анықтайды. Мысалы гравитациялық талдауда анықталатын компоненттің массасын өлшейді. Көптеген әдістерде аналитикалық ретінде талдаудың оңғы стадиясындағы физикалық шамалардың орташа өлшеулері алынады. бұл ток күші, жүйенің ЭҚК, оптикалық тығыздығы, сәулеленудің интенсивтілігі болуы мүмкін.

Компонентті анықтау керек жағдайда аналитикалық сигналдың тұнбаның түсуі, түстің өзгеруі, спектрде сызықтың пайда болуы және т.б болуын белгілейді. Аналитикалық сигналдың пайда болуы нақты белгіленуі керек. Компоненттің мөлшерін анықтауда аналитикалық сигналдың шамасы өлшенеді: ток күші тұнбаның массасы, спектр сызығының интенсивтілігі және т.б. Содан кейін аналитикалық сигнал анықталатын мөлшері: $y = f(c)$ функционалдық тәуелділікті қолданып, анықталатын мөлшерді есептейді. Бұл тәуелділік, есептеу формула, кесте, график түрінде болуы мүмкін. Анықталатын құрам анықталатын заттың абсолютті мөлшерімен мольмен, масса бірліктерімен немесе сәйкес концентрациялармен көрсетілуі мүмкін. Аналитикалық дабылды өлшегенде пайдалы бөлігін ескереді, себебі ол анықталатын компоненттің құрамының функциясы болып табылады. Фонның аналитикалық дабылын өлшенген ерітінділердегі бөгет жасаушы компоненттер мен анықталатын компоненттер арасында пайда болған “шулар”, күшейткіш, өлшеуіш аспаптардың шулары ескеріледі. Бұл шулардың анықталатын компонентке әсері жоқ, бірақ оның аналитикалық дабылына кедергі келтіреді. Аналитиктің міндеті фонның аналитикалық дабылын бақылау (бос) тәжірибе жүргізгенде есептейді, бос тәжірибеде химиялық талдаудың барлық стадияларынан құрамында анықталатын компонентті жоқ сынама етеді. Бұл кезде өлшенген аналитикалық сигнал мен фонның аналитикалық сигналының айырмасына тең аналитикалық сигнал пайдалы сигнал болады.

Аналитикалық дабыл мен құрам арасындағы тәуелділік негізінде анықтылатын компоненттің концентрациясын табады. Калибрлік график, стандарттар және қоспа қосу әдістері қолданылады.

Калибрлік график әдісі кеңінен тараған. Координаттарға аналитикалық дабыл компонент құрамы бойынша салыстыру үлгілерін қолданып және анықталатын компоненттің белгілі дәл құрамы бойынша қояды. Содан кейін анықталатын сынамадағы аналитикалық сигналшамасын өлшеп, анықталатын компоненттің мөлшерін градуирлеу графигінен табады.

Стандарттар әдісінде аналитикалық сигналды салыстыру үлгісінде және талданатын сынамада өлшейді: $y_{эТ} = S_{сэТ}$ және $y_x = S_{сх}$ Мұндағы S пропорционалдық коэффициент. Егер кейбір жағдайларда S шамасы белгілі болса, онда есептеулер мына формуламен жүргізіледі:

$$C_x = \frac{y_x S_{сэТ}}{y_{эТ}} \quad (\text{мына қатынастан})$$

Егер анықталатын компонент аз мөлшерде болса, онда матрицаның аналитикалық дабылының шамасына әсерін ескеріп, қоспа қосу әдісінің есептік және графикалық түрлерін қолданады.

Құрамды есептік әдіспен анықтауда талданатын сынама ерітіндісінің екі аликвотасын алады. Тоның біреуіне белгілі құрамды анықталатын компоненттің қоспасын қосады. Екі сынамада да U_x , $U_x + \text{қоспа}$ – аналитикалық дабылдары өлшенеді. Анықталатын заттың белгісіз кнцентрациясын келесі формуламен есептейді:

$$C_x = \frac{u_x V_{\text{қоспа}} C_{\text{қоспа}}}{v_x + \text{қоспа} V_{\text{қоспа}} + \sqrt{v_x + \text{қоспа}} - v_x \sqrt{V}}$$

Мұндағы $V_{\text{қоспа}}, C_{\text{қоспа}}$ – қосылған талданатын компоненттің ерітіндісінің көлемі мен концентрациясы V' – талданатын сынама аликвотасы.

Компоненттің құрамын графикалық әдіспен анықтағанда талданатын сынаманың 1,2,3...n аликвотасын алады. 2,3...n аликвоталары өсу ретімен анықталатын компоненттің мөлшерін алады. Барлық аликвоталарда аналитикалық сигнал өлшенеді және аналитикалық сигнал анықталатын компонент мөлшері координатасы бойынша график тұрғызады. Шартты нөл ретінде қоспа қосылмаған аликвотаны алады (аликвота 1). Алынған координаталар бойынша сызылған түзу бойынан таңдалған масштабта және өлшем берлігінде алынған шама () анықталатын компоненттің мөлшері болып табылады.

2.Химиялық талдаудың қателері. Нәтижелерді өңдеу.

Қателерді есептеу тәсәлә бойынша абсолютті және салыстырмалы деп екіге бөлінеді.

Абсолютті қателік. X шамасының орташа өлшемімен. Осы шаманың шын мәнімен айырмасына тең. немесе

Қателерді оларды тудыратын себептері бойынша жіктейді. Қателер жүйелік, кездейсоқ және дөрекі қателер болып бөлінеді.

Жүйелік қателер тұрақты әсер ететін себеппен, барлық өлшеулерде қайталанатын немесе өзгертін және анықталып, түзелетін қателер жатқызылады. Кездейсоқ қателердің болуының себебі белгісіз, бірақ математикалық статистика тәсілімен бағаланады.

3.Талдауды компьютерлендіру

Бастапқы компьютерлерді үлкен «арифометрлер» деп қарастырылған. Оларды ғылыми – техникалық есептеуді автоматизациялау үшін қолданған. Ол шығаруда жоғары сенімділікпен және аз уақыт кетуімен ерекшеленеді. Оның негізгі сипаты әмбебаптылығының жоқтығы қандай да бір техника типіне және зерттелуінің нақты мақсатына негізделген.

Қазіргі кезде аналитикалық химия негізінде дисциплина қалыптасады. Аналитикалық химия компьютерлерді қолдануға негізделген. COBAC пәндеріне компьютерсіз шешілмейтін аналитикалық есептеулердің бәрі жатады. CRAC-та аналитикалық химияда компьютерлер қолдануға негізделген.

Хемометрика – бұл химияда дисциплина, өңдеулерге математикалық және статистикалық әдістерді немесе тәжірибе үшін оптималды сызбалар, сонымен қатар химиялық берілгендерден максималды мөлшерде ақпаратты алу үшін қолданады.

4.Берілгендерді басқару және жинау.

Әрбір аналитикалық әдістеме бұл әрекеттің бағдарламасы. Мұның бәрін аналитикалық аспап, жартылай адам орындау қажет. Аспаптың анализдің дамуына байланысты адамның функцияларының көп бөлігі аспапқа беріледі. Мысалы, тіркелмейтін спектрофотометрдегі жұту спектрінің мәндерін жазып алу үшін оператор өз қолымен барабандарды айналдырып, призманың қозғалу жүйесімен механикалық байланысқан барабанды айналдыра отырып, толқын ұзындығын өзгертеді.

Спектрдің анықтаудың жылдам және сенім қарапайым сервомеханизм қоғамды қозғалтқышта жасайды. Сервомеханизмнің бағдарламасының қажетті жұмысына қосылу және өшіру командасының компьютер жадына енгізу.

Бақылау сұрақтары:

1.Аналитикалық сигналдегеніміз не?

2. Өлшеулер қалай жүргізіледі?
3. Химиялық талдаудың қателерқандай?
4. Нәтижелерді өңдеу қалай жүргізіледі?
5. Талдауды компьютерлендірудің қандай бағдарламаларын білесіңдер?
6. Берілгендерді басқару және жинау қалай жүргізіледі?

Сабақ №16-17

II бөлім. Атмосфералық ауаны және жұмыс аймағының ауасын талдау

Тақырып 2.1: Атмосфералық ауаны және жұмыс аймағының ауасын талдаудың әдістері

Жоспар:

1. Ауадағы қоспаларды анықтау формалары
2. Әр түрлі қоспалар үшін үлгіні таңдап алу әдістерін таңдау
3. Талдауды таңдау әдісі

1. Ауадағы қоспаларды анықтау формалары

Ауада ластанушы компоненттер газ, пар және аэрозольдер түрінде болуы мүмкін. Кейде бір ластанушы компонент пар түрінде де, аэрозоль түрінде де болады. Көптеген газ түріндегі келетін қоспалар аэрозольді бөлшектерге айналады. Аэрозольдердің құрылуында басты рольді күн сәулесі иеленуде.

Органикалық аэрозольдер және бейорганикалық аэрозольдер табиғи және антропогендік жолмен пайда болады. Өндірістік облыстарда аэрозольдердің құрамы өндіріс орындарының қалдықтарының спецификалық сипатымен, атмосферадағы физико-химиялық процесстермен анықталады, ал ауадағы аэрозольдердің компоненттерінің концентрациясы 2-4 ретке дейін жететін өте кең диапозонда өзгереді.

Негізгі ластанудың түрлері

1. Өлшенген бөлшектер
 - Ұсақ шаң: диаметрінде 100мкм-ден кем
 - Ірі шаң: диаметрінде 100мкм-ден жоғары
 - Түтіндер: диаметрі 0,001-1мкм.
 - Тұмандар: диаметрі 0,01-10мкм.
2. Күкірт қосылыстары
3. Органикалық қосылыстар
4. Азот қосылыстары
5. Көміртектік қосылыстар
6. Галогендердің қосылыстары
7. Радиоактивтік заттар.

Өндірістік орындардан атмосфералық ауаға аэрозольдік бөлшектер, газдар, парлар, радиоактивтік заттар, жағымсыз иісті тасушылар бөлінеді.

Химиялық және металлургиялық өндіріс орындарынан ауаға S, Pb, Cu, Zn, As т. б. адам ағзасына, қоршаған ортаға қауіпті қосылыстар бөлінеді.

Тау өндіріс орындарынан ауаға көп шаң түседі. Автокөліктер ауаға Pb, Zn, Co сияқты қосылыстарды шығарады. Сонымен қатар ауаға ауыр металлдар және сирек кездесетін металлдар (Pb, Zn, Co, Hg, Mn, Cr), ароматтық көміртектер (бензол, толуол, ксолол), улы альдегидтер, канцерогендер, күйе түседі.

Ауадағы ластанушы заттарды асперациондық алмасу және вакуумдық әдістермен анықтайды.

2. Ауа үлгілерін таңдау әдістері:

Ауаны бақылау үшін автоматтық газоанализаторлар кеңінен қолданылады. Ауаның үлгілерін таңдау маңызды этап болып табылады, өйткені өте нақты, ұқыпты жасалған талдаудың қорытындысы қате жасалған үлгіні таңдауда барлық мағынасын жоғалтады.

1) Газ тәрізді немесе у тәрізді қоспаларды сұйық сіңіру ерітінділеріне және түйірленген сорбенттерге жинайды: кремнезем, белсенді көмір, полимерленген сорбенттер және т.б. сонымен қатар жұқа қабатты сорбенттер, инерттік тасмалдаушылар немесе сұйық стационар фазалар, жоғары дамыған қатты тасмалдаушылардың бетіне жүргізілген. Сұйық сіңіру орталарына үлгілерді таңдау кезінде анықталатын заттар сіңіру сұйықтықтарының компоненттерімен химиялық әрекеттеседі немесе ериді (дистилденген су, қышқыл, органикалық еріткіштер, спирттер, аралас қоспалар). Ауаның үлгілерін таңдау үшін әр түрлі құрылымды абсорберлер қолданылады. Сіңіруші ерітіндіні дұрыс таңдауы кезінде кейбір жағдайларда үлгілерді таңдау процессінде заттарды бөлек бөліп алу жүргізіледі.

2) Ауадағы улы заттардың төмен концентрациясы және әдістің жеткіліксіз сезімталдығы кезінде ауаның үлкен мөлшердегі заттарды концентрлеу арқылы жүргізу керек. Заттарды қозғалмайтын және «қайнаған» қабатта жинайды. «Қайнаған» қабатта үлгілерді таңдау кезінде сорбент ретінде кремнезем жиі қолданылады, өйткені ол керек мөлшерде механикалық беріктікке ие, ал қозғалмайтын қабаттың үлгілерін таңдау кезінде – активті көмір және т.б. қолданылады. Сонымен қатар кеуекті сорбенттер қолданады.

3) Ауадағы қоспада тез таңдау және нәтижелі болу үшін жұқа қабатты сорбенттер қолданылады, олар диаметрі 3-5мм деін жететін шыны түйіршік түрінде ол жұқа қабатты қалыптастыратын сұйықтықпен өңделген. Сынап буларын ауадан күмістенген шыны шарлар арқылы, алтын сыммен немесе алтын қабаты жүргізілген пластинамен жасалатын сорбция кең тараған.

4) Қатты сорбенттер кейбір заттарды селективті тартып алады. Ауадан тұрақты емес және реактивті-активті қосылыстарды таңдау кезінде криогендік концентрлеу қолданылады. Суыту үшін әр түрлі қоспалар мен бөлек заттар қолданылады. Ауада аэрозольдер түрінде кездесетін заттарды концентрлеу үшін әдетте фильтрлеу қолданылады. Атмосфералық аэрозольдердің талдауы кезінде ауаны «Ватман», «Миллипор», «Тайо» сияқты әр түрлі көлемді фильтрлер арқылы тазартады. Аэрозольді фильтрлер (барлық талаптарға сай) аэродисперстік жүйелерді талдаудың барлық талаптарына сай болып келеді, фильтрлер арқылы үлкен көлемде ауаны тазартуға болады ($10000-18000\text{м}^3$), ол анализге қажетті заттардың қажетті мөлшерін жинауға көмектеседі.

Атмосфералық шаңды ауадан электростатикалық әдістер арқылы ауадан бөліп алады.

3. Қалдықтардың жабдықтық талдауының физико-химиялық әдістері

Газды қоспалардың құрамының жабдықтық талдауы үшін газ анализінің бірнеше физико-химиялық талдау әдістері бар:

- Электрохимиялық
- Оптикалық
- Хроматографиялық

5) Қатты сорбентте концентрленген заттарды талдау үшін көп элементті заттар қолданылады – рентгенофлуоресцентті спектроскопия, нейтрон-активациондық талдау. Осы әдістермен бір фильтрде бір уақытта 40 элемент анықталды

Сорбенттерде және фильтрлерде компоненттерді анықтауға арналған әдістер аз болғандықтан, микрокомпоненттерді қатты сорбенттерден және фильтрлерден алу қажеттілігі туады. Заттарды бөліп алудың негізгі әдістері: еріткіштермен экстракция, термодесорбция, тең мөлшердегі бу фаза әдісі. Заттарды әр түрлі инструменталдық әдістермен анықтайды: хроматографиялық, атомдық-эмиссиондық, атомды-абсорбциялық, электрохимиялық, масс-спектрометрия және хромато-масс-спектрометрия.

6) Атмосфераның ластануын стационарлық маршруттарда және қозғалмалы посттарда байқалады. Стационарлық посттар систематикалық бақылаулар жүргізу үшін қажет, олар ауа сынамасын алуға арналған сәйкес құрылғылармен жабдықталған. Қозғалмалы посттар

(бірегейлі бақылаулар) ластаушылардың әсер ететін зоналарда бірегейлі бақылаулар жүргізіледі.

Жалынды-ионизациондық әдістер

Электрохимиялық әдістер кондуктометриялық және кулонометриялық болып бөлінеді.

Кондуктометриялық анализатордың жұмысы газ қоспасын жұтудың әсерінен болатын, ерітіндінің электрөткізгіштігінің өзгеруін қадағалау болып табылады. Бұл әдіс күрделі құрылғыларды қажет етпейді, құрылғылар жоғары сезімталдыққа, тез әсер етуге және ыңғайлылыққа ие. Бұл әдістің кемшілігіреактивті ион түзілу арқылы ерітін газдар элементтің электрөткізгіштігіне қатты әсер етеді, нақты жауапқа қоршаған ортаның температурасы әсер етеді, құрылғы электролитті жиі ауыстыруды талап етеді және сызылмалы шкалаға ие.

Кулонометриялық әдіс заттың реагентпен тоқтаусыз автоматты титрлеу жағдайында болады, ол реакциялық сызбада белгілі бір электродпен электрохимиялық басқарылады. Бұл жағдайда электродтық реакция анықталатын заттың, реакциялық ортада сақталу шегі б. т. кулонометриялық әдіс жоғары сезімталдықпен және кең динамикалық диапазонға ие. Қазіргі кулонометриялық анализаторлар салыстырмалы қарапайым құрылғылардан тұрады, кішкентай габариттер мен салмақ, салыстырмалы төмен бағаға ие. Кулонометриялық құрылғылардың кемшіліктеріне төмен селективтілік және периодты түрде электролитті ауыстыру қажеттілігі жатады.

Оптикалық талдау әдістері абсорбциялық және эмиссиондық болып бөлінеді. Абсорбциялық талдау әдістері спектральді диапазондарға тән сәулелі энергияны таңдап жұта алатын қабілеті бар заттарды зерттейді. Өз кезегінде абсорбциондық әдістер дисперсионды және дисперсионды емес.

Дисперсиондық әдіс сәулеленудің спектрлерге бөлінуі нәтижесінде қажетті спектральды аймақтың бөлінуіне негізделген.

Абсорбциондық әдістер арасында және этаптары лазерлі әдістер бөлінеді. Әдіс лазерлік сәулеленудің спецификалық ерекшеліктерімен шартталған – монохроматтылық, жоғары энергетикалық тығыздық, бағыттылық және т. б. Бұнда газ талдауының сезімталдығын және ерекшелігін көтеретін сіңіріп алу анализденеді. Лазерлік бақылаудың мәні мында: газды ортадан өтіп, лазерлі сәулеленудің импульсі соңғысымен байланысады, өзінің артынан жарық түрінде із қалдырады, ол із белгілі бір анықталған заңмен немесе оны жұтып жарықты энергия түрінде шығаратын, молекулалар мен атомдардың энергиясы әсерінен жоғала бастайды. Әдіс күрделі құрылғыларды талап етеді, осы әдісті көбінесе атмосферадағы ластаушы заттарды бағалау үшін қолданады.

Фотоколориметриялық талдау әдісі – оптикалық-абсорбциондық анализдің бір түрі. Фотоколориметриялық газоанализатордың жұмыс істеу принципі өлшенетін компоненттің көмектесуші реагентпен әсерлесуі нәтижесі пайда болатын түсті қосылыстың түсінің интенсивтілігін өлшеуге негізделген. Бұл реакция жүріп жатқан ортасына байланысты фотоколориметрлер ерітінділі және ленталық болып бөлінеді.

Эмиссионды талдау әдістері талданатын газ қоспасының сәулелену интенсивтілігін өлшеуге негізделген. Талдауда жылу және молекулярлық люменесценциялық сәулеленудің спектрлерін қолданады. Әдіс негізі зерттелетін молекулалар әр түрлі әдістермен люменесценцияны және флуоресценцияны оптикалық қызу жағдайына апарып, олардың тепе-тең жағдайға келу нәтижесінде, интенсивтілігін бақылайды.

Химлюменесценттік әдіс қазіргі уақытта эмиссиондық өлшеу әдістерінің бастысы б. т., олар N оксилдерді бақылау кезінде қолданылады.

Жалынды-ионизациондық әдіс УВ бақылауы кезінде қолданылады. Ол жалынға органикалық заттардың сутектерін енгізу кезінде пайда болады, ионизация тоғының өзгеруін өлшеуге негізделген.

Концентрацияның инструментальды-лабораториялық бақылауы

Инструментальды-лабораториялық талдау үшін жұмыс зонасының ауасының ластануын бақылау үшін арналған электроаспираторлар қолданылады. ЭА-1-М-822 және ЭА-1А аспираторлары кең қолданылады.

Таңдап алған ластаушы заттардың анализі кезінде, практикада қолданылатын универсалды құрылғылар пайдаланылады, фотоэлектроколориметрлер, спектрофотометрлер, ионометрлер, полярографтар, хроматографтар және т. б. қолданады.

Сіңіруші ортада И-11 универсалды иономерлер қолданылады, И-120, И-130, рН-метрлер. Ионометрлер рН-метрлерге қарағанда ыңғайлырақ, өйткені олар көрсеткішті потенциал бірлікте емес, рХ бірліктерде көрсетеді, мұндағы Х- анықталатын ионның концентрациясы. Елеулі қателіктерді алып тастауды қайталауға болатын, сандық (И-120, И-160) құрылғыларды қалаған жөн.

Хроматография физико-химиялық әдіс, заттардың қоспаларын бөлудің физико-химиялық әдісі, 2 фазаның арасында компоненттердің таралуына негізделген, бір фаза стационар, екіншісі қозғалмалы.

Бақылау сұрақтары:

1. Ауадағы қоспаларды анықтау формаларықандай?
2. Әр түрлі қоспалар үшін үлгіні таңдап алу әдістерін таңдау қалай жүргізіледі?
3. Қалдықтардың жабдықтық талдауының физико-химиялық әдістерін сипаттаңыз.
4. Концентрацияның инструментальды-лабораториялық бақылауы қалай жүргізіледі?

Сабақ №18

Тақырып 2.2: Ауадағы газтәрізді және аэрозольді қоспалардың болуын өлшемдік нәтижелерін өңдеу

Жоспар:

1. Ауаның анықтау әдістері
2. |C|CO анықтау әдістері
3. NO₂, SO₂-ні сорбцияланған трубкалар арқылы анықтау әдістері
4. Индикаторлық трубкалар арқылы зиянды заттардың концентрациясын өлшеу

1. Ауаның шаң мөлшерін анықтау әдістері

Қазіргі уақытта ауаның шаңдануын сипаттауда салмақтықәдіс қолданылады (гравиметрия). Сонымен қатар реттік әдіс бар. Салмақтық көрсеткіштер ауадағы шаңның массасын анықтайды. Бұл шаңдануды анықтаудың тура әдістері. Қосалқы әдістерге ауадан шаңның бөліну және бөлінбеу жолымен өлшеулерді түсінеді.

Шаңның массалық концентрациясын анықтаудың кеңінен тараған әдісі – гравиметриялық әдіс. Аналитикалық фильтрлер арқылы шаңданған ауаның көлемін сорып алады. Ауалда ұшып жүрген шаңның мөлшерін фракцияларға бөлінбеуінсіз фильтрдің массасының үлкені арқылы анықтайды. Қоныстанған пункттерде және санитарлы қорғалған диапазоны 0,04-10мг/м³ зоналарда бұл әдіс орташа тәуліктік шаңның концентрациясын анықтауға қолданылады.

Нәтижелерді өңдеу

мг/м³ шаңның концентрациясын мына формула арқылы өлшейді:

$$C = \frac{M}{V_0}$$

M – фильтрдегі шаң m , таза және шаңданған фильтрдің айырымына тең;

V_0 – аспирирленген ауа көлемі, нольдік деңгейге келтірілген.

(Нольдік деңгейінде $t^\circ C$, ауа қысымы 1013гПа/760мм рт. ст.)

$$V_0 = \frac{V_t \cdot p \cdot 273}{(273 + t) \cdot 1013}$$

V_t – температурадағы және атмосфералық қысымдағы аспираторлық ауаның көлемі;

273 – газдардың ұлғаю коэффициенті;
1013 – нормалды қысым гПа.

2. СО-ны анықтау әдістері

Атмосфералық ауадағы СО концентрациясын инструментальды бақылауда оптико-акустикалық газоанализаторлар және электрохимиялық газоанализаторлар қолданылады (Паладий-2м, Паладий-3).

6. Сорбциялық түтікшелер арқылы NO₂, SO₂-ні анықтау әдістері. Үлгілерді сұйық ортаға алу

Бугазды заттарды сұйық ортаға алу – көп тараған әдіс. Аналитикалық заттар сіңіріп алушы ортамен химиялық байланысқа түседі немесе ериді.

Үлгілерді ерітінділерге таңдап алу еріткіші бар құты арқылы талданатын ауаның аспирациясы арқылы жүзеге асады.

Физикалық абсорбция үшін, фазалардың әсерлесуінің қайталануы жоғары болуы маңызды. Зерттелетін заттың сіңіруші сұйықтықпен химиялық реакциясына негізделген, сіңіріп алу нақтырақ болып табылады.

$$[NO_2] = \frac{D \cdot K}{V_H \cdot g \cdot 1,2}$$

$$[SO_2] = \frac{D \cdot K}{V_H \cdot g \cdot 1,2}$$

4. Индикаторлық түтікшелермен зиянды заттардың концентрациясын өлшеу

Өндірістік орындарда зиянды заттардың ауадағы мөлшерін экспрессті әдіспен индикаторлық түтікшелер ауаны өлшеуге болады. Осы әдістің жақсы жақтары:

- Талдаудың жылдамдығы
- Талдау жасалатын жерде нәтижелерді алу
- Құрылғылардың және әдістің қарапайымдылығы
- Талдаудың қажетті сезімталдылығы және нақтылығы
- Жылулық және электр энергиясының көздері қажет емес.

Индикаторлық түтік – геометриялық шыны түтік, активті реагентпен әрекеттескен қатты тасушымен толтырылған. Al₂, O₅, фосфор, шыны хроматографиялық тасушылар. Тасушының табиғаты, құрамы индикаторлық порошоктың қасиеттеріне әсер етеді.

Индикаторлық түтіктің ішіндегі зат тұрысы ауа өткізетін гигроскопиялық мақтадан немесе стекловолокнадан жасалған прикладкамен сипатталады.

Индикаторлық түтік ені ұшынан шынымен дәнекерленеді. Оларды қолданар алдында екі ұшын сындырып, ауа сынамасын өткізеді. Зиянды заттардың концентрациясын индикаторлық порошоктың түсінің өзгеруімен немесе боялған индикаторлық порошоктың ұзындығымен анықтайды. Зиянды заттарды градуирленген шкала бойынша есептейді.

Кейбір индикаторлық түтіктер қосымша түтіктермен беріледі: қышқылдатқыш, кептіргіш және фильтрлеуші.

Кейбір индикаторлық түтіктерде бірнеше компоненттерден тұратын және ұзақ сақтау кезінде бұзылатын реагенттер қолданылады. Барлық компоненттер бөлінген және түтікті қолдану кезінде араласып кетеді. Компоненттердің біреуі ерітінді түрінде ампулада орналасады, ампула индикаторлық түтікшеде таралған және оны ауа өткізбес бұрын арнайы құрылғымен сындырады.

Нәтиженің дәлдігін жоғарлату үшін температуралық түзетулердің және түзетуші коэффициенттер қолданылады.

Индикаторлық түтіктермен өлшеулер жүргізулер ауа тәрізді құрылғыға қосылады. Өлшеулерді түтікшені разирметизациялаудан кейін бір минуттан кеш емес бастау керек, ол зиянды заттардың қоршаған ортадан түтікшеге диффузиялануын болдырмау үшін керекі. Индикаторлық түтікшелерден өткен ауа мөлшері, түтікшелерді эксплуатациялау кезіндегі инструкциядағы мәліметтерге сай болуы тиіс. Бұнда осы түтіктің түріне арналған ауа тәрізді құрылғыны қолдану қажет. Бастапқы және соңғы белгідегі индикаторлық түтіктегі шекараның дұрыс көрінбеуі кезінде, зиянды заттың концентрациясы шкаладағы жоғарғы және төмен бөліктегі шекарасы алынады. Өлшеудің нәтижесіне орташа көрсеткіш алынады.

Өлшеу нәтижесі [C] зиянды затты нөлдік деңгейге әкелінеді.

$t = 293\text{K}$

$P_{\text{атм}} = 101,3\text{кПа}$ (760мм сынап бағаны)

C_n концентрациясын нольдік деңгейде (млп/м^3) формула бойынша есептейді:

$$C_n = C_t(273+t)101.3\text{K}(293\text{P})$$

C_t – өлшем нәтижесі [C] зиянды заттың t температурада және атмосфералық қысымда:

K = коэффициент, t және ауаның ылғалдылығының KT көрсеткішіне әсері.

KT арқылы анализденген ауаны өткізу үшін әр түрлі құрылғылар қолданылады. Олар ауа сынамасын алуда кішкентай қателіктерді болдыруға негізделген. Зиянды заттардың мөлшерін KT арқылы ауаны сиффонды және поршеньды насостарға жинайды.

Бақылау сұрақтары:

1. Ауаның шаң мөлшерін қандай әдістермен анықтайды?
2. Индикаторлық түтікшелермен зиянды заттардың концентрациясын өлшеу қалай жүргізіледі?
3. CO -ны анықтаудың аспаптарына сипаттама беріңіз.
4. Атмосферадағы зиянды қоспаларды қандай әдістермен анықтайды?
5. Посттарда қандай бақылаулар жүргізіледі?

Сабақ №19

Зертханалық жұмыс 2.2.

Тақырыбы: Сүзгілерді дайындау және орнату. Шаң-тозаңның болуына ауа сынамасын іріктеу. Ауадағы шаңның концентрациясын анықтау

Мақсаты: Студенттерге атмосфералық ауа талдауын сіңіру аспаптары, сорбциялық түтіктер, сүзгіштер көмегімен жүргізуді үйрету.

Жоспар:

1. Сынама алу режимі
2. Ауа-райының сипаттамасы
3. Электроаспиратордың сипаттамасы
4. Ауадағы шаңды анықтауға ауа сынамасын алу
 - а) Өлшеулерді жүргізуге дайындық
 - б) Өлшеулерді орындау
 - в) Талдау нәтижелерін есептеу
5. Сорбциялық түтіктерді талдауға дайындау
6. NO_2 ні анықтауға ауа сынамасын алу
 1. Атмосферадағы зиянды қоспалардың концентрациясын анықтау зертханалық әдіспен жүргізіледі. Сынамаларды алу сұйық немесе қатты сорбентпен толтырылған немесе ауа бөлшектерін ұстап қалатын аэрозольді фильтрі бар сіңіру аспаптарымен белгіленген аспирациялау жолымен алынады. Анықталатын қоспа ауаның үлкен көлемінен сорбент немесе сүзгіштің кішкене көлемінде жинақталады немесе концентренеді.

Бақылауларда келесі сынама алу режимдері қолданылады: бірреттік 20-30мин созылады; дискреттік-бұл кезде сіңіру аспабы немесе бір сүзгішке тең уақыт аралығында тәулік бойы бірнеше рет бірреттік сынама алады (3-8рет); тәуліктік- бір сіңіру аспабы немесе сүзгіш үздіксіз, тәулік бойы сынама алады.

Сынама алу мен қатар желдің бағыты, ауа температурасы, атмосфералық қысым өлшенеді, ауа-райы жағдайы және топырақ бетінің жағдайы белгіленеді.

Сынама алу кезінде бақылау постында метеорологиялық параметрлерді ауа температурасын, ауа қысымын және, ауа-райының сипаттамасын кесте бойынша анықтайды.

Шифр	Ауа-райы жағдайы. Атмосфералық құбылыстар	Белгілері
0		Атмосфералық қысым, шифр 2 - 9 жоқ
1	ашық	Аспанда бұлт жоқ.
2	қараңғы (күнгірт)	Ауаның шаң, түтін, күйік әсерінен майлануы, ауа көк түсті бояуға ие.
3	бұлыңғыр	Ауаның ылғалдылығының жоғарылығынан атмосфераның әлсіз лайлануы. Ауа сұр түсті, 1 км қашықтықта көрінеді.
4	жаңбыр	Ұсақ тамшы түріндегі жауын-шашын.
5	жаңбыр ұшқыны (морось) сіргек	Ұсақ тамшы түріндегі атмосфералық жауын-шашын, олардың түсуі көзге көрінбейді.
6	шаңды дауыл	Қатты желдің әсерінен шаң көтеріліп, үлкен территорияда көрудің шаңнан нашарлауы.
7	қар	Мұзды кристаллдар түріндегі жауын-шашын
8	тұман	1 км-ден аз көлденең көрінудің атмосфералық лайлануы.
9	тұман (немесе бұлыңғыр) жауын-шашынмен	Жауын-шашын барысында (немесе бұлыңғыр) әсерінен атмосфераның лайлануы

3. ЭА-1 модельді электроаспиратор сіңіргіш аспаптарға ауа сынамасын 1 реттік сынама (20-30 мин) алуға арналған. Алынған сынамаларды ары қарай газ тәрізді қоспалар мен күйелердің концентрациясын анықтауға алады. ЭА-1 электроаспираторымен бірреттік сынамаларды алуға болады. Автономды қоректену көзі бар. Автоматты түрде 32 сынама алады, 4 каналға бөлінеді.

Электроаспиратор ЭА-1 (суретте) құрылысы:

4 ротометрден, ротационды сораптан, реттегіш вентильдерден, уақыт релесінен α коллектор бекітілген штативтен, сіңіргіш аспаптары және патрондар-ауыстырғыштардан тұрады. Ауыстырғыштар сіңіргіш ерітінділерді ротометрге түсірмейді.

ЭА-1 электроаспираторы: шығым қоздырғышы (ротационды сорап), 4 ротаметрден, аккумулятор батареяларынан, штативтен тұрады.

а) Сіңіргіш аспап арқылы өткен көлемнің анықтау дәлдігіне ауа түтігінің герметикасының бұзылуы әсер етеді.

Ауа коммуникациясын айына 1 рет шаңнан тазалап, жылы сумен жуады, соңынан спиртпен шайқайды. Ауа түтігін кепкен соң орнатады. Жуылған жүйе сынама алардан бұрын 20 мин ауамен үрленген болуы керек.

Сіңіргіштерді ажыратқаннан кейін, штуцердің гребенкасын тығындармен тығыздап жабылуы қажет. Ашық штуцерлер болмауы керек. Сіңіргіш аспаптар таратқышгребенкаға қысқа резина түтіктердің көмегімен бекітіледі. Ауа түтіктері және гребенка тек фторопласт немесе шыныдан жасалуы керек.

Сорбциялық түтікке ауа сынамасын алуда сіңіргіш ерітіндімен ластанбауын қадағалау керек. Оларды жуу апта сайын химиялық зертханада жүргізіледі. Сынама алуда сорбциялық түтіктер қатаң сорбент қабатымен тігінен орнатылады, ауа сорбент қабатының үстінен астына қарай өтеді. Сорбциялық түтікті электроаспираторға жалғамас бұрын сорбент қабаты түтіктің төменгі ұшын таза сүзгіш қағазына жеңіл соғумен тығыздалады. SO_2 ні анықтауға сынама алуда сорбциялық түтіктерге жарық көп түспеуі керек.

б) Сынама алғаннан кейін сорбциялық түтіктерді тығындармен жабады. SO_2 ге алынғансынамалар жарық түсуден сынама алуда және оны сақтауда қорғалады. Егер ауа температурасы 25^0C жоғары болса, SO_2 сынамасын бірден тоңазытқышқа қою керек.

в) Сынама алу. Ауа сынамасын алу электроаспиратордың және көрікті аспиратордың көмегімен жүргізіледі. Электроаспиратордың көмегімен сынама алғанда щупты алып, посттың арнайы терезесіне орнатады. Содан кейін штуцерді сорбциялық түтіктерге қосады. Электроаспираторды қосып, 20 мин аралығында сынама алуды бақылайды. Уақыт өткеннен кейін құрығыны өшіреді.

CO -ні анықтауға сынама алуда шар мен сорапты пайдаланады. Таза шарды алып, сынама алынатын көшеге шығады, шарикті сорапқа қосады. Шарикті тез қимылмен үрлейді. Шарик үрленгеннен кейін ауа шықпас үшін оны жабады. Шарикте сынаманы алудың уақытын және датасын көрсетеді, жуады.

Сорбциялық түтік ұзындығы – 17 см, диаметрі 10 мм болатын 3,5 см бөлігін шыны гранулалары толтырылған; 5 мм түтіктің бөлігіне ерітіндіге құйылған шыны түтік.

Сорбциялық түтіктерді дайындау

Сорбциялық түтіктерді биік шыны стаканға салып, үстіне тазартылған су құяды. Дистельденген суды 2-3 рет ауыстырып $100^0\text{-}200^0\text{C}$ температурада қайнатады. Әрбір талдаудан кейін түтікті ыстық дистельді сумен жуады. Аптасына 1 рет оларды 5 % кальцийлі сода ерітіндісінде қайнатып және таза дистельденген сумен шайқайды.

Сынама олардан бұрын шыны гранулалар қабатын зертханада абсорбциялық ерітіндімен өңдейді. Ерітіндіні құрғақ таза сынауыққа немесе кішкентай стаканға сорбциялық түтікті өңдеуге қажетті мөлшерде құяды. Ерітіндімен өңделген түтікті тығынмен жабады.

Түтіктерді өңдеу

1. Реактивтің абсорбциялағыш ерітіндісіне аз тереңдікте (3-5 мм) шыны гранулалары бар түтіктің ұшын салады және абайлап резина сорғыштың көмегімен гранулалар қабаты және жоғарғы қабат суланғанға дейін сорады. Содан кейін түтікті ерітіндіден алады, ерітіндінің артық мөлшерін сорғыш көмегімен бірнеше рет қысып шығарып тастайды.

2. Түтікке сорбент жағына қажетті ерітінді мөлшерін (0,2-0,3 мл) құяды. Түтіктің бос ұшына бекітілген резина сорғыштың көмегімен ерітіндіні абайлап гранула қабатына біркелкі суланатындай ауыстырады. Артық ерітіндіні сорғыш арқылы шығарып тастайды. Сорбциялық түтіктерді өңдеуді көздерге түспейтіндей, сорғыш шкафта, резина қолғаппен жүргізеді.

Сіңіргіш аспаптар

Сіңіргіш аспап – воронка тәрізді, төменгі жағында кеуекті пластинкасы бар. Сынама алғанда ерітінді кеуекті пластинка арқылы көтеріледі. Сіңіргішке воронкамен бітетін ішкі түтік арқылы түседі. Сіңіргіш түтікке ерітінді 2-6 мл көлемде құйылады.

Сынама алу

NO_2 нің бірреттік клнцентрациясын анықтау үшін ауаны $0,25\text{ дм}^3/\text{мин}$ шығынмен 20 мин бойы сорбциялық түтік арқылы аспирациялайды. Сорбциялық сорбент қабатымен төмен вертикальді бекітіледі. Ауа үстінен астына қарай жүруі керек. Ауа сынамасын уау температурасы -30 дан 40^0 дейін алуға болады.

Өлшеулерді орындау

Сорбциялық түтікті сынауыққа орналастырып, 6 мл су құяды. Сорбент арқылы суды бірнеше рет сорғаннан кейін (резина сорғыш көмегімен) сынаманы ерітіндіге ауыстырады, ерітіндінің қалдығын үрлеп, түтікті сынауықтан алады. Талдау үшін ерітіндінің 5 мл-ін басқа сынауыққа ауыстырады. Бұл ерітіндіге 0,5 мл құрамдас реактив қосып шайқайды.

(Құрамдас реактив – сульфанил қышқылының және α -нафтиламиннің 1:1 қатынастағы ерітіндісі) 20 минуттан кейін ерітіндінің су бойынша оптикалық тығыздығын анықтайды. Өлшеулерді 10 мм кюветаларда 520 нм толқын ұзындығында жүргізеді. Нольдік сынаманы да бір уақытта өлшейді. Сынамадағы NO_2 массасын оптикалық тығыздықтар айырмасы арқылы градуирлеу графигі әдісімен табады.

Электроаспиратордың қолданылуы

Электроаспиратор ауа сынамаларын алуға және талдауға арналған аспап. Ол санитарлы-эпидемиологиялық станцияларда, зертханаларда, ғылыми – зерттеу институттарда, өндірістердің экологиялық зертханаларында, өнеркәсіп орындарында еңбек гигиенасы кәсібижәне ауруларды анықтауда және т.б. қолданылады.

Әрекет ету принципі

Ауа сынамаларын алу ауа ағанын арнайы фильтрлер екі сіңіргіш аспаптар арқылы белгілі бір жылдамдықпен өткізу арқылы жүргізіледі.

Ауа фильтр және сіңіргіш аспаптар арқылы өтіп, құрамындағы қоспалар қалып қояды.

Өткен ауа жылдамдығын және уақытын біле отырып, фильтр арқылы өткен ауа көлемін табады. Сүзгіштердегі қоспа көлемін анықтап, ауа көлемінің бірлігіндегі қоспа мөлшерін анықтауға болады.

Жұмыс істеу тәртібі

Аспираторды жұмысқа қоспас бұрын оны майлау керек.

1. Аспираторды желіге қосындар.
2. Айырғыш клапанның жағдайын қараңдар. Егер клапан «1» санына қарсы жағдайда болса, онда ол ашық ауаны жібереді. Егер ауа үрлеу қуаты қажетті жылдамдығын қамтамасыз етпесе онда айырғыш клапанды «а» жағдайына қойындар.
3. Штуцерлерге фильтрлер мен сіңіргіштерді орнатындар. Штуцерлерді фильтрсіз және сіңіргіштерсіз ротаметрлердің вентильдерін ашуға болмайды.
4. Тумблердің қозғалғышын ығыстырып, аспираторды қосындар. Электрқозғалтқышты қосқанда реттегіш ауа өтуінің жылдамдығы вентильдерін толық ашу ұсынылады. Ашық вентильдерде қозғалтқыш тез қосылады.
5. Вентильдер тұтқасын бұрап қажетті ауа өтуінің жылдамдығын қойындар. Егер ауа үрлегіштен қтетін ауа жылдамдығы 20л/мин кем болса, онда жабық клапанды үздіксіз жұмыс істеу 1 сағаттан аспауы керек. Ең ұзақ жұмыс істеу уақыты 3 сағ.
6. Ауа сынамасын алудың қажетті жылдамдығын қойып, уақытты белгілеңдер және сынама алындар. Ауаның өту жылдамдығының есебін қалытқының жоғарғы шетімен жүргізіндер.

Жұмысты орындауға дайындық

Шаң сынамасыфн алуға арналған сүзгіштер нөмірленген болуы керек. Матадан жасалған ФПП немесе АФ-А фильтрінің қағаз сақиналарына қарындашпен реттік номерін жазады.

Сынама алмас бұрын сүзгіш аналитикалық таразыда өлшенеді. Өлшеу жүргізетін бөлмеде өлшеуден 1 сағ бұрын сүзгішті ұстайды. Сүзгіштің жұмыстық бетін бүлдірмес үшін барлық операцияларды оны шетінен пинцет арқылы ұстайды.

Өлшенген таза сүзгіштерді калькадан жасалған қалташаларға салады. Бұл қалталарда подлителен қапшықтарға салып, сыртына сүзгіштің реттік номерін және оның бастапқы массасын жазады.

Дайындалған сүзгіштерді ауа сынамасын алатын сәйкес посттардағы бақылаушыға береді.

Өлшеуді жүргізу

1. Электроаспиратордың міндеті. Аспиратор қоспалардың мөлшерін талдау мақсатында ауа сынамаларын іріктеуге арналады. Электроаспиратормен ауадағы шаңды: SO_2 , CO , CO_2 , NO және NO_2 , H_2S анықтау мақсатында іріктейді.

2. Электроаспираторда жұмыс жасау тәртібі:

- а) 220 V желіге қосу.
- б) Босату клапанын тексеріңіз, ол ашық болу керек.
- в) Штуцерлерге сүзгішті жалғаңыз.
- г) Ротаметрдің вентильдерін шегіне жеткенше ашыңыз.

- д) Тумблердің орнын ауыстырып, аспираторды қосыңыз.
е) Ротаметрлердің саптарымен ауа қозғалысының қажетті жылдамдығын орнатыңыз және уақытты белгілеңіз.

3. Ауадағы шаңның концентрациясын анықтау тәртібі.

- а) Сүзгішті аналитикалық таразыда өлшеңіз және оның бастапқы салмағын мг жазып алыңыз.
б) Өлшенген сүзгішті сүзгіұстағышқа орналастырыңыз, оны штуцерлерге жалғаңыз.
в) 10-20л/мин шығынмен ауаны сорыңыз, сонымен бірге секундомерді қосыңыз. Ауаны сүзгіш арқылы 20-30 мин сорыңыз.
г) Сүзгішті сүзгіұстағыштан ажыратыңыз және оны қайта өлшеңіз, соңғы салмағын мг жазып алыңыз.

д) $C = \frac{(q_2 - q_1) * 1000}{Q * t}$ формуласы бойынша мг/м³ шаңның (C) массалық концентрациясын

есептеңіз.

Q – ауа шығынының орташа мәні, л/мин.

t – сорылатын ауаның ұзақтығы, мин.

q₂, q₁ - сүзгіштің соңғы және бастапқы салмағы, мг.

1000 – метрлерден куб метрлерге ауа көлемін қайта есептеу коэффициенті.

Тапсырма

1. Электроаспиратордың құрылысын оқу
2. Ауадағы шаңның мөлшерін анықтау.
3. Сорбциялық түтіктерді талдауға дайындауды оқу.

Бақылау сұрақтары

1. Электроаспиратордың қолданылуы, әрекет ету принципі?
2. Электроаспиратордың жұмыс істеу тәртібі қандай?
3. Электроаспиратормен ауадағы шаң сынамасын қалай алады?
4. Атмосферадағы зиянды қоспаларды қандай әдістермен анықтайды?
5. Посттарда қандай бақылаулар жүргізіледі?
6. Сүзгіштерді жұмысқа қалай дайындайды?
7. Сорбциялық түтіктерді жұмысқа қалай дайындайды?

Сабақ №20-21

III бөлім. Табиғи және пайдаланылған суларды талдау.

Тақырып 3.1: Су сынамасының физикалық көрсеткіштерін анықтау. Су сынамаларын талдаудың физико-химиялық әдістері.

Жоспар:

1. Су объектілерін ластаушы көздер және ластаушы заттар
2. Табиғи және ағын сулардың құрамы. Ағын сулардың құрамын қалыптастыру.

1. Су объектілерін ластаушы көздері.

Жер бетінің суларын ластаушы көздері.

1. Өнеркәсіп орындары (химиялық, мұнайхимиялық, металлургиялық, энергетикалық өнеркәсіптер көп суды қажет етеді).
2. Ауыл шаруашылық ағындары.
3. Тұрмыстық-коммуналды қызмет көрсету.
4. Су қоймаларының жылулық ластануы.
5. Су қоймаларының радиоактивті ластануы (ядролық жарылыс, апаттар, ғылыми зерттеулер, радиоактивті қалдықтарды көму және т.б.).
6. Су көліктері.
7. Атмосфералық жауын-шашынмен ластану.

Жер асты суларын ластау көздері:

1. Өнеркәсіп өнімдерін және өнеркәсіп қалдықтарын тасымалдау және сақтау орындары.
2. Тұрмыстық және коммуналдық қалдықтардың жинақталған жерлері.
3. Минералды тыңайтқыштар, пестицидтер және басқа химиялық заттар қолданылатын ауыл шаруашылық және т.б. шаруашылық салалары.
4. Жер бетінің ластанған учаскесі.
5. Су тасушы горизонттың ластанған учаскесі.
6. Атмосфералық жауын-шашынның ластанған инфильтрация учаскелері.
7. Өнеркәсіптердің өндірістік алаңдары, фильтрация алаңдары, бұрғылау ұңғымалары және басқа тау-кен жұмыстары.

Су объектілерін ластаушы заттар тізімі.

1. Түскен жапырақтар, өлген өсімдіктер, жануарлар өліктерінің қалдықтары, олар органикалық ластаушылар.
2. Тұрмыстық және коммуналдық қалдықтардың жинақталған әсерлері
3. Минералды тыңайтқыштар, пестициттер немесе басқа химиялық заттар қолданылатын ауыл шаруашылық және тағы басқа шаруашылық салалары жер асты суларымен байланысқан.
4. Жер бетінің ластанған учаскесі.
5. Су тасушы горсуоттың ластанған учаскесі.
6. Атмосфералық жауын – шашынның ластанған инфильтрация учаскесі.
7. Өнеркәсіптердің өндірістік алаңдары, фильтрация алаңдары, бұрғылау ұңғымалары және басқа тау кен жұмыстары.

Су объектілерін ластаушы заттар тізімі

1. Түскен жапырақтар, өлген өсімдіктер, жануарлар жануарлар өліктерінің қалдықтары, олар органикалық ластаушылар.
2. Бейорганикалық қоспалар: күкірт қышқылын, азот қышқылы сода өндірісінің, байыту фаврикасының, металлургиялық және химиялық зауыттардың, рудниктердің, шахталардың қалдықтары. Әртүрлі металдардың қалдықтары.
3. Ағын сулардағы органикалық қоспалар: мұнай өндеуші, жеңіл тамақ өнеркәсіптерінің қалдықтары.
4. Қалалық жауын-шашын ағындылары, олардың құрамында автокөліктің шоғырында газдардың құрамында болатын тэтраэтил қорғасын, күкіртті қоспалар, мұнай өнімдері ауру тудыратын бактериялар болады.
5. Ауыл шаруашылығының ағын суларының құрамында болатын минералды тыңайтқыштар, пестициттер (сынап органикалық, мышьяк препараттар, алдерин, диоксин, ДДТ, хлоридан).
6. Пайдаланылған қалдық жылы сулар.
7. Радиоктивті изотоптар.

2. Табиғи және ағын сулардың құрамы. Ағын сулардың құрамын қалыптастыру

ҚО объектілерінің ішінде сулардың ерекшелігі – олар көп компонентті. Табиғи және ағын суларда әртүрлі органикалық және бейорганикалық, оргономинералдық заттар көп болады. Қазақстанның табиғи суларында мындаған компоненттер бар, оның көбі органикалық компоненттер. Су құрамында бұл заттар шынайы еріген күйде, суспенция, эмульсия түріндегі каллоитты ерітінділері түрінде болады. Қоспалардың және элементтердің улығына, зиянды әсеріне байланысты элементтердің қоспадағы жалпы мөлшерің ғана емес, кейде заттық талдаулар жүргізіледі. Табиғи сулардағы ауыр металдардың мөлшері, олардың қозғалғыштығын анықтау ерекше қаралуда. Су қоймалары үшін ең қауіпті мұнай өнімдері, топырақ десорбциясы нәтижесінде егіс алқабы нан келетін пестициттер, тұрмытық және өнеркәсіптік сулар құрамындағы фенолдар.

Су сынамасын алу тәсілдері жүргізілетін талдау мақсатына тәуелді болады. Суды сақтау үшін боросиликаттық ((шыныдан (пирекс)) немесе полиэтиленнен жасалған ыдыстар қолдану керек. Талдауға алынған суларды ұзақ сақтағанда құрамының өзгеруі мүмкін, сондықтан

талдауды бірден немесе сынама алғаннан кейін 12 сағатқа дейін жүргізуге болмайды. Оның химиялық құрамын тұрақтандыру үшін бұзылмайтындай етіп сақтау керек. Егер су құрамында суспензиялы заттар болса, оларды фильтірлеу арқылы бөледі, немесе еріген күйге ауыстырады.

Судың сапасын алдын-ала жалпы көрсеткіштері: түсі, иісі, мөлдірлігі, көбіктігі, қышқылдығы, сілтілігі, көміртегі, азот, күкірттің жалпы мөлшері, химиялық (ХПК) және биологиялық (БПК) оттекті тұтыну, ірі дисперсті фазаның көлемі бойынша бағалайды.

“Ағынды сулар ” түсінігіне табиғаты және құрамы, физикалық- химиялық қасиеттері әр түрлі адамның тұрмыстық және технологиялық қолданылуында болған сулар кіреді. Бұл кезде су ластанады және оның физика- химиялық қасиеттері өзгереді. Қалдық сулар құрамы мен қасиеттері бойынша әр түрлі.

Ластау табиғаты бойынша қалдық сулар минералдық, органикалық, биологиялық болып бөлінеді.

Органикалық ластану- бұл өсімдік және жануарларан пайда болған қоспалар. **Минералды ластану-** кварц құмы, сілтілер, минералды қышқылдар және олардың тұздарының әсері.

Биологиялық ластану және бактериялық – Бұл әр-түрлі ауру тудырғыш бактериялар- іш сүзегі, паратиф, дизентерия қоздырғыштары, ұсақ балдырлар, дрожжалы және көкті санырауқұлақтар тағы басқа.

Барлық қалдық суларды табиғатына байланысты емес, олардың құрамындағы қоспалардың бөлшектерінің өлшеміне сәйкес 4 топқа бөледі:

1.**Ірі дисперсті** қоспалар суда ерімейді. Ерімейтін қоспалар бейорганикалық немесе органикалық табиғатта болуы мүмкін. Бұл топқа микроорганизмдер (қарапайымдылар, балдырлар, санырауқұлақтар) бактериялар, гельмиттер жұмыртқалары жатады. Бұл қоспалар сумен тұрақсыз жүйелер құрайды. Белгілі жағдайларда олар тұнбаға түседі немесе су бетіне қалқып шығады. Бұл топтың біраз бөлігін гравитациялық тұндыру нәтижесінде судан шығарып тастайды.

2. Екінші топтың қоспаларын бөлшектерінің өлшемі 10^{-6} см кем емес коллоидты дисперсті дәрежедегі заттар құрайды.

Гидрофильді және гидрофобты коллоидты қоспалар сумен ерекше молекулярлы-кинетикалық қасиеттері бар жүйелер құрайды. Бұл топқа жоғары молекулалы қосылыстар кіреді. Топтың қоспаларын өзінің агрегаттық күйін өзгерту қасиетіне ие, агрегаттың тұрақтылығы бұзылғанда қоспалар тұнбаға түседі.

3. Топқа бөлшек өлшемі 10^{-7} кем емес қоспалар кіреді. Олар молекулярлы дисперстік дәрежесіне ие. Олар сумен әрекеттескенде ерітінділер түзеді. 3 топтың қоспаларынан суды тазарту үшін биологиялық және физико-химиялық әдістерді қолданады.

4. Топтың бөлшектерінің өлшемі 10^{-8} кем емес, иондық дисперстілік деңгейіне сәйкес. Бұл тұздар, қышқылдар және негіздер ерітінділері.

Түзілу табиғатына байланысты қалдық сулар 3 негізгі топқа бөлінеді:

- тұрмыстық-шаруашылық
- өнеркәсіптік
- атмосфералық.

Тұрмыстық-шаруашылық қалдық сулар су жүйесіне тұрғын үйлерден, тұрмыстық өнеркәсіп мекемелерінен, қоғамдық тамақтану комбинаттары, емдеу мекемелерінен түседі. Тұрмыстық –шаруашылық сулардың ерекшеліктері олардың құрамының салыстырмалы тұрақтылығы. Мұндай сулардың органикалық негізгі бөлігі ақуыздар, майлар, көмірсулар және олардың ыдырау өнімдерімен берілген. Бейорганикалық қоспаларды адам әрекеттері нәтижесінде түзілген тұздар, су, құм бөлшектерін құрайды.

Өнеркәсіптік қалдық сулар технологиялық процесстер нәтижесінде түзіледі. Қалдық сулардың сапасы және заттардың концентрациялары келесі факторлармен анықталады: өндірістік өнеркәсіптің түрімен, шикізатымен, технологиялық процесстердің режимімен.

Атмосфералық қалдық сулар түскен жауын-шашын нәтижесінде түзіледі. Қалдық сулар қатарына жиналған шалшық сулар, суғарудың қалдық сулары кіреді. Атмосфералық суларда кварц құмының, сазды бөлшектердің, қоқыстардың, мұнай өнімдерінің концентрациялары жоғары болады.

Бақылау сұрақтары:

1. Су объектілерін ластаушы көздер мен ластаушыларды атаңдар.
2. Түзілу табиғатына байланысты қалдық сулар қалай жіктеледі?
3. Қалдық суларды құрамындағы қоспалардың бөлшектерінің өлшеміне сәйкес қалай жіктеледі?
4. Табиғи және ағын сулардың құрамы қандай?

Сабақ №22.

Тақырып 3.2. Судың физикалық көрсеткіштерін анықтау тәсілдері. Сулардың химиялық құрамын зерттеудің әдістері..

Жоспар:

1. Ағын сулардың ластануының санитарлы-химиялық көрсеткіштері. Ағын сулардың талдауына тән ерекшеліктер.
2. Судың физико-химиялық талдауы.
3. Нәтижелерді талдау және өңдеу.

Ағын сулардың ластануының санитарлы- химиялық көрсеткіштері. Ағын сулардың талдануына тән ерекшеліктері

Табиғи және ағынды сулардың құрамын және қасиеттерін санитарлы – химиялық талдаулар нәтижесінде бағалайды. Санитарлы – химиялық талдаулар құрамына: стандартты химиялық тестер, физика-химиялық және санитарлы- бактериологиялық анықтаулар кіреді.

Толық санитарлы – химиялық талдау келесі көрсеткіштерді анықтауды көздейді: температура, түсі, иісі, мөлдірлігі құрғақ қалдық, тығыз қалдық, өлшенген заттар, массасы бойынша және көлемі бойынша, тұнба заттар, пермоганатты тотығу, химиялық оттегіні тұтыну (ХПК) биохимиялық оттекті тұтыну (БПК) азот (Жалын, аммонийлі, нитритті, нитратты) фосфаттар, хлоридтер, сульфаттар, ауыр металдар, ПАВ, мұнай өнімдері, еріген оттегі, микроб саны, ішек таяқшалары тобының бактериялары.

t-технологиялық көрсеткіштердің маңыздыларының бірі. Температураның функциясы болып сұйықтардың тұтқырлығы табылады, сондықтан тұнатын бөлшектерге кедергі күші болады. Сондықтан температура-седиментация процесін анықтайтын факторлардың бірі. Тазалаудың биологиялық әдістерінде температура маңызды роль атқарады, себебі биохимиялық реакциялардың жылдамдығы және оттегінің суда еруіне әсер етеді.

Түс – ағынды сулардың органолептикалық көрсеткіштерінің бірі. Әртүрлі түсті интенсивті болулардың болуы өнеркәсіптік қалдық сулардың бар екенін көрсетеді.

Иіс-судағы иісі бар ұшқыш заттардың барлығын көрсететін органолептикалық көрсеткіш. Иісті әдетте сапалық түрде 20 С температурада анықтайды және фекальді, шірікті, керосинді, фенолды т.б. деп сипаттайды. Егер иісі түсініксіз болса, онда анықтауды сынаманы 65 С дейін қыздырып жүргізеді.

Кей жағдайда бас санын білген жөн, себебі суды аз мөлшерде сұйылтудың өзінен, иісі жоғалады.

Сутек иондарының концентрациясы – **pH** шамасымен көрсетіледі. Биологиялық тазалау құрылғыларына берілген ағын сулардың рН шамасы 6,5-8,5 аралығында болуы керек. Өнеркәсіптік қалдық сулар су жүйелеріне құйылмас бұрын бейтараптандырылуы керек.

Қаладағы ағын сулардың **pH** ортасы әлсіз сілтілі (**pH**=7.2-7.8) болады.

Мөлдірлігі-қалдық сулардың ерімеген коллоидты қоспалармен ластануын жалпы көрсетеді. қалалық қалдық сулардың мөлдірлігі 1-3 см., ал тазалаудан кейін 15 см. құрайды.

Құрғақ қалдық-қалдық сулардың органикалық бейорганикалық қоспалармен әртүрлі агрегаттық күйде 105 С температурада сынаманы кептіру арқылы анықтайды. 600 С температурада күйдіргеннен кейін қалған құрғақ қалдық күлін анықтайды.

Тығыз қалдық –қалдық сулардың сүзілген сынамасындағы органикалық және минералдық заттардың жалпы мөлшері. Құрғақ қалдық сияқты анықталады. Тығыз қалдықты 600 С күйдіргеннен кейін органикалық және минералдық бөліктерін салыстыру арқылы сулардың ластануын бағалауға болады.

Өлшенген заттар-сынаманы қағаз фильтрде фильтрлегенде ұстап қалынатын қоспалардың мөлшерін сипаттайтын көрсеткіш. Бұл судың маңызды технологиялық көрсеткіштерінің бірі.

Тұнғыш заттар –тұндырғыш цилиндрдің түбіне 2 сағат тұндырғаннан кейін тұнған өлшенген заттар мөлшері. Бұл көрсеткіш өлшенген заттардың тұну қабілеттерін сипаттайды, тыныштық жағдайда тұндырудың максимальді эффектілігін және мүмкін максимальді тұнба көлемін бағалауға мүмкіндік береді.

Тотықтырғыштық деп судағы органикалық және бейорганикалық тотықаудандырғыштардың жалпы мөлшерін қарастырады. Қалалық қалдық сулардың құрамындағы тотықсыздандырғыштардың көбі органикалық заттар, сондықтан тотықтырғыштың шамасы органикалық қоспаларға жатады. Тотықтырғыштық-топтық көрсеткіш.Қолданылатын тотықтырғыштың табиғатына байланысты химиялық және биохимиялық тотықтырғыштар деп бөлінеді. Егер де анықтау барысында химиялық тотықтырғыш қолданылса химиялық тотығу, ал тотықтырғыш ретінде аэробты бактериялар қолданылса биохимиялық тотығу д.а.. **Биохимиялық тотығудағы көрсеткіш –БПК** (биологиялық оттегін тұтыну). Тотығуды анықтаудың нәтижелерін тотықтырғыштар түріне қарамастан 1 л ХМТ оттегін шағып қарастырады.

Перманганатты тотығу –тез тотығатын қоспалардың оттекті эквиваленті. Бұл көрсеткіштің негізгі жетістігі –анықтаудың жылдамдығы және қарапайымдылығы. Перманганатты тотығу салыстырмалы нәтижелерді алу үшін қолданылады.

БПК-қалдық сулардың биохимиялық тотыққан органикалық заттармен ластану дәрежесінің оттекті эквиваленті.БПК органикалық қоспаларды тотықтыруға қатысатын микроағзалардың өмір сүруіне қажетті оттегі мөлшерін анықтайды.

Азот қалдық сулар құрамында органикалық және бейорганикалық қосылыстар түрінде болады. Қалалық қалдық сулардың құрамындағы негізгі органикалық азотты қоспалар бөлігін ақуыз табиғатты заттар-фекалиялар, тағамдық қалдықтар құрайды. Азоттың бейорганикалық қосылыстары тотықсызданған –аммоний ионы және аммиак түрінде, тотыққан формада нитрат және нитрит түрінде болады.

Қалдық сулардағы фосфор қосылыстарының негізгі көздері болып адамдардың физиологиялық қалдықтары, адамдардың шаруашылық қызметінің қалдықтары және өнеркәсіптің қалдық суларының кейбір түрлері болып табылады.

Хлориттер және сульфаттар жалпы сулардың құрамындағы тұздардың концентрациясы, көрсеткіші.

Ауыр металдар және басқа улы элементтер тобына темір, мыс, қорғасын, кобальт, кадмий, хром, сынап жатады. Ауыр метал емес бірақ улы элементтер: As, Sb, B, Al және т.б.

Синтетикалық беттік белсенді заттар (СПАВ) гидрофобты және гидрофильді бөліктерден құралған органикалық қосылыстар .

Мұнай өнімдері- гексанмен экстракцияланған полярлы емес және аз полярлы қосылыстар.

Еріген оттегі қалдық суларды тазалау құрылғыларына келген суларда бойлайды. Аэробты процестерде оттегінің концентрациясы 2 мг-нан кем болмауы тиіс.

Қалдық суларды талдаудың ерекшеліктерінің сипаттамасы.

Әрбір стандартты анықтау әдісі анықталатын ионды н/е органикалық қоспаны қолданатын өнеркәсіптік қалдық суларында жүргізу қажет.

Аналитикалық әдістерде талап ететін негізгі 3 талаптардың –сезімталдық, дәлдік,талғамдылық-соның ішінде су талдауларында негізгісі-талғамдылық.

Сезімталдық: Талдаудың мақсатына жету үшін сезімталдық дәл болуы керек. Өте сезімталдық-талдау әдісін таңдаудағы жиі кездесетін қателіктердің бірі. Аса сезімталдық егер талданатын заттарды өте аз мөлшерде алған жағдайда қажет.

Бағалау кезінде анықтаудың дәлдігін есептегенде қалдық сулардың құрамының ауыспалы тұрақты емес екенін ескеру керек.

Аз талғамдылық әдістің систематикалық, үлкен қателіктерге әкелуі мүмкін. Нәтижелері дұрыс болмайды.

Өртүрлі заттарды анықтау тәсілдерінде “бөгет жасаушы” бөлімдері кездеседі.

Барлық бөгет жасаушы заттарды 3 типке бөледі:

1. Бөгет жасаушы заттар анықталатын компоненттер сияқты әрекеттеседі.
2. Бөгет жасаушы зат белгілі компоненттерімен реакцияға түсіп, оның ерітіндідегі концентрациясын азайтады.
3. Бөгет жасаушы зат қолданылатын реактивпен реакцияға түсіп, анықталатын затпен реакциясына кедергі келтіреді.

Бөгет жасаушы заттардың әсерін жою тәсілдері.

1. Анықталатын компонентпен, бөгет жасаушы затты физикалық бөлу.
2. Бөгет жасаушы әрекетті тотығу н/е тотықсыздану арқылы бөлусіз жою.
3. Бөгет жасаушы затты комплексті қосылысқа сәйкес реагент қосып айналдырып, маскирлеу, бөлусіз.
4. Ерітіндінің «рН» өзгерту.
5. Ерітінді арқылы өткен жарықтың толқын ұзындығын өзгерту. (фотометриялық талдауда)

Суды физико- химиялық талдау әдістері.

Судың бейорганикалық компоненттерін анықтаудың негізгі әдістері- фотометриялық, атомды-абсорбциялық спектрометрия, жалынды- эмиссиялық спектрофотометрия. Фотометриялық әдіспен анықтауда ФЭК, - КФК, СФ аспаптарын қолданады. Күнделікті қатарлы талдауларды жүргізуге визуальді колориметрия әдісі тиімді. Оның тиімділігі:

1. Далалық жағдайларда ж/е аз жабдықталған зертханаларда қолдану мүмкіндігі.
2. Несслер цилиндрінің биіктігі б/ша әлсіз боялған ер/ділердің түсінің қанықтылығын қарау.
3. Аспаптардың арзандығы мен қарапайымдылығы.
4. Кенет пайда болған әлсіз лайлануды, түсінің өзгеруін байқауға болады.

ААС ж/е АЭС АЭС ж/е ААС аспаптарында жүргізіледі. Аспаптардың сезімталдықты жоғары болады.

Компоненттердің концентрациясы жоғары сулардың талдауында титрлеудің аяқталуын белгілеу үшін түсті индикаторларды қолдана отырып **талдаудың титриметриялық әдісін** қолданады. Арнайы аспаптардың көмегімен электрохимиялық ж/е оптикалық титрлеу жүргізіледі. Титриметриялық әдістерді аниондарды анықтауда қолданады.

Гравиметриялық талдауды сирек қолданады, себебі олардың негізгі ерекшелігі калибрлік график тұрғызу керек емес. Гравиметриялық талдауды магнийді, натрийді, сульфаттарды, кремний қышқылдарын, мұнай өнімдерін, майларды анықтауда қолданады.

Тура потенциометрияны ерітіндінің «рН» мәнін анықтауда ж/е ион сұрыптаушы электрондарды қолданып көптеген иондарды (кадмий, мыс, қорғасын, күміс, иодидтер, сульфиттерді) анықтауда қолданады.

Полярографиялық талдау әдістерін түсті металлургиялық өнеркәсіптің химко-аналитикалық зертханаларында мыс, никель, кобальт, цинк, висмут, кадмий, қорғасын ж/е т.б. металдарды рудаларда ж/е өнеркәсіптік қалдықтарда анықтауда қолданылады.

Судағы **органикалық** заттарды анықтауда хроматографиялық талдау әдістерінің барлық түрлерін қолданады.

Нәтижелерді өңдеу және талдау.

Судың талдауын жүргізу үшін MEMCE, ТУ ж/е т.б. нормативтік құжаттарға сәйкес реактивтер қажет. Олардың сақтау мерзімімен сақталу жағдайларына ерекше көңіл бөлу керек. М/ы: құрамында 1млде. 1мг элемент ион н/е т.б. заттар бар ерітінділерді 1 жыл сақтайды. 1млде. 0,1мг болса- 3 ай (егерде лайлану, тұнба, қабыршақ ж/е т.б. жағдайлар болмаса). Құрамындағы элемент мөлшері аз болса, жаңа дайындалған ер-ділерді қолданады. Стандартты ерітінділерді сүзуге болмайды. Стандартты ерітінділер дайындау үшін реактивтерді $\pm 0,01g$ дәлдікпен алады.

Ерітінділер дайындау үшін “химиялық таза” (х.ч.), “талдау үшін таза” квалификация реактивтерді қолданады.

Калибрлік графиктерді өлшеулерді 5-10 концентрациялары б/ша 3-5 серияларының нәтижесі ю/ша тұрғызады. График 3-4 айда 1 рет 5 нүктеден кем емес тексеріледі.

Аналитикалық жұмыстың дәл нәтижесін алу үшін паралель түрде нәтижелердің ұқсастығын (Р, %) яғни өлшеу сапасын тексереді. Ол мына формуламен есептеледі.

Бақылау сұрақтары:

1. Ағын сулардың ластануының санитарлы-химиялық көрсеткіштерқандай?
2. Ағын сулардың талдауына тән ерекшеліктерді білесіңдер?
3. Судың физико-химиялық талдауы қалай жүргізіледі?
4. Нәтижелерді өңдеу қалай жүзеге асырылады?

Сабақ №23.

Зертханалық жұмыс 3.1.

Тақырып: Су сапасының физикалық қасиеттерін (температурасын, иісін, дәмін, мөлдірлігін, лайлылығын, түсін) анықтау.

Мақсаты: Су сапасының физикалық қасиеттерін (температурасын, иісін, дәмін, мөлдірлігін, лайлылығын, түсін) зертханалық әдістермен анықтау

Жабдықтар: Аспаптар, цилиндрлер, тамызғыштар және өзге химиялық ыдыс, реактивтер.

Жоспар:

1. Фотометриялық әдіспен лайлылықты анықтау
2. Иісті анықтаудың органолептикалық әдістері
3. Температура
4. Мөлдірлік
5. Түсті анықтаудың колориметриялық әдістері

Судың физикалық қасиеттерін анықтау.

1. Фотометриялық әдіспен лайлылықты анықтау.

Сіңіргіш жарығының қалыңдығы 3-5 мм кюветаға жақсылап араластырылған сынаманы құяды, $\lambda = 540$ нм кезінде оптикалық тығыздықты өлшейді. Сүзу арқылы уақытша заттар алынып тасталған, сыналатын су бақылай ерітіндісі болып табылады. Лайлылықтың құрамы градустық график бойынша мг/л анықталады.

2. Иісті анықтаудың органолептикалық әдістері.

60⁰С температура кезінде иіс анықталады. Шыны сауытқа 100мл зерттелетін суды өлшеп құяды, шыны сауыттың аузын сағаттық шынымен жабады және 60⁰С суда қыздырады. Шыны сауыттың құрамын бірнеше рет араластырады. Шыныны бір жаққа қарай ығыстырып, иістің сипаты мен қарқындылығын жылдам анықтайды. Иістің қарқындылығы t-20-60⁰С кезінде анықталады (2 кесте).

3. Температура

Оттегілік режим, сонымен қатар өздігінен тазару үрдістерінің қарқындылығы тәуелді болатын, суқоймада жүріп жататын үрдістерге ықпал етеді. Судың t^0 өлшеу үшін, сынамаларды іріктеу орындарында термометрді зерттелетін суға 5-10 минутқа салады.

4.Мөлдірлік

Өлшеу үшін диаметрі 2,5 см, биіктігі 50см шыны цилиндр, 3,5 мм әріптер қарпі қолданылады. Жаксылап араластырылған су сынамасын цилиндрге құяды және цилиндр түбінен 4 см биіктікте қаріптің үстінен орналастырады. Қаріптің оқылуы мүмкін болғанға дейін, цилиндрдегі суды төгеді. Сынаманың мөлдірлігі см беріледі.

Суқоймадағы судың температурасы бір мезетте өтіп жататын, күн радиациясы, булану, атмосферадағы жылу алмасу, ағыстармен жылудың тасымалдануы және басқа факторлар сияқты, бірнеше үрдіс болып табылады.

Температура – бұл оттегілік режим, өздігінен тазару үрдісінің қарқыны айтарлықтай деңгейде тәуелді болатын, суқоймада жүріп жататын физикалық, химиялық, биологиялық, биохимиялық үрдістерге ықпал ететін, маңызды фактор. Температураның мәні судың оттегімен қанығу дәрежесін, сілтіліктің түрлі формаларын, карбонатты-кальцийлі күйді анықтау үшін қолданылады.

Су ағзаларының тіршілік әрекеті үрдістерінің нәтижесінде, аэробты және анаэробты жағдайларда органикалық заттардың биохимиялық ыдырауы кезінде, суқойманың құрамындағы компоненттердің, сонымен қатар химия, металлургия, азық-түлік, мұнай өңдеу өнеркәсіптерінің пайдаланылған суларымен химиялық әрекеттесуі кезінде суға түсетін, иісті заттар судың иісін тудырады. Иістің түрі, қарқындылығы мен тұрақтылығы олардың құрамын негіздейтін құрам, гидрогеологиялық жағдайлар, температура, рН, биологиялық жағдай және т.б. сияқты бірқатар факторларға тәуелді.

Судың мөлдірлігі оның түсіне және лайлылығына, яғни ондағы түрлі боялған және өлшенген органикалық және минералды заттардың мөлшеріне негізделеді. Суқоймаға түсірілетін, белгілі бір мөлшердегі ақ пластина байқалатын немесе ақ қағазда белгілі типтегі және көлемдегі қаріп көрінетін бағанның биіктігі мөлдірлік өлшемі болып табылады. Судың мөлдірлігі объектідегі сүзілмеген сынамада анықталады. Өлшеу үшін түбі химиялық төзімді оптикалық шыныдан жасалған шыны цилиндр қолданылады. Цилиндрдің градуствелуі сантиметрмен беріледі. Цилиндрге миллиметрлік қағаздан жіңішке жолақ жапсырылады.

Жерүсті суларының түстілігі гумустық заттардың және Fe^{3+} болуына негізделген. Түсті анықтаудың 3 әдісі бар:

4. далалық жағдайларда бөтелкедегі су сынамасының түсін зерттеу, еріген және ерімеген өлшенген заттарға негізделген, көзге көрінетін түсті ғана анықтауға болады.
5. визуалды әдістермен су сыманысының түсін анықтау. Әдіс табиғи ауыз суына, сонымен қатар болмашы түсі бар өнеркәсіптік суларға қолданылады. Түсті визуалды анықтауды титрлеу әдісімен жүргізеді. Ол үшін К бихроматының жән Со сульфатының стандартты ерітіндісін пайдаланады.
6. КФК-2, КФК-3 оптикалық аспаптарының көмегімен түсті анықтау. Түстілік градуствармен анықталады.

2 кесте

Иістің қарқындылығы	Иістің пайда болу сипаты	Балл
Жоқ	Білінбейді	0
Өте әлсіз	Маман зертханалық зерттеу жүргізген кезде иіс анықталады	1
Әлсіз	Назар аударғанда ғана иісі білінеді	2
Білінеді (айқын)	Иісі білінеді және суды құйған кезде жағымсыз күй тудырады	3
Өте күшті	Суды пайдалануға жарамсыз ететіндей, иісі күшті	5
Айқын	Иісі су жайлы жағымсыз пікір тудырады	4

Тапсырма:

1. Зертхананың шүмегінен су сынамасын іріктеу.
2. ЭВ-74 иономерінде судың рН анықтау.
3. Осы судың физикалық қасиеттерін анықтау.

Бақылау сұрақтары:

1. ЭВ-74 құрылысы қандай?
2. Судың рН қалай анықтайды?
3. Лайлылықты, иісті, температураны, мөлдірлікті қалай анықтайды?
4. Судың физикалық қасиеттері қандай мақсатпен анықталады?

Сабақ №24.

IV бөлім. Топырақты талдау.

Тақырып 4.1. Топыраққа ластаушы заттар түсуінің табиғи және антропогендік көздері. Топырақтың негізгі ластаушы заттары

Жоспар:

1. Топырақты ластаушы табиғи және антропогенді көздер
2. Топырақтың негізгі ластаушылары және түсу жолдары
3. Топырақ жағдайын бақылауды ұйымдастыру
4. топырақтың құнарлылығының жоғалуы және төмендеу принциптері

I. Топырақты ластаушы табиғи және антропогенді көздер

Әрқашан топырақтың құрамында болатын заттарға, концентрациясы адам әрекетінің нәтижесінде артуы мүмкін, металдар мен пестицидтер жатады. Жоғары мөлшер қорда тыңайтқыштарын, пайдаланылған газдарды енгізу нәтижесінде атмосфералық эмиссиямен тудырылуы мүмкін. Топырақ өлі топыраққа айналады. Бұл қорғасын, сынап, мышьяк және мыс сияқты металдарға жатады. Мышьяк көптеген табиғи топырақтарда бар, алайда оның концентрациясы тұқымды дәрілеу үшін қорғасын арсенатын қолдану есебінен 50 есе артуы мүмкін. Дағдылы топырақтардағы сынап 90-250г\га мөлшерінде болады. Дәрілеу есебінен ол жыл сайын шамамен 5г\га мөлшерінде қосылуы мүмкін. Осындай мөлшері топыраққа жаңбырмен бірге түседі. Қалалар мен қара және түсті металлургия кәсіпорындарының, химиялық жән мұнайлы химиялық кәсіпорындардың, машина өндірісінің, ЖЭС маңындағы топырақта бірнеше ондаған км қашықтықта топырақ ауыр металдармен және мұнай өнімдерімен ластанған. Өндіру және өңдеу, тасымалдау және тарату орындарындағы топырақтың ластануы фондық мөлшерден 10 есе асады. Мысалы, Атыраудан 10 км қашықтықта батыс және шығыс бағыттардағы топырақтағы мұнайдың мөлшері фондық мәннен он есе артық. Осылайша, өнеркәсіптің қарқынды дамуы өнеркәсіптік қалдықтардың артуына әкеледі, ол тұрмыстық қалдықтармен бірлесіп, сапаның нашарлауын тудырып, топырақтың химиялық құрамына ықпал етеді. Ауыр металдармен ластану күкіртті ластану аймақтарын түзеді, олар көмір жанған кезде түзіледі және микроэлементтер құрамының өзгеруіне және техногенді шөлейттердің түзілуіне әкеледі. Микроэлементтер мөлшерінің өзгеруі жануарлар мен адамның денсаулығына ықпал етіп, зат алмасудың бұзылуына әкеледі. Мысалы, йодтың жетіспеуі қалқанша безінің ауруына әкеледі, кальцийдің жетіспеуі буындардың зақымдануына және олардың деформациясына әкеледі. Топырақтың ауыр металдармен ластануы а/ш дақылдарының ластануына алып келеді. Топырақта ісік ауруларын тудыратын канцерогенді заттар әркез кездеседі.

II. Ластаушы заттардың топыраққа түсу жолдары.

1. Атмосфералық жауын-шашындармен бірге көптеген химиялық қоспалар топыраққа түседі. Кәсіпорындар жұмысының нәтижесінде түзілетін шығарындылар атмосфераға түседі, содан соң атмосфералық ылғалдың тамшыларында ериді және жауын-шашын болып жауады. Бұл

негізінен газдар, күкірт пен азот оксидтері. Олардың көбі қышқылды сипатқа ие, сумен қоспалар түзеді.

2. Шаң және аэрозоль түрінде шөгетін, қатты және сұйық қоспалар. Құрғақ ауа-райы кезінде әдетте тікелей шаң мен аэрозоль шөгеді. Автокөліктер, әсіресе қалаларда, топырақтың ластануына маңызды үлесін қосады.
3. Газтәрізді қоспаларды топырақтың тікелей сіңіруі кезінде.
4. Өсімдікке түскенде түрлі қоспалар кез келген агрегаттың күйде саңылау арқылы жапырақтармен сіңіріледі немесе бетінде шөгеді. Содан соң, жапырақтар түскен кезде, осы қоспалардың барлығы топыраққа түседі. .

III. Топырақ жағдайын бақылауды ұйымдастыру

Бақылауға келесі сатылар кіреді:

- 1) Ағымдағы және өткен жылдардағы (соңғы 5 жылдағы) бақыланатын зонадағы пестицидтар мен тыңайтқыштардың орын ауыстыруы жайлы мәліметтерді сандық және сапалық талдау;
- 2) Алдағы зерттелетін объектілерді, сипаттамасын және масштабтарын анықтау;
- 3) Одан әрі пестицидтар және тыңайтқыштардың болуына (мөлшерін) талдау жасау үшін зерттелетін учасктордан топырақ сынамаларын сынамалау;

Бақылау үшін химикаттардың басым түрін таңдаудың негізгі критерийлері:

- Жылы қанды жануарларға қатысты токсикалылығының деңгейі және фитотоксикалылығы;
- Қоршаған орта объектілеріндегі (топырақ, өсімдіктер) персистенттілігі (тұрақтылығы);
- Алдыңғы жылдардағы және ағымдағы жылдағы қолданудың көлемдері мен масштабтары;

Бақылау түрлері ішінен ажыратады:

- 1) Біркелкі – топырақтарда химикаттар қалдықтарының жоғары мөлшері анықталған кезде ерекше жағдайларда, ластанудың масштабтарын және қауіптілік деңгейін анықтау үшін жүргізіледі;
- 2) Таңдамалы, 2-ге жіктеледі
 - А) ағымдағы – жаңа алқаптарда және учаскторда жыл сайын жүргізіледі;
 - Б) стационарлы – 2 және одан аса жылдар бойы бір учаскторда жүргізіледі, өз кезегінде жіктеледі:
 - өндірістік, белгілі бір алқаптарда ұзақ уақыт бойы тұрақты және (немесе) аса токсикалық химикаттарды қолданған немесе қолднып келе жатқан жағдайда және қалдықтармен қоршаған ортаның объектілерінің ластану қаупі болған жағдайда жүзеге асырылады;
 - мониторингті, топырақтардың және өсімдік өсіру өнімдерінің химикаттармен, олардың жоғары тұрақтылығының және (немесе) глобалді көшіп қонуы нәтижесінде ластануын бағалау үшін жүргізіледі.

IV. Топырақтың жемістігі эрозия, тұздану, ластау, саздану және құрылыс жұмыстар әсерінен азаяды.

Топырақтардың эрозиясы – жел немесе еріген жаңбыр суларының әсерінен топырақтардың үстіңгі жемісті горизонттарының бұзылуы.

Топырақ эрозиясымен күресу жолдары:

1. Ұйымдастыру – шаруашылық шаралар – егін даласын дұрыс өңдеу, топырақтың рельеф пен эрозиялық дәрежесіне қарай тыңайтқыштарды енгізу, жерді дифференциациялық түрде қолдану.
2. Агротехникалық шаралар - топыраққа ауа, жылу, су режиміне оптималдік жағдайларды қамтамасыз ету.

Топырақтың тұздануымен күресу.

Егер топырақта жеңіл еритін тұздардың мөлшері көбейсе, бұл құбылыс пайда болады. Жер астындағы сулар әсерінен, тұздардың концентрациясы көбейсе, ол бірінші реті тұздануы боп саналады. Егер дұрыс суғармағаннан болса, ол екіншілік реті тұздануы. Топырақ шөлге айналғанда, нәтижесінде аймақтардың ауа райы өзгереді, су және биологиялық ресурстар азаяды. Топырақтарды шөлден негізгі қорғау, ол топырақты еседен сақтандыру, сол себептен тоғайларды салу, бұтадан және жартылай бұтадан жасанды өрістерді құру.

Топырақтың саздануымен күресу.

Бұл табиғи құбылыс, егер атмосфералық жауын-шашыны жердегі су, бұға айналғаннан өте артық болса, пайда болады. Сол үшін саз жерлерде дренаждық жұмыстар арқылы құрғатады және тағы басқа агротехникалық жұмыстарды өткізеді (мелиорация). Бұл шаралар қоршаған ортаны жақсартады.

Бақылау сұрақтары:

1. Топырақты ластайтын негізгі көздер қандай?
2. Топырақтың ластануын бақылау қалай жүзеге асырылады?
3. Бақылау түрлері қалай жіктеледі?
4. Топырақтың саздануымен күресу қалай жүзеге асырылады?
5. Топыраққа ластаушы заттардың түсу жолдары қандай?

Сабақ №25.

Тақырып 4.2. Топырақ сынамаларын талдаудың физико-химиялық әдістері. Ластаушы заттарды топырақта анықтау әдістері

Жоспар:

1. Топырақты талдау
2. Топырақтың пестицидтермен және минералды тыңайтқыштармен ластануын бақылау
3. Пестицидтер мен ауыр металдарды топырақта анықтау
4. Талдау нәтижелерін өңдеу

Топырақтарды талдау: Топырақтардың элементті құрамы – топырақтардың химиялық жағдайын, олардың қасиеттерінің, генезисінің және құнарлылығының маңызды көрсеткіші.

Топырақтағы абсолютті мөлшері бойынша элементтер үш топқа топталуы мүмкін. Бірінші топ – макроэлементтер: ең алдымен кремний және оттегі, олардың мөлшері ондаған пайызды құрайды, ал жиынтығында олар топырақ массасының 80-90%-ын құрауы мүмкін; мұнда Al, Fe, Ca, Mg, K, Na, C, жатқызылады, олардың топырақтағы мөлшері оннан бірден бірнеше пайызға дейін өзгереді. Аралыққа жатқызуға болатын екінші топқа Ti, Mg, N, S, P, H кіреді, олардың топырақтағы мөлшері пайыздың жүздік және ондық бөліктерінде. Микро- және ультрамикроэлементтер топырақта $n \cdot 10^{-10}$ - $n \cdot 10^{-3}$ мөлшерінде болады; бұл ең алдымен биологиялық белсенді элементтер B, Cu, I, Mn, Mo, Zn, аса жиі Cl, Cr, Ni, V және ең соңында ластану жолымен енген As, Be, Br, Cd, F, Hg, Pb, Sb, Se және басқалары кездеседі.

Элементтің мөлшері қандай да бір топырақта қорларды толық мобилизациялау шарттары кезінде өсімдіктерді потенциалды қамтамасыз ету мүмкіндігін көрсетеді. Сондықтан топырақтардың жағдайын әрдайым және үлкен аудандарда аналитикалық бақылауды жүзеге асыру қажет.

Топырақтар химиясында аса маңызды физиологиялық роль ойнайтын микроэлементтер ерекше орын алады.

Бұл микроэлементтер жеткілікті төмен мөлшерде топырақтардағы ағзалардың дамуына оң әсерін тигізеді, бірақ көп мөлшерде – токсикалық әсер етеді.

Әсіресе топырақтағы өндірістік өнеркәсіптердің және көліктің шығарындыларымен, тұрмыстық қалдықтармен, сондай-ақ топырақтардағы минералды тыңайтқыштардың

компоненттерінің қалдық мөлшерлерінің жинақталуымен шартталған техногенді түзілген микроэлементтердің концентрациясының өсуі қауіпті.

Элементтердің жалпы мөлшерін анықтаудың барлық әдістері үлгінің қышқылдармен (H_2SO_4 , HNO_3 , HClO_4 , HCl , HF) сілтілермен алдын ала ыдырауына және одан әрі ерітіндідегі элементтерді химиялық және инструменталды әдістермен анықтауға негізделген.

Әдетте, микроэлементтерді анықтау алдында олардың концентрлеу және бөлу сатылары болады. Ол үшін әр түрлі әдістерді қолданады – жиірек сорбционды және экстракционды және сирегірек электрохимиялық және тұндыру.

Маңыздылары топырақтардың заттық және молекулярлық талдауы болып табылады – топырақ массасын анықтайтын жеке органикалық, минералды және оргоминералды заттардың түрлі формаларын идентификациялау және сандық анықтау.

Топырақтардың құрамына енетін органикалық заттардың жинағы өте үлкен, ал жеке қосылыстардың немесе қосылыстар топтарының мөлшері бүтін пайыздардан іздік мөлшерге дейін өзгереді. Спецификалық органикалық қоспаларды ажыратады –олар гумусты қышқылдармен және прогуминді заттармен келтірілген.

Басты көзі ретінде өсімдік және жануар қалдықтары қызмет ететін спецификалық емес органикалық заттарға пигменттер, липидтер, көмірсулар, ақуыздар, нуклеин қышқылдары кіреді. Спецификалық емес заттарға тек топырақта бос күйінде немесе өсімдік және жануарлардан түзілген күрделі заттардың құрамында болатын, гумусты қышқылдар құрамына кірмейтін компоненттер жатады.

Топырақтардың органикалық заттарының топтық және фракционды құрамын анықтау үшін бірнеше әдісті қолданады, олардың негізін заттардың фракцияларын әр түрлі еріткіштермен бірізді еріту құрайды.

Талдаудың термиялық әдістері гумусты қышқылдардың элементті құрамы жайлы ақпарат алуға мүмкіндік береді. Элементті құрамы бойынша гумусты қышқылдардың құрылымының түрі жайлы немесе алифатикалық және циклдық компоненттерінің қатынасы жайлы тек жалпы көрінісін алуға болады.

Топырақтардың органикалық компоненттерінің молекулярлы және құрылымдық-топтық талдауларын молекулярлы абсорбционды спектроскопия, хроматография, масс-спектрометрия, ЯМР әдістерімен жүзеге асырады. Гумусты қышқылдардың молекулярлы массаларын оптикалық әдістермен және гель-фльтрациямен анықтайды; молекулалардың мөлшері мен формалары жайлы мәліметтерді электронды микроскопия әдістерімен алуға болады. Гумусты қышқылдарды идентификациялау үшін әдетте бір уақытта бірнеше химиялық және физикалық көрсеткіштерді анықтауды қолданады.

Кез келген топырақтың тән сипаты – оның көп фазалылығы; бір қосылыс әр түрлі фазалардың құрамына кіруі мүмкін және сондықтан бірдей деңгейде химиялық реакцияларға қатысады.

Топырақтың қасиеті оның фазалық құрамына тәуелді болады. Фазалық талдаудың тәсілдерінің бір фазалардың жеке құрамдастарының таңдаулы ерітуінен тұрады.

Топырақ ерітінділерінің толық талдауы иондардың және қосылыстардың белсенділігін анықтауға және олардың ерітіндіде болатын формаларының барлық түрлерін есепке алуға негізделген. Топырақ ерітіндісі – бұл табиғи жағдайлардағы топырақтың сұйық фазасы. Сулы, тұзды араласқан және қышқылды сірінділері қандай да бір деңгейге дейін топырақ ерітінділерін имитирлейді. Топырақ ерітінділерінде маңызды биохимиялық үрдістер жүзеге асырылады; өсімдіктер және микроағзалар оларға қажетті заттарды басты түрде топырақ ерітіндісінен алады.

Топырақ ерітінділеріндегі иондардың белсенділігін анықтау үшін ион-селективті электродтарды қолданған тиімді. Топырақ ерітінділерінде сілтілі және жер сілтілік элементтердің концентрациясын жалынды фотометрия әдісімен анықтайды; элементтердің үлкен тобын анықтау үшін – атомды-абсорбционды спектроскопия әдісі.

Топырақтардың химиялық жағдайына үлкен әсерді тотықтырғыш-калыпқа келу үрдістері тигізеді. Әдетте екі тәсілмен топырақтардағы тотықтырғыш-калыпқа келу үрдістерді бақылауды жүзеге асырады: тотықтырғыш-калыпқа келу потенциалын потенциометриялық

әдістермен тура анықтау және элементтері тотығудың әр түрлі деңгейлерінде болатын қосылыстардың түрлі формаларының концентрацияларын химиялық және инструменталды әдістермен анықтау.

Топырақтың пестицидтермен және минералды тыңайтқыштармен ластануын бақылау

II. Табиғи ортаның жағдайын және ластану деңгейін бақылау және тексерудің жалпы мемлекеттік жүйесі бар. Бақылаудың жалпы жүйесінің бөлігі болып топырақ мониторингі табылады, ол топырақтардың және топырақ жамылғысының жербетілік бақылаулар және аэроғарыштық әдістер көмегімен жағдайларын кешенді бақылауды қамтамасыз етеді.

Топырақтардың пестицидтармен және минералды тыңайтқыштармен ластануын бақылау

Табиғатты қорғау жүйесінде топырақтардағы пестицидтар және минералды тыңайтқыштардың мөлшерін бақылау келесі максаттарда жүргізіледі:

А) Тасымалдау, сақтау, дайындау және препараттарды енгізу, сондай-ақ олардың қалдықтарын, пестицидтар мен тыңайтқыштардың тарларын көму ережелерін қоса отырып, өсімдіктерді және тыңайтқыштарды қорғау үшін химиялық құралдарды қолданған кезде технологияларды және регламенттерді сақтауды тексеру;

Б) топырақтардың пестицидтар және тыңайтқыштардың қалдықтарымен ластануының іс жүзіндегі масштабтарын және деңгейлерін, олардың мөлшері жоғары болуы мүмкін участоктарды, яғни потенциалды технологиялық ластанған участоктарды қоса анықтау;

В) орталардың және табиғи объектілердің ластанған топырақтармен араласқан пестицидтар және тыңайтқыштар қалдықтарымен екінші реттік ластанудың потенциалды қауіптілігін анықтау

III. Пестицидтер, топыраққа түсуі

Ауыл шаруашылық топырақты ядохимикаттарды, пестицидтерді кең қолдану нәтижесінде ластайды. Көптеген пестицидтер сыртқы ортада өте төзімді. Олар топырақта ыдырамайды және бірнеше жылдар бойы сақталады. Осының нәтижесінде топырақта улы заттар жинақталады, сатылап су қоймаларына таралады (жауындар), атмосфералық жауын шашындармен жерасты сүтұтқыш қаттарға өтеді, өсімдіктермен сіңіріледі, ауада шаңмен таралады. Олар таңдамалы түрде микроағзаларға әсер етеді және топырақ түзуге қатысады. Улы заттар табиғаттың бір бөлігіне айналады және заттар айналымына қатысады.

Тағамдану тізбегі: ДДТ → топырақ → өсімдік → жануарлар → адам.

Пестицидтер бүкіл экожүйенің терең өзгерісін тудырады. Пестицидтердің ішінде хлорорганикалық аса қауіпті, себебі олар топырақта көптеген жылдар бойы сақтала алады. Топырақта ауыр металлдардың жинақталуы олардың өсімдіктердегі концентрацияларының жоғарлауына алып келеді, ол тұрғандар денсаулығына әсер етеді.

Топыраққа түсетін элементтер қатарын ластаушылар деп айтуға келмейді, себебі олардың көбі өсімдіктерге қажетті микроэлементтер, сол кезде топырақты ластайтын химиялық элементтердің біршама бөлігі ауыр металлдар болып табылмайды.

Топырақ ластаушы элементтерге жатқызады: фтор, ванадий, хром, марганец, кобальт, никель, мыс, цинк, мышьяк, молибден, кадмий, сынап, қорғасын және басқалары.

Топырақтардың ластануы бірнеше жолдармен болады. Олардың барлығын техникалыққа жатқызуға болады – бұл өнеркәсіптік шығарындылар, жанармайдық жану өнімдері, ауыл шаруашылық химизациялау құралдары, қарқынды сулар. Тыңайтқыштарды қолдану да топырақтардың ластану қаупін тудырады.

Техногенезис өнімдерінің топырақта жиналуы топырақ ерітінділерінің және топырақтардың реакциясын өзгертеді, топырақ-жүту кешенін бұзады. Қарқынды ластану кезінде өсімдіктер өсуі әлсірейді немесе тіпті жойылады, ол эрозияны үрдісті күшейтеді.

Топырақтың құрылымын жоғалтуын байқайды және соның нәтижесі ретінде – борпылдақтығының азаюы, су өтімділігінің төмендеуі және сулы – ауа режимінің нашарлауы. Ауыр металлдармен ластану кезінде топырақтардың идентификациялау қабілетінің жедел төмендеуіне көрсетеді. Өсімдіктер үшін топырақтағы ауыр металлдардың мөлшерінің деңгейінің жиналатын өнімді төмендететін немесе өсімдік биіктігін 5-10 %-ға

төмендететін шамасы токсикалық болып табылады. Жанама түрде ауыр металдар ШМК-сын олардың өсімдіктердегі мөлшері бойынша белгілеуге болады.

IV Талдау нәтижелерін өңдеу. Жерлердің табиғи-экологиялық жағдайы және олардың ресурстық-экономикалық потенциалы бойынша ақпарат болатын жерлердің мониторингі бойынша мәліметтер банкін құру бүгінгі күннің бірінші кезектегі тапсырмасы болып табылады. Нақты физико-химиялық сипаттама беретін топырақтардың және табиғи жем өсімдіктердің зертханалық талдау бойынша мәліметтер жерлер мониторингі бойынша мәліметтер банкінің базалық ақпараты болып табылады.

Топырақтардың және табиғи жем өсімдіктерін зертханалық талдауларының мәліметтерін ары қарай жинақтаумен және компьютерлік технология негізінде ақпаратты жүйелендірумен автоматтандырылған өңдеу жер кадастрының және жер мониторингінің автоматтандырылған ақпараттық жүйесінің бастапқы құраушысы болып табылады (ЖКААЖ).

Топырақтардың және өсімдіктердің зертханалық талдауларының нәтижелерін автоматтандырылған өңдеу аналитикалық анықтауларға және оларды ары қарай нәтижелерді есептеулерге және оларды бақылауға кететін уақытты қысқарту есебінен өңдеуге, алынған мәліметтерге тұтынушылардың кең ауқымына кіруді қамтамасыз етуге, әр түрлі аспектілерде ақпаратты көп ретті қолдануға шығындар әсерлігін біршама ұлғайтуға мүмкіндік береді.

Зерттеу объектілерін координатты байлау мәліметтер банкінің жерлер мониторингі бойынша түрлі тапсырмаларды шешуге мүмкіндік беретін бірінғай топографо-геодезиялық негізін береді: әкімшілік облыстар, табиғи-ауылшаруашылық зоналар, аумақтар бойынша мәліметтерді таңдау және топтау жүргізуге; көрсеткіштердің статистикалық талдауын жүргізуге; топырақ және өсімдік параметрлерінің кеңістік және уақыт аралығында өзгергіштігін анықтауға. Топырақтардың және табиғи жем өсімдіктерінің зертханалық талдау нәтижелерін автоматтандырылған өңдеу бойынша бағдарламалық кешен жерлер мониторингі бойынша мәліметтер банкінің ақпараттық блоктарында ақпаратты ұйымдастыруды қамтамасыз етеді, сондай-ақ тұтынушыларға аналитикалық анықтаулардың нәтижелерін кестелер түрінде береді.

Ақпарат көзі болып талдауларға ұсыныстар ведомствасы және жұмыс зертханалық журналдары табылады. Ақпарат объект бойынша келесілерді көрсете топталады: облыс, аудан, шаруашылық, табиғи ауыл-шаруашылық зона, зерттеу түрі және жұмыс жүргізу жылы.

Мәліметтерді ұйымдастыру кестелік. Бастапқы мәліметтер кестесіне енгізіледі: топырақ қималарының номерлері; топырақ қималарының координаттары (x, y) ; ауыл шаруашылық жарамдық түрі; топырақ түзілім типі; топырақ түрі және тұрасты; генетикалық көкжиектер (индекс, жатыс тереңдігі, сынамаларды сынамалау тереңдігі); сынамалардың зертханалық номерлері; аналитикалық мәліметтер.

Түрлі аналитикалық анықтаулар бойынша бастапқы мәліметтер сатылы енгізіледі, ақпаратты жоғалтусыз енгізуді ұзу мүмкіндігі қарастырылған.

Берілген алгоритм бойынша анықтамалық мәліметтерді қолданумен материалдарды өңдеу жүргізіледі. Топырақтар мен өсімдіктердің есептелген параметрлері ағымдағы бақылауға ұшырайды – олардың әрекеттегі нормативтармен сәйкес шынайылығы анықталады. Мәліметтерді дұрысағаннан соң (енгізу қателерін түзету, дұрыс емес аналитикалық анықтау) ақпарат жерлер мониторингі бойынша мәліметтер банкінің блогына келіп түседі. Зертханалық анықтаулардың нәтижелері басып шығарылады және бекітілген формадағы кесетелер түрінде ары қарай қолдануға мамандарға тапсырылады.

Бақылау сұрақтары:

- 1.Топырақты талдау қалау жүзеге асырылады?
- 2.Топырақтың пестицидтермен және минералды тыңайтқыштармен ластануын бақылау қалау ұйымдастырылады?
- 3.Пестицидтер мен ауыр металдарды топырақта анықтау тәсілдері қандай?
- 4.Талдау нәтижелерін өңдеу қалай жүргізіледі?

Сабақ №26.

Зертханалық жұмыс 4.2.

Тақырып: Топырақта ауыр металдардың болуын сандық анықтаудың әдістері. Талдау нәтижелерін өңдеу. Топырақ сынамаларын химиялық талдауға дайындау.

Тәжірибенің мақсаты: Топырақ сынамаларын нүктелік іріктеуге, таңбалауға және талдауға дайындауға, топырақтарды қаптауға үйрету.

Жабдықтар: Күрек, қораптар, жолдама талон, қаптар.

Жоспар:

1. Жұмысқа дайындық
2. Сынама алу орнын таңдау
3. Топырақ сынамаларын алу
4. Сынамаларды тасымалдау және сақтау
5. Сулы және тұзды сіріндіні дайындау.

Бақылау сұрақтары.

1. Жұмыстарды орындауға сынамаларды қалай дайындайды (іріктейді)?
2. Жарлықтың қандай формасы топырақтың біріккен сынамасы үшін қолайлы?
3. Сынама алаңы үшін бөлікшені қалай таңдайды?
4. Топырақтың нүктелік сынамаларын қалай іріктейді?
5. Топырақтың бірікке сынамаларын қалай құрады?
6. Топырақтың біріккен сынамасын қалай тасымалдайды?
7. Қандай ластанулар жергілікті болып табылады?

Тәжірибенің барысы:

1. Ұйымдастырушылық кезең.
2. Нұсқау.

Жұмыстарды орындауға дайындау.

1. Пестицидтердің қалдық мөлшерін химиялық талдауға ауылшаруашылық пайдаланылатын жерлердің сынамаларын іріктеу жылына 2 рет жүргізіледі.

- а) көктемде – пестицидтерді енгізгенге дейін қар жамылғысы кеткен өріс;
- б) күзде - өнімді жинағаннан кейін.

Метеорологиялық жағдайға қарай, ауылшаруашылық пайдаланылатын жерлерді бақылауға арналған агрохимиялық шараларды жүргізу есебінен, топырақ сынамаларын іріктеудің нақты күнтізбелік мерзімдері әр агрохимиялық аймақта белгіленеді.

2. Далаға шығу үшін ГОСТ 17.4.4.02-84 сәйкес аппаратураны, материалдарды, реактивтерді дайындау бойынша жұмыстар жүргізіледі.

3. Жолдама талондар қосымшасына сәйкес біріккен сынамалар үшін жарлықтар дайындайды.

Топырақтардың біріккен сынама жарлығының формасы.

Топырақты іріктеудің орны мен үні, негізгі бағдарлар.

Дақылдар.

Тексерілген алаңның ауданы және оның нөмірі.

Іріктеу тәсілі (күрекпен, бұрғымен).

Топырақтың нүктелік сынамаларының мөлшері.

Топырақ сынамасын алудың тереңдігі.

Тексерілетін алаңға келісті бөлікшені таңдау.

1. Топырақ сынамаларын іріктеудің алдында зерттелетін жерді, тексерілетін алаңдардың іргесі қаланатын, бөлікшелерге шартты түрде бөлу керек.

2. Топырақтардың кеңістіктік ластануы келісті бөлікшенің тексерілген алаңынан іріктелген, топырақтардың бір біріккен сынамасындағы пестицидтердің қалдық

мөлшерімен немесе ауылшаруашылық пайдаланылған жердің көлеміне қарай, бірнеше бөлікшенің тексерілген алаңдарынан іріктелген, топырақтың бірнеше біріккен сынамасындағы пестицидтер мөлшерінің орташа арифметикалық мәнімен сипатталады.

3. Келісті бөлікшелердің ауданы, жердің келесі санаттардың біріне жатуына қарай белгіленген, нормалардан аспау керек:

I – Орманды аймақ, бедері толқынды, топырақ жамылғысының құрылымы біртекті емес. Бір біріккен сынамамен сипатталатын келісті бөлікшенің ауданы – 1-ден 3 га дейін;

II – Орманды-далалы және далалы аудандардың бедері бөлінген, бөлікшенің ауданы – 3-тен 6 га дейін;

III – Далалы аудандар, бедері жазықты және сәл бөлінген, бөлікшенің ауданы – 10-нан 20 га дейін;

IV – Таулы аудандар, ауылшаруашылық пайдаланылған жерлерінің ареалдары ұсақ, топырақ жамылғысының құрылымы біртекті, бөлікшенің ауданы – 0,5-тен 3 га дейін;

V – Суландырылатын егін шаруашылығының аудандары, келісті бөлікшенің ауданы – 2-ден 3 га дейін.

4. Зерттеу нәтижелерінің келістілігін бөлікше шектеріндегі физикалық-географиялық жағдайлардың (микробедер, ылғалдылық, микроклимат) біртектілігі қамтамасыз етеді.

5. Келісті бөлікшені мезобедердің бір элементінде ғана (беткей, төбе, шың, бөктер және т.с.с.) орналастыру қажет.

6. Бөлікшенің шектерінде бір тексеру алаңы орнатылады.

7. Ауданы 100x100 м немесе 200x200 м тексеру алаңы келісті бөлікшенің орталық бөлігінде орналасады.

8. Топырақ сынамаларын іріктеудің алдында тексеру алаңының орталығын көзмөлшермен байланыстыру жүргізіледі, бұл оны жергілікті жерде қайта табуды қамтамасыз етеді. Негізгі бағдарлар топырақтың біріккен сынамасының жарлығында көрсетіледі. Мысалы: өрістің оңтүстік-батыс бұрышынан солтүстікке қарай 300 м, жыра төбесінен оңтүстікке қарай 400 м және т.б.

Топырақ сынамаларын тасымалдау және сақтау.

1. Топырақтың іріктелген сынамаларын журналға тіркеу және нөмірлеу қажет. Олардың әрбіреуіне жолдама талон толтырылуы тиіс.

2. Алдағы өңдеу, тасымалдау және сақтау кезінде топырақ сынамалары атомды қалдықтардың және екінші қатарлы ластанудың өзге көздерінің ықпалына түспеу керек.

3. Топырақтың іріктелген біріккен сынамалары ауалы-құрғақ күйге дейін 30°C аспайтын t күн көзінен қорғалған жерлерде бір тәуліктен кейін кептірілу керек.

4. Топырақтың ауалы-құрғақ сынамаларын маталы қапшықтарда, қағаз пакеттерде және топырақ сынамаларын ластамайтын өзге ыдыста сақтайды және тасымалдайды.

Зерттеу мақсаты	Тексеру алаңының ауданы, га		Сынамалардың саны
	Біртекті топырақ жамылғысы	Біртектісіз топырақ жамылғысы	
Топырақтағы химиялық заттардың мөлшерін анықтау	1-ден 5 дейін	0,5-тен 1 дейін	Бір біріккен сынамадан кем емес
Физикалық қасиеттердің мөлшерін анықтау	1-ден 5 дейін	0,5-тен 1 дейін	Бір топырақ көкжиегіне 3-тен 5 нүктелік сынамаға дейін
Патогенді ағзалар мен вирустарды анықтау	0,1-ден 0,5 дейін	0,1	Әрбіреуі 3 нүктелік сынамадан тұратын, 10 біріккен сынама

Топырақ сынамаларын іріктеу.

1. Нүктелік сынамаларды, қазбалардан пышақпен немесе қалақпен немесе топырақ бұрғысымен іріктейтін, диагональ бойынша конверт әдісімен бір немесе бірнеше қабатты тексеру алаңында іріктейді.

2. Химиялық талдауға біріккен сынаманы, бір тексеру алаңынан алынған, 5-тен кем емес нүктелік сынамалардан құрастырады. Біріккен сынаманың массасы 1 кг кем болмауы тиіс.

Жеңіл көшіп-қонатын заттармен ластануды бақылау үшін, нүктелік сынамаларды (әрбіреуінің массасы 200 г аспайтын, 0-10 және 10-20 см тереңдікте қабат-қабат сайын) топырақ кескінінің бүкіл тереңдігінде генетикалық көкжиектер бойынша іріктейді.

3. Барлық біріккен сынамалар журналға тіркелу және нөмірлену керек. Міндетті қосымшаға сәйкес әр сынамаға жолдама талон толтырылу керек.

4. Химиялық талдауға арналған топырақ сынамаларын ауалы-құрғақ күйге дейін кептіреді, оларды маталы қапшықтарда, картон қораптарда, шыны ыдыстарда сақтайды.

Ширектеу – топырақ сынамасын механикалық ортайту тәсілі. Ұсақталған топырақ материалын мұқият араластырғаннан кейін шаршы түрінде қағазға орналастырады және диагональ бойынша 4 бірдей бөлікке бөледі. Екі қарама-қарсы бөлікті алдағы операциялар үшін алады, ал қалған екеуін қайталап қосымша анықтау үшін сақтайды.

Топырақтардың тұздылығын анықтау үшін су сорындысын талдау.

Суда еритін тұздары көбірек – 0,2% топырақтарды тұзды деп есептейді. Осы тұздардың ішінен тұздалған топырақтарда көбінесе NaCl, NaSO₄, Na гидрокарбонаты (NaHCO₃), Ca сульфаты, Ca хлориді, Mg сульфаты, Mg хлориді кездеседі. Топырақтардың тұздылығын анықтау үшін, су сорындысындағы құрғақ қалдықты анықтайды, яғни суда еритін заттардың жалпы сомасын және аниондардың (карбонат иондар CO₃²⁻, HCO₃⁻, Cl⁻, SO₄⁻) және катиондардың (Na⁺, Ca²⁺, Mg²⁺, K⁺) құрамын анықтайды. Қысқартылған талдау кезінде құрғақ қалдықты, Ca²⁺, Mg²⁺ катиондарын, HCO₃⁻, Cl⁻, SO₄⁻ аниондарын анықтаумен шектеледі. Алынған мәліметтерді 0,001 дәлдікпен % және 0,01 дәлдікпен миллиэквиваленттермен білдіреді.

Су сорындысын дайындау.

1. мм елеуіш арқылы өткізілген, 100 г ауалы-құрғақ топырақты өлшеп алады, оны шыны сауытқа салады және CO₂ жоқ, 500 мл тазартылған су құяды.

2. Шыны сауытты тығынмен жабады, құрамын 3 мин шайқайды және сорындыны қалың қағаздан жасалған сүзгішпен сүзеді. Талдау үшін тек мөлдір сүзіндіні алады.

3. Сүзу аяқталған соң, сүзіндінің булану мүмкіндігін болдырмау, сонымен қатар зертханадағы түрлі газдармен (NH₃, HCl булары және басқалары) ластануын азайту үшін, шыны сауытты тығынмен жабады.

Құрғақ қалдықты анықтау.

1. Тамызғышпен 50 мл су сорындысын алады, алдын ала құрғатылған және аналитикалық таразыда өлшенген шағын фарфор шыны аяққа көшіреді және суа құрғағанға дейін буландырады.

2. Буландырудан кейін шыны аяқтың сыртын сүртеді, содан соң 105⁰С температурада 3 сағат бойы құрғату шкафында кептіреді.

3. ... салқындатылған қалдығы бар шыны аяқты аналитикалық таразыда өлшейді.

4. Құрғақ қалдықты есептейді $A = a \cdot 10$

мұнда А – құрғақ қалдық.

а – 50 мл су сорындысындағы құрғақ қалдықтың алынған массасы (г).

10 – 100 г топырақты қайта есептеу коэффициенті.

Жалпы сілтілікті анықтау.

Метилоранж қосып, 0,01 н H_2SO_4 ерітіндісімен су сорындысын титрлеп, жалпы сілтілікті (HCO_3^-) анықтайды.

1. тамызғышпен 25 мл су сорындысын көлемі 100 мл екі конустық шыны сауытқа іріктейді, әрбіреуіне 1-2 тамшы метилоранж қосады.

2. шыны сауыттардың біріндегі сорындыны H_2SO_4 ерітіндісімен әлсіз қызғылт түске боялғанға дейін титрлейді. Түсінің сарыдан әлсіз қызғылтқа өзгеруі қиын байқалады. Сондықтан титрлеудің соңын дәл анықтау үшін, 2-ші шыны сауытты алады. Ол титрленетін сұйықтық түсінің өзгеруін салыстыру үшін қызмет етеді. Екі шыны сауытты да ақ қағазға қояды. Қышқыл құйған шыны сауыттағы түстің өзгеруін бақылайды. Сұйықтық қызғылт түске боялған сәтте-ақ, титрлеуді тоқтатады.

3. Жалпы сілтілігін HCO_3^- %-бен және 100 г топырақтағы миллиэквиваленттермен есептейді. % HCO_3^- мөлшерін формула бойынша есептейді:

$$HCO_3^- \% = 0,0006T \cdot a \cdot K_{H_2SO_4} \cdot 2O,$$

мұнда 0,0006 т – сілтілікті қайта есептеу коэффициенті, өйткені 1 мл 0,01 н H_2SO_4 0,0006 т HCO_3^- сәйкес келеді.

a – 25 мл су сорындысын титрлеуге шығындалған, 0,01 н H_2SO_4 мл мөлшері.

$K_{H_2SO_4}$ – күкірт қышқылының титріне түзету.

2O – 100 г топырақты қайта есептеу коэффициенті.

Милиэквиваленттердегі HCO_3^- мөлшерін формула бойынша есептейді:

$$\frac{HCO_3^- \% \cdot 1000}{61} = 100 \text{ г топырақтың миллиэквиваленті.}$$

Мұнда 1000 – қайта есептеу коэффициенті (м.экв)

61 - HCO_3^- экв. Массасы.

Реактивтер: 1. 0,01 н H_2SO_4 титрленген ерітіндісі

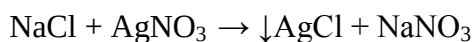
2. метилоранж.

Хлор ионын анықтау.

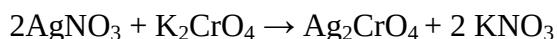
1. HCO_3^- анықтаған шыны сауыттардағы бейтараптандыру аяқталған соң, оларға индикатор ретінде 1 мл 10%-қ хромқышқыл калий ерітіндісін (K_2CrO_4) қосады.

2. Бір бөлігін 0,01 н $AgNO_3$ ерітіндісімен қызыл-қоңыр түске дейін титрлейді. Ерітіндінің екінші бөлігі әркез жанында болу керек, онымен титрленетін сұйықтықтың реңкін салыстыру керек.

Титрленіп жатқан сұйықтыққа $AgNO_3$ қосқан кезде хлорлы Ag ерімейтін ақ тұнбасы түзіледі:



Хлор-ионы толықтай хлорлы Ag айналған соң, $AgNO_3$ әрбір келесі тамшысы K_2CrO_4 реакцияға түседі және араластырған кезде сұйықтыққа қызыл-қоңыр түс береді, бұл түзілетін хромды-қышқыл Ag қызыл түсіне байланысты.



Жойылмайтын қызыл-қоңыр түстің байқал бастауы титирлеудің аяқталғанын көрсетеді. Cl⁻ % мөлшерін формула бойынша есептейді:

$$Cl\% = a \cdot K_{AgNO_3} \cdot 0,0003555 \cdot 50$$

мұнда a – 10 мл су сорындысын титрлеуге шығындалған 0,01 н AgNO_3 ерітіндісінің мл мөлшері.
 KAgNO_3 – азотқышқыл Ag титріне түзету.

Сабақ №27.

V Бөлім. Радиобелсенді ластанулар және оларды өлшеу.

Тақырып 5.1: Иондаушы сәулеленулердің физикалық табиғаты және олардың затпен әрекеттесуі. Иондаушы сәулеленулердің биологиялық әрекеті.

Жоспар:

1. Радиобелсенділік. Радионуклидтер
2. Иондаушы сәулелер табиғаты
3. Сәулелену көзінің белсенділігін өлшеу
4. Сәулелену дозасын өлшеу.
5. Сәулеленулердің тірі ағзаларға әсері.

Радиобелсенділік. Радионуклидтер.

Табиғатта, төзімді (тұрақты) нуклидтермен қатар төзімсіз радиобелсенді нуклидтер де (радионуклидтер) бар. Төзімді нуклидтердің ядролары іс жүзінде өзгеріссіз күйде болады, олардағы протондар мен нейтрондар саны шексіз ұзақ өзгермегенде. Төзімсіз радионуклидтердің ядролары өздігінен ыдырайды. Жалпы, нуклид ядроларының тұрақтылығы атомдық ядродағы протондар мен нейтрондардың санының қатынасына тәуелді.

Протондар мен нейтрондардың артық болуы атом ядросын төзімсіз қылады. Олар артық энергияға ие және аз энергиямен төзімдірек жағдайға көшуге ұмтылады. Кез келген мұндай ядролық түрленулердің өздік үрдістері қоршаған ортаға иондық сәулеленулер түрінде энергия бөлінумен жүреді. Нәтижесінде бір атом ядролары энергетикалық төзімдірек басқа атом ядроларына айналады.

Радиобелсенділік – бұл тұрақсыз атом ядроларының басқа төзімдірек ядроларға қоршаған ортаға иондаушы сәулелену түрінде энергия бөлінумен өздік айналуы болып табылады.

Радионуклидтер (латын тілінен «*radiare*» сәуле шығару, «*nucleus*» ядро) – бұл тұрақсыз ядролары бар атомдар, олар өздігінен басқа химиялық элементтің немесе сол химиялық элементтің басқа изотоптарының төзімдірек ядроларына қоршаған ортаға ионданушы сәулелену түріндегі энергия бөлінумен айналады.

Барлық изотоптары радиобелсенді химиялық элементтерді *радиобелсенді элементтер* деп атайды. Радиобелсенді элементке мысал болып уран табылады. Егер сутегі және уранның изотоптарын салыстырсақ, онда сутегінде 2 тұрақты изотопы бар (протий және дейтерий) және біреуі радиобелсенді (тритий), ал уранда тұрақты изотоптары жоқ, оның барлық изотоптары – радиобелсенді екенін көруге болады.

Радиобелсенді болып элементтердің Периодтық жүйесінде реттік номері 83-ге тең висмуттан кейін орналасқан барлық химиялық элементтер табылады. Қалған химиялық элементтер тұрақты да, радиобелсенді де изотоптарға да ие.

Шамамен 1700 қазіргі уақытта белгілі нуклидтерден тек 256 ғана тұрақты. Қалғандары радиобелсенді болып табылады және тұрақты нуклидтерге айнала отырып өздігінен ыдырайды.

II. Өзінің табиғаты, энергиясы, затқа ену тереңдігі және тірі ағзаларға әсер ету деңгейі бойынша ажаратылатын иондаушы сәулеленудің әр түрлі түрлері бар. Иондаушы сәулеленудің екі тобын ажыратады: *корпускулярлы* и *электромагнитті (фотонды)*.

Корпускулярлы сәулелену (альфа-, бета-, протонды, нейтронды және басқа) тез қозғалатын бөлшектер ағымы болып табылады.

Электромагнитті (фотонды) сәулелену (рентгендік, гамма-сәулелену) - бұл электромагнитті толқындардың әр түрлілігі. Электромагнитті толқындардың барлық түрлері сәулеленеді және кеңістікте энергияны қатал анықталған мөлшерде тасымалдайды – *кванттармен немесе фотондармен*.

Ядролардың радиобелсенді ыдырауы кезінде ионизациялық қабілетіне ие α -, β -, γ -сәулелер шығарылады. Сәулеленетін ортаның бір бөлігі жұтылған сәулелермен иондалады. Бұл сәулелер сәулеленетін заттың атомдарымен әрекеттеседі, ол атомдардың қозуына және олардың электронды қабаттарынан жеке электрондарды жұлып алуына алып келеді. Нәтижесінде атом оң зарядталған ионға (*бірінші реттік иондану*) айналады. Жұлынып алынған электрондар, өз кезегінде, қарама-қарсы атомдармен өздері әрекеттеседі, *екінші реттік иондануды* тудырады. Барлық энергияларын жұмсаған электрондар нейтралды атомдарға «жабысады», теріс зарядталған иондар түзеді.

Әр түрлі сәулелердің иондаушы қабілеті бірдей емес. Ол α –сәулелерде жоғарырақ. β –сәулелер заттың азырақ ионизациясын тудырады. Ең төмен иондаушы қабілетке γ –сәулелер ие. Өтіп кету қабілеті γ –сәулелерде жоғары, ал α –сәулелерде төмен.

Барлық заттар сәулелерді бірдей жұтпайды. Жоғарғы жұту қабілетіне қорғасын, бетон және су ие, оларды көбінесе иондаушы сәулелерден пайдаланады.

Жердегі барлық тіршілік иелері әрқашан *радиациялық фонды* қалыптастыратын ИС табиғи және жасанды көздері есебінен ішкі және сыртқы сәулелену жолдарымен иондаушы радиация әсеріне ұшырайды.

ИС табиғи көздері – бұл ғарыштық сәулелену және атмосферада, литосферада, гидросферада жайылған және биологиялық ағзалар құрамында болатын табиғи радионуклидтерден сәулеленулердің жиынтығы: барлық осы сәулеленулер *табиғи радиациялық фонды* құрайды, олардың орташа эффективті дозасы бір адамға жылына 2 000 мкЗв құрайды.

ИС жасанды көздері – бұл ИС және ядролық жарылыстар, АЭС әрекеті, пайдалы қазбаларды Жер қойнауынан шығару, медицинада, ғылымда және адамны шаруашылық әрекетінің басқа салаларында пайдалану салдарынан пайда болған радиобелсенді заттар жиынтығы. Бұл көздердің жиынтығы *жасанды радиациялық фонды* құрайды, ол қазіргі уақытта Жер шары бойынша жалпы табиғи радиациялық фонға тек 1-3 % қосады.

Сәулелену көзінің белсенділігін өлшеу

Радиациялық құбылыстарды өлшеудің екі түрі бар: 1) сәулелену көзінің белсенділігін өлшеу; 2) сәулелену дозасын өлшеу.

Белсенділік – бұл уақыт бірлігінде ыдырайтын ядролар саны. ХБЖ жүйесінде белсенділіктің өлшем бірлігі болып **Беккерель (Бк)** табылады. Радиобелсенді затта 1 Бк белсенділікпен орташа секундына бір аяқ асты ядролық айналу жүреді. **$1 \text{ Бк} = 1 \text{ распад/с}$** .

Белсенділіктің жүйеден тыс бірлігі – **Кюри (Ки)**. **1 Кюри 1 г радийдің белсенділігіне сәйкес келеді.**

$$1 \text{ Ки} = 3,7 \cdot 10^{10} \text{ Бк}.$$

1Ки-ге сәйкес келетін радиобелсенді заттың салмағы баяу ыдырайтын және жылдам ыдырайтын изотоптарда ажыратылған. Мысалы, радий үшін 1 Ки белсенділік 1 г сәйкес келеді, ал қысқа өмір сүретін радиобелсенді натрий үшін – 10^{-7} г. Белсенділіктің одан да кіші бірліктері бар: *милликюри (мКи) = 10^{-3} Ки*; *микрокюри (мкКи) = 10^{-6} Ки*; *нанокюри (нКи) = 10^{-9} Ки*; *пикокюри (пкКи) = 10^{-12} Ки*.

Заттағы радионуклидтің концентрациясын *меншік* немесе *көлемдік белсенділік* бойынша бағаланады.

Меншік белсенділік – заттың, оның массасының бірлігіне есептегі белсенділігі, ал **көлемдік белсенділік** – заттың көлем бірлігіне. Мысалы: Например: Кюри квадрат километрге (Ки/км²); Беккерель 1 г затқа (Бк/г); Беккерель 1 мольге (Бк/моль).

Меншік белсенділікті (Am, Бк/кг) әдетте қатты заттардағы радионуклидтердің болуын бағалағанда қолданады, ал көлемдікті (Av, Бк/м³) – сұйық және газ тәрізді (су, ауа және т.с.с.) заттардағы радионуклидтердің болуын бағалау кезінде қолданады.

Объектінің бетінде радионуклидтердің таралуын **объект бетінің аудан бірлігіндегі радионуклидтің белсенділігі** бойынша сипаттайды. Бұл өлшем әдетте территорияның радионуклидтармен ластану деңгейін сипаттау үшін пайдаланады, оны көбінесе *ластану тығыздығы* деп атайды. Эта величина обычно применяется для характеристики уровня загрязнения территории радионуклидами, часто ее называют *плотностью загрязнения*.

Сәулелену дозасын өлшеу.

Сәулелену көзі белгілі бір белсенділікке ие бола отырып, сәулеленетін ортамен оның ионизациясын тудыра отырып әсерлеседі. Бұл кезде сәулеленетін ортамен сіңірілетін энергия **радиациялық эффектті** анықтайды. Радиациялық эффекттің сандық сипаттамасы сәулелену дозасымен анықталады. Осылайша, *сәулелену дозасы* – бұл радиобелсенділік әрекеттің (белсенділіктің) нәтижесі.

Радиобелсенді бөлшектер затпен әрекеттескен кезде иондардың пайда болуы, сәулелену және серпімді жайылу жүреді. Ауаның ионизация мөлшері **экспозициялық дозамен** сипатталады (*Дэ*), оны өлшеу үшін жүйеден тыс бірлік **рентгенді (Р)** қолданады. 1 Р доза ауаның $2,08 \cdot 10^9$ ион/см³ жұбына сәйкес келеді. Бұл 1 см³ сәулеленгенде онда $2,08 \cdot 10^9$ жұп ион пайда болды дегенді білдіреді. Тәжірибеде рентгеннен 1000 рет кіші бірлік **миллирентгенді (мР)** және рентгеннен миллион рет кіші **микрорентгенді (мкР)** қолданады.

Халықаралық бірліктер жүйесінде (ХБЖ) экспозициялық доза *кулон килограммға* (Кл/кг) өлшенеді. **Кулон килограммға** – бұл рентгендік және гамма сәулеленудің экспозициялық дозасы, ол кезде 1 кг құрғақ атмосфералық ауада әр таңбаның 1 кулон электр тоқты заряды бар иондар пайда болады. Рентгеннің және кулонның килограммға қатынасы: $1Р = 2,57976 \cdot 10^{-4}$ Кл/кг (ауа) немесе $1Кл/кг = 3876 Р$.

Кез келген радиобелсенді заттың гамма-сәулеленудің ионданушы әрекеті оны радийдің эталонды көзінің әрекетімен салыстырумен бағаланады және *радийдің миллиграмм-эквивалентімен (мг-экв Ra)* немесе *радийдің грамм-эквивалентімен (г-экв Ra)* көрсетіледі.

Уақыт бірлігінде алынған экспозициялық доза **сәулелену интенсивтілігі (қуаты)** деп аталады. Ол өлшенеді: *рентген сағатына (Р/сағ)*, *миллирентген сағатына (мР/сағ)*, *микрорентген сағатына (мкР/сағ)*.

Экспозициялық доза (*Дэ*), доза интенсивтілігі (*Р*) және сәулелену уақыты арасындағы қатынас былай көрінеді:

$$D_{\text{э}} = P \cdot T$$

Осылайша, экспозициялық доза **радиациялық өрісті** сипаттайды, яғни ионданушы сәулеленудің тірі ағзаға потенциалды әсер ету деңгейін. Бірақ сәулелік әсер сатысы, сәулелік жаракат тереңдігі және формасы **жұтылған сәулелену энергиясына** немесе иондаушы сәулеленумен сәулеленетін затқа немесе адам терісіне енгізілетін энергия мөлшеріне тәуелді. Сәулеленетін дененің масса бірлігімен жұтылған энергияны **жұтылған дозамен (Дж)** сипаттау қабылданған – бұл элементар көлемдегі затқа иондаушы сәулеленумен берілген энергияның осы көлемдегі зат массасына қатынасы. ХБЖ-де жұтылған доза (*Дж/кг*) өлшенеді және арнайы атауға ие – *Грей (Гр)*. $1 Гр = 1 Дж/кг$. Жұтылған дозаның жүйеден тыс өлшем бірлігі – *рад*. 1 рад 1 кг затпен жұтылған 100 эрг сәулелену энергиясына сәйкес келеді: $1 рад = 100 эрг/г = 1 \cdot 10^{-2} Дж/кг = 1 \cdot 10^{-2} Гр$. $1 Гр = 100 рад$.

Элементар бөлшектер бірдей емес ионизациялық қабілетіне ие. Сәйкесінше, әр түрлі бөлшектермен тірі ағзалардың сәулеленуі кезінде **радиобиологиялық эффектсі** бірдей жұтылған дозалар кезінде де әр түрлі болады. Сондықтан тірі ағзалардың сәулелену мөлшерін өлшеу үшін **эквивалентті доза (Д_{экв})** түсінігі енгізілген, ол сәулеленудің *сапа*

коэффициентін(СК) есепке алады. **Эквивалентті доза**— бұл органда немесе теріде сәулеленудің берілген түрі үшін сәйкес келетін сапа коэффициентіне көбейтілген жұтылған доза. Эквивалентті доза *бэрмен* өлшенеді (рентгеннің биологиялық эквиваленті деп бажайланады). Бұл бірлік жүйеден тыс. Рад пен бэр арасындағы қатынас мына түрге ие:

$$1 \text{ бэр} = 1 \text{ рад} * \text{КК}$$

Халықаралық бірліктер жүйесінде эквивалентті доза *Зивертпен (Зв)* өлшенеді.

$$1 \text{ Зв} = 1 \text{ Гр} * \text{КК}$$

Бэр және зиверт арасындағы қатынас:

$$1 \text{ Зв} = 100 \text{ бэр}$$

Адамдар тобының радиациялық жарақаттануы жағдайында *коллективті эквивалентті дозаны* есептейді, ол адам-зивертпен өлшенеді (ад-Зв).

Уақыт бірлігінде қабылданған дозаны белгілеу үшін *доза қуаты* бірлігін қолданады, мысалы: бэр/сағ; Зв/сағ; Гр/с; Зв/с.

Эффективті эквивалентті доза — адамның органдарының радиосезімталдығын есепке алатын, сәулеленудің жеке нәтижелерінің пайда болу тәуекелінің өлшемі болып табылады. Зв-пен өлшенеді.

Сәулеленулердің тірі ағзаларға әсері.

Радиацияның күшті дозалары тірі ағзаның жасушаларын өлтіреді. Аз дозалары жасушаны толығымен бұзбайды, бірақ оны сезілетіндей өзгертеді. Тірі ағзалардың жасушаларында радиацияның әсерінен жүріп жататын бірінші реттік физико-химиялық үрдістер оларға иондаушы сәулеленудің тікелей және жанама әсеріне міндетті.

Сәулелердің *тікелей әсері* олармен ақуыз молекулаларын ыдыратуында және жасуша ядроларында ДНК-ны бұзуда жатыр. Сонымен бірге, сәулелердің жасуша ядросына түсу мүмкіндігі иондаушы бөлшектің өлшеміне тура тәуелді.

Сәулеленудің ағзаға *жанама әсері* дене массасының 75%-ын құрайтын су молекулаларының, сондай-ақ жасушаларда болатын O_2 молекулаларының иондануы түрінде көрінеді. Пайда болған H^+ , OH^- иондары және радикал O_2^- ионы ақуыз молекулаларын тотықтырады және оны бұзады.

Иондаушы сәулелену ағзаны әлсіретеді және иммунитетті, яғни оның инфекцияларға қарсылық көрсету қабілетін төмендетеді. Радиацияның үлкен дозалары түрдің уақытша немесе толық стерилизациясына, сондай-ақ келесі ұрпақтарда көрінуі мүмкін генетикалық өзгерістерге алып келеді.

Аса сезімтал болып кейбір органдардың (жұлын, көкбауыр) тез жаңаратын тіндердің жасушалары табылады. Жасушалардың өлімі жеке органдардың функцияларының бұзылуына алып келеді, ол ары қарай бүкіл ағзаның өмір сүру үрдістерінің бұзылуынан көрінеді.

Радиациялық сәулеленудің тірі ағзаларға әсері сәулелену түріне (α -, β -, γ -сәулелер және т.с.с.), сәулелену жолына және оның ұзақтығына тәуелді. Егер сәулелену көзі ағзадан тыс орналасса, онда тіндерге, басты түрде жоғарғы өтіп кету қабілетіне ие γ -сәулелену әсер етеді. Радиация көзі ағза ішіне түскен жағдайда тек γ -сәулелер ғана емес, сондай-ақ әсірісе толығымен тіндермен жұтылатын α -, β -сәулелер қауіпті болады.

Қысқа уақыт ішінде (минуттар мен сағаттар) ағзамен қабылданатын үлкен дозалар ағза ұзақ ұстап тұратын *созылмалыларға* қарағанда *күшті* деп аталады.

Тірі ағзалар бір бірінен қандай да бір сәулелену дозаларын ұстау қабілеті бойынша қатты ерекшеленеді. Төмен сезімталдыққа вирустар, бактериялар, бүргілер және лишайниктар ие. Олардан кейін жәндіктер тұр. Жануарлар сәулеленуге көбірек сезімтал.

Бақылау сұрақтары.

1. Радиациялық құбылыстарды өлшеудің қандай түрлері бар?
2. Белсенділікке анықтама беру.
3. Белсенділікті өлшеудің негізгі бірліктерін атау.
4. Заттағы радионуклидтің концентрациясын қандай көрсеткіш бойынша бағалайды?

5. Ауаның ионизация мөлшері қандай ккрсеткіш бойынша сипатталады? Оның анықтамасын беру.
6. Экспозициялық дозаны өлшеу бірліктері.
7. Сәулелену қуаты деп не аталады?
8. Жұтылған доза анықтамасын беру.
9. Жұтылған дозаның өлшем бірлігі.
10. Эквивалентті доза деп не аталады?
11. Эквивалентті дозаның өлшем бірлігі.

Сабақ №28.

Тақырып 5.2: Радиоактивті сәулеленулерді анықтау және өлшеу әдістері.

Жоспар:

1. Иондаушы сәулеленулер детекторлары
2. Ионизациялық камералар
3. Ионизациялық камераның құрылысы
4. Газразрядты есептеуіштер және олардың жұмыс істеу принципі.
5. Сцинтилляционды детекторлар.

I. Иондаушы сәулеленулер детекторлары.

Детектор – бұл иондаушы сәулеленулерді анықтау, олардың энергиясын және басқа қасиеттерін өлшеу үшін қолданылатын аспаптардың бөлігі (элементі). Детектор көптеген зерттелетін сәулелерді өлшеуге арналған аспаптар және күрделі құрылғылардың маңызды элементі болып табылады. Детектордың жұмыс істеу принципі біршама деңгейде сәулеленудің детектордың затымен әсерлесуінен туындаған әсердің сипатымен анықталады, ал сәулеленулерді детектрлеу осы әсерді анықтаумен және өлшеумен байланысты.

Білетініміздей, иондаушы сәулелердің зат арқылы өтуі олардың энергиясын атомдардың электрондарымен және ядроларымен әрекеттесуінің түрлі үрдістерінде жоғалтуымен қатар жүреді. Детектор өзінде жұтылған энергияны түркеу үшін ыңғайлы энергияның қандай да бір басқа түріне айналдырады. Әдетте, сәулелену энергиясы электрлік дабылға айналатын детектор қолданылады.

Көптеген детекторлардың әрекеті иондаушы сәулеленумен заттың атомдарын немесе молекулаларын ионданудан немесе қоздырудан болған әсерді анықтауға негізделген. Газда ионданудан болған әсерді анықтауға негізделген детекторларға иондаушы камералары және газразрядты есептеуіштері жатады.

Ионизациялық камерада электрондар және сәулеленумен туындаған оң иондар электрлік өріс күштерінің әсерінен сәйкес келетін электродтарға ығысады, бұл сыртқы тізбекте токтың пайда болуына алып келеді. Бұл токтың шамасы ионизациялық әсердің шамасы ретінде қызмет етеді.

II. Ионизациялық камералар

Ионизациялық камералардың жұмыс істеу принципі. Ең қарапайым ионизациялық камера екі параллель металл пластинадан – электродтардан тұрады, арасындағы кеңістік ауамен немесе басқа газбен толтырылады және камераның сезімтал көлемі болып табылады. Камера электродтарына тұрақты кернеу көзінен қандай да бір потенциалдар айырымы қойылады.

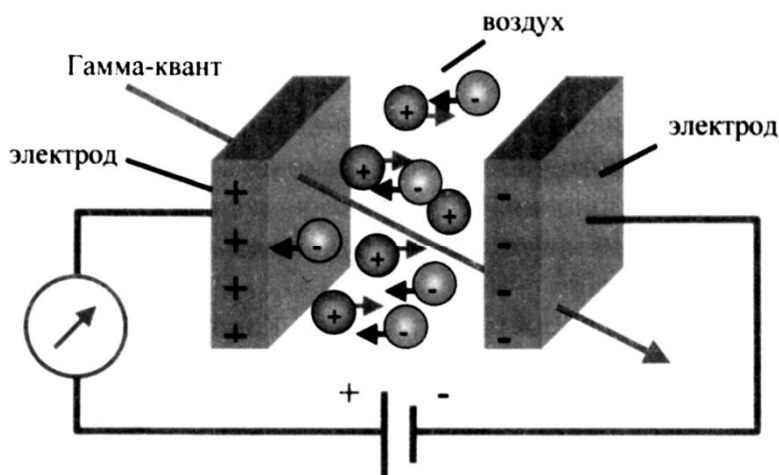
Егер камераға радиобелсенді көзді жақындатса, онда оның сәулеленуі сезімтал көлемді толтыратын газдың атомдарымен және молекулаларымен әсерлесе отырып, олардың иондануын жүзеге асырады. Электродтар арасындағы кеңістікте газдың электрлік нейтралды атомдары және молекулаларынан электрондар және оң иондар түзіледі. Өзгермейтін шарттар кезінде уақыт бірлігінде сезімтал көлемнің 1 см^3 -да түзілген иондар жұптарының саны экспозициялық және жұтылған дозалардың түрі және қуатымен анықталады.

Егер электродтар арасында потенциалдар айырымы болмаса, онда иондар камерада хаустық жылулық қозғалыс жағдайында болады, бұл кезде олар өзара соқтығысады және қайтадан электрлік нейтралды атомдар және молекулалар түзе отырып рекомбирленеді. Уақыт бірлігінде 1 см^3 –та рекомбирленетін иондар жұптарының саны n_p камераның 1 см^3 көлемінде болатын n_+ оң және n_- теріс көнцентрацияларының дәрежесіне пропорционал: $n_p = \alpha n_+ n_- = \alpha n^2$, мұнда α – рекомбинация коэффициенті, камерадағы газдың температурасына, физико-химиялық қасиеттеріне, қысымына тәуелді.

III. Ионизациялық камераның құрылысы.

Ионизациялық камералар түрлі формаларға және құрылысқа ие болуы мүмкін. Әскери дозиметрлік аспапта цилиндрлік және жазық (тікбұрышты) формалы камералар кең қолданыс тапты.

Цилиндрлік ионизациялық камералар құрылымдық жағынан босденелі электрөткізгіш цилиндр және коаксиальді орналасқан электрөткізгіш стерженьнен тұратын жүйе болып табылады. Сыртқы электрод камераның коректену көзінің оң полюсімен қосылады. Цилиндрлік камераның құрылысының нұсқаларының бірі 4 суретте көрсетілген.



Камера алюминий цилиндрден 1 және цилиндр осі бойынша орналасқан алюминий стерженьнен 2 тұрады. Стержень изоляторда 3 бекітіледі. Бұл изоляторда тағы корпуспен жалғанған алдыналғыш сақина бар.

Сипатталған құрылымды камера ДП-3 және ДП-3Б рентгенметрдің қабылдағышы ретінде қолданылады.

Жазық ионизациялық камералар құрылымдық тұрғысынан тіктөртбұрышты қорап ретінде орындалады, оның ішінде стержень немесе пластина орналасады. Өте жиі қораптар пресс-ұнтақтан дайындалады. Графит қабаты оң электрод, ал стержень немесе пластина – камераның теріс электродының қызметін атқарады.

Сәулелену дозасын өлшеуге арналған конденсаторлы камералар құрылымы олардың эксплуатациялау ерекшелігімен анықталады.

Конденсаторлы ионизациялық камералар қолдану ыңғайлылығы мақсатында кіші өлшемді және кіші массалы болып орындалады. Құрылымдық жағынан мұндай камералар электрөткізгіш материалдан жасалған кішігірім өлшемді түтік болып табылады, оның ішінде металл стержень орналасады. Өлшеулер шегін кеңейту үшін электродқа параллельді жоғары сапалы диэлектригі бар конденсатор қосылады.

5 суретте жеңілдетілген түрінде ДП-22В, ДП-24, ДП-23А, ДК-02 сәулеленуді жеке бақылау дозиметр комплектісі ретінде қолданылатын конденсаторлы ионизациялық камера көрсетілген.

IV. Газразрядты есептеуіштер және олардың жұмыс істеу принципі.

Газразрядты есептеуіштер иондаушы сәулелердің әр түрлерін тіркеу үшін дозиметрлік аппаратураларда кеңінен қолданылады. Жоғары сезімталдық, үлкен шығыс сигналы, тіркеуші

электронды сызбалардың қарапайымдылығы, құрылымының оңайлығы, кіші габариттер және эксплуатациядағы ыңғайлылық газразрядты есептеуіштерді ионизациялық камералардан ажыратады. Газразрядты есептеуіштің ионизациялық камерадағы принципі айырмашылығы газразрядты есептеуіште соққылы ионизация құбылысы есебінен ионизациялық токтың күшеюі қолданылады.

Соққылы ионизациялық құбылыстың мәні келесіде жатыр. Потенциалдардың қандай да бір айырымы қосылған есептеуіштердің электродтары арасындағы кеңістікте орналасқан электронға $F=eE$ (E – электрлік өрістің кернеуі) тең күш әсер етеді.

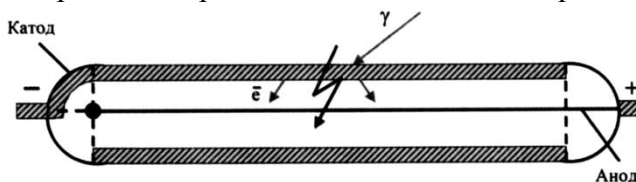
Күш әсерінен орын ауыстыру үрдісінде электрон жылдамдығы ұлғаяды, ал сәйкесінше, оның кинетикалық энергиясы да ұлғаяды. Өзінің қозғалыс жолында электрон нейтралды атомдармен немесе молекулалармен қақтығысады және оларға қақтығыстар арасында алған энергия қорын береді. Электростатикалық өрістің кернеулілігінің үлкен мәндері кезінде электронның бос жүріс ұзындығында алынған кинетикалық энергиясы есептеуіштің газды толтыру молекулаларының иондану потенциалынан асуы мүмкін.

Бұл жағдайда электронның нейтралды молекуламен қақтығысуы ионданумен жүретін болады және есептеуіштің жұмыс көлемінде тағы бір иондар жұбы пайда болады. Соққылы иондану нәтижесінде түзілген электрондар үлкен электрлік өрістерде өз кезегінде соққымен иондану үшін жеткілікті энергияға ие болуы мүмкін.

Құрылымдық тұрғыда газразрядты есептеуіш металл немесе шыны, іші металл қабатпен жабылған цилиндр түрінде орындалады, оның осі бойынша жіңішке жіпше тартылады. (6 сур). Жіпше қоректену көзінің оң полюсіне қосылады және анодтың қызметін атқарады, ал металл цилиндр – қоректену көзінің теріс полюсіне қосылып, катод қызметін атқарады. Анодты жіңішке металл жіпше ретінде дайындау есептеуіш электродтарында салыстырмалы үлкен емес кернеуі кезінде соққылы иондану шартын жасау үшін қажетті электрлік өрістің кернеулілігінің үлкен мәнін алуға мүмкіндік береді.

Толтырғыштар ретінде көптеген жағдайларда асыл газдарды, аргон және неон қолданады. Газды есептеуіште толтырғышты таңдау кезінде жүгінетін негізгі талап газдар электрондарының жеткілікті аз жабысу коэффициентіне ие болуында жатыр. Бұл талапты орындау кезінде теріс зарядтарды есептеуішке көшіру бос электрондармен жүзеге асырылады. Есептеуішті толтыру үшін ауаны қолдану тиімсіз, себебі ауа құрамына кіретін оттегі электрондармен оңай қосылады және баяу қозғалатын теріс электрондарды түзеді.

Гейгер-Мюллер есептеуіші аргонның және галоид қосындысы бар спирттің газды қоспасымен толтырылған герметикалық баллон (трубка) болып келеді. Трубка осі бойынша анод ретінде қызмет ететін жіп тартылған. Баллонның ішкі металл жабыны катод болып табылады. Электродтарға тұрақты токтың жоғары кернеуі беріледі (400-1000 В). Есептеуіштің қабырғаларынан гамма-сәулелермен шығарып алынған бета-бөлшектер немесе электрондар баллон ішіне түскен кезде газ ионизациясы жүреді. Нәтижесінде электрондар арасында иондар тасқыны пайда болады, және қысқа уақытты электрлік заряд болады. Есептеуіш тізбегінде кернеу импульсі тіркеледі. Есептеуіштердің сезімталдығы ең алдымен гамма-сәулелер электрондарды шығарып алатын катодтың материалына тәуелді.



Счетчик Гейгера-Мюллера

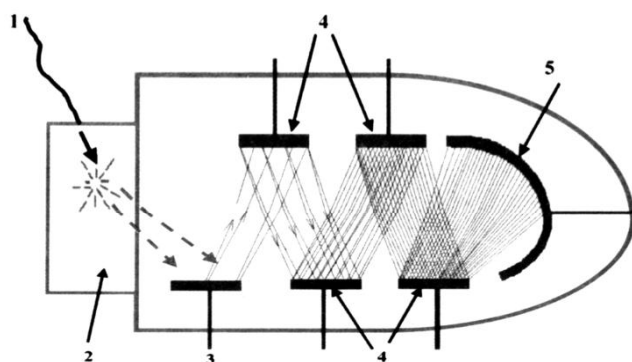
Сцинтилляционные детекторы.

Сцинтилляционные есептеуіштің жұмысының мәні кейбір кристаллдарда, органикалық сұйықтықтарда немесе пластмассаларда оларға зарядталған бөлшектер немесе гамма-кванттардың түсуі кезінде пайда болатын **люминесценция** жарқылдарын тіркеуде жатыр.

Кристалдардағы жаркылдар **фотокатодпен** фиксацияланады және тізбекте электр тогының импульсі туындайды.

Алайда, өздерінен өзі жаркылдар өте әлсіз болуы мүмкін. Оларды фиксациялау үшін **фотозлектронды көбейткіштер (ФЭК)** қолданылады. Олар фотокатодтың бетінен жарық жаркылымен шағылған электрондарды көбейту жүйесі бар вакуумды электронды аспаптар болып табылады. Көбейткіш жүйе арнайы қабатпен жабылған бірнеше бірінен соң бірі орналасқан **динодтардан** (эмиттерден) тұрады. Диодтарды атқылайтын электрондар саны бірінші реттік электрондардың санынан минимум 2 есе асатын олардан екінші реттік электрондарды шығарады. Осылайша, әр келесі динод электрондар санын көбейтеді. Соңғы динодтан аспаптың күшейткіш-өлшеу сызбасына электрондардың ағыны келіп түседі. ФЭК арқасында сцинтилляционды есептеуіштер газ толтырылған есептеуіштермен салыстырғанда аса көп сезімталдылыққа ие.

Альфа-бөлшектерді тіркеу үшін сцинтилляторлар (люминофор) ретінде күкіртті цинкты жұқа қабатын қолданады, ал бета-бөлшектерді тіркеу антраценнің, стильбеннің кристаллдарының, сондай-ақ сцинтилляторлайтын пластмассалардың көмегімен жүзеге асырылады. Гамма-кванттарды кезінде таллиймен белсендірілген йодты натрий және йодты цезий монокристаллдары қолданылады.



Фотозлектронды көбейткіш сызбасы:

1 – гамма-квант; 2 – кристалл-люминофор; 3 – фотокатод; 4 – эмиттерлер (динодтар); 5 – коллектор.

Бақылау сұрақтары.

1. Қандай детекторлар бар?
2. Ионизационды детекторлардың жұмыс сызбасы.
3. Гейгер-Мюллердің есептеуішінің жұмыс істеу принципі.
4. Жартылай өткізгіштікті детекторлардың жұмыс сызбасы.
5. Сцинтилляционды есептеуіштің жұмысының мәні неде жатыр?
6. Фотозлектронды көбейткіштің жұмыс сызбасы.

Сабақ №29.

Тақырып 5.3: Дозиметрлік аспаптар, олардың қолданылуы мен сақталуы

Жоспар:

1. Дозиметрияның мақсаттары.
2. Дозиметрлік аспаптар. Дозиметрлік аспаптардың арналуы және жіктелуі
3. Дозиметрлік аспаптардың қолданылуы.
4. Құрылғыларды орналастыру және химико-радиометрлік зертхананы жабдықтау.

1. Дозиметрияның мақсаттары.

Дозиметрияның негізгі мақсаты иондаушы сәулелердің радиациялық жағдайлардың түрлі шарттарында әрекетін қамтамасыз ету мақсаттарында тұрғындар, әскерилер және әскери емес АҚ құрылымдары үшін қауіптілік деңгейін анықтау және бағалау болып табылады.

- ✓ Оның көмегімен жүзеге асырылады:
- ✓ Зақымдану орталықтарында тұрғындардың өмір сүру қабылетін және құтқару жедел апаттық-қалыпқа келтіру жұмыстарын сәтті жүргізуді қамтамасыз ету үшін сәулеленудің экспозициялық жұтылған дозасының қуатын анықтау және өлшеу;
- ✓ Дезактивация және санитарлы өңдеуді жүргізудің қажеттілігін және толықтылығын анықтау үшін, сондай-ақ залалданған тағам өнімдерін пайдалану нормаларын анықтау үшін радиобелсенді заттар белсенділігін, түрлі объектілердің тығыздығын, ИС ағымын, меншікті көлемділік, беттік белсенділігін өлшеу;
- ✓ Радиациялық қатынаста тұрғындардың және жеке тұлғалардың жұмыс істеу және өмір сүру қабілетін анықтау мақсатында сәулеленудің экспозициялық және жұтылған дозаларын өлшеу;
- ✓ Тағам өнімдерінің, судың, фураждың радиобелсенді заттармен заладану деңгейін зертханалық өлшеу.

2.Дозиметрлік аспаптардың жіктелуі және құрылғының жалпы принциптері.

Дозиметрлік аспаптарды арналуы, датчиктердің түрі, сәулелену түрінің өлшеуі, электрлік дабылдардың сипаты, аспаптың қайта өңделу сызбасы бойынша жіктеуге болады.

- **Индикаторлар** – радиациялық барлаудың қарапайым аспаптары; олардың көмегімен сәулеленуді анықтау және басты түрде бета және гамма сәулеленулердің дозасының қуатын бағдарлы анықтау тапсырмалары шешіледі. Бұл аспаптар дыбыстық және жарықтық дабылы бар қарапайым электрлік сызбаға ие. Индикаторлардың көмегімен доза қуатының кемуін немесе өсуін белгілілеуге болады. Датчик қызметін газразрядты есептеуіш орындайды. Аспаптардың бұл тобына ДП-63, ДП-63А, ДП-64 индикаторлары жатады.
- **Рентгенометрлер**- рентгендік және γ -сәулеленудің дозасының қуатын өлшеуге арналған. Олар сағатына рентгеннің жүзден бір бөлігінен бірнеше жүз рентгенге дейін өлшеу диапазонына ие.
Бұл аспаптарда датчиктер ретінде иондаушы камералар немесе газразрядтыесептеуіштер қолданылады. Мұндай аспаптар жалпы әскери ДП-2 ретгеномері, «Кактус» типті рентгеномері, ДП-3, ДП-3Б, ДП-5А, Б және В, т.б. болып табылады.
- **-Радиометрлер-** (радиобелсенділікті өлшеуіштер)-басты түрде α және β бөлшектермен беттердің, құрамдардың, қарудың, киімнің, ауа көлемінің радиобелсенді залалдануын табу және анықтау үшін қолданылады. Радиометрлермен γ -сәулеленудің үлкен емес деңгейлерін де өлшеу мүмкін бола алады.
Радиометрлердің датчиктары болып газразрядты және синтиляционды есептеуіштер табылады. Бұл аспаптар көп тараған және кең қолданысқа ие.Мұндай аспаптар болып базалық-эмбебап ДП-12, «Луч-А» бета-гамма радиометрі, «Тисс» радиометрі, ДП-100М және т.б. табылады.
- **-Дозиметрлер-** әрекет ету ауданында өту уақытында жеке құраммен қабылданатын жиынтық сәулелену дозасын анықтауға арналған, басты түрде γ -сәулеленуді жеке дозиметр кіші өлшемді ионизациялық камералар не болмаса пленкалы фотокассеталар болып табылады.
Камералар және зарядты өлшеуіш құрылғылар комплектіснен тұратын жинақты индивидуалды дозиметрлік бақылау комплектісі деп атайды. Индивидуалды дозиметрлік бақылау комплектісі деп аталады. Индивидуалды дозиметрлер комплектісі болып ДК-02,

ДП-22В, ДП-24, ИД-1, ИД-11 және басқалары болып табылады. Датчиктар типі бойынша аспаптарды ионизациялық камераларды, цилиндрлік немесе торқты газразрядты, сцинтилляционды есептеуіштерді және фото қарсыласудағы есептеуіштерді қолданатын деп ажыратуға болады.

Сәулелену түрін өлшеуі бойынша аспаптарды гамма-сәулелерді, бета және альфа бөлшектерді, нейтронды ағымды өлшеуге арналған деп бөлуге болады. Бірінші топқа бақыланатын сәулеленудің бөлшектері немесе фотондары детекторлармен бірінғай қысқа электрлік дабылдарға (импульстерге) айналатын аспаптар жатқызылады. Бұл топта электрлік сызба импульстерді айналдыру және күшейту функциясын орындайды. Екінші топқа детектор өзіне әсер ететін сәулеленуді үздіксіз тұрақты тоққа айналдыратын дозиметрлік аспаптар жатады. Бұл жағдайда электрлік сызба тұрақты тоқты күшейту және айналдыру қызметін атқарады. Түгел дерлік қазіргізаманға дозиметрлік аспаптар ионизациялық әдіс негізінде жұмыс істейді. Аспаптың негізгі түйіндері болып табылады:

- Сәулелену детекторлары датчиктардың негізгі құрамдас элементтері ретінде, яғни ионизациялық камералар, газразрядты есептеуіштер немесе сцинтилляторлар;
- Импульстерді айналдырғыш электрлік сызба;
- Өлшеуіш және тіркеуіш аспаптар (аспап арналған физикалық шамалар бірлігінде градуирленген).

Аспаптың типтік сызбасының жалпы бейнесі 17 суретте көрсетілген.

Дозиметрлік және радиометрлік аспаптардың қолданылуы.

Азаматтық қорғаныс жүйесінде табельді дозиметрлік аспаптардың бірқатары қолданылады. Халық шаруашылығында радионуклидтерді кең қолданумен байланысты отандық өнеркәсіп түрлі мақсаттардағы дозиметрлік аспаптардың үлкен санын шығарады (радиометрлер, рентгенометр, дозиметрлер, дозиметрлік дабылдағыштар, ені бар атомдардың интенсивіметрі, спектрометрлер және басқалары.) Олардың бір бөлігі қажет болғанда үлкен сәттілікпен азаматтық және жергілікті қорғаныс мақсаттары үшін қолданылуы мүмкін. Негізгі бөлімде азаматтық қорғаныс жүйесінде халық шаруашылығы үшін шығарылатын дозиметрлік аспаптардың қолданылуы бойынша нұсқаулықтар келтірілген және мүмкіндіктер қарастырылған. Мұндай аспаптар санына ПМР-1 типті қозғалмалы медициналық рентгенометр, МРМ-1, МРМ-2 типті қозғалмалы медициналық микрорентгенметр, РП-1 қозғалмалы рентгенметр, «Карагач-2» гамма-рентгенметр, тасымалданатын универсалды РУП-1, РУСИ-7 радиометрлері, РВ-4 типті тасымалданатын аэрозольді радиометр, ГБР-3 тасымалданатын гамма-бета радиометрі, ДП-100, Б-3 типті стационарлы радиометрі, ПС-5М типті есептегіш аспап, ПП-16, ПП-9-2М, ПС02-4 типті декодты есептегіш аспап, ТИИ типті қозғалмалы универсалды радиометр, КИД-4, КИД-6, ИФКУ-1, ИКС, ГНЕЙС және басқа типті жеке дозиметрлік бақылау комплектілері жатады.

Аталған аспаптардың кейбіреуі қандай да бір құрылымдық өзгертулерсіз радиациялық бақылауды жүргізу кезінде иондаушы сәулеленулердің экспозициялық дозасының қуатын өлшеу үшін, адамдардың сәулеленулерден жұтылғандозасының қуатын өлшеу үшін, сондай-ақ адамдардың сәулеленуінің жұтылған дозасының қуатын өлшеу, сондай-ақ радиобелсенді шашындар түсуі жайлы дабыл беру үшін қолдануға болады. Кейбір аспаптарды шамалы өзгертуден соң түрлі орталардың радиобелсенді заттармен ластану деңгейін және экспозициялық дозалардың қуатын анықтау үшін қолдануға болады. Аспаптарды жұмысқа зауыттық нұсқаулармен сәйкес дайындайды. Азаматтық қорғаныс жүйесінде қолдану үшін олар орындарда алдын ала дайындалады.

Құрылғыларды орналастыру және химико-радиометрлік зертхананы жабдықтау.

Зертхананың радиометрлік бөлімін орналастыру.

Радиометрлік зертхана ғимараты қызмет көрсетілетін объектілерге жақын орналасуы керек, бірінші қабатта және тұрғын ғимараттан алыс. Зертханада жұмыс көлеміне тәуелді барлық қажетті ғимараттар (соның ішінде қосалқы) қарастырылады, олар радиобелсенді заттармен қалыпты жұмысты қамтамасыз ету қажет.

Зертханада жұмыстарды дұрыс ұйымдастыру үшін ғимарат жобалануы үлкен маңызға ие. Жобалау кезінде жұмыс орындарының мақсатқа сай орналасуы және құралдардың ыңғайлы орналастырылуы алдын ала қарастырылуы керек. Радиобелсенді ластанудың таралу мүмкіндігін болдырмау үшін аса белсенді материалдармен жұмыс жүргізілетін «лас» зонаны өлшеуіш бөлме орналасқан «таза» зонадан бөліп алу қажет; аз белсенді және белсенді емес заттармен жұмыс істеуге арналған бөлме талданатын сынамалардың белсенділігінің өсуі бойынша орналастырылады.

Зертхана құрамына радиобелсенді заттармен жұмыс жүргізілетін химиялық бөлімше және белсенді препараттардың есептеу үшін өлшеу бөлмелері кіреді. Одан басқа, зертханаларда ыдысты жууға арналған бөлме, душтық бөлме, арнайы киімді сақтау бөлмесі және гардероб қарастырылады. Душтық және гардеробтық бөлмелерге «лас» зонада кіру және шығу тек сан пропуск арқылы жүзеге асырылатындай етіп орналастырылады.

Зертхананың химиялық бөліміне кіреді:

А) бөлу бөлмесі - сынамаларды сұрыптау және дайындау үшін. Бөлме «ыстық» камералармен және үлкен белсенді препараттарды (1-3 мкм Ки астам) сақтау үшін сейфпен жабдықталады.

Б) аналитикалық бөлме – радиохимиялық тауарларды жүргізу үшін, бұл бөлмеде белсенділігі 1 мкм Ки-дан аспайтын сынамалармен жұмыс жүргізіледі; бөлме тартпалы шкафтармен, арнайы құбырмен және қажет болған жағдайда құрғақ камералармен жабдықталады;

В) физико-химиялық бөлме – физико-химиялық талдауларды жүргізу үшін; бөлме герметикалық тартпалы шкафтармен, жақсы қорғаныс құрылғыларымен және арнайы құбырмен жабдықталады;

Г) өлшейтін бөлме – препараттарды өлшеу үшін; бөлме аналитикалық таразыларға арналған арнайы үстелмен жабдықталады.

Зертханалық ғимараттарға қойылатын негізгі талаптар:

1. Аналитикалық бөлме бөлу және ыдыс жуу бөлмелерінің арасында орналасуы керек. Талданатын үлгілерді және ластанған ыдыстарды тасмалдау ыңғайлылығы үшін барлық бөлмелер өзара қосылады.
2. Едендер, жұмыс үстелінің және тартпалы шкафтардың беті дезактивацияға оңай берілетін тегіс кеуексіз материалмен жабылуы керек.
3. Қабырғалар, төбелер және есіктер тегіс, бетінен радиобелсенді ластануларды жууға мүмкіндік беретін қышқылға төзімді майлы бояумен жақсы боялған болуы тиіс.
4. Бөлмелердегі барлық бұрыштар дөңгеленеді, бөлмелердегі қабырғаларда, карниздарда, жабыспалы безендіргіштерде шығып тұрған жерлері болмауы тиіс.
5. Коммуникациялар (электрлік, газдық, сутартқыш, т.б.) жасырын етіп жасалады, сондай-ақ канализациялық ағыстар тазалау және ауыстыру үшін оңай қол жетімді, сонымен қатар артық бұрылыстары болмауы тиіс.
6. Жалпы ағыс-тартыс вентиляциясының жүйесі сағатына кем дегенде бес реттік ауа ауысымын қамтамасыз етуі қажет.
7. Жарықтану деңгейі зертханалар үшін бекітілген минималдыдан асуы қажет.
8. Туралай жұмыстарды жүргізу үшін қордағы және қажет емес құралдар мен жабдықтар зертханада уақытша да тұрмауы қажет.

Зертхананың арнайы құралдары.

Радиометрлік жұмыстар және онымен байланысты басқа да операциялардың (сұрыптау, сынамаларды дайындау) сәтті жүргізілуі тек қажетті радиациялық қорғаныс құралдарының, арнайы қорғаныс құралдардың және жабдықтардың болуы кезінде мүмкін.

Зертхананың арнайы құралдарына тартпалы шкафтар және камералар, қорғаныс экрандары, контейнерлер, радиобелсенді заттармен жұмыс істеу үшін жабдықтар, зертханалық жиһаздар жатады.

Радиобелсенді заттармен жұмыс кезінде таттанбайтын болаттан жасалған 1Ш, 2Ш, 3Ш типті шкафтар пайдаланылады. Бұл типті шкафтар болмаған жағдайда радиобелсенді заттармен жұмыс істеу үшін қарапайым типті тартпалы шкафты қолдануға болады, бірақ ол жақсы герметикаланған, оңай дезактивацияланатын болуы керек, және ауаның сорылуының жеткілікті жылдамдығын (1-1,5 м/с) жасайтын индивидуалды тартпаға ие болуы керек. Шкафтық вентиляциялық каналмен қосылу орындарында сорылатын ауадан белсенді аэрозольдер орналастырылады.

Тартпалы шкафтардан басқа радиобелсенді заттармен жұмыс үшін камералар қолданылады. Олар шкафтарға қарағанда жақсы герметикаланған, жақсы вакуумге ие (шамамен 20МПа). Камералармен жұмыс кезінде бөлме ауасының ластану мүмкіндігі толығымен жойылады. Аса ыңғайлы камералардың бірі болып КА-НЖ типті камера табылады, ол химиялық агрессивті заттармен жоғары температура және ылғалдылықта жұмысты жүргізуге мүмкіндік береді. Камерада жұмыс раструбалары герметикалық камераның қабырғаларына бекітілетін резеңке қолғапта жүргізіледі.

Радиобелсенді заттармен жұмыс кезінде қауіпсіздікті қамтамасыз ету үшін қорғасыннан, чугуннан, бетоннан, шыныдан және басқа материалдан жасаған және олардың қолдануына болып байланысты стационарлы (тұрақты), қозғалмалы, бөлшектенетін болуы мүмкін.

Альфа-белсенді препараттардың және басқа толқынды бета-сәулелердіргіштерден қорғау үшін ұстағышта (ЗН-типті үстел экраны) бекітілген металл листтан немесе шыныдан (қалыңдығы 6-8 мм органикалық немесе силикатты) жасалған экрандарды қолданады. Ұзын толқынды бета-сәулелендіргіштермен және әсіресе гамма-белсенді препараттармен жұмыс кезінде экрандар үлкен тығыздықты және атом номері үлкен материалдан дайындалады. Мұндай материалдар болып қорғасын, вольфрам, темір және басқалары болып табылады.

Сабақ №30.

Тақырып 5.4: Радиометриялық өлшеулер

Жоспар:

1. Радиометрлік талдау үшін сынама іріктеу
2. Қалың қабатты препараттардың меншікті белсенділігін өлшеудің салыстырмалы әдісі
3. Жұқа қабатты препараттардың белсенділігін өлшеудің абсолютті әдісі
4. Жұқа қабатты препараттардың белсенділігін өлшеудің салыстырмалы әдісі

Радиометрлік талдау үшін сынама іріктеу

Радиометриялық зерттеулер үшін ластанған орталардың сынамаларын іріктейді; ДП-5А, ДП-5Б және ДП-5В және Б аспаптарының көмегімен анықталатын осы зақымдану орындарында сынамаларды іріктейді. Сынамаларды іріктеу кезінде олардың номерін банкіге немесе полителен қапта қойып нөмірлеу қажет: сынамада сынама түрін, алынған орнын, күнін, сағатын, минутын (ластану және сынама алыну), сынама іріктеуші аты-жөнін көрсетеді, яғни келесі форманы толтырады:

Форма 1

№	Сынама түрі	Іріктеу орны	уақыты		Сынама іріктеуші аты-жөні	Ескерту
			Ластану күні, сағаты, минуты	Сынама іріктеу күні, сағаты, минуты		
1	Ет	Сату қоймасы	15.05.1970 ж. 15 сағ 15 мин	16.05.1970 ж. 10 сағ 40 мин	Иванов И. И	Ішінен, сыртынан

Су қоймасынан немесе су көзінен су сынамасын іріктеуді беттік және түптік қабаттардан батпақтанған түп грунтпен бірге сусораптағышпен жүргізеді (0,5 метр). Қар сынамасын іріктеуді тегіс участокта қар жамылғысының бүкіл тереңдігіне жүргізеді. Сынама іріктеу орнын тисілмеген қар жамылғысымен болуы тиіс.

Іріктелген сынама тығыз жабылатын қақапағы бар шыны банкіге (0,5 литр) орналастырылады. Нан, көкеніс және жемістер сынамаларын іріктеуді даналап үстіңгі қатардан немесе беттік қабаттан жүргізеді. Сынама этикеткалары бар полиэтиленді қаптарға орналастырылады (нан – 1 бөлше, батон, көкеніс пен жемістер – 0,3-0,5 кг). Жұмсақтар тарада болатын (қапта) шашыранды өнімдердің сынамаларын іріктеу металл щуп көмегімен жүргізіледі. Сынаманы қап аузы астындағы орналасқан беткі қабаттан іріктейді (0,2-0,3 кг). Бір қабылдау кезінде алынған сынама көлемі талдау жүргізуге жеткіліксіз болғандықтан, тараның түрлі жерлерінен 3-4 рет өнім сынамасын алу қажет. Шашыранды өнімдер сынамалары ашық бұрт, қап немесе қораптан қабат бетінен 10 мм қалыңдықта алады.

Ет, балық және қатты май сынамаларын іріктеуді пышақпен беттік қабатты 10 мм қалыңдықта кесу жолымен жүргізеді. Кесілген қабаттарды бірге біріне –бірі ластанған жағымен қаратып салады, шыны банкіге немесе полиэтилен қапқа орналастырылады және маркерленеді (0,3-0,5кг). Сұйық өнімдерді іріктеуді қосалқы құралдар (банка, қасық және т.с.с.) көмегімен жүргізеді. Сынама іріктемес бұрын тара ішіндегін араластырады. Сынаманы шыны банкіге салады және маркерлейді (0,5 кг). Кептіргіштен көкеніс, жеміс, печенье, кепкен нан және т.с.с. сынамаларын іріктеуді беттік қабаттан жүргізеді. Брикеттелген өнімдерден және фураждан сынаманы беттік қабаттардан 10 мм қалыңдықта кесіп алады және шыны банкіге немесе полиэтиленді қапқа орналастырып, маркерлейді.

Ескерту: іріктелетін сынама мөлшерлері жақшада көрсетілген. Радиометрлік зерттеулер декодты-есептеуіш ДП-100М, ДП-100-АД-М, Б-2, ПП-12, Б-3 құрылғыларымен және басқа қайта есептеуіш қондырғыларымен, сондай-ақ АИ-128 типті спектрометрлермен жабдықталады (комплектіленеді).

2.Қалың қабатты препараттардың меншікті белсенділігін өлшеудің салыстырмалы әдісі

Қалың қабатты препараттардың меншікті белсенділігін өлшеудің қатыстық әдісі

$A_{пр}$ берілген препараттың есептеу жылдамдығын меншік белсенділігі $A_{эт}$ белгілі эталонды қалың қабатты есептеу жылдамдығымен салыстыруға негізделген.

d 9 сәйкес $A_{пр}$ және $A_{эт}$ үшін өрнек рұқсат етілген уақытқа және фонға түзетулерді есепке ала отырып, келесідей жазуға болады:

; (41)

; (42)

49-50-ге мүшелеп бөліп аламыз:

. (43)

Мұннан өлшеудің қатысты әдісінде абсолюттегідей $n_{эт}$ және $n_{пр}$ есеп әсерлілігін білу қажет, сәйкес бұл әдіс өлшеулерді жүргізуде қандай да бір оңайлатуды енгізбейді.

Алайда, зерттелетін және эталонды препараттардың өлшеу шартының толық тождестволылығын қамтамасыз етсе, яғни ядролық жарылысты бір өнімімен залалданған сату

сынамаларын дайындаса, бірдей астарлы бірдей қалыңдықты қабатпен жапса және бірдей герметикалық шартта есептесе, яғни тедікті қамтамасыз етсе:

$$\begin{aligned} n_{\text{пр}} &= n_{\text{эт}} \\ S_{\text{пр}} &= S_{\text{эт}} \\ d_{\text{пр}} &= d_{\text{эт}} \end{aligned} \quad (44)$$

онда өрнек оңайланады, келесі түрге енеді:

Мұна өрнектен белгілі $A_{\text{эт}}$ бойынша $A_{\text{пр}}$ анықтау үшін тек 3 өлшеу жүргізу қажет. $N_{\text{пр}}$, $N_{\text{эт}}$, $N_{\text{фон}}$. Соңғысы біршама деңгейде радиометриялық өлшеулердің өнімділігін жоғарлатыға мүмкіндік береді. Себебі, $N_{\text{эт}}$ және $N_{\text{фон}}$ бір реттік өлшеуден соң зерттелетін препараттың серияларының белсенділігін анықтау үшін әр препараттың $N_{\text{пр}}$ бір өлшеуден ғана жүргізу қажет. Абсолютті әдіспен белсенділікті анықтау үшін әр препаратқа фильтрмен есептеу жылдамдығын қосымша есептеу қажет. Алайда, айтылғандар тек шарт орындалғанда ғана шынайы болатынын ескере кеткен жөн. (44).

3. Жұқа қабатты препараттардың белсенділігін өлшеудің абсолютті әдісі

Жұқа қабатты препараттардың белсенділігін өлшеудің абсолюттік әдісінде қалың қабатты препараттардың белсенділігін өлшеудің абсолютті әдісіндегідей формулалар қолданылады.

Қалың қабатты препараттар әдістемесіне қарағанда берліген әдістемеде ыдырау сызбасына түзетулерді және кері таралуға түзетулерді ескерген жөн.

Ыдырау сызбасына түзету Γ конверсионды электрондардың жұқа қабаты препараттың қабатының жұтылуы маңызды емес және олар есептеуішпен тіркелгендіктен есепке алыну керек. Ядролық жарылыс өнімдері үшін бұл түзетудің мәнін арнайы анықтамалардан алады. Өзіндік жұтылуға $R_{\text{сп}}$ және өзіндік таралуға $R_{\text{ср}}$ түзетулер қарастырылатын әдіс үшін, қалың қабатты препарат әдісіне қарағанда басқа, себебі, жұқа қабат кезінде өздік басу заңы ($d < d_{1/2}$) экспотенциалды деп ажыратылған. Бұл түзетулерді эксперименталды анықтауға болады. Ол үшін бірдей белсенділікті, бірақ түрлі қалыңдықты белсенді емес материал тасымалдағышты қосу жолымен бірнеше препарат дайындайды.

Өлшеулер нәтижелері бойынша график тұрғызады. Абцисса осіне бірнеше препарат қалыңдығы d мәндерін белгілейді, ал ордината осі бойынша оларға сәйкес есептеу жылдамдығы N мәндерін (42 сурет). $d=0$ сәйкес келетін N_0 есептеу U – ғы алынған қисықты препараттың нольдік қалыңдығына экстраполяциямен анықталады.

Өздік жұтуға және өздік таралуға жиынтық түзету мына формула бойынша анықталады:

(46), мұнда, $Nd=d$ берілген қалыңдығы параметрінен есептеу жылдамдығы.

4. Жұқа қабатты препараттардың белсенділігін өлшеудің салыстырмалы әдісі

Жұқа қабатты препараттардың белсенділігін өлшеудің қатысты әдісі $a_{\text{пр}}$, $N_{\text{пр}}$ сияқты. 45 формулаға ұқсас, келесі түрге ие:

. (49)

Эталонды препараттың белсенділігі жоғарыда сипатталған абсолютті әдіспен анықталады.

Меншікті белсенділікті формуламен анықтайды:

$$A = a_{\text{пр}} / m$$

Бақылау сұрақтары:

1. Радиометрлік талдау үшін сынама іріктеу қалай жүргізіледі?
2. Қалың қабатты препараттардың меншікті белсенділігін өлшеудің салыстырмалы әдісі неге негізделген?
3. Жұқа қабатты препараттардың белсенділігін өлшеудің абсолютті әдісінің мәні неде?
4. Жұқа қабатты препараттардың белсенділігін өлшеудің салыстырмалы әдісі нені анықтайды?

Сабақ №31.

VI бөлім. Геологиялық объектілерді талдау.

Тақырып 6.1: Геологиялық объектілерді талдау

Геологиядағы математикалық әдістер – геологиялық зерттеулерде математикалық әдістерді қолдану нәтижелердің қайта жпaнғырылуын қамтамасыз етеді, материалдың көрсету формасын максималды ыңғайлауға мүмкіндік береді, және оны өңдеуді қатаң, логикалық қарсылықсыз ережелермен сәйкес жүргізуге мүмкіндік береді.

Геологияда математикалық әдістерді қолдану екі мақсатты аспектімен түйіседі: 1) геологияның қолда бар теориялық көрсетілімдерінен және үлгілерінен іс жүзіндегі қорытындыларды алумен; 2) геологияның теориялық көрсетілімдері мен үлгілерін жақсартумен.

Геологиялық жұмыстардың іс тәжірибесіне математиканы енгізу 4 өзара аралас негізгі бағыттарға тәуелді:

- 1) бақылаударың сандық нәтижелерін өңдеуге (математикалық статистика теориясының әдістері, математикалық талдау, ойындар теориясы, геометриялық әдістер);
- 2) сапалық сипаттамалар зерттеулеріне (математикалық логика, қолданбалы кибернетика);
- 3) геологиялық үрдістерді қайт жаңғырту және болжауға (әр түрлі математикалық аппараттарды қолданып үлгілеу);
- 4) геологиялық ақпаратты жинау, сақтау, іздеу және өңдеу үрдістерін оптимизациялауға (ақпарат теориясы және техникалық құжаттандыру).

Математизациялау әсері екі негізгі тапсырманың шешілу нәтижесіне тәуелді бағалаған мақсатты деп танылады – ғылыми (теорияны жасау, қорытындылардың сенімділігін жоғарлату, зерттеушінің жұмысында субъективті элементті барынша азайту) және экономикалық (бекітулердің оперативтілігі, жүзеге асырылатын жұмыстарға жұмсалатын уақытты азайту және олардың бағасын төмендету).

Сабақ №32.

Тақырып 6.2: Материалдарды талдауға дайындаудың негіздері

Жоспар:

1. Геоэкологиялық зерттеулердің кезеңдері.
2. Зертханалық әдістер
3. Химиялық талдауды сынама алу
4. Газ сынамасын алу
5. Сұйық заттар сынмасын алу
6. Қатты заттың сынамасын алу
7. Материалдарды химиялық талдауға дайындау.

1 Геоэкологиялық зерттеулердің кезеңдері.

Геоэкологиялық зерттеулер үш кезеңнен өтеді:

- Дайындық

- Далалық
- Камералдық

Жұмыстардың **дайындық кезеңі** мыналардан тұрады:

- Геология, геохимия, геофизика, разионды үрдістер, топырақтардың, жерасты және жерүсті суағарларының сипаты, атмосфераның, гидросфера мен литосфераның ластануы, ластанушы, соның ішінде радиоактивті заттардың тасымалдануы, халық денсаулығының жағдайы және т.с.с. туралы бар ақпаратты жинау, қорыту және талдау;
- Техногенді объектілер (орналасуы, технологиясының ерекшеліктері, қалдықтары және т.с.с.) туралы материалдар жинау;
- Түрлі масштабтағы аэро- және ғарыштық түсірімдерді мерзімді бажайлау.

Жиналған материалдарды өңдеудің нәтижесінде алдын ала жұмыс карталары құрылады, бақылау бөлікшелері ажыратылады, жұмыстардың түрлері мен көлемдері негізделеді, жоба құрылады. Жоба алдағы зерттеулердің ең тиімді тәсілдерін, озық технологияларды, прогрессивті әдістемелерді көздеу керек.

Іс жүзіндегі материалды жинау **далалық кезеңде** жүргізіледі, ол геологиялық ортаның жағдайын аэро бақылаудан, жерүсті бағытжолдардан, геохимиялық, радиометрлік, гидрогеологиялық және инженерлік-геологиялық зерттеулерден тұрады. Жұмыс барысында топырақ және жерасты суларының, түп түзілімдерінің, өсімдіктердің, атмосфералық ауаның, жауын-шашындардың, қар жамылғысының сынамалары іріктеледі.

Жұмыстардың **камералдық кезеңінде** жиналған сынамалар талданады, алынған нәтижелер өңделеді, карталар жасалады және қоршаған ортаға экологиялық баға беріледі.

2 Зертханалық әдістер.

Сынамаларды сақтау, тасымалдау және зертханалық зерттеулерге дайындау жағдайлары мемлекеттік стандарттардың талаптарына сай келу керек.

Литохимиялық сынамаларды іріктеу далалық базаларда орындалады (сынамаларды тазартады, кептіреді, сорттайды және ұсақтайды). Бұдан кейінгі өңдеу зертханада жүргізіледі, мұнда оларды үгітеді, 1 мм. елегіш арқылы елейді және 0,1 мм. дейін майдалап, химиялық талдауға жіберіледі.

Түп түзілімдерінің сынамалары кептіріледі, үгітіледі, еленеді және майдаланады. Су фазасын гидрохимиялық талдауға алады.

Іріктелген сынамалардың химиялық құрамы түрлі химиялық және физикалық-химиялық әдістермен талданады: эмиссиялық, спектрлік, атомды-абсорбциялық, рентген-флуоресцентті, нейтрон-активациялық және тағы басқалары.

Табиғи радиоактивті элементтердің (уранның, торийдің) мөлшерін рентген-спектрлік әдіспен анықтайды. Уранның жылдам қозғалмалы формалары люминисцентті және лазерлі талдаулармен зерттеледі. Калий 40, жалынды фотометрия немесе атомды абсорбция көмегімен табылатын, калийдің жалпы мөлшері бойынша есептейді. Радийді радиохимиялық әдістермен немесе кешенді нейтрон-активациялық әдіспен, цезий 137 – гамма-спектрометрлік әдіспен өлшейді.

Бейорганикалық заттар атомды-абсорбциялық әдіспен, спектрлі фотометриялық әдіспен, ионды хроматографиямен және т.б. талданады. Органикалық заттар титриметрия, спектрофотометрия әдістерімен, инструменталды хроматографиялық әдістермен анықталады. Пестицидтерді анықтау үшін газды және сұйықтық хроматографияны қолданады.

Атмосфералық ауаны зерттеуді газды-хроматографиялық және кулонополюграфиялық әдістермен және лазерлі және газды талдағыштардың көмегімен жүргізеді.

Эмиссиялық – спектрлік талдау – спектрлік аспаптардың көмегімен (спектрографтар, спектрофотометрлер) заттың спектрі бойынша оның химиялық құрамын анықтау әдісі.

Әдістің артықшылығы оның минималды шығынында (бірнеше мг.) бір сынамадан элементтердің айтарлықтай санын бір мезетте анықтау мүмкіндігі болып табылады.

Бұл әдіс топырақтардың, жыныстардың, түр шөгінділерінің, қар жамылғысының, сулар мен өсімдіктердің сынамаларындағы барлық дерлік элементтерді сандық және сапалық анықтауды жүргізу болып табылады.

Жоғары дәлдікке ие, бір мезетте макро- және микрокомпоненттерді анықтайтын, атомды-эмиссиялық әдіс ең тиімді болып табылады.

Рентгенофлуоресцентті әдіс аз шығында айтарлықтай жоғары өнімділікпен сипатталады. Ол аэрозольдерді, табиғи және қарқынды суларды, өсімдіктерді зерттеу үшін қолданылады. Су және топырақ сынамаларын алдын ала сорбция, күлдеу әдістерімен байытады.

Радиохимиялық әдіс ауадағы, судағы, қардағы, тыңайтқыштардағы, түп шөгінділеріндегі, өнімдердегі, өсімдіктердегі ластағыштарды анықтауға арналған. Талдаулардың мәліметтері бойынша экологиялық қауіптілік дәрежесі есептеледі, карталар жасалады және т.с.с

III. Химиялық талдауды сынама алу және дайындаудан бастайды. Талдаудың барлық сатылары өзара байланысты. Егер талдау үшін сынама алу немесе дайындау дұрыс өткізілмеген болса, онда дәл өлшенген сигнал (Мысалы, Д, ЭДС, I) анықталатын коспонет туралы дұрыс ақпарат бермейді. Көп жағдайда химиялық талдауға сынама алу және дайындау алынған нәтижелердің сапасын, аналитикалық циклдың ұзақтығын, еңбек салудың күшін шектейді. Сынама алу және дайындау тек талданатын объектінің табиғатына ғана емес, аналитикалық сигналды өлшеу тәсіліне де байланысты. Талдау өткізу кезіндегі сынама алу және дайындаудың тәртібі мен тәсілдері өте маңызды болып табылады. Оларға мемлекеттік стандарт жазылады.

Сынама алу

Талдау жасау үшін әдетте, орташа сынаманы алады. Бұл талданатын объектінің үлкен емес бөлігі. Оның орташа құрамы мен қасиеттері толығымен зерттелетін объектінің орташа құрамы мен қасиеттеріне сай болуы керек.

Сынаманың үш түрін ажыратады: генералды, зертханалық, талданатын сынама. Генералды (кейде үлкен немесе бастапқы) сынама талданатын объектіден алынады. Ол үлкен, әдетте, 1-50 кг, кейбір объектілер үшін (мыс, кен) кейде 0,5-5 құрайды.

Генералды сынаманы қысқарту арқылы одан зертханалық сынаманы алады (әдетте, 25-гр – 1кг). Зертханалық сынаманың бір бөлігін алдын ала зерттеулер үшін қолданылады, басқасын, келешектегі мүмкін болатын орбитражды талдаулар үшін сақталынады, үшіншісін, талдау үшін қолданады (талданатын сынама).

Қажетті болса сынаманы ұсақтайды және орташалайды. Талданатын сынама үшін коспоненттің бірнеше анықталуын өткізеді: Бөлек жүктерден 10-1000 мг (талданылатын зат қатты болса) немесе аликвоттардан (талданатын объект сұйық немесе газ). Талданатын сынама көрсеткіш болу керек. Жиі жалпы химиялық талдаудың қателігі сынама алудағы қателікпен анықталады және осы сатыдағы қателікті бағаламай талданатын объектідегі компоненттің дұрыс анықталмағандығы туралы айтуға болмайды.

Материалдың сынама үшін көп алынуы материалдың көрсеткішлігіні де жоғарлатады. Бірақ та өте үлкен сынамамен жұмыс істеу қиын, бұл талдаудың уақытын және оған жұмсалатын шығынды ұлғайтады. Сонымен, сынама алуды ол көрсеткішті және онша үлкен емес болатындай істеу керек. Сынама алу тәсілдері және сынамның мөлшері талданатын объектінің физикалық және химиялық қасиеттерімен анықталады. Сынама алу кезінде :

1. Талданатын объектінің агрегаттық күйіне қарау керек (газдар және сұйық заттар, қатты заттарға сынама алу тәсілдері түрлі болады)
2. Талданатын материалдың біртектілігіне назар аудару керек.
3. Зерттелетін объектінің табиғатына және талдаудың тапсырмасына қарай, талданатын объектінің толық массасындағы компонент мөлшерінің сұрайтын нақты бағалануына қарау керек.

Объект құрамсының және анықталатын компоненттің енетіндігінің өзгеру мүмкіндігіне қарай сынама алу тәсілін дұрыс таңдау керек.

Газ сынамасын алу тәсілі

Газ және газ қоспаның біртектілігінің дәрежесі жоғары: біртексіздік молекулярлық деңгейінде көрінеді. Осы себептен генералды сынама үлкен емес және сынма алу үлкен қиыншылықтарды туғызбайды. Сәйкес жабатын сұйқ заты бар бюреткамен немесе вакуумды өлшеуіш колба көмегімен газдың көлемін өлшеп, газ сынамасын алады, газды төмен температурыды түрлі типті ұстағыштарда жинақтайды. Газ сынамасын жабық ыдыстан және ағыннан алу тәсілдері әр түрлі. Жабық ыдыста газ сынамасын ір түрлі нүктелерде алады. Тапсырмаға қарай газ көлемін араластырады немесе әр сынаманы талдайды. Газ ағынынан сынама алғанда әдетте, бойлықты ағын және көлденең кесулер тәсілдері қолданылады. Ағын бойында газ құрамы өзгермейтін болса, бойлықты ағын әдісін қолданады. Ал газ құрамы ағын бойында өзгерсе онда сынаманы ағын бойында анықталған қашықтарда алады (трубалардағы арнайы тесіктер арқылы).

Талданатын газдар құрамы уақыт өтуіне байланысты жиі өзгертіндігіне байланысты қажетті ақпаратқа байланысты, әр уақытта алынған сынаманы орташалайды немесе бөлек газ көлемдерін талдайды.

Сұйық заттар сынамасын алу.

Гомогенді және гетерогенді сұйықтық с а тәсілдері әр түрлі. Гомогенді сұйықтық жоғары біртектік дәрежесімен ерекшеленеді, осы себептен, с а тәсілдері қарапайым. Гомогенді сұйықтық сынамасын тиісті пипеткалар, бюреткалар, өлшеуіш колбалардың көмегімен алынады. Бір ыдыстағы сұйықтың сынамасын алуды жақсылап араластырғаннан кейін ғана өткізеді.

Гомогенді сұйықтықты ағыннан алуды анықталған уақыт сайын және де әр түрлі орындарынан өткізеді. Бірдей емес тереңдіктегі сынама алу үшін арнайы құрылғыларды қолданады. Әр түрлі құрылымды батометрлер. Батометрдің негізгі бөлігі сыйымдылығы 1-3л цилиндрлік құбыр (үстінен және астынан қақпақшалармен жабылады). Сұйықтықтың белгіленген тереңдікке цилиндрді апарғаннан кейін цилиндр қақпақшаларымен жауып сынамасы бар құбырды шығарады. Сынама алудың орны мен уақытын шешілетін тапсырмаға байланысты таңдайды.

Гетерогенді сұйықтықтың сынамалары тек көлеміне емес, массаға қарай алынады. Сынама алу үшін кей бір жағдайларда сұйықтықты гомогенездейді, ал басқа жағдайларда керісінше оның толық бөлек қабаттарға бөлінуіне жетеді. Егер сұйық зат гомогенездесе, онда оны бөлек қабаттарға бөліп әр фазадан сынаманы алады. Сұйықтың табиғатына және шешілетін тапсырмаға қарай талдау тәсілі және сынама алу уақыты мен өлшем өзгеруі мүмкін. Сұйықтың генералды сынаманың өлшемі, белгілі шектерде өзгерсе де, бірақ әдетте үлкен емес және бірнеше литр немесе килограммнан аспайды.

Қатты заттың сынамасын алу.

Сынаманың оптималды массасы талдау объектісінің біртексізділігімен және талдаудың дәлдігі мен әдетте сынама алудағы анықталатын қателігіне қойылатын талаптармен түсіндіріледі

Көрсеткіш сынаманың массаның біртексіз бөлшектердің өлшемімен байланысты:

d, mm	40-50	25	10	5	3	2	1
Q, kg	50-3*10 ³	10-700	2-100	0,5-25	0,2-10	0,1-5	0,02-1

Көрсеткіш сынаманың оптималды массасын есептеу үшін Ричердс-Чечот формуласын: $Q=Kd^2$ пайдалынады

Q-сынаманың көрсеткіштігін қамтамасыз ететін сынама массасы, кг.

d-біртексіз бөлшектердің ең үлкен диаметрі, мм.

K-пропорциональдіктің эмпирикалық коэффициенті, 0,02-1 аралығында өзгереді.

Тұтас қатты объектінің сынамасын алуда, ол біртексіз болу мүмкіндігін есте сақтау керек.

Себілетін заттың сынамасында түрлі өлшемдегі бөлшектер болу керек. Себілетін заттың сынама алу кезінде зерттелетін объектінің массасын араластырып сынаманы ыдыстың әр жерінде және әр тереңдігінде арнайы құралды пайдаланып алады. Егер де объект транспорттелсе(жылжымалы болса), онда сынама транспортерден бірдей уақыт аралығында алынады, басқа транспорттеу тәсілінде, мысалы талданылатын затпен толтырылған әр оныншы күректен, тачкадан алады.

Генералды (немесе зертханалық) сынама алудан кейін гомогениздеу процессін өткізеді(ол ұнтақтау процессін қамтиды).

Келесі сынама алу сатысы-орташалау, аралыстыру және қысқарту амалдарын қамтиды.

Сынама қысқарту- қайтадан араластыру және бөлшектенуді қосатын көп сатылы процесс. Талдау объектісінің көлемін біртіндеп азюы нәтижесінде алынатын генералды және талданылатын сынамалардың өлшемінің есептеуінің негізінде қысқарту дәрежесі алдын ала анықталған болу мүмкін.

Сынама алу және сақтау процессінде анықталатын компоненттің жоғалтуы, ластану,химикалық құрамының өзгеруі мүмкін. Мыналардың барлығы жалпы талдаудың қателігінің ұлғаюына әкеледі.

1. шан түріндегі жоғалту.
2. ұшқыш заттарды жоғалту.
3. адсорбция нәтижесіндегі жоғалту.
4. құрамды өзгертетін химикалық реакциялар.
5. сыртқы ластаулармен түсіндірілетін қателіктер.

Сынаманы талдауға дайындық.

Сынаманы талдауға дайындаудағы үш негізгі сатысын бөлуге болады:

1. кептіру.
2. ыдырау.
3. бөгет жасайтын компоненттердің әсерін жою.

Сынамалардағы су. Үлгілердің кептіруі.

Талданылатын үлгінің құрамында мыналар болу мүмкін:

- химикалық байланбаған су
- химикалық байланысқан су

Объектінің құрамының дұрыс тұрақтануы және шығаратын нәтижелерді алу үшін үлгідегі ылғалды толығымен жою қажет.

Талданатын үлгіні әдетте ауада немесе 105-120°C кептіргіш шкафта құрғатады. Кептірудің уақытын және температурасын тәжірибелік жолмен анықтайды.

Алғаш алынған заттың құрамын анықтау үшін кептіру нәтижесіндегі жоғалған массаны анықтау керек. Суды газды сұйықтық хроматография әдісімен немесе ИК-спектроскопия көмегімен, гравиметрикалық тура немесе жанама әдіспен анықтауға болады.

Үлгілердің ыдырауы. Сынаманың ертіндіге айналдыру.

Аналитикалық сигналды өлшеу үшін алдын ала ыдыраусыз талданылатын сынаманы қолданатын талдау әдісі бар. Талдау әдістерінің көбінде алдын ала анықталатын компоненттің ертіндіге айналдыруы керек.

Ыдырау тәсілдері «құрғақ» және «сулы» болып бөлінеді.Біріншісіне термикалық ыдырауды, түрлі заттармен араласып балқу;екіншісіне талданылатын сынаманың түрлі еріткіштердегі еріту.Химикалық анализдің схемасын негіздеуінде бір неше факторды есте сақтау керек және сынама ыдырау тәсілін таңдау және оның компоненттерін ертіндіге айналдыру осы факторлармен байланысты. Объект негізінің органикалық немесе бейорганикалық табиғатына, үлгінің химикалық құрамына, анықталынатын компоненттің химикалық қасиеттеріне назар аударады.

Еріту.Еріткіш сынаманы жылдам еріту және де келесі талдау сатыларында бөгет жасамау керек.

Үздік еріткіш су болып табылады. Кейде суға көп емес қышқыл қосады,оны гидролизге және кей бір металл катиондарының тұнбаға түсуге жол бермеу үшін істейді.

Органикалық қосындыларды еріту үшін органикалық еріткіштерді қолданылады.

Сынаманы ыдыраудың «сулы» тәсілі жүзінде түрлі қышқылдар мен қыздыру кезінде катализаторлар мен олардың қоспаларын қолданады және тиісті материалдан жасалынған құбырды пайдаланады.

Ыдыраудың «кұрғақ тәсілін» таңдау объект тапсырмасымен және табиғатымен анықталады. Термикалық ыдырау –газ тәрізді фазасының бір немесе бір неше компоненттердің пайда болуымен жүретін, қыздыру кезіндегі ыдырау. Талданылатын заттың ыдырау нәтижесінде өтпелі және соңғы заттар пайда болады.Олар бастапқы қосылыстың құрамы мен құрылысын сипаттайды және оның мөлшерін анықтауда қолдануы мүмкін.

Бейорганикалық заттардың талдауында сынаманы құрғақ тәсілмен ыдырау әдісі ретінде балку әдісі қолданылады.

Балку кезінде жіңішке ұсақталған үлгіні 8-10рет еселенген реагент артық мөлшерімен араластырып мөлдір балқыма болғанша дейін қыздырады.Суытып болғаннан соң қатқан массаны суда немесе қышқылда ерітеді.

Спекание-сынаманың компоненттердің қосылған реактивтермен жоғары химикалық туыстығында;диффузияда;алмасу реакцияларында негізделген.

Спекание сынама ыдырауды тезрек және жеңілдірек және де ластануының азаюына әкеледі. Спеканиені әдетте сілті металлдардың карбонаттарымен және магний оксидінің, кальций және цинк оксидтерінің көмегімен жүргізеді.

Бақылау сұрақтары:

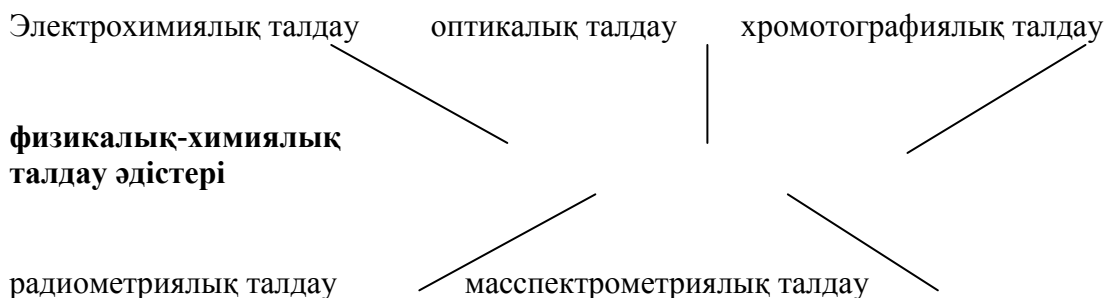
- 1.Химиялық талдауға қандай сынамалар алынады?
2. Сұйық зат сынамаларын алуға қойылатын талаптар
3. Сынама алу тәсілдерін ата
4. Сынаманың қандай түрлері бар?

Сабақ №33.

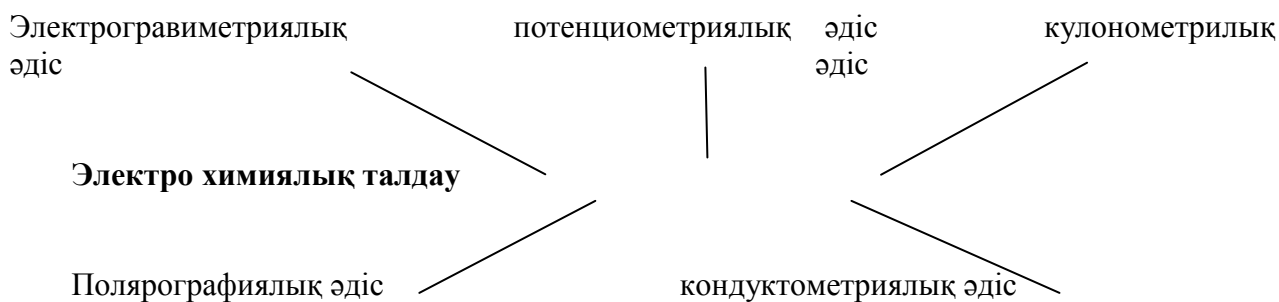
Тақырып 6.3: Химиялық және физико-химиялық талдау.

Жоспар:

1. Физика-химиялық талдау әдістерінің жіктелуі
2. Электрохимиялық талдау әдістері;
3. Талдаудың оптикалық әдістері;
4. Хроматографиялық талдау әдістері;
5. Талдаудың радиометриялық әдістері;
6. Талдаудың масс-спектрометрлік әдістері.



1. **Электрохимиялық талдау әдісіне** зерттелетін заттың электрохимиялық қасиетін анықтауға негізделген, оларға мына тәсілдер жатады.



Электрохимиялық әдістер талданатын объектілердің электрохимиялық қасиеттерін өлшеуге негізделген. Электродтың үстіне немесе электрод қасындағы кеңістікте өтетін үрдістер талданатын ерітіндінің концентрациясымен функционалды байланысты. Электрохимиялық әдістер тура және жанама әдістерге бөлінеді. Тура әдістерде ток күшінің, потенциалының, кедергісінің және т.б. анықталатын компонентке тәуелділігін пайдаланады. Ал жанама әдістерде ток күшін потенциалды, кедергіні анықталатын компоненттің қолайлы титрантпен титрлеуінің соңғы нүктесін табуға пайдаланады, яғни өлшенетін параметрдің титрант көлеміне тәуелділігін пайдаланады.

Кез келген электрохимиялық өлшеуге электрохимиялық тізбек немесе ұяшық қажет, талданатын ерітінді оның құрамдас бөлігі болып табылады. Электрохимиялық ұяшық электролит ерітіндісіне батырылған екі электродтан тұрады.

Бұл әдістерге жатады:

а) потенциометрия, оның негізіне анықталатын ион концентрациясының электродтың тең потенциалына тәуелділігі жатады. Аспаптары - иономерлер және рН-метрлер.

б) кулонометрия, бұл әдіс негізіне Фарадейдің электролиз заңдары жатады. Яғни анықталатын заттың электролизіне жұмсалған электр тогы мөлшері анықталады. Аспаптары - платина электродынан тұратын кулономер.

в) полярографиялық – вольтамперометриялық әдістер. Талдаудың әдістері поляризацияланған индикаторлы электроды және поляризацияланбаған салыстыру электроды бар электролиттік ұяшықта алынған полярограмманы шешуге негізделген. Полярограмма микроэлектродта тотыққан немесе тотықсызданған заттар туралы сапалық және сандық ақпараттарды алуға мүмкіндік береді. Негізгі аспабы – полярограф.

г) кондуктометрия – зерттелетін ерітіндінің меншікті электроөткізгіштігін өлшеуге негізделген. Белгілі бір температурада ерітіндінің электроөткізгіштігі ерітіндінің концентрациясына жуық пропорционалды.

д) электрогравиметрия - ерітінді арқылы электр тогы өткенде электродтарда бөлінген заттардың массасын дәл өлшеуге негізделген. Бұл әдіс қазіргі кезде мысты анықтауды және құрамында қалайы, қорғасын, кадмий, цинк бар мыс қоспаларын талдауда қолданылады.

Талдаудың бұл әдістері геохимиялық, биохимиялық, медициналық және т.б. объектілерде органикалық және бейорганикалық заттарды анықтауда қолданылады. Электрохимиялық әдіс атомды-спектрометрлік әдістермен бәсекелес, бірақ электрохимиялық әдістер олармен салыстырғанда өте эффектілі. Ол (полярографиялық әдіс) тамақ өнімдерінде, табиғи және қалдық суларда ауыр металдарды анықтауда қолданылады. Потенциометриялық әдіс сулы ерітінділерде және топырақ сорындыларында, рН мәнін анықтауда және арнайы электродтар қатысында F, Cl, I, K, Ca, Mg, NO₃, иондары мөлшерін анықтауда қолданылады.

1. **Оптикалық әдістер** талданатын заттардың оптикалық көрсеткіштерін өлшеуге, заттардың атомдары мен молекулаларының электромагниттік сәулеге әсерін, олардың сәулелік энергияны сіңіру немесе шығаруын оқытуға негізделген.

Эмиссионды , Рефрактометриялық әдіс Жалынды әдіс спектральды әдіс
Фотометриялық әдіс

Оптикалық талдау әдістері

Поляриметриялық әдіс
Нефелометриялық әдіс

Турбидиметриялық әдіс
спектральды әдіс

Адсорбционды,

а) эмиссиялық-спектрлік талдау түрлі заттардың шығару спектрлерінің немесе эмиссиялық спектрлерінің сәулеленуін өлшеуге негізделген. Ол үшін талданатын заттың сынамасын горелка жалынында, электрлік доғада және жоғары вольтті 7000°C ұшқында жағу қажет. Аспаптары атомды-эмиссиялық спектрофотометр, спектрографтар, стиллометрлер, жалынды фотометр. Бұл әдіс және аспаптар агрохимиялық топырақ зерттеулерінде сілтілік және сілтілік-жер металдардың құрамын анықтауда, химия өнеркәсібінде, биологияда, медицинада, қоршаған ортаны бақылауда: табиғи және ағын суларды, тамақ өнімдерін қолданылады.

б) Абсорбциялық спектрлік талдау – талданатын заттардың сіңіру спектрлерін оқуға негізделген. Әрбір зат белгілі жарық мөлшерін сіңіреді және ол ерітінді концентрациясына тәуелді болады.

- спектрофотометрия – көрінетін ультра күлгін және инфрақызыл спектр аймағында белгілі толқын ұзындығында талданатын затпен монохроматты (жарық) сәулеленуді сіңіруді оқытады. Аспаптары – СФ-26, СФ-46.

- Фотоколориметриялық талдау әдісі талданатын ерітіндімен монохроматты емес жарықты өлшейді. Аспаптары – КФК-2, КФК-3. Бұл әдістер табиғи және ағын суларды, агломерациялық фабрикаларды, өнеркәсіп орындарын бақылауда, жер асты суларын цианидтер, мыс, темір (нитриттер, нитраттар, темір, мыс, аммоний иондары, мырыш, фосфаттар, түсі, лайлылығы) құрамына зерттеуге, ауаны- CO_2 , SO_2 , NO_2

Зерттеуде кең қолданылады.

- Атомды – абсорбциялық әдіс анықталатын элемент атомдарымен стандартты жарық көзінен түсірілген жарықты сіңіруді өлшеуге негізделген.

Әдіс металлургияда, тау – кен ісінде, химия және агрохимия өнеркәсібінде, экологиялық зерттеулерде, тамақ өнеркәсібінде, биохимияда, медицинада қолданылады.

Агрохимиялық қызметте атомды-абсорбциялық талдаулар Na, K, Ca, Mg дің топырақтағы алмасу иондарын анықтауда пайдаланылады.

Әдіс – экологиялық зерттеулерде топырақтың Pb және Ni мен ластануын зерттегенде қолданылады. Экологиялық зерттеулерде топырақтағы минералды заттардың нақты дәл мөлшерін анықтауды да қолданылады. Өсімдік минералдарында (құрғақ және сулы күлдеу әдісінен кейін) атомды – абсорбциялық әдіспен құрамындағы микроэлементтердің: Zn, Cu, Mn, Fe, Mg мөлшері анықталады.

Тамақ өнімдерінде металлдар пайдалы минералды зат түрінде немесе артық мөлшерде зиянды элемент ретінде болуы мүмкін.

Металлдардың іздерін жемістерде, жеміс шырындары мен сусындарда анықтайды.

- Хроматографиялық әдіс – Сорбциялық әдістермен көпкомпонентті газдарды, буларды, сұйықтарды немесе ағынын сорбенті бар бағанадан өткізу арқылы.

Бұл кезде құрамы ұқсас заттар сорбенттермен түрлі сіңіріледі, таңдаулы адсорбция жүреді. Хроматография химиялық талдауда микроэлементтерді анықтауда, қоршаған ортада пестицидті қоспаларды анықтауда өте эффектілі. Ластанған ауаның талдауында қоспаның сапалық құрамы туралы мәліметтерді алуға болады. Ағын суларда СЖЗ, фенолдарды, пестицидтерді, гербецидтерді, мұнай өнімдерін анықтауға болады. Хроматографиялық әдіс тағам өнімдерінде барлық негізгі қосылыстарды сандық және сапалық анықтауға, тағамдық құндылығын анықтауға және тамақты ластаушыларды анықтауға мүмкіндік береді.

Аспаптары – ЛХМ-8МД, «Цвет», «Миллихром»

- Радиометриялық әдіс элементтердің Радиоактивті сәуле шығаруын өлшеуге негізделген. Қазіргі кезде өндірісте және геологиялық қызметтерде, тамақ өндірісі өнеркәсіптерінде (еткомбинаты) талдаулар жүргізуде қолданылады.

- Масс-спектрометриялық әдіс талданатын заттың атомдары мен молекулаларының ионизациялануына және түзілген иондардың кеңістікте белгілі уақытта бөлінуіне негізделген. Бұл әдіспен элементтердің изотоптық құрамын және олардың массасын өлшеп анықтаймыз. Қазіргі кезде ядро, атомдардың массасы және изотоптардың табиғатта таралуы жайында ақпарат беретін негізгі әдістердің бірі. Негізгі және қосымша сәулеленуінің массалар қатынасы арқылы тау кендерінің геологиялық және археологиялық және басқа объектілердің жасын анықтайды. Бұл әдіспен Марс, Венера; жердің атмосферасының жоғарғы қабатының бейтарап, иондық құрамы өлшенген.

Ең маңызды қолданылатын жері – органикалық қосылыстардың құрылымын құрау және идентификациялау.

Осы әдістердің барлығы геологиялық объектілерде қолданыс тапқан. Зертханалар жартылай сандық және сандық талдаулар жүргізеді. Ол кезде атомды-эмиссиялық талдау әдісі, сонымен қатар физикалық әдістер – уран, торий, мыс және т.б. қорғасынды анықтауда рентгенфлюорисцентті әдіс; Fe, Mn, Sn, Cu, W анықтауда радиометриялық әдіс; тантал, бериллий, цезий, уран, калийді анықтауда масс-спектрометрлік әдістер қолданылады.

Микро- және макрокомпоненттердің мөлшерін анықтауда оптикалық және электрохимиялық әдістер қолданылады.

Бақылау сұрақтары:

1. Электрохимиялық әдістерге қандай әдістер жатады?
2. Электрохимиялық әдістердің әрекет ету принципі неге негізделген?
3. Оптикалық әдістерге қандай әдістер жатады?
4. Эмиссиялық спектрлік талдаудың мәні және қолданылуы.
5. Абсорбциялық талдау мен спектрофотометриялық әрекет ету принципі неге негізделген?
6. Оптикалық әдістер қайда қолданылады?
7. Талдаудың Хроматографиялық әдістерінің мәні қандай?
8. Радиометриялық және масс-спектрометриялық әдістер неге негізделген?
9. Физико-химиялық әдістер қайда қолданылады?
10. Талдаудың әдістерінде қолданылатын аспаптарды атаңыз.
11. Физико-химиялық талдау әдістері .
12. Электрохимиялық талдау әдістері және анықтамасы

Қолданылған әдебиеттер тізімі.

- 1.**Алексеевский В.Б., Бардин В.В., Бойчинова Е.С., Булатов М.И., Калинин И.П., И-М.А. Кедринский, В.И.Мосичев, Г.И. Николаев. Талдаудың физикалық-химиялық әдістері. ЖОО-на арналған тәжірибелік нұсқау, оқу құралы. Л.:Химия, 1988.
- 2.**А.Т. Пилипенко, И.В. Пятницкий. Аналитикалық химия. Екі кітап. М.:Химия, 1990.
- 3.**Ю.А. Золотов, Е.Н.Дорохова, В.И. Фадеева. Аналитикалық химия негіздері. Екі кітап. ЖОО-на арналған оқулық. М.: Высшая школа, 1999.
- 4.**А.П. Крешков. Аналитикалық химия негіздері. Екі кітап. ЖОО-на арналған оқулық. М.:Химия, 1970.
- 5.**И.К.Цитович. Аналитикалық химия курсы. ЖОО-на арналған оқулық. М.: Высшая школа, 1972.
- 6.**В.Ф. Барковский, С.М. Горелик, Т.Б. Городенцева. Талдаудың физикалық-химиялық әдістері бойынша практикум. АОО-на арналған нұсқаулық. М.: Высшая школа, 1963ж.
- 7.**М.М. Кустанович. Спектрлік талдау. М.: Наука, 1988.
- 8.**И.Н. Ляпунов, К.И. Гуревич. Талдаудың физикалық-химиялық әдістері.
- 9.**Талдаудың физикалық-химиялық әдістері бойынша практикум. (О.М. Петрухиннің редакциясымен). М.: Химия, 1987.
- 10.**Б.Г. Орешникова Спектрлік талдау. М.: Высшая школа 1982ж.
- 11.**В.Ф. Барковский, Т.Г. Городничева, Н.Б. Попова Талдаудың физикалық-химиялық әдістерінің негіздері – М.: Высшая школа, 1983ж.
- 12.**П.К. Агасян, Е.П. Николаева. Талдаудың электрохимиялық әдістерінің негіздері – М.: Издательство МГУ, 1986ж.
- 13.**Старков В.Д. Радиационная экология / В.Д. Старков, В.И. Мигунов. – Тюмень: ФГУ ИПП «Тюмень», 2003. – 304 с.
- 14.** Ионизирующее излучение. Радиационная безопасность: нормы радиационной безопасности (НРБ-99). СП 2.6.1. 758-99. – М.: Минздрав России, 1999.
- 15.** Леухин А.В. Исследование содержания радионуклидов в объектах окружающей среды методом гамма- и бета-спектрометрии: вопросы экологии, региональный аспект: матер. пост. действ. Всероссийской междисциплинарной научной конференции с международным участием / А.В. Леухин, Г.А. Ситников, А.Р. Сазонов, А.М. Андреев. – М.; Йошкар-Ола: Изд-во МарГТУ, 2004. – Ч. 2. – С. 139-141.