

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение  
высшего образования  
«Южно-Уральский государственный университет  
(национальный исследовательский университет)»  
Институт естественных и точных наук  
Факультет «Химический»  
Кафедра «Экология и химическая технология»

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ  
Заведующий кафедрой, д.х.н.  
\_\_\_\_\_ В.В. Авдин  
\_\_\_\_\_ 2020 г.

Исследование оптической плотности растворов солей хрома (VI)

ПОЯСНИТЕЛЬНАЯ ЗАПИСКА  
К ВЫПУСКНОЙ КВАЛИФИКАЦИОННОЙ РАБОТЕ  
ЮУрГУ–18.03.01.2020.052.08.00 ПЗ ВКР

Руководитель работы, доцент  
кафедры, к.х.н.  
\_\_\_\_\_ Т.В. Варламова  
\_\_\_\_\_ 2020 г.

Автор работы,  
студент группы ЕТ-433  
\_\_\_\_\_ Д.И. Курынкин  
\_\_\_\_\_ 2020 г.

Нормоконтролер, доцент кафедры,  
к.х.н.  
\_\_\_\_\_ К.Р. Смолякова  
\_\_\_\_\_ 2020 г.

Челябинск 2020

## АННОТАЦИЯ

Курынкин Д.И. Исследование оптической плотности растворов солей хрома (VI) – Челябинск: ЮУрГУ, ЕТ-433, 2020. – 57 с., 1 ил., 8 табл., 1 граф., библиогр. список – 30 наим.

Выпускная квалификационная работа выполнена с целью определения зависимости оптической плотности растворов солей хрома (VI) от их концентрации. Данная зависимость в дальнейшем используется в исследованиях, проводимых в лаборатории кафедры экологии и химической технологии ЮУрГУ (в частности, при исследовании адсорбционной способности гуминовых веществ), а также при проведении учебных лабораторных работ.

Задачи: выполнить обзор данных о свойствах и аналитическом определении хрома (VI); выбрать наиболее подходящие для исследования оптической плотности методики; подготовить необходимые приборы, реактивы, материалы для анализа, выполнить анализ и обработку полученных результатов; определить вредные факторы и мероприятия по безопасной жизнедеятельности при проведении исследований; рассчитать затраты на проведение исследований.

## ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	8
1 ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР.....	10
1.1 Общие сведения о хроме.....	10
1.2 Физические свойства.....	12
1.3 Химические свойства.....	12
1.4 Применение.....	14
1.5 Оптические методы.....	15
1.6 Фотоколориметрия.....	17
1.7 Фотоколориметр и принцип его работы.....	22
1.8 Градуировочный график.....	26
2 ОСНОВНАЯ ЧАСТЬ.....	30
2.1 Сущность метода.....	30
2.2 Приготовление стандартного раствора.....	32
2.3 Приготовление дифенилкарбазида (индикатора).....	32
2.4 Приготовление раствора серной кислоты 1:1.....	33
2.5 Приготовление анализируемого раствора.....	33
2.6 Приготовление раствора сравнения.....	34
2.7 Определение оптической плотности на фотоколориметре.....	35
3 РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ.....	37
4 БЕЗОПАСНОСТЬ ЖИЗНЕДЕЯТЕЛЬНОСТИ ПРИ РАБОТЕ В ЛАБОРАТОРИИ.....	39

4.1	Общая характеристика научно-исследовательской лаборатории.....	39
4.2	Состав вредных и опасных факторов.....	40
4.3	Мероприятия по обеспечению безопасных условий труда.....	40
4.3.1	Охрана труда при работе в химической лаборатории.....	40
4.3.2	Вредные вещества.....	42
4.3.3	Вентиляция.....	44
4.3.4	Освещённость.....	44
4.3.5	Шум.....	47
4.3.6	Электробезопасность.....	47
4.3.7	Пожарная безопасность.....	49
5	ЭКОНОМИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ.....	51
	ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....	54
	БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК.....	55

## ВВЕДЕНИЕ

Люди подвергаются воздействию хрома при дыхании, еде или питье, а также при контакте кожи с соединениями хрома. Количество хрома в воздухе и воде, как правило, низкое. В питьевой воде количество хрома обычно тоже низкое, но загрязненная вода может содержать опасный шестивалентный хром. Основным путем усвоения хрома для людей является передача его через пищу, так как встречается он в природе во многих овощах, фруктах, мясе, дрожжах и зерновых. Различные способы приготовления и хранения пищи могут изменять содержание хрома в пище. При хранении продуктов в стальных емкостях или канистрах концентрация хрома может возрасти.

Хром (III) является важным питательным веществом для человека. Его недостаток может вызвать заболевания, связанные с нарушением обмена веществ и сердцем. Но при этом, переизбыток хрома (III) может также вызвать негативные последствия для здоровья, в виде сильного раздражения кожных покровов.

Хром (VI) представляет опасность для здоровья людей, в основном, работающих в металлургической и текстильной промышленности. Люди, которые курят табак, также имеют больше шансов подвергнуться воздействию хрома.

Известно, что шестивалентный хром вызывает различные последствия для здоровья. После попадания на кожу, оно может вызывать аллергические реакции, такие как кожная сыпь. При вдыхании хрома (VI) может вызвать раздражение носа и кровотечение из носа. В худшем случае, может вызвать рак легких и смерть.

Поэтому целью данной выпускной квалификационной работы являлся выбор и отработка надежного, доступного лабораторного химического метода анализа, позволяющего определить содержание хрома. Для достижения

указанной цели были поставлены следующие задачи: выполнить литературный обзор – рассмотреть свойства хрома и методы определения; отобрать из рассмотренных в литературном обзоре методы определения хрома подходящие для условий лаборатории; подготовить приборы, реактивы и материалы для проведения анализа; выполнить анализ полученных результатов и выбрать наиболее точную, экспрессную и надёжную методику определения хрома.

## 1 ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

### 1.1 Общие сведения о хrome

Хром — это блестящий, хрупкий, твердый, серебристо-серого цвета металл. Он назван в честь греческого слова "chroma", что означает цвет. Этот элемент производит много красиво окрашенных соединений, а также широкий спектр цветных растворов. Хром также является очень полезным промышленным металлом [1].

Хром является 21-м наиболее распространенным элементом в земной коре, но он не обнаружен в форме свободного металла. Содержание хрома в земной коре составляет от 100 до 300 частей на миллион. Он входит в число 20 среди химических элементов с точки зрения их обилия в земле. Вместо этого он в основном находится в хромитовой руде ( $\text{FeCr}_2\text{O}_4$ ). Хромированные руды добывают сегодня в Южной Африке, Зимбабве, Финляндии, Индии, Казахстане и на Филиппинах. Всего добыто 14 миллионов тонн хромитовой руды. По оценкам, запасы составляют порядка 1 миллиарда тонн с неразработанными месторождениями в Гренландии, Канаде и США. Ведущий производитель хромитовой руды - Южная Африка. Другими важными производителями являются Казахстан, Турция, Индия, Финляндия, Албания и Бразилия. В США нет хромитовых рудников [2].

Хром был обнаружен французским химиком Николасом Луи Вокеленом в Париже в 1798 году. Он был заинтригован ярко-красным минералом, который был обнаружен в сибирском золотом руднике в 1766 году и упоминался как сибирский красный свинец. Минерал был впервые описан в 1766 году немецким минералогом Иоганном Готтлобом Леманом (1719-67). Ученые были озадачены тем, какие элементы содержал этот новый минерал. У него была форма и цвет, которого нет в других минералах. В некоторых случаях он был найден, как некоторые говорили, «прикрепленным как маленькие рубины к кварцу».

Это теперь известно как крокоит и является формой хромата свинца. Воклин проанализировал его и подтвердил, что это свинцовый минерал. Затем он растворил его в кислоте, осадил свинец, отфильтровал его и сосредоточил свое внимание на оставшемся растворе, из которого ему удалось выделить хром. Воклену потребовался год, прежде чем он смог осадить свинец и получить чистый хром. Он смешал хром в различных растворах и был заинтригован многими цветами, которые он производил. Заинтригованный диапазоном цветов, которые он может производить в растворе, он назвал его хромом от греческого слова *chroma*, означающего цвет. Затем он обнаружил, что зеленая окраска изумрудов также обусловлена хромом.

Однако изучение сибирского красного свинца было трудным. Он был добыт только в одном месте в Германии, и шахтерам было трудно достать его. Ученые имели только небольшое количество минерала для изучения. Они предположили, что он содержал свинец, а также мышьяк, молибден или какой-либо другой металл.

В 1797 году Воклен начал свои собственные исследования сибирского красного свинца. Он был убежден, что минерал содержит новый элемент. Ни один из известных тогда элементов не мог объяснить его результаты. Он сообщил о «новом металле, обладающем свойствами, совершенно отличными от свойств любого другого металла».

Год спустя Воклен смог выделить небольшой образец самого металла. Он нагревал древесный уголь (почти чистый углерод) с соединением хрома, триоксида хрома ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ). Когда реакция была завершена, он обнаружил крошечные металлические иголки из металлического хрома:

Название хром было предложено двумя французскими химиками, Антуаном Франсуа де Фуркрой (1755-1809) и Рене-Жюст-Хюй (1743-1822), потому что хром образует очень много разноцветных соединений. Цвета варьируются от фиолетового и черного до зеленого, оранжевого и желтого [1].



## 1.2 Физические свойства

Хром - твердый, серо-стальной, блестящий металл, который легко ломается. Он имеет температуру плавления  $1900\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $3450\text{ }^{\circ}\text{F}$ ) и температуру кипения  $2642\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $4788\text{ }^{\circ}\text{F}$ ). Плотность составляет 7,1 грамма на кубический сантиметр. Одним из важных свойств является то, что хром может быть отполирован до блеска [2].

Хром в элементарной форме проявляет парамагнитные свойства. Недавно было обнаружено, что хром может проявлять различные магнитные свойства в зависимости от его нагрева и охлаждения, что влияет на ориентацию вращения электронов. Соединения хрома, такие как диоксид хрома, считаются ферромагнитными. Ферромагнитные свойства этих соединений позволяют использовать их в ленте данных, способ хранения информации. Хром можно добавлять к другим соединениям, сохраняя его магнитные свойства, и это зависит от количества других элементов в соединении. Например, некоторые соединения из нержавеющей стали являются магнитными в зависимости от количества хрома, который они содержат [4].

## 1.3 Химические свойства

Хром - довольно активный металл. Он не реагирует с водой, но реагирует с большинством кислот. Он соединяется с кислородом при комнатной температуре с образованием оксида хрома ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ). Оксид хрома способствует образованию тонкого слоя на поверхности металла, тем самым защищая его от дальнейшей коррозии [5].

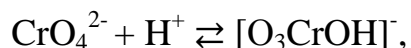
Хром является одним из немногих металлов, который обладает свойством пассивации. Хром самопроизвольно реагирует, образуя тонкий слой оксида, который защищает металл от дальнейшей коррозии. Эта поверхность твердая и неактивная. Это делает хром идеальным для гальванического покрытия других металлов, чтобы защитить их от окисления, и из-за его твердости он

используется для упрочнения поверхности многих объектов, таких как металлические инструменты [5].

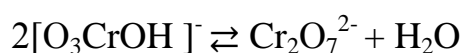
Растворимость соединений хрома меняется в зависимости, прежде всего, от степени окисления. Соединения трехвалентного хрома, за исключением ацетата, гексагидрата хлорида и нитратных солей, как правило нерастворимы в воде. Цинковые и свинцовые соли хромовой кислоты почти не растворимы в холодной воде. Соли щелочных металлов (например, кальция, стронция) хромовой кислоты слабо растворимы в воде. Некоторые шестивалентные соединения, такие как оксид хрома (VI) (или хромовая кислота) и соли аммония и щелочных металлов (например, натрия и калия) хромовой кислоты, легко растворимы в воде. Соединения шестивалентного хрома восстанавливаются до трехвалентной формы в присутствии окисляемого органического вещества. Однако в природных водах, где концентрация восстановителей низкая, соединения шестивалентного хрома более стабильны [3].

Хром проявляет широкий диапазон степеней окисления от -4 до +6, где состояние +3 наиболее стабильно энергетически. Состояния +3 и +6 чаще всего наблюдаются в соединениях хрома. Состояния окисления +1, +2, +4 и +5 относительно редки, реализуются, например, в соединениях  $K_3[Cr(CN)_5NO]$  (+1),  $CrCl_2$  (+2),  $K_2CrF_6$  (+4) и  $K_3CrO_4$  (+5). Состояния окисления -4, -3, -2, -1 и 0 очень редки; примерами являются  $[Cr(CO)_4]^{4-}$  (-4),  $Na_2[Cr(CO)_5]$  (-2),  $Na_2[Cr_2(CO)_{10}]$  (-1) и  $Cr(C_6H_6)_2$  (0).

Координация хрома (VI). При высоких значениях pH хром (VI) может координироваться только с оксидным ионом  $O^{2-}$ . Однако из-за геометрических ограничений  $Cr^{VI}$  не может быть согласован с шестью  $O^{2-}$ . Поэтому координационное число уменьшается до четырех; образуется желтый монокроматный анион  $CrO_4^{2-}$ . При более низком pH его протонирование приводит к образованию аниона монокромата водорода,  $[O_3CrOH]^-$



Последующая реакция конденсации приводит к стабильному оранжевому дихромат-иону  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ .



Четкая тенденция  $[\text{O}_3\text{CrOH}]^-$  образовывать  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  в результате реакции конденсации может быть объяснена высокой кислотностью мономерного аниона, вызванной соседним шестивалентным хромом. Кроме того, конденсация связана с усилением энтропии. Равновесие между  $\text{CrO}_4^{2-}$  и  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  зависит от pH и концентрации хрома. Монохроматный анион преобладает в щелочном ( $\text{pH} > 6$ ) дихроматном анионе в кислых растворах ( $\text{pH} 2-6$ ). При добавлении концентрированной серной кислоты к дихроматам образуется «хромовая кислота» [4].

#### 1.4 Применение

Основное применение хрома - сплавы, такие как нержавеющая сталь, хромирование и металлокерамика. Хромирование когда-то широко использовалось для придания стали полированного серебристого зеркального покрытия. Хром используется в металлургии для придания коррозионной стойкости и блестящей отделки; в качестве красителей и красок его соли окрашивают стекло в изумрудно-зеленый цвет и используют для производства синтетических рубинов; в качестве катализатора окрашивания и дубления кожи; сделать формы для обжига кирпича. Оксид хрома (IV) ( $\text{CrO}_2$ ) используется для изготовления магнитной ленты [1].

Около трех четвертей производимого сегодня хрома используется в сплавах, в том числе из нержавеющей стали. Сплав изготавливается путем плавления и смешивания двух или более металлов. Смесь обладает другими свойствами, чем отдельные металлы. Хром также используется для покрытия поверхности других металлов. Этот метод защищает основной металл и придает поверхности яркий, блестящий вид при низких затратах.

## 1.5 Оптические методы

Оптические методы исследования основаны на применении законов оптики, то есть законов, описывающих природу и механизмы оптического излучения, его распространение и явления, наблюдаемые в результате взаимодействия света с веществом. Другими словами, оптические методы представляют собой физико-химические методы анализа, основанные на оптическом диапазоне шкалы электромагнитных волн [11].

Основная часть современной инструментальной аналитической химии, сосредоточена на изучении энергетического обмена между электромагнитным излучением и веществом. Эти взаимодействия видны невооруженным глазом, когда соответствующие излучения попадают в видимый спектр.

Отсюда можно выделить классификацию оптических методов анализа:

А) по виду исследуемых объектах

- ядерный спектральный анализ
- молекулярно-спектральный анализ

Б) по характеру взаимодействия электромагнитного излучения с веществом

1) абсорбционный анализ:

- атомно-абсорбционный анализ. Атомно-абсорбционная спектроскопия (ААС) представляет собой спектроаналитическую процедуру количественного определения химических элементов, использующую поглощение оптического излучения (света) свободными атомами в газообразном состоянии.

- молекулярно-абсорбционный анализ - Молекулярно-абсорбционная спектроскопия в ультрафиолете (УФ) и видимой области (VIS) касается измеренного поглощения излучения при его прохождении через газ, жидкость или твердое вещество.

- турбидиметрический анализ - Турбидиметрия (название происходит от мутности) — это процесс измерения потери интенсивности проходящего света из-за частиц рассеивающего эффекта, взвешенных в

нем. Свет проходит через фильтр, создавая свет с известной длиной волны, который затем пропускается через кювету, содержащую раствор.

2) эмиссионный спектральный анализ:

- пламенная фотометрия - пламенная фотометрия, более правильно называемая пламенной атомно-эмиссионной спектрометрией, является быстрым, простым и чувствительным аналитическим методом для определения следов ионов металлов в растворе.

- флуоресцентный анализ - люминесценция - это излучение света веществом, не являющимся результатом нагрева; таким образом, это форма излучения холодного тела.

- спектральный анализ с использованием эффекта комбинационного рассеяния света

3) другие методы:

- нефелометрический метод - нефелометрия — это измерение рассеянного света. Этот метод требует специального измерительного прибора, где детектор установлен под углом к падающему световому лучу.

- рефрактометрический анализ. Рефрактометрия — это метод измерения показателя преломления веществ (одного из их основных физических свойств) с целью, например, оценки их состава или чистоты. Рефрактометр — это инструмент, используемый для измерения показателя преломления (RI).

- поляриметрический анализ - Поляриметрия — это измерение и интерпретация поляризации поперечных волн, особенно электромагнитных, таких как радио или световые волны.

- интерферометрический анализ - Интерферометрия — это семейство методов, в которых волны, обычно электромагнитные, накладываются для извлечения информации о волнах.

В) по электромагнитному спектральному диапазону, который используют в анализе:

- спектроскопия (спектрофотометрия) в УФ и видимом спектре.

- ИК - спектроскопия - инфракрасная спектроскопия (ИК спектроскопия) — это спектроскопия, которая работает с инфракрасной областью электромагнитного спектра, то есть светом с большей длиной волны и более низкой частотой, чем у видимого света.

- рентгеновская спектроскопия. Рентгеновская спектроскопия — это общее название для нескольких спектроскопических методов определения характеристик материалов с использованием рентгеновского возбуждения.

- микроволновая спектроскопия. Взаимодействие микроволн с веществом можно обнаружить, наблюдая ослабление или сдвиг фазы микроволнового поля при его прохождении через вещество.

Г) по характеру скачка энергии:

- электронный спектр
- колебательный спектр
- вращательный спектр [11]

## 1.6 Фотоколориметрия

Оценка свойств решения, например, концентрация определенного соединения, основанная на поглощении света определенной длины волны называется фотометрией.

Фотометрический анализ относится к абсорбционным методам, т.е. основан на измерении поглощения света веществом. Он включает спектрофотометрию, фотоколориметрию и визуальную фотометрию, которую обычно называют колориметрией.

Каждое вещество поглощает излучение с определенными (характерные только для него) длинами волн, т.е. длина волны поглощаемого излучения индивидуальна для каждого вещества, и на этом основан качественный анализ по светопоглощению [6,7].

Основой количественного анализа является закон Бугера-Ламберта-Бера:

$$D = e l c$$

где  $D = -\lg(I / I_0) = -\lg T$  – оптическая плотность;

$I_0$  и  $I$  – интенсивность потока света, направленного на поглощающий раствор и прошедшего через него;

$c$  – концентрация вещества, моль/л;

$l$  – толщина светопоглощающего слоя;

$e$  – молярный коэффициент светопоглощения;

$T$  – коэффициент пропускания.

Для определения концентрации анализируемого вещества наиболее часто используют следующие методы: 1) молярного коэффициента светопоглощения; 2) градуировочного графика; 3) добавок; 4) дифференциальной фотометрии; 5) фотометрического титрования [14].

Метод молярного коэффициента поглощения. При работе по этому методу определяют оптическую плотность нескольких стандартных растворов  $D_{ст}$ , для каждого раствора рассчитывают  $e = D_{ст} / (l c_{ст})$  и полученное значение  $e$  усредняют. Затем измеряют оптическую плотность анализируемого раствора  $D_x$  и рассчитывают концентрацию  $c_x$  по формуле

$$c_x = A_x / (el)$$

Ограничением метода является обязательное подчинение анализируемой системы закону Бугера-Ламберта-Бера, по крайней мере, в области исследуемых концентраций.

Метод градуировочного графика. Готовят серию разведений стандартного раствора, измеряют их поглощение, строят график в координатах  $D_{ст} - C_{ст}$ . Затем измеряют поглощение анализируемого раствора и по графику определяют его концентрацию [8]

Метод добавок. Этот метод применяют при анализе растворов сложного состава, так как он позволяет автоматически учесть влияние «третьих» компонентов. Сущность его заключается в следующем. Сначала определяют оптическую плотность  $D_x$  анализируемого раствора, содержащего определяемый компонент неизвестной концентрации  $c_x$ , а затем в анализируемый раствор

добавляют известное количество определяемого компонента ( $c_{ст}$ ) и вновь измеряют оптическую плотность  $A_{x+ст}$ .

Оптическая плотность  $D_x$  анализируемого раствора равна

$$D_x = e l c_x,$$

а оптическая плотность анализируемого раствора с добавкой стандартного

$$D_{x+ст} = e l (c_x + c_{ст}).$$

Концентрацию анализируемого раствора находим по формуле:

$$c_x = c_{ст} D_x / (D_{x+ст} - D_x).$$

Метод дифференциальной фотометрии. Если в обычной фотометрии сравнивается интенсивность света, прошедшего через анализируемый раствор неизвестной концентрации, с интенсивностью света, прошедшего через растворитель, то в дифференциальной фотометрии второй луч света проходит не через растворитель, а через окрашенный раствор известной концентрации – так называемый раствор сравнения.

Фотометрическим методом можно определять также компоненты смеси двух и более веществ. Эти определения основаны на свойстве аддитивности оптической плотности:

$$D_{см} = D_1 + D_2 + \dots + D_n$$

где  $D_{см}$  - оптическая плотность смеси;  $D_1, D_2, D_n$  – оптические плотности для различных компонентов смеси.

Фотометрические методы анализа применяются для контроля разнообразных производственных процессов. Эти методы могут быть применены для анализа больших и малых содержаний, но особенно ценной их особенностью является возможность определения примесей (до  $10^{-5} \dots 10^{-6}\%$ ). Методы абсорбционной спектроскопии используют в химической, металлургической, фармацевтической и других отраслях, а также в медицине и сельскохозяйственном производстве [9].

Промышленностью выпускаются приборы для абсорбционной спектроскопии: колориметры, фотометры, фотоэлектроколориметры,



спектрофотометры и т. д., в которых используют различные комбинации осветителей, монохроматоров и приемников света.

Закон Бера является ограничивающим законом, который действителен только для низких концентраций анализирующего вещества. Есть два вклада в это фундаментальное ограничение закона Бера. При более высоких концентрациях отдельные частицы аналита больше не ведут себя независимо друг от друга. В результате взаимодействия между частицами аналита может измениться значение  $E$ . Второй вклад заключается в том, что поглощающая способность  $a$  и молярная поглощаемость не зависят от показателя преломления образца. Поскольку показатель преломления зависит от концентрации аналита, значения  $a$  и не изменятся. Для достаточно низких концентраций аналита показатель преломления остается практически постоянным, а калибровочная кривая является линейной [15,16].

Закон Бугера–Ламберта–Бера выполняется лишь в определенных условиях. Применительно к аналитическим целям условия таковы: – постоянный состав и неизменность поглощающих частиц в растворе, определяемые химизмом выбранной аналитической реакции и условиями проведения; – монохроматичность проходящего через пробу лучистого потока, его ограниченная интенсивность и параллельность, определяемые, в основном, конструктивными особенностями фотометрического прибора, в частности, способом монохроматизации излучения; – постоянство температуры. Если раствор аналитической формы не подчиняется закону Бугера–Ламберта–Бера, то это приводит к появлению систематических погрешностей при определении концентрации вещества в растворе по прямолинейному градуировочному графику. Следует отметить, что при устойчиво воспроизводимой нелинейности градуировочного графика также невозможно получение достаточно точных результатов анализа. Однако подчинение раствора аналитической формы закону Бугера–Ламберта–Бера в общем случае все же остается основным условием его использования в фотометрическом анализе. Причинами несоблюдения закона Бугера–Ламберта–Бера могут быть физикохимические и инструментальные

факторы. Физико-химические причины обусловлены участием поглощающего вещества в реакциях, конкурирующих с основной, особенно с увеличением концентрации раствора (процессы ассоциации, полимеризации, комплексообразования и т.д.); а также при уменьшении концентрации раствора (процессы диссоциации, гидролиза, сольватации)[16].

Есть два основных инструментальных ограничения к закону Бера. Первое ограничение заключается в том, что закон Бера строго справедлив для чисто монохроматического излучения; то есть для излучения, состоящего только из одной длины волны.

Однако даже лучший селектор длины волны пропускает излучение с небольшой, но конечной эффективной шириной полосы. Использование полихроматического излучения всегда дает отрицательное отклонение от закона Бера, но сводится к минимуму, если значение  $\epsilon$  является практически постоянным во всем диапазоне длин волн, передаваемом селектором длины волны.

По этой причине, предпочтительно проводить измерения поглощения при широком пике поглощения.

Рассеянное излучение является вторым вкладом в инструментальные отклонения от закона Бера. Рассеянное излучение возникает из-за дефектов в селекторе длины волны, который позволяет постороннему свету «просачиваться» в прибор. Рассеянное излучение добавляет дополнительный вклад в мощность излучения, достигающего детектора; таким образом

$$A = \log \frac{P_0 + P}{P_T + P}$$

Для малых концентраций аналита  $P$  значительно меньше, чем  $P_0$  и  $P_T$ , и поглощение не зависит от излучения. Однако при более высоких концентрациях аналита  $P$  уже не значительно меньше, чем  $P_T$ , и оптическая плотность меньше ожидаемой. Результатом является отрицательное отклонение от закона Бера [16].

## 1.7 Фотоколориметр и принцип его работы

Фотоколориметры — это микропроцессорные цифровые колориметры, которые сочетают в себе простоту использования с высокими возможностями тестирования. Эти фотоколориметрические системы долговечны, пыленепроницаемы, водонепроницаемы, и разработаны с учетом опыта пользователей в лаборатории и на местах. Из-за удобных функций и простоты использования это оборудование широко используется для анализа крови и химических веществ. Цифровое колориметрическое оборудование долговечно сконструировано, обеспечивая безопасную работу даже в тяжелых условиях. Колориметры требуют минимального технического обслуживания и позволяют пользователям испытывать долгие годы беспроблемной работы.

В этих устройствах используются высококачественные стандартные стеклянные фильтры, которые охватывают широкий диапазон от 400 до 700 нм, чтобы получить чрезвычайно хорошие результаты.

Настройка фильтра в колориметре контролируется вращающимся диском с 8 или 5 фильтрами. Автоматический затвор используется для остановки света, попадающего на фотоэлемент, когда пробирка не вставлена в держатель.

Колориметр основан на законе Бера-Ламберта, согласно которому поглощение света, проходящего через среду, прямо пропорционально концентрации среды.

Колориметр может найти концентрацию вещества в растворе, основанную на интенсивности цвета раствора. При тестировании бесцветного раствора, добавляют реагент, который реагирует с веществом, производя цвет. Колориметр имеет широкий спектр применения, включая лабораторные исследования, анализ качества воды в окружающей среде, анализ компонентов

почвы, мониторинг содержания гемоглобина в крови и анализ химических веществ, используемых в различных промышленных условиях.

Для определения концентрации неизвестного образца сначала готовят и испытывают несколько растворов образцов известной концентрации. Концентрации затем наносятся на график в зависимости от оптической плотности, тем самым генерируя калибровочную кривую. Результаты неизвестного образца сравниваются с результатами известного образца на кривой для измерения концентрации.

В колориметре луч света с определенной длиной волны пропускается через раствор через серию линз, которые направляют цветной свет в измерительное устройство. Это анализирует цвет по сравнению с существующим стандартом. Затем микропроцессор рассчитывает коэффициент поглощения или процент пропускания. Если концентрация раствора выше, будет поглощаться больше света, что можно определить, измерив разницу между количеством света в его источнике и количеством света после прохождения раствора.

Когда свет определенного цвета (или диапазона длин волн) направляется через химический раствор, часть света поглощается раствором, а часть пропускается. Согласно Закону Бера, концентрация поглощающего материала пропорциональна величине, известной как «поглощающая способность», определенной математически ниже. Таким образом, если вы можете определить поглощение раствора вещества неизвестной концентрации и сравнить его с поглощением растворов известных концентраций, вы можете найти концентрацию вещества в тестируемом растворе.

Математическое уравнение. Отношение интенсивности проходящего света ( $I$ ) к интенсивности падающего света ( $I_0$ ) называется коэффициентом пропускания ( $T$ ). В математических терминах  $T = I \div I_0$

Поглощение (A) раствора (на данной длине волны) определяется как равное логарифму (основание 10)  $1 \div T$ . То есть  $A = \log (1 \div T)$ .

Поглощающая способность раствора прямо пропорциональна концентрации (c) поглощающего материала в растворе. То есть  $A = kc$ , где «k» - константа пропорциональности.

Первое выражение,  $T = I \div I_0$ , указывает, сколько света проходит через раствор, где  $I$  означает максимальное пропускание света. Следующее уравнение,  $A = \log (1 \div T)$ , указывает на поглощение света путем взятия обратной величины коэффициента пропускания, а затем принимает общий логарифм результата. Таким образом, поглощение (A), равное нулю, означает, что весь свет проходит через,  $1$  означает, что 90% света поглощается, и  $2$  означает, что поглощается 99%. Третье выражение,  $A = kc$ , говорит вам о концентрации (c) раствора с учетом числа поглощения (A). Для химиков это крайне важно: колориметр может измерять концентрацию неизвестного раствора по количеству света, который проходит через него.

Колориметр состоит из трех основных частей: источника света, кюветы, в которой находится раствор образца, и фотоэлемента, который обнаруживает свет, прошедший через раствор. Для получения цветного света прибор может быть оснащен либо цветными фильтрами, либо специальными светодиодами. Свет, передаваемый раствором в кювете, детектируется фотоэлементом, создавая цифровой или аналоговый сигнал, который можно измерить. Некоторые колориметры являются портативными и полезными для испытаний на месте, в то время как другие являются большими, настольными приборами, полезными для лабораторных испытаний.

При использовании обычного колориметра вам потребуется откалибровать прибор (используя только растворитель) и использовать его для определения значений поглощения нескольких стандартных растворов,

содержащих растворенное вещество в известных концентрациях. (Если растворенное вещество дает бесцветный раствор, добавьте реагент, который реагирует с растворенным веществом и генерирует цвет.) Выберите световой фильтр или светодиод, который дает самые высокие значения поглощения. Постройте данные, чтобы получить график зависимости поглощения от концентрации. Затем используйте прибор для определения оптической плотности тестируемого раствора и используйте график для определения концентрации растворенного вещества в тестируемом растворе. Современные цифровые колориметры могут непосредственно показывать концентрацию растворенного вещества, устраняя необходимость в большинстве вышеуказанных этапов.

Помимо того, что колориметры полезны для фундаментальных исследований в химических лабораториях, они имеют множество практических применений. Например, они используются для проверки качества воды путем скрининга химических веществ, таких как:

- хлор
- фторид
- цианид
- растворенный кислород
- железо
- молибден
- цинк
- гидразин

Они также используются для определения концентраций питательных веществ для растений (таких как фосфор, нитраты и аммиак) в почве или гемоглобина в крови, а также для выявления некондиционных и поддельных лекарств. Кроме того, они используются в пищевой промышленности и в производстве красок и текстиля. В этих дисциплинах колориметр проверяет

качество и согласованность цветов в красках и тканях, чтобы гарантировать, что каждая партия выглядит одинаково.

## 1.8 Градуировочный график

Калибровочные кривые используются для понимания инструментального отклика на аналит и прогнозирования концентрации в неизвестном образце. Как правило, набор стандартных образцов производится в различных концентрациях с диапазоном, который включает неизвестный интерес, и инструментальный отклик при каждой концентрации записывается. Для большей точности и понимания ошибки отклик при каждой концентрации можно повторять, чтобы получить полосу ошибок. Затем данные подгоняются с помощью функции, позволяющей прогнозировать неизвестные концентрации. Как правило, ответ является линейным, однако, кривая может быть построена с другими функциями, пока функция известна. Калибровочная кривая может использоваться для расчета предела обнаружения и предела количественного определения [11].

Калибровочные кривые можно использовать для прогнозирования концентрации неизвестного образца. Чтобы быть абсолютно точными, стандартные образцы следует использовать в той же матрице, что и неизвестный образец. Матрица образца представляет собой компоненты образца, отличные от интересующего аналита, включая растворитель и все соли, белки, ионы металлов и т. Д., Которые могут присутствовать в образце. На практике, запуск калибровочных образцов в той же матрице, что и неизвестный, иногда затруднителен, поскольку неизвестный образец может быть из сложного биологического образца или образца окружающей среды. Таким образом, многие калибровочные кривые сделаны в матрице пробы, которая близко приближается к реальной пробе, но может быть неточной. Диапазон концентраций

калибровочной кривой должен быть в пределах ожидаемого неизвестного образца

Многие калибровочные кривые являются линейными и могут соответствовать основному уравнению  $y = mx + b$ , где  $m$  - наклон, а  $b$  - пересечение по  $y$ . Однако не все кривые являются линейными, и иногда, чтобы получить линию, один или оба набора осей будут в логарифмическом масштабе. Линейная регрессия обычно выполняется с использованием компьютерной программы, и наиболее распространенным методом является использование подгонки по методу наименьших квадратов.

Главные правила для построения градуировочного графика является приготовление стандартных растворов.

Стандартные растворы необходимо готовить из аттестованных государственных образцов (ГСО). В случае отсутствия, важно точно придерживаться основных требований к точности приготовления стандартных растворов:

- 1) использовать соединения квалификации не ниже ч.д.а;
- 2) категорически запрещено применение реактивов с просроченным сроком годности;
- 3) использовать для приготовления стандартных растворов использовать только гостированную мерную посуду [12].

Особое внимание обратить на условия и сроки хранения растворов. Растворы с содержанием вещества 1 мг/см<sup>3</sup> хранят 1 год, 0,1 мг/см<sup>3</sup> – 3 месяца (если нет других указаний, а также если нет помутнения, хлопьев, осадка), растворы с меньшим содержанием применяются свежеприготовленными. Стандартные растворы фильтровать не допускается.



Для определения содержания вещества методом градуировочного графика готовят 3 серии шкал стандартов. Указания по приготовлению шкалы стандартов конкретно оговорены в каждой методике.

При приготовлении параллельных шкал рабочие растворы готовят соответствующим разбавлением основного стандартного раствора, который готовится из одной взятой навески или ГСО.

Градуировочный график строят на миллиметровой бумаге или в электронной форме при помощи Excel, откладывая на оси абсцисс, указанную в методике концентрацию, а по оси ординат – измеренные значения оптической плотности.

Оптическая плотность для каждой точки градуировочного графика определяется как среднее арифметическое значение трех результатов параллельных измерений [8].

Для уменьшения погрешности графического измерения, необходимо подобрать такой масштаб графика, чтобы угол его наклона приблизительно равнялся  $45^\circ$ .

Градуировочный график должен нести следующую информацию:

- название определения;
- НД на метод проведения исследования;
- метод определения;
- марка КФК, его заводской номер;
- длина волны;
- длина рабочей грани кюветы;
- раствор сравнения (растворитель, нулевой раствор и т.д.), т.е. относительно чего снимались показания испытуемого раствора;
- дата построения;

- даты поверки;
- на графике должны присутствовать данные 3-х параллельных измерений и среднее арифметическое значение (в виде таблицы).

При построении градуировочного графика должна соблюдаться прямая зависимость между оптической плотностью и концентрацией. Прямолинейность графика сохраняется только в интервале концентраций, указанных в методике. Поэтому продлевать градуировочную прямую выше последней указанной в методике точки не допустимо. Находить значение концентраций испытуемого раствора по градуировочному графику ниже первой точки графика не рекомендуется, т.к. это определение несет большую погрешность. В таком случае результат исследования следует записывать в виде "менее ... мг/дм<sup>3</sup>".

Несмотря на простоту и удобство, практическое использование градуировочных графиков в ряде случаев вносит дополнительную погрешность при определении концентрации растворов как за счет субъективного построения графической зависимости, так и за счет несоответствия графических (масштабных) погрешностей и погрешностей измерения оптических плотностей. Поэтому для получения более объективных результатов в фотометрическом анализе целесообразно построение градуировочного графика методом регрессивного анализа (уравнение регрессии).

Вывод по разделу один:

- Фотометрический метод является наиболее подходящим методом для анализа
- Он прост в использовании, имеет высокую чувствительность, возможность определения почти всех элементов, позволяет измерить малые количества вещества
- Почти не имеет недостатков

## 2 ОСНОВНАЯ ЧАСТЬ

### 2.1 Сущность фотоколориметрического метода

Фотоколориметрическое определение хрома шестивалентного основано на взаимодействии хрома с дифенилкарбазидом с образованием комплекса красно-фиолетового цвета и фотометрическом определении последнего.

Дифенилкарбазид в кислой среде при взаимодействии с шестивалентным хромом образует растворимое соединение красно-фиолетового цвета. В спектре поглощения продукта реакции наблюдается интенсивная полоса с 546 нм. Несмотря на то, что эту фотометрическую реакцию изучали многократно, механизм ее до конца изучить не удалось. Предполагают, что окисляется дифенилкарбазид до дифенилкарбазона. Образующиеся в результате этой окислительно-восстановительной реакции продукты Cr (III) и дифенилкарбазид далее взаимодействуют друг с другом с образованием хелата катионного типа неуставленного состава. В ряде исследований высказывается точка зрения, что соотношение Cr (III): дифенилкарбазон в хелате равно 1:1. В пользу такого механизма свидетельствует тот факт, что спектр поглощения соединения, образующегося из Cr(VI) и дифенилкарбазидом, совпадает со спектром поглощения соединения Cr (III) с дифенилкарбазоном. Однако раствор Cr (III) нельзя использовать для анализа, как его кинетически инертные аква- и галогенакваткомплексы взаимодействуют с дифенилкарбазоном крайне медленно. В то же время с хромат-ионом (дихромат-ионом) хелат образуется мгновенно. Установлено, что на интенсивность окраски образующегося катионного хелата существенное влияние оказывают чистота реагента и кислотность раствора. Оптимальной является кислотность 0,05-0,1 м по серной кислоте. Не следует использовать для подкисления соляную кислоту. Реакция Cr (VI) с дифенилкарбазидом очень чувствительна и достаточно селективна.

Подобно Cr (VI) с дифенилкарбидом реагирует Mo (VI), но реакции менее чувствительна. Окрашенные соединения с реагентом способны давать Fe (III) и V (V).

Для проведения исследования и определения оптической плотности необходимо приготовить растворы для анализа и растворы сравнения, с которыми будут сравнивать анализируемый объект.

Необходимо соблюдать полную чистоту химической посуды и рабочей поверхности и последовательность готовки растворов для большей точности. Любая плохо помытая посуда может привести к искажению результатов, что в данной работе недопустимо.

После того, как необходимые растворы будут готовы, нужно подготовить фотоэлектроколориметр к работе следуя инструкции. Также подготовить кюветы, в которые будут помещены растворы для определения оптической плотности. Их следует тщательно протереть фильтром намоченным спиртом, чтобы на поверхности кювет не осталось никаких следов.

После необходимых подготовительных процедур можно приступать непосредственно к самому исследованию. В одну кювету залить раствор сравнения, в другую анализируемый раствор, предварительно оmyв кювет им. Вставить их в гнезда кюветного отделения и произвести замер плотности. Следует сделать по три измерения для каждой пробы и взять среднее арифметическое значение.

На основе результатов можно будет построить градуировочный график. Обычно он представлен в виде прямой линии. В дальнейшем по этому графику можно будет определять концентрацию хрома в растворах с неизвестной концентрацией.

## 2.2 Приготовление стандартного раствора

Приборы и материалы: весы аналитические лабораторные с классом точности 0,0001 г, колба мерная объемом 1000 мл, колба мерная объемом 500 мл, пипетка Мора объемом 10 мл.

Реактивы: бихромат калия (ч.д.а) по ГОСТ 2652-78 [19], вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72 [20].

Последовательность операций:

1 Взвесить 0,2713 г бихромата калия на точных аналитических весах, с точностью до четвертого знака.

2 Поместить навеску бихромата калия в мерную колбу объемом 1000 мл.

3 Довести дистиллированной водой до метки.

4 Аликвотную часть раствора 10 мл перенести в мерную колбу вместимостью 500мл.

5 Довести дистиллированной водой до метки.

Получился раствор, с содержанием хрома 1 г/л.

2.3 Приготовление дифенилкарбазида 0,25% раствор смеси ацетона и воды 1:1

Приборы и материалы: весы аналитические лабораторные с классом точности 0,0001 г, пипетка Мора объемом 25 мл, коническая колба на 250 мл.

Реактивы: Дифенилкарбазид (ч.д.а), ацетон по ГОСТ 2603-79 [18], дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72 [2].

Последовательность операций:

1 На аналитических весах взвесить 0,1122 г дифенилкарбазида.

2 Отобрать в коническую колбу 25 мл дистиллированной воды и 25 мл ацетона, хорошо размешать.

3 Навеску дифенилкарбазида поместить в колбу с раствором воды и ацетона и хорошо перемешать.

#### 2.4 Приготовление раствора серной кислоты объемной доли 50 %

Раствор готовят смешиванием равных объемов концентрированной серной кислоты ГОСТ 4204-77 [17] и дистиллированной воды по ГОСТ 6709-72 [20].

Срок хранения раствора - не более года.

Во избежание сильного разогревания и разбрызгивания раствора серную кислоту осторожно приливают к воде небольшими порциями при перемешивании. Емкость, в которой проводят разбавление, рекомендуется поместить в емкость со льдом. Категорически запрещается добавлять воду к серной кислоте.

#### 2.5 Приготовление анализируемых растворов

Приборы и материалы: весы аналитические лабораторные с классом точности 0,0001 г, колбы мерные 100 мл 6 шт., колба мерная 500 мл, пипетки Морра объемом 1,2,5,10 мл.

Реактивы: Стандартный раствор (п 2.2), серная кислота 1:1, свежеприготовленный дифенилкарбазид 0,25% раствор смеси ацетона и воды 1:1, вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72 [2].

Последовательность операций:

1 Добавить стандартный раствор в шесть мерных колб объемом 100 мл объемами 1, 2, 3, 5, 7, 10 мл соответственно.

2 Нейтрализовать серной кислотой по фенолфталеину и добавить избыток, не больше 1-2мл.

3 Добавить 2 мл свежеприготовленного раствора дифенилкарбазида.

4 Разбавить дистиллированной водой до метки.

5 Тщательно перемешать.

## 2.6 Приготовление раствора сравнения

Приборы и материалы: весы аналитические лабораторные с классом точности 0,0001 г, мерная колба объемом 100мл, колба мерная 500 мл, пипетки Мора объемом 1,2,5,10 мл,

Реактивы: серная кислота 1:1, свежеприготовленный дифенилкарбазид, вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72 [2].

Последовательность операций:

Раствор сравнения готовится так же, как и стандартный, но без добавления стандартного раствора.

## 2.7 Определение оптической плотности на фотоколориметре

Приборы и материалы: две кюветы с толщиной поглощающего свет слоя раствора 50 мм, фотоэлектроколориметр КФК-2мп, фильтр, спирт этиловый.

Реактивы: Раствор сравнения и анализируемые растворы

Последовательность операций:

1 Подключить прибор в сеть, нажать клавишу пуска и выдержать 15 минут с открытой крышкой кюветного отделения для прогрева.

2 Для проверки настройки прибора нажать клавишу «Ш0». Значение нулевого отсчета на табло должно не превышать от 0,001 до 1,000.

3 Установить необходимую длину волны, в нашем случае 480 нм.

8 Предварительно подготовить кюветы, проверить на целостность, протереть фильтром, пропитанным спиртом, поверхности кювет.

8 В одну кювету залить выше риски раствор сравнения и установить в ее в дальнейшем гнездо кюветного отделения.

8 Во вторую кювету залить выше риски исследуемый раствор, предварительно обмыть кювету этим раствором. Установить кювету в переднее гнездо кюветного отделения.

7 Закрыть кюветное отделение. Ручку прибора установить в положение 1, нажать клавишу К(1). На табло должно появиться 1.

8 Ручку прибора установить в положение 2, нажать клавишу Д(5). На табло должно появиться цифра 5 и значение оптической плотности исследуемой пробы. Замер проводят по три раза. В качестве результата берут среднее арифметическое значение сделанных замеров.



Вывод по разделу два:

Были описаны методы

- приготовления стандартных растворов
- приготовления анализируемых растворов
- приготовления растворов сравнения
- построения графика зависимости концентрации от оптической плотности

### 3 РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В процессе работы с фотоэлектроколориметром получаем результаты оптической плотности для трех измерений каждого раствора.

Таблица 1-Показание трех измерений для каждого раствора

№ Раствора	Оптическая плотность			
	1	2	3	Среднее значение трех измерений
1	0,265	0,267	0,266	0,266
2	0,381	0,386	0,382	0,383
3	0,493	0,517	0,483	0,497
4	0,624	0,620	0,617	0,620
5	0,731	0,733	0,729	0,731
6	0,828	0,829	0,828	0,828

Таблица 2 -Оптическая плотность

КонцентрацияCr (VI), г/л	Оптическая плотность
1	0,266
2	0,383
3	0,497
5	0,62
7	0,731
10	0,828

Для построения градуировочного графика берем среднее арифметическое значение результатов трех измерений оптической плотности каждого раствора

На основе данных из таблицы 2 строим график зависимости оптической плотности от концентрации хрома в растворе (график 1) с проведенной средней линией.

График 1. Зависимость оптической плотности от концентрации хрома



Вывод по разделу три:

- были приготовлены все необходимые растворы для исследования
- проведен фотоколориметрический анализ, определена оптическая плотность растворов
- построен график зависимости концентрации от оптической плотности

## 4 БЕЗОПАСНОСТЬ ЖИЗНЕДЕЯТЕЛЬНОСТИ ПРИ РАБОТЕ В ЛАБОРАТОРИИ

Перед выполнением научно-исследовательской работы был проведен инструктаж по правилам техники безопасности, на котором были описаны все источники повышенной опасности и вредные факторы. К ним относятся электрооборудование, нагревательное оборудование, химические реактивы.

### 4.1 Общая характеристика научно-исследовательской лаборатории

Расположение учебного и лабораторного оборудования указано на рисунке 1.

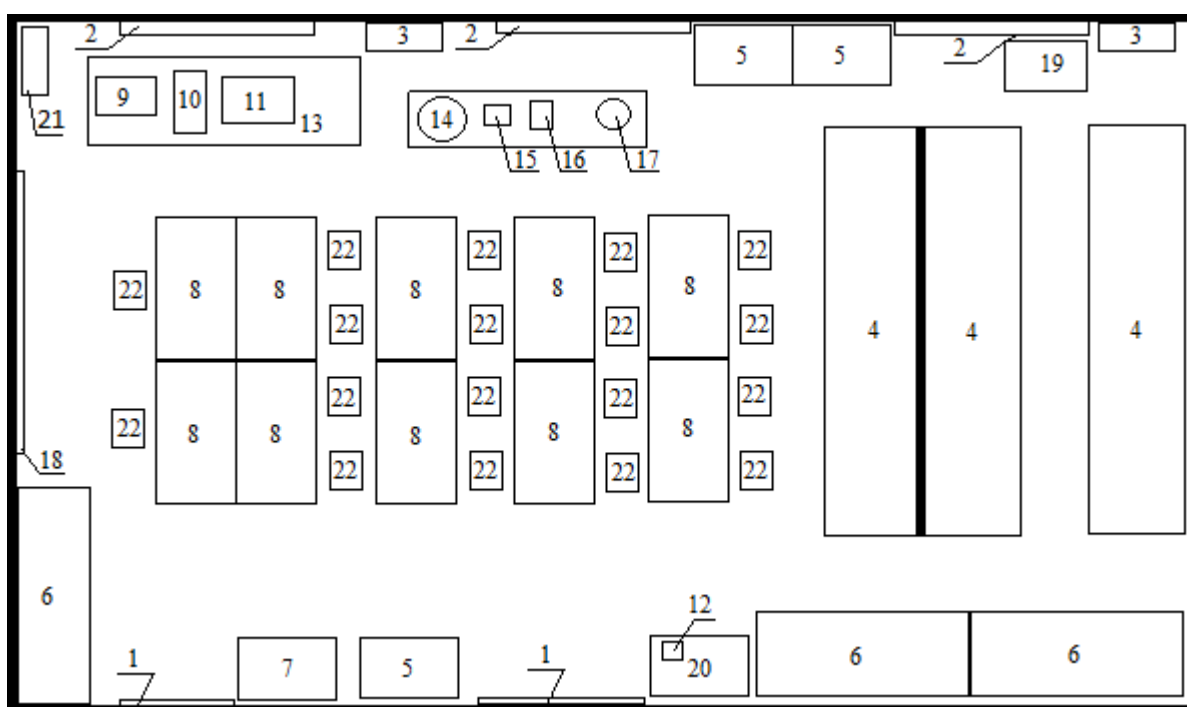


Рисунок 27 – Схема лаборатории кафедры экологии и химической технологии:  
1 – дверь; 2 – окно; 3 – раковина; 4 – стол кафельный с выдвижными полками; 5 – шкафы для химических реактивов и химической посуды; 6 – вытяжной шкаф и

вытяжка; 7 – сушильный шкаф; 8 – столы учебные; 9 – фотоэлектроколориметр; 10 – аналитические весы; 11 – мешалка; 12 – колбонагреватель; 13 – стол с приборами; 14 – лабораторные весы; 15 – плитка; 16 – весы технические электронные; 17 – эксикатор; 18 – доска; 19 – письменный стол; 20 – лабораторный стол; 21 – сейф; 22 – стулья

Размеры помещения 5x10 метров. Имеется три окна 1,5x2 метра, 2 раковины, 15 розеток 220 В, 7 лабораторных столов, 11 письменных столов, 3 вытяжных шкафа и 2 вытяжки.

#### 4.2 Состав вредных и опасных факторов

Согласно ГОСТ 12.0.003-2015 «Опасные и вредные производственные факторы. Классификация» [22]обнаружены следующие вредные и опасные производственные факторы:

- физические: инфракрасное излучение (повышенная температура поверхностей оборудования – температура поверхности трубчатой печи 45°С, температура внутри трубчатой печи до 900°С), шум (вытяжные шкафы), освещение, действие тока.
- химические: пары концентрированных соляной и азотной кислот, концентрированные кислоты (серная, азотная, соляная), карбид кальция, взрывоопасные, пожароопасные – ацетилен.

#### 4.3 Мероприятия по обеспечению безопасных условий труда

##### 4.3.1 Охрана труда при работе в химической лаборатории

Оценка производственного микроклимата осуществляется в соответствии с СанПиН 2.2.4.548-96.

Санитарные правила и нормы предназначены для предотвращения неблагоприятного воздействия микроклимата рабочих мест, производственных

помещений на самочувствие, функциональное состояние, работоспособность и здоровье человека.

Оптимальные микроклиматические условия установлены по критериям оптимального теплового и функционального состояния человека. Они обеспечивают общее и локальное ощущение теплового комфорта в течение 8-часовой рабочей смены при минимальном напряжении механизмов терморегуляции, не вызывают отклонений в состоянии здоровья, создают предпосылки для высокого уровня работоспособности и являются предпочтительными на рабочих местах.

Показателями, характеризующими микроклимат в производственных помещениях, являются:

- температура воздуха;
- температура поверхностей;
- относительная влажность воздуха;
- скорость движения воздуха;
- интенсивность теплового облучения.

При работе с материалами и оборудованием соблюдаются следующие меры предосторожности:

- используются перчатки с защитой от химического воздействия и халат
- используются металлические щипцы с прорезиненными ручками.

Таблица 3– Оптимальные параметры микроклимата

Период года	Категория работ по уровню энергозатрат, Вт	Температура воздуха, °С	Температура поверхностей, °С	Относительная влажность воздуха, %	Скорость движения воздуха, м/с
Холодный	Іб (140...174)	21...23	20...24	60...40	0,1

Теплый	Iб (140...174)	22...24	21...25	60...40	0,1
--------	----------------	---------	---------	---------	-----

Оптимальные параметры микроклимата на рабочих местах должны соответствовать величинам, приведенным в таблице 3, применительно к выполнению работ различных категорий в холодный и теплый периоды года. При выполнении исследований, в теплый период,  $t$  воздуха составляла  $22^{\circ}\text{C}$ , влажность воздуха – 60.

Данная НИР относится к категории тяжести трудового процесса Iб. К этой категории относятся работы, производимые сидя, стоя или связанные с ходьбой и сопровождающиеся некоторым физическим напряжением.

#### 4.3.2 Вредные вещества

Согласно ГОСТ 12.1.005-88(2001) «Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны» [23], содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны при выполнении технологических процессов не должно превышать предельно допустимых значений (ПДК) [31].

В ходе проведения НИР использовались химически опасные вещества.

Основными характеристиками вредных веществ являются: величина предельно допустимой концентрации вещества в воздухе рабочей зоны; преимущественное агрегатное состояние вещества; класс опасности вещества; особенности действия на организм человека.

К наиболее вредным химическим веществам в данной НИР относятся: концентрированная серная кислота, дифенилкарбазид, бихромат калия и ацетон.

Серная кислота. По степени воздействия на организм относится к 2 классу опасности. Химическая формула  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , а  $M=98,07$  г/моль.

Серная кислота – тяжёлая маслянистая жидкость без цвета и запаха, с сильноокислым «медным» вкусом. Основные физические свойства:  $T_{\text{плав}}=11^{\circ}\text{C}$ ;  $T_{\text{кип}}=337^{\circ}\text{C}$ . Отравления происходят обычно туманом, образующимся при взаимодействии газа с водяными парами воздуха.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  поглощается также на слизистых оболочках с образованием кислоты, вызывающей их сильное

раздражение. При вдыхании паров этих веществ они вызывают затруднение дыхания, кашель, нередко — ларингит, трахеит, бронхит и т. д. Попадание кислоты на глаза может привести как к конъюнктивиту, так и к полной потере зрения. При длительной работе в атмосфере  $H_2SO_4$  наблюдаются катары дыхательных путей, разрушение зубов, изъязвление слизистой оболочки носа, желудочно-кишечные расстройства.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) паров серной кислоты в воздухе рабочей зоны производственных помещений 1 мг/м.

Дифенилкарбазид относится к 3 классу опасности. При попадании на кожу, глаза и дыхательные пути вызывает сильное раздражение. При работе с ним требуется соблюдать осторожность, исключать попадание на кожу и глаза. При работе с ним носить защитные перчатки, халат и очки.

Бихромат калия пожаробезопасен и взрывобезопасен, но токсичен. По степени воздействия на организм человека бихромат калия относится к вредным веществам 1-го класса опасности.

Пыль и аэрозоль соединений шестивалентного хрома, поступив в организм, могут вызвать тяжелые отравления. При длительном воздействии на организм человека соединения шестивалентного хрома оказывают общетоксическое действие, вызывая заболевание органов дыхания, желудочно-кишечного тракта и кожи. Соединения шестивалентного хрома действуют раздражающе на кожу и слизистые оболочки глаз и носа, вызывая их изъязвление, а при вдыхании - прободение хрящевой части носовой перегородки. Попадание соединений шестивалентного хрома на поврежденную кожу ведет к образованию трудно заживающих язв.

Ацетон является бесцветным, летучим, легковоспламеняющимся органическим растворителем. Ацетон встречается в природе в растениях, деревьях, лесных пожарах, выхлопных газах автомобилей и как продукт распада жиров животного происхождения. Этот агент обычно может присутствовать в очень небольших количествах в моче и крови; большие количества могут быть найдены в моче и крови диабетиков. Ацетон токсичен в больших дозах.



По степени воздействия на организм ацетон относят к малоопасным веществам, 4-й класс опасности. Легковоспламеняющаяся жидкость Ацетон обладает наркотическим действием, поражает центральную нервную систему. Предельно допустимая концентрация (ПДК) паров ацетона в воздухе рабочей зоны - 200 мг/м<sup>3</sup>.

#### 4.3.3 Вентиляция

Необходимые характеристики микроклимата воздуха рабочей зоны обеспечиваются вентиляцией.

В лаборатории применяется вытяжная местная вентиляция – вытяжные шкафы. Местная вытяжная вентиляция используется для удаления вредных веществ. Она не только более экономична, но и наиболее эффективна.

Вытяжные шкафы позволяют производить работы при концентрациях вредных веществ внутри шкафа, во много раз превышающие предельно допустимые концентрации.

#### 4.3.4 Освещенность

Безопасность и здоровье условия труда в большой степени зависят от освещенности рабочих мест. Пользуются естественным, искусственным и совмещенным освещением. Нормирование освещения внутри зданий производится по СНиП 23–05–95 «Естественное и искусственное освещение».

Освещение является одним из важнейших условий нормальной жизнедеятельности. Правильно устроенное освещение обеспечивает хорошую видимость и создает благоприятные условия труда ГОСТ 12.003–74 (1993). «ССБТ. Опасные и вредные производственные факторы. Классификация».

Существует отдельное нормирование естественного, искусственного и совмещенного освещения.

Естественное освещение нормируется коэффициентом естественного освещения, % в зависимости от характеристики зрительной работы, разряда

зрительной работы и системы освещения. Данный разряд работы относится к четвертому.

Нормируемыми параметрами искусственного освещения являются: величина освещенности и сочетание показателя ослепленности и коэффициента пульсации.

Коэффициент естественного освещения:

$$KEO = S_{ок} \cdot t_{общ} \cdot r \cdot 100\% / S_{П} \cdot N_{О} \cdot K_{з} \cdot K_{зд},$$

где  $S_{ок}$  – суммарная площадь оконных проемов,  $m^2$ ;

$t_{общ}$  – общий коэффициент светопропускания;

$S_{П}$  – площадь пола,  $m^2$ ;

$K_{зд}$  – коэффициент, учитывающий затемнение окон противостоящими зданиями;

$K_{з}$  – коэффициент запаса, учитывающий эксплуатационное снижение освещенности вследствие загрязнения светильников и ламп, а также уменьшение светового потока ламп, в процессе их эксплуатации;

$r$  – коэффициент, учитывающий повышение КЕО при боковом освещении благодаря свету, отраженному от поверхностей помещения и подстилающего слоя, прилегающего к зданию;

$N_{О}$  – коэффициент световой активности проема.

$$t_{общ} = t_1 \cdot t_2 \cdot t_3 \cdot t_4 \cdot t_5,$$

где  $t_1$  – коэффициент светопропускания материала (принимается 0,87);

$t_2$  – коэффициент, учитывающий потери света в переплетах световых проемов (принимается 0,5);

$t_3$  – коэффициент, учитывающий потери света в несущих конструкциях (принимается 1);

$t_4$  – коэффициент, учитывающий потери света в солнцезащитных устройствах (принимается 1);

$t_5$  – коэффициент, учитывающий потери света в защитной сетке, установленной под фонарями (принимается 0,9).

$$KEO = 9 \cdot 0,392 \cdot 3 \cdot 100\% / 50 \cdot 8,5 \cdot 1 \cdot 1,2 = 2,1 \%$$

В светлое время суток КЕО на рабочем месте должен составлять 1,5%, получили 2,1 %, что удовлетворяет требуемым условиям.

Искусственное освещение вычисляется из формулы коэффициента использования светового потока:

$$E = \Phi \cdot N \cdot n / K_3 \cdot S \cdot Z,$$

где  $\Phi$  – световой поток светильника, лм;

$N$  – число светильников;

$S$  – освещаемая площадь, м<sup>2</sup>;

$Z$  – коэффициент неравномерности освещения;

$n$  – коэффициент использования системы освещения. Зависящий от типа светильника. Коэффициентов отражения потолка и стен, а также индекса помещения;

$K_3$  – коэффициент запаса, учитывающий эксплуатационное снижение освещенности вследствие загрязнения светильников и ламп, а также уменьшение светового потока ламп (лампы накаливания), в процессе их эксплуатации:

$$E = 2550 \cdot 6 \cdot 1 / 1,2 \cdot 50 \cdot 1,15 = 212,5 \text{ лк.}$$

Норма искусственного освещения должна быть не меньше 200 лк. По результатам проделанного анализа освещения лаборатории можно сделать

вывод, что и естественное и искусственное освещение соответствует нормам освещения химических лабораторий.

#### 4.3.5 Шум

При проведении научно-исследовательской работы возникают механические шумы источниками, которых являются: приточно-вытяжная вентиляция, сушильный шкаф, компрессор.

Допустимые шумовые характеристики рабочих зон регламентируются ГОСТ 12.1.003-83 (1999) ССБТ «Шум. Общие требования безопасности» и ГОСТ 12.1.012-90 (2001) ССБТ «Вибрационная безопасность. Общие требования».

Действие шума на организм человека вызывает утомление, резкое снижение работоспособности, головные боли.

В таблице 4 указаны предельно допустимые уровни звука для трудовой деятельности средней степени напряженности.

Таблица 4 – Предельно допустимый уровень звука для трудовой деятельности средней степени напряженности в дБ, ГОСТ 12.1.003-83 (1999)

Категория напряженности трудового процесса	Категория тяжести трудового процесса	
	Легкая физическая нагрузка	Средняя физическая нагрузка
I степени	60	60

Уровень шума не превышал допустимого значения.

#### 4.3.6 Электробезопасность

Химическая лаборатория попадает под класс помещений повышенной опасности, так как в ней находится электрооборудование, создающее потенциальную электроопасность: сушильный шкаф, муфельная печь,

фотоэлектроколориметр, технические и аналитические весы, электрические плиты.

Электробезопасность в лаборатории достигается применением следующих мероприятий в соответствии с ГОСТ 12.019 - 79 (2001) «Электробезопасность» [26].

Общие требования и номенклатура видов защиты»:

- размещение токоведущих частей на недоступной высоте;
- ограждение токоведущих частей;
- изоляция, которая обеспечивает защиту от поражения электрическим током в случае прикосновения;
- защитное заземление для устранения опасности поражения током при появлении напряжения на корпусе отпускной печи в соответствии с ГОСТ 12.030-81 (2001) «Электробезопасность. Защитное заземление, зануление» [29].

Подсоединение приборов к сети должно соответствовать ГОСТ 12.11.038 (2001) «Электробезопасность. Предельно допустимые уровни напряжений и токов» [30]. Напряжения прикосновения и токи, протекающие через тело человека при нормальном (неаварийном) режиме электроустановки, не должны превышать значений, указанных в таблице 5.

Таблица 5– Предельно допустимые значения воздействия тока

Род тока	Нормируемая величина	Предельно допустимые значения, не более, при продолжительности воздействия тока t, с											
		0,01	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	1,0	Св
		–	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	1,0	.
Переменный	U, В	550	340	160	135	120	105	95	85	75	70	60	20
Гц	I, мА	650	400	190	160	140	125	105	90	75	65	50	6
		0,08											1,0

#### 4.3.7 Пожарная безопасность

Исходя из пожарных свойств веществ и условий их применения, помещение лаборатории относится к пожароопасной категории «В4» в соответствии с федеральным законом №123 - ФЗ от 22.07.2008 «Технический регламент о требованиях пожарной безопасности» (принят 2009г). В4 – Пожароопасные помещения (горючие и трудно-горючие жидкости, твердые и трудно-горючие вещества, способные только гореть при условии, что эти помещения не относятся к А и Б) Лаборатория снабжена медицинской аптечкой со средствами для оказания первой помощи при несчастных случаях. В лаборатории имеются следующие средства пожаротушения: огнетушитель ОП-5 – 1шт; песок; асбестовое волокно.

При работе с ацетоном необходимо применять средства индивидуальной защиты. Не допускать попадание препарата внутрь организма и на кожные покровы.

Помещения, в которых проводят работу с ацетоном, должны быть оборудованы непрерывнодействующей приточно-вытяжной вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

Работы с ацетоном следует проводить вдали от огня. Средства пожаротушения: распыленная вода, пена, порошок ПСБ (крупные проливы), углекислота, вода (малые очаги).

В качестве средств пожаротушения следует использовать сухие порошковые и углекислотные огнетушители, сухой песок, асбестовое полотно. Запрещается тушение водой.

Для обеспечения пожарной безопасности приняты следующие меры:

- 1 ограничение массы и объема горючих веществ;
- 2 применение оборудования, не образующего источник зажигания;
- 3 поддержание в исправном состоянии оборудования, измерительных электроприборов, электропроводки, вытяжной вентиляции;
- 4 пожарная сигнализация – 2 датчика, реагирующих на повышение температуры, 2 датчика, реагирующих на задымление;
- 5 пожарный инвентарь (ящики с песком, огнетушитель, ведра, асбестовое полотно);
- 6 проведен инструктаж по технике пожарной безопасности.

Выводы по разделу пять:

1 С целью предотвращения травм работа с химическими реагентами требует осторожности и повышенного внимания. В связи с этим, прежде всего, необходимо:

– при работе с бихроматом и концентрированными кислотами надеть резиновые перчатки, исключить попадание на кожу, в глаза (защитные очки), защитить органы дыхания (респиратор);

2 Помещение лаборатории оборудовано в соответствии требованиями безопасности в области:

- пожарной безопасности;
- охраны труда;
- электробезопасности.

## 5 ЭКОНОМИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

Выпускная квалификационная работа выполнена с целью определения зависимости оптической плотности растворов солей хрома (VI) от их концентрации.

Расчет затрат осуществляется на период проведения НИР и включает в себя все расходы, затраченные на выполнение данной работы. Затраты на приобретение необходимых материалов для проведения НИР представлены в таблице 6.

Таблица 6 -Расчет материальных затрат

Наименование материала	Единица измерения	Цена за единицу, руб	Количество единиц	Стоимость материала, руб
Бихромат калия	кг	2250	0,001	2,25
Серная кислота	л	2363,64	0,1	236,364
Дифенилкарбазид	кг	28476	0,001	28,476
Ацетон	л	240	0,025	6
Специальная одежда	шт	600	1	600
КФК-2	шт	28000	1	28000
Кюветы, 50мм	шт	1200	2	2400
Мерная колба 100мл	шт	101	7	707
Мерная колба 500мл	шт	156	1	156
Мерная колба 1000мл	шт	443	1	443
Коническая колба 250мл	шт	120	1	120
Питка Мора 1мл	шт	84,25	1	84,25
Питка Мора 2мл	шт	84,25	1	84,25
Питка Мора 5мл	шт	84,25	1	84,25
Питка Мора 10мл	шт	76	1	76
Аналитические весы	шт	33000	1	33000
<b>Итого</b>				<b>66056,32</b>



Проведение исследовательской работы требует определенных затрат электроэнергии. При расчете стоимости затрат на электроэнергию учитывались все устройства, работающие от сети переменного тока. Потребляемая мощность устанавливается исходя из паспортных данных приборов. Также был учтен перерасход энергии, который составляет 5% от расходов на электроэнергию. Результаты расчета представлены в таблице 7.

Таблица 7 – Расчет затрат электроэнергии

Наименование прибора	Фактическое время работы		Мощность, кВт	Количество единиц	Стоимость энергии, руб.
	дни	часы*			
Энергосберегающие лампы	34	272	0,015	18	73,44
Вытяжные устройства	4	30	1	2	175,20
Весы лабораторные	1	1	0,3	1	0,88
Фотоэлектроколориметр КФК-2МП	4	8	0,13	1	0,41
ИТОГО:					249,93
Прочее электрооборудование, (5% от общих затрат)					12,49
ВСЕГО:					262,424
*Один рабочий день составляет 8 часов. В таблице учитывалось, что 1 кВт/ч стоит 2,92 руб.					

Заработная плата научно-исследовательского персонала, задействованного в процессе НИР, приведена в таблице 8. При расчете учитывалось, что в месяце 25 рабочих дней. В фонд заработной платы входит территориальный уральский коэффициент, составляющий 15 % от оклада.

Таблица 8 – Расчет фонда заработной платы для научно-исследовательского персонала

№	Состав исполнителей	Кол., чел	Устан. должн. оклад, руб.	Доплата к окладу, %	Время работы, дн.	Заработная плата, руб
1	Руководитель	1	20000	15	14	12880
2	Инженер	1	14 000	15	1	9016
3	Лаборант	1	13000	15	11	8372
Итого:						30268

На основании рассчитанных затрат на проведение НИР, составим общую смету расходов.

Таблица 10 – Смета затрат на проведение НИР

Наименование	Сумма затрат, руб.	Обоснование
Материальные затраты	66056,32	Таблица 6
Расходы на электроэнергию	262,424	Таблица 7
Фонд заработной платы	30268	Таблица 8
Страховые взносы	9080,4	30% от заработной платы
Накладные расходы	21187,6	70% от заработной платы
Всего:	126854,74	

Выводы по разделу пять:

Материальные расходы на проведение научно-исследовательской работы равны 126854,74 рублей.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В ходе бакалаврской работы были выполнены следующие задачи:

1. Выполнен обзор данных о свойствах хрома и методах его определения.
2. Выбраны наиболее подходящие для определений хрома (VI) при проведении исследовательской работы на кафедре экологии и химической технологии лабораторные методы (с учетом наличия приборов, материалов);
3. Изучены теоретические и практические основы метода оптической фотоколориметрии, подготовлены все необходимые рабочие приборы, растворы; выполнено измерение оптической плотности приготовленных стандартных растворов, получена зависимость оптической плотности от концентрации хрома (VI) (калибровочный график), которая может использоваться при проведении исследовательской работы на кафедре и выполнении учебных лабораторных работ.
4. Выявлены вредные и опасные факторы при выполнении выпускной квалификационной работы и разработаны мероприятия по безопасным условиям труда.
5. Рассчитаны затраты на выполнение исследования.

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

- 1 Гюннер, Э.А. Лекции по химии элементов: учебное пособие / Э.А. Гюннер, В.Ф. Шульгин, И.С. Певзнер. – Симферополь: ТНУ им. Вернадского, 2010. – 96 с.
- 2 <https://ru.wikipedia.org>.
- 3 Лаврухина, А.К. Аналитическая химия хрома / А.К. Аврухина, Л.В. Юкина. – М.: Наука. 1979. – 47 с.
- 4 Даркен, Л.С. Физическая химия металлов / Л.С. Даркен, Р.В. Гурри. – М.: Metallurgizdat, 1960. – 580 с.
- 5 Лидин Р.А., Молочко В.А., Андреева Л.Л. Химические свойства неорганических веществ / Под ред. Р.А. Лидина. – 5-е изд., стер. – М.: КолосС, 2006. – 480 с.
- 6 Алесковский, В.Б. Физико-химические методы анализа: учеб. / В.Б. Алесковский. – М.: Химия, 1964. – 298 с
- 7 Ляликов, Ю.С. Физико-химические методы анализа: учеб. / Ю.С. Ляликов, М.И. Булатов, В.И. Бодю, С.В. Крачун. – М.: Химия. 1964. – 366 с.
- 8 Крешков, А.П. Основы аналитической химии. Теоретические основы. Количественный анализ: учеб. изд. 8-е, перераб. / А.П. Крешков. – М.: Химия, 1971. – 456 с.
- 9 Алексеев, В. Н. Количественный анализ / В.Н. Алексеев. – М.: Химия, 1972. – 504 с.
- 10 Бабко, А.К. Физико-химические методы анализа: учеб. / А.К. Бабко. – М.: Высшая школа. 1968. – 357 с.
- 11 Глоба, И.И. Оптические методы и приборы контроля качества / И.И. Глоба. – Минск: БГТУ, 2003. – 122 с.
- 12 Чакчир, Б. А. Фотометрические методы анализа: методические указания / Б. А. Чакчир, Г. М. Алексеева. – СПб.: Изд-во СПХФА, 2002. – 44 с.

- 13 Булатов М.И. Практическое руководство по фотометрическим методам анализа / М.И. Булатов, И.П. Малинкин. – Ленинград.: Химия. 1986. – 432 с.
- 14 Фритц, Д. Количественный анализ / Д. Фритц, Г. Шенк. – М.: Мир. 1978. – 227 с.
- 15 Ольшанова, К. М. Аналитическая химия / К.М. Ольшанова, С.К. Пискарева, К.М. Барашков. – М.: Химия, 1980. – 400 с.
- 16 Герасимова Н.С. Фотометрические методы анализа / Н.С. Герасимова. – М.: Издательство МГТУ им. Н.Э.Баумана. 2010. – 40 с.
- 17 ГОСТ 4204-77. Реактивы. Кислота серная. Технические условия. – М.: Стандартиформ, 2006. – 12 с.
- 18 ГОСТ 2603-79. Реактивы. Ацетон. Технические условия. - М.: Стандартиформ, 2006. – 52 с.
- 19 ГОСТ 2652-78. Калия бихромат технический. – М.: Стандартиформ, 2006. – 17 с.
- 20 ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия. - М.: ФГУП Стандартиформ. 2010. – 53 с.
- 21 ГОСТ 4919.1-2016. Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов. - М.: Стандартиформ. 2018.
- 22 ГОСТ 12.0.003-2015. Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Опасные и вредные производственные факторы. Классификация. – М.: Стандартиформ, 2016. – 9 с.
- 23 ГОСТ 12.1.005-88. Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны – М.: Стандартиформ, 2008. – 48 с.
- 24 ГОСТ 12350-78. Стали легированные и высоколегированные. Методы определения хрома. – М.: Издательство стандартов, 1987. – 10 с.
- 25 ГОСТ 12.1.007-76. Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности (с Изменениями N 1, 2) – М.: Стандартиформ, 1977. – 10 с.

- 26 ГОСТ 12.1.019-79. Система стандартов безопасности труда (ССБТ).  
Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты. -  
М.: ИПК Издательство стандартов, 2001
- 27 ГОСТ 12.11.038 (2001). Электробезопасность. Предельно допустимые  
уровни напряжений и токов. -М.: ИПК Издательство стандартов, 2001
- 28 ГОСТ 25336-82. Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы,  
основные параметры и размеры. – М.: Стандартиформ. 2009.
- 29 ГОСТ 12.1.003-83. Шум. Общие требования безопасности. - М.:  
Стандартиформ. 2019. – 13 с.
- 30 ГОСТ 12.1.012-90. Вибрационная безопасность. Общие требования. -  
М.: ИПК Издательство стандартов. 2001. – 46 с.