**Качин, Сергей Васильевич.**

## Сорбционные эколого-аналитические системы в анализе вод и воздуха : диссертация ... доктора химических наук в форме науч. доклада : 02.00.02. - Красноярск, 2004. - 54 с. : ил.; 20х19 см.

## Заключение диссертациипо теме «Аналитическая химия», Качин, Сергей Васильевич

ВЫВОДЫ

1. Предложены новые аналитические схемы пробоподготовки при концентрировании микрокомпонентов в анализе вод и воздуха, обеспечивающие заметное повышение чувствительности и точности аналитических измерений при меньших затратах времени по сравнению с обычно рекомендуемыми способами. Для устранения помех от органического углерода при концентрировании и последующем определении микроколичеств металлов в поверхностных и шахтных водах атомно-абсорбционным и рентгенофлуо-ресцентным методами предложен унифицированный способ подготовки пробы путем каталитического озонолиза-фотолиза, устраняющий влияние гуми-новых и фульвокислот. Установлено, что нижние границы определяемых содержаний микроколичеств металлов при использовании предлагаемого способа унификации пробы, как правило, существенно ниже ПДК соответствующих металлов в поверхностных водах. В газовом анализе показана эффективность использования вращающегося ТЧЭ.

2. На основании систематического исследования сорбционных свойств органополимерных ионитов с различной структурой полимерного каркаса и строением функциональных групп, целлюлоз, кремнеземов значительно расширены области их использования для выделения, концентрирования и определения различных веществ. Комбинацией низкоосновных анионитов пористой и гелевой структуры с функциональными группами гек-саметиленимина и циютогексиламина найдены условия количественного разделения рения(УИ) и молибдена(У1) в хлоридно-сульфатных и нитратных растворах. Эффективность разделения обеспечивается селективностью извлечения рения(УП) и недоступностью функциональных групп непористых анионитов для полианионов молибдена(\Т). Разделение никеля(П) и марган-ца(П) успешно проведено с использованием макросетчатого амфотерного ионита АМФ-2Т. Вследствие того, что сорбция ионов никеля из растворов мар-ганца(И) протекает с координационным взаимодействием, а при поглощении марганца(Н) хелатных комплексов не образуется, в диапазоне рН 3,5-5,0 удается провести полное разделение этих ионов. Для селективного выделения вольфрама и последующей конверсии вольфрамат-ионов до вольфрамата аммония предложены аниониты на основе макропористых сополимеров мети-лакрилата с длинноцепочными сшивающими агентами, которые обладают в 2-5 раз большей обменной емкостью по вольфраму(У1), чем известные аниониты пористой структуры на стироловой основе с дивинилбензолом. Полнота ионного обмена обеспечивается макропористой структурой анионитов, величина пор которых соизмерима с размером полианионов вольфрама(У1). Высокую степень извлечения родия(Ш) из слабокислых растворов (до 97%) обеспечивает полифункциональная группа ионита АНС-80 (аминная и карбоксильная составляющие, серосодержащий сшивающий агент). Галлий(Ш) извлекается из щелочных растворов сильноосновным анионитом поликонденсационного типа непористой структуры АВ-16. Установлен состав извлекающихся соединений, а также факторы, определяющие эффективность сорбции и десорбции элементов.

3. С использованием изученных сорбционных систем предложены рациональные способы ионообменного извлечения рения(УП) из отработанных катализаторов, выделения вольфрама(У1) из сульфатных растворов, получаемых в результате переработки вольфрамсодержащего сырья, извлечения галлия(Ш) из растворов пылей глиноземного производства, извлечения никеля(П) из растворов азотнокислого марганца, сорбции родия(Ш) из хло-ридных растворов, обеспечивающие количественную сорбцию ионов металлов, степень десорбции составляет более 99 %.

4. На примере кислотно-основных индикаторов проведены исследования по сорбции модифицирующих органических реагентов на целлюлозах и кремнеземах. Установлено, что в условиях эксперимента сорбция в большинстве случаев протекает в соответствии с уравнением Ленгмюра и не сопровождается заметным взаимодействием сорбируемых молекул между собой или образованием химических связей с поверхностью. Последнее подтверждается сходством спектральных и термодинамических характеристик реагентов в растворе и на поверхности сорбента. Значения предельной емкости сорбентов находятся в пределах п 10"8 - n 10"6 моль/г, что вполне достаточно для взаимодействия с определяемым компонентом в анализируемом воздухе при его содержании на уровне 0,5 ПДК и выше.

5. Разработаны индикаторные составы сорбент-определяемый компонент-реагент для определения рения(УП), молибдена(У1), кобальта(П), никеля(П), меди(П), палладия(И), иридия(Ш), золота(Ш) в растворах, рецептуры ТЧЭ для определения формальдегида, фтористого водорода, оксидов азота, хлористого водорода, аммиака, уксусной кислоты, аэрозолей сильных оснований в газовой фазе. Найдены условия образования окрашенных и лю-минесцирующих соединений в фазе сорбента, изучены основные факторы, влияющие на величину аналитического сигнала. Пределы обнаружения определяемых соединений составляют n- 10"3- n- 10"2 мкг/мл (растворы), n- 10"1 - п мг/м3 (газовая фаза), линейный диапазон определяемых содержаний составляет один - два порядка.

6. Разработан комплекс сорбционно-спектроскопических методик определения рения(УП), молибдена(У1), кобальта(П), никеля(Н), меди(П), палладия(П), иридия(Ш), золота(Ш) в растворах, а также формальдегида, фтористого водорода, оксидов азота, хлористого водорода, аммиака, уксусной кислоты, аэрозолей сильных оснований в газовой фазе, которые апробированы при анализе модельных растворов и воздушных смесей, питьевой во-46 ды, промышленных растворов, золошлаковых отходов, воздуха рабочей зоны ряда промышленных предприятий.

7. Сформулированы и обоснованы подходы к созданию образа современного эколого-аналитического приборно-методического комплекса, максимально адекватного сложности и объемам аналитических задач, реальным условиям организации аналитического контроля основной массы потенциальных природопользователей. В его основе заложено минимальное число многоцелевых методов, позволяющих обеспечить в молекулярном анализе достоверную информацию и селективность определений на уровне изомеров, а в элементном - определение двух-трех десятков одновременно присутствующих элементов при разности их содержаний в 2-3 порядка. В составе комплекса видятся стандартизованные по методическому и аппаратурному признакам пробоотборные устройства, системы пробоподготовки и программный продукт, освобождающий пользователя от рутинных и интеллектуальных усилий для обработки и хранения информации.