

**МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ  
ЗАПОРІЗЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ**

**БІОЛОГІЧНИЙ ФАКУЛЬТЕТ**

**Кафедра хімії**

**Кваліфікаційна робота / проєкт  
магістра**

на тему МОНІТОРИНГ ТОКСИЧНИХ ЕЛЕМЕНТІВ У ШЛАКАХ  
МЕТАЛУРГІЙНОГО ВИРОБНИЦТВА

Виконала: студентка 2 курсу, групи 8.1029-з  
спеціальності 102 «Хімія»  
освітньої програми Хімія

Бабак С. В.

Керівник доцент, доцент к.х.н. Синяєва Н.П.

Рецензент доцент, к.б.н. Петруша Ю.Ю.

Запоріжжя  
2020

**МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ**  
**ЗАПОРІЗЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ**

Біологічний факультет  
Кафедра хімії  
Рівень вищої освіти магістерський  
Спеціальність 102 «Хімія»  
Освітньо-професійна програма «Хімія»

**ЗАТВЕРДЖУЮ**

Завідувач кафедри хімії, д-р. біол. наук, проф.

О.А. Бражко

---

«28»      жовтня      2019 року

**З А В Д А Н Н Я**  
**НА КВАЛІФІКАЦІЙНУ РОБОТУ (ПРОЄКТ) СТУДЕНТЦІ**

Бабак Світлані Валеріївній

---

1. Тема роботи      Моніторинг токсичних елементів у шлаках металургійного виробництва  
керівник роботи    Синяєва Ніна Петровна, к.х.н., доцент  
затверджена наказом ЗНУ від « 13 » липня      2020 р. № 1028-с
2. Строк подання студентом роботи      03 грудня 2020 року
3. Вихідні дані до роботи      огляд наукової літератури що до вмісту токсичних елементів у шлаках
4. Зміст розрахунково-пояснювальної записки (перелік питань, які потрібно розробити): провести моніторинг важких металів трьох класів безпеки, проведення моніторингу рухомих форм важких металів в дох типах металургійних шлаках, Визначення рухомих форм токсичних елементів (Pb, Mn, Cu).
5. Перелік графічного матеріалу (з точним зазначенням обов'язкових креслень): 10 таблиць, 6 рисунків
6. Консультанти розділів роботи

Розділ	Прізвище, ім'я, по-батькові  та посада консультанта	Підпис, дата	
		завдання  видав	завдання  прийняв
4	Генчева В.І., к.б.н., доцент		

7. Дата видачі завдання 28.10.2019 р.

### КАЛЕНДАРНИЙ ПЛАН

№ з/п	Назва етапів кваліфікаційної роботи	Строк виконання етапів роботи	Примітки
1.	Огляд літературних джерел. Написання відповідного розділу роботи	жовтень 2019– листопад 2019	Виконано
2.	Вивчення, засвоєння методик дослідження. Написання відповідного розділу роботи	грудень 2019 – жовтень 2020	Виконано
3.	Засвоєння правил техніки безпеки під час виконання експериментальної частини. Написання відповідного розділу роботи	травень 2020 – жовтень 2020	Виконано
4.	Проведення експериментальних досліджень. Оформлення результатів експерименту (таблиці, рисунки). Написання відповідного розділу роботи	травень 2020 – листопад 2020	Виконано
5.	Оформлення кваліфікаційної роботи. Передзахист роботи	вересень – листопад 2020	Виконано
6.	Рецензування кваліфікаційної роботи	грудень 2020	Виконано
7.	Захист кваліфікаційної роботи	грудень 2020	Виконано

Студентка

С.В. Бабак

Керівник роботи

Н.П. Синяєва

**Нормоконтроль пройдено**

Нормоконтролер

В.І. Генчева

## РЕФЕРАТ

В роботі 55 сторінок, 10 таблиць, 6 рисунків, було використано 51 літературних джерел, 9 з них на іноземній мові.

Об'єкт дослідження – шлаки металургійного виробництва.

Предмет дослідження – виявлення кількості Плюмбуму, Купруму, Марганцю в металургійних шлаках методом атомної абсорбції.

Мета роботи – дослідження Плюмбуму, Купруму, Марганцю в металургійних шлаках в різних зонах небезпеки.

Методи досліджень та апаратура – атомно-абсорбційна спектрометрія, теоретичний, інструментальний, розрахунковий, Атомно-абсорбційний спектрометр з полум'яним атомізатором «Hitachi 180-80», ваги аналітичні, хімічний посуд.

Було проведено методом атомної-абсорбції вміст Плюмбуму. Купруму, Марганцю в металургійних шлаках.

ПЛЮМБУМ, КУПРУМ, МАРГАНЕЦЬ, АТОМНА АБСОРБЦІЯ, МЕТАЛУРГІЙНІ ШЛАКИ.

## ABSTRACT

In the work of 55 pages, 10 tables, 6 figures, 51 literary sources were used, 9 of them in a foreign language.

The object of research is slags of metallurgical production.

The subject of research is the detection of the amount of lead, copper, manganese in metallurgical slag by atomic absorption.

The purpose of the work – the study of lead, copper, manganese in metallurgical slag in different danger zones.

Research methods and equipment - atomic absorption spectrometry, theoretical, instrumental, computational, atomic absorption spectrometer with flame atomizer "Hitachi 180-80", analytical scales, chemical utensils.

The content of lead was carried out by the method of atomic absorption. Copper, manganese in metallurgical slag.

PLUMBUM, COPPER, MANGANESE, ATOMIC ABSORPTION,  
METALLURGICAL SLAGS

## ЗМІСТ

ПЕРЕЛІК УМОВНИХ ПОЗНАЧЕНЬ, СИМВОЛІВ, ОДИНИЦЬ, СКОРОЧЕНЬ І ТЕРМІНІВ.....	8
ВСТУП.....	9
1 ОГЛЯД НАУКОВОЇ ЛІТЕРАТУРИ.....	12
1.1 Український досвід використання металургійних шлаків.....	12
1.2 Доменний шлак.....	16
1.2.1 Технічні вимоги.....	18
1.3 Мартенівський шлак.....	19
1.4 Методи визначення Плюмбуму, Марганцю, Міді в металургійних відходах(шлаках) .....	20
1.4.1 Атомно-абсорбційний методи.....	21
2 МАТЕРІАЛИ І МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ.....	24
2.1 Об'єкт дослідження.....	24
2.2 Обладнання, матеріали, реактиви.....	24
2.3 Реактиви.....	25
2.4 Атомно-абсорбційний спектрофотометр Hitachi 180-80.....	26
2.5 Відбирання проб.....	28
2.6 Готування до проведення аналізування.....	28
2.6.1 Готування ґрунту.....	28
2.6.2 Готування розчинів.....	28
2.7 Визначення рухомих форм токсичних речовин.....	29
2.7.1 Приготування стандартного розчину іонів Pb, Cu, Mn з масовою концентрацією іонів свинцю, міді і марганцю 0,1 мг/см <sup>3</sup> .....	30
2.7.2 Приготування робочого стандартного розчину іонів Pb Cu, Mn з масовою концентрацією іонів Pb, Cu, Mn 0,01 мг/см <sup>3</sup> .....	30
2.7.3 Приготування калібрувальних розчинів іонів Pb Cu, Mn .....	31
3 ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА.....	33

4 ОХОРОНА ПРАЦІ ТА БЕЗПЕКА В НАДЗВИЧАЙНИХ СИТУАЦІЯХ.....	43
ВИСНОВКИ.....	49
ПРАКТИЧНІ РЕКОМЕНДАЦІЇ.....	51
ПЕРЕЛІК ПОСИЛАНЬ.....	53

ПЕРЕЛІК УМОВНИХ ПОЗНАЧЕНЬ, СИМВОЛІВ, ОДИНИЦЬ,  
СКОРОЧЕНЬ І ТЕРМІНІВ

$\lambda_{\text{max}}$  – довжина хвилі поглинання

$n$  – число проб

$P$  – довіркова вірогідність

$x$  – результат визначення

$\bar{x}$  – середнє арифметичне

$S^2$  – дисперсія

$S$  – стандартне відхилення

$\varepsilon$  – довірковий інтервал

$t$  – коефіцієнт Стьюдента

$C/O$  – відношення кількості вуглецю до кисню в полум'ї

$T$  – титр стандартного розчину



## ВСТУП

Однією з найважливіших проблем металургії є контроль хімічного складу техногенних відходів, які містять значну кількість цінних для металургійних процесів компонентів. В металургійному виробництві в сучасних умовах накопилось багато відходів різної форми та різного походження, наприклад, шлакові відходи. Після детального дослідження їх форми знаходження та хімічного складу за вмістом Плюмбуму, Марганцю, Міді відходи можна використовувати, як додаткову сировину металургійного виробництва, у будівництві, кераміці, а також у дорожньому будівництві [1-2].

Шлаки відносять до різних класів небезпеки:

перший клас високотоксичні As, Cd, Hg, Se, Pb, F;

другий клас помірно небезпечні B, Co, Ni, Mo, Cu, Sb, Cr;

третій клас мало небезпечний Ba, V, W, Mn.

Широке застосування різноманітних твердих промислових відходів під час будівництва автомобільних доріг та інженерних споруд вимагає ретельної екологічної експертизи і санітарно-гігієнічної оцінки, оскільки важкі метали, токсичні, канцерогенні та радіоактивні речовини, що містяться у відходах, здатні проникати при експлуатації та руйнуванні інженерних споруд у ґрунт, ґрунтові води та водоймища.

Проблеми використання промислових відходів під час проектування, реконструкції і будівництва у зв'язку з інтенсивним екологічним тиском на навколишнє середовище стають все більш актуальними[3, 4].

Існує багато інструментальних методів аналізу рудних матеріалів, такі як атомна-абсорбційний, флюоресценційний, рентгено-спектральний, що стандартизовані, мають точно визначенні метрологічні характеристики, а прилади, потребують калібрування відповідними еталонами. Шлакові відходи різноманітні за складом. Тому проблема стандартизації хімічного складу для

шлакових матеріалів потребує розробки аналітичних методик визначення їх складу за основними компонентами і оцінок метрологічних характеристик: невизначеність пробовідбору, оцінка точності визначення основних компонентів.

Одним з таких методів є експресний метод для виконання аналізу вимагає розв'язання аналітичних завдань із застосуванням складних та дорогих приладів. Розробка портативних пристроїв і простих методик, результати аналізу яких співвимірні з результатами, виконаними аналітичній лабораторії, дають можливість швидко виконувати аналіз на місці відбору проби. Такими можливостями володіють сучасні тест-системи [5].

Для визначення небезпеки відходів важливо враховувати не тільки загальний вміст елементів-забруднювачів, але й фізикохімічні форми знаходження, що визначають їх рухомість або можливість мобілізації.

Загальний принцип – використання селективних і чутливих аналітичних реакцій у формах, що забезпечують одержання ефекту, який можна спостерігати візуально або легко виміряти за параметрами забарвленої зони. Тест-методами зручно оцінювати приблизний вміст інгредієнта, з метою правильної тактики подальшого виконання аналізу.

Мета роботи – провести моніторинг важких металів трьох класів небезпеки.

Відповідно до мети роботи проведені такі дослідження:

1. Оцінка невизначеності і обґрунтування методу пробовідбору
2. Визначення вмісту Плюмбуму, Марганцю, Купруму в техногенних відходах металургії
3. Визначення рухомих форм токсичних елементів (Pb, Mn, Cu).
4. Оцінка токсичності металургійного шлаку

Об'єкт дослідження – відходи металургійного виробництва (шлаки).

Предмет дослідження – проведення моніторингу рухомих форм важких металів в дох типах металургійних шлаках.

Головне завдання:

Вибір способу дготовки, проби до аналізу, кількісне визначення рухомих форм важких металів а проведення моніторингу в шлаках різних технологій [6].

Дослідження кваліфікаційної роботи опубліковані у збірці матеріалів VIII Регіональна науково-практична конференція студентів, аспірантів та молодих вчених «Актуальні проблеми та перспективи розвитку природничих, медичних та фармацевтичних наук» 15-17 квітня 2019 року, Запоріжжя (ЗНУ).

## 1. ОГЛЯД НАУКОВОЇ ЛІТЕРАТУРИ

### 1.1 Український досвід використання металургійних шлаків

Металургійні шлаки є одним з побічних продуктів основного виробництва, вихід яких складає від 10 до 40 % виробленого металу [7]. Також обсяги перероблювання металургійних шлаків в Україні в останні роки збільшуються [3].

Вони знаходять широке використання в, загальнобудівельних роботах при підготовці територій, дорожньому будівництві, при виробництві будівельних матеріалів та виробів.[5]. Так за даними GМК Center, у 2018 році переробники спожили близько 5 млн. т. металургійних шлаків. В Україні, значно перевищують потреби традиційних споживачів в області будівництва, і металургійні підприємства змушені шукати нові напрямки використання шлакової продукції.

Таким напрямком може бути будівництво природоохоронних об'єктів і проведення рекультиваційних робіт, процеси видобутку і переробки руди, шихтових матеріалів і вугілля чинять негативний вплив на всі компоненти навколишнього середовища і призводять до зміни ландшафтів. Проведення технічного етапу рекультивації цих земель вимагає великого обсягу ґрунтових матеріалів [6].

Металургійні шлаки є продуктом технологічних процесів, переробки, а також розпаду сталеплавильних і доменних шлаків і являють собою суміш великоуламкових, піщаних, пилюватих частинок [5].

Шлаки активно реагують з водою і розчиненими в ній компонентами з підвищенням величини показника рН і виходом в розчин деяких шлакоутворюючих елементів.

Широке застосування різноманітних твердих промислових відходів під час будівництва автомобільних доріг та інженерних споруд вимагає ретельної екологічної експертизи і санітарно-гігієнічної оцінки, оскільки важкі метали, токсичні, канцерогенні та радіоактивні речовини, що містяться у відходах, здатні проникати при експлуатації та руйнуванні інженерних споруд у ґрунт, ґрунтові води та водоймища.

Проблеми використання промислових відходів під час проектування, реконструкції і будівництва у зв'язку з інтенсивним екологічним тиском на навколишнє середовище стають все більш актуальними [7].

Широке використання відходів промисловості, зокрема шлаків і зоолошлаків та фосфогіпсу, що містять важкі метали, в будівельних матеріалах створює екологічно небезпечну ситуацію при експлуатації будівельних конструкцій.

Промислові відходи знайшли широке застосування при укріпленні ґрунтів дорожніх шарів, у бетонах для будівництва інженерних споруд.

Аналіз даних про будівельних властивості металургійних шлаків України і досвіду використання їх в промислових гідротехнічних та інших природоохоронних об'єктах показав широкий діапазон можливостей застосування їх замість природних кам'яних і ґрунтових матеріалів, а також бетонних елементів конструкцій [8].

Високі значення кута внутрішнього тертя (до 500 і більше) як в сухому, так і в водо насиченому стані, щільність укладання шлаків в спорудженні, що досягає  $2100 \text{ кг/м}^3$  в сухому стані, діапазон міцності і деформаційних характеристик матеріалу дозволяє використовувати його для відсіпання наподегливих призм при будівництві дамб обжатою профілю.

Шлаки сталеплавильного виробництва мають високу щільністю в шматку, і великі фракції шлаку або звичайна шлакова суміш з високим їх вмістом може бути використана для пристрою кріплення укосів емностей різного призначення.

Використання відходів промисловості у будівництві розв'язує проблему утилізації відходів. Однак технологічні рішення мають прийматися не тільки з урахуванням економічної ефективності будівельних проектів, але й відповідно до вимог екологічної безпеки територій, оскільки більшість токсичних елементів, які знаходяться у відходах, забруднюють ґрунти і ґрунтові води [3].

Оцінка радіаційної якості шлаку як будівельного матеріалу показала, що сумарна питома ефективна активність природних радіонуклідів А в його складі менше 370 Бк/кг. Це дозволяє відповідно до чинних будівельних норм віднести шлак з радіаційного якості до будівельних матеріалів першого класу, які придатні для всіх видів будівництва без обмеження [8].

Шлаки різних металургійних підприємств використані замість щебеню і каменю природних порід для кріплення від розмиву вітровими хвилями укосів дамб, річкових берегів, різних ставків-відстійників і т.д. Для створення проти фільтраційного екрана по всій чаші накопичувача на Дніпровському алюмінієвому заводі використані дрібні фракції активного доменного шлаку, які були укочені в зволоженому стані [9, 10]

Широко використовують шлаки для будівництва промислових гідротехнічних споруд на комбінаті "Азовсталь". Золонакопичувач ТЕЦ комбінату, накопичувачі шлаків газоочистки доменного і сталеплавильних цехів комбінату розташовуються в прибережній частині Азовського моря і експлуатуються протягом 30-50 років. Дамби, що формують ємності цих споруд, виконані з доменних та сталеплавильних шлаків комбінату і показують хорошу стійкість в умовах впливу морської води.

Для зниження негативного впливу комбінату "Азовсталь" на акваторію в кінці 80-х років в Азовському морі на ділянці, що примикає до території цеху шлакопереробки, була побудована захисна фільтруюча дамба. Тіло дамби довжиною близько двох кілометрів виконано з конвертерних, мартенівських, доменних шлаків, її укіс з боку моря укріплений накидкою з рваного каменю кристалічних гірських порід.

Шлаки можуть бути використані при зведенні берегозахисних споруд переривчастого типу в якості одного з використовуваних різномірних ґрунтів, а також у вигляді захисних пристроїв типу габіонів [11].

Цікаві конструктивні рішення можуть бути знайдені при виборі способів консервації небезпечних відходів виробництва з використанням шлаків, враховуючи їх специфічні властивості – здатність до самоцементації і подщелачиванню середовища при взаємодії з рідиною. В робочому проекті консервації накопичувача відходів хімічних цехів ВАТ "Баглійкокс" (м. Дніпродзержинськ) передбачена засипка ємності існуючого накопичувача доменним шлаком в кількості, достатній для заповнення водних шарів і часткового занурення в донній в'язко-пластичний продукт. Формування бетону на кислих обводнених органічних продуктах в присутності надлишкової кількості вапна, достатнього для нейтралізації кислотої смоли з утворенням сульфату кальцію, який є активатором гідравлічних властивостей відвального доменного шлаку. Взаємодія шлакових мінералів з водною та органічною частиною в'язко-пластичних смолистих відходів призведе до утворення таких сполук, як гідросилікати і гідроалюмінати кальцію, крезолі, нафтол кальцію і в цілому композиції, яку можна віднести до шлакобетону класу В15 з коефіцієнтом фільтрації близько  $110^{-8}$  м/добу. В результаті цих процесів забезпечується консервація токсичних відходів, запобігає їх фільтрація через ложе накопичувача і готуються умови для наступної рекультивациі території розташування накопичувача [12]. При зведенні з відходів вуглезбагачення гребель і дамб, що обгороджують накопичувачі стічних вод та інші промислові водойми, для підвищення стійкості споруди при одночасному захисті вод від забруднень, витравлюють з цих відходів, пропонується використовувати їх у поєднанні з основними шлаками. Спорудження зводиться пошарово: ядро - з відходів вуглезбагачення з щільністю частинок породи рівній  $3,0-3,2$  г/см<sup>3</sup>, а верхової та низової клини – з основних шлаків металургійного виробництва з щільністю частинок  $3,3-3,6$  г/см<sup>3</sup>. Співвідношення маси металургійних шлаків і відходів вуглезбагачення в

спорудженні залежить від концентрації сірки в відходах і від основності шлаків і розраховується за формулою, яка наводиться в описі винаходу [13].

Перспективним напрямком є використання шлаків в процесі рекультивації території для заповнення відпрацьованих кар'єрних виїмок, утворених при видобутку вапняку і доломіту, які є важливими компонентами шихти в чорній металургії.

При використанні шлаків в будівництві для стабілізації гранулометричного складу злитих з ковшів і затверділих шлаків вони повинні бути витримані протягом 0,5-1 року в відвалах або на спеціально підготовлених майданчиках з організацією відведення профільтрувати через них атмосферних опадів. Процес стабілізації прискорюється при додатковому поливі матеріалу [14].

Таким чином, в результаті виконаних досліджень і накопиченого практичного досвіду показано, що шлаки чорної металургії можуть знаходити широке застосування при будівництві об'єктів природоохоронного призначення замість природних ґрунтових матеріалів. Особливо важливим є використання їх в спорудах промислової гідротехніки і при консервації відпрацьованих виїмок, які є вельми матеріаломісткими об'єктами. Порівняння питомого споживання щебеню і замінює його шлаку при дорожньому будівництві і будівництві дамби.

Враховуючи, всі перераховані вище проблеми використання шлаків, необхідно знати не тільки хімічний склад за основними компонентами, такими, вмісту рухомих форм токсичних елементів (Pb, Cu, Mn) [2, 9, 13,].

## 1.2 Доменний шлак

Доменний шлак – це неметалічний продукт, що складається в основному з силікатів і алюмінатів кальцію, отриманий разом з чавуном в доменній печі у



вигляді розплаву. При охолодженні шлакового розчину водою, парою або повітрям утворюється гранулювання шлак, при повільному – комовою. Повільно охолоджений шлак встигає певною мірою закристалізуватись, і гідравлічні властивості його знижуються. Доменний шлак використовується в цементній промисловості для виробництва будівельних цементів.

Доменний шлак, як і багато інші шлаки, які беруть участь в процесах чорної металургії, а саме його склад, хімічна активність, температура плавлення, в'язкість і інші властивості в значній мірі визначають якість виплавленого чавуну, інтенсивність плавки, рівність ходу доменної печі і тим самим впливає на витрату коксу і інших енергоносіїв. У той же час доменний шлак, крім своїх першорядних завдань, що виконуються в процесі доменної плавки, є найбагатшим сировинним джерелом для отримання будівельних матеріалів [15].

Шлаки в своєму складі містять сірку, і при грануляції виділяється велика кількість токсичних її сполук, які створюють на робочих майданчиках грануляції важкі умови праці обслуговуючого персоналу. Для їх поліпшення до складу охолоджуючої рідини вводять тонкоподрібнений крейда, вапно або вапняк. Внаслідок сірквиділення в атмосферу зменшується на 60-80%, що недостатньо і потрібні спеціалізовані ділянки для дроблення і тонкого подрібнення цих матеріалів. Необхідна менш капіталомістка і більш ефективна технологія.

Згідно з даними близько 20% доменного шлаку утилізується в гранульований продукт мокрим або напівсухим способом на центральних грануляційних установках [16].

Також доменні шлаки використовують при отриманні Шлакоситалу – стеклокристаллических матеріалів, одержуваних керованої каталізувати кристалізацією стекол, зварених на основі металургійних, паливних і ін. шлаків, мінерального та синтетичного сировини. Вони характеризуються високою хімічної стійкістю і стійкістю до стирання. Вироби з Шлакоситалл застосовуються в будівництві, хімічній, гірничорудній і інших галузях

промисловості для захисту будівельних конструкцій і устаткування від корозії і абразивного зносу [17, 18].

Метою цієї роботи є розрахунок параметрів і оцінка кристалізаційної здатності і мінералогічного складу кінцевих доменних шлаків в інтервалі температур солидус ( $T_c$ ) - ликвидус ( $T_l$ ), характерних для шихтових і технологічних умов доменних печей України.

### 1.2.1 Технічні вимоги

Мелений шлак повинен відповідати вимогам цих технічних умов і виготовлятися відповідно до технологічної документації, розробленої та затвердженої в установленому порядку виробником.

#### Основні параметри і розміри

Мелений шлак - продукт, одержуваний шляхом тонкого подрібнення гранульованого доменного шлаку спільно з гідрофобною добавкою (або без неї), інтенсифікує помел і забезпечує його збереження при зберіганні і плинність при транспортуванні.

Спеціальні та технологічні добавки. Кількість гідрофобної добавки не повинно перевищувати 0,3% від маси меленого шлаку. Ефективність застосування добавок, відсутність негативного впливу на властивості бетону, розчину повинні бути підтверджені результатами випробувань бетону, розчину, сухих будівельних сумішей і т.д.

#### Вимоги до матеріалів і показники якості

Матеріали, які застосовуються для виготовлення меленого шлаку повинні відповідати вимогам, передбаченим в стандартах або технічних умовах на ці матеріали.

Вихідний гранульований доменний шлак виробляється шляхом швидкого водного охолодження шлакового розплаву відповідного складу,

одержуваного як побічний продукт виробництва при виплавці залізної руди в доменній печі

#### Маркування

Маркування меленого шлаку повинна проводитися відповідно до ГОСТ 30515.

Маркування меленого шлаку в мішках виробляють на кожному мішку в будь-якій його частини. При упаковці меленого шлаку в м'які контейнери маркування наносять на етикетку, вкладаємо в спеціальну кишеню,

наявний на м'якому контейнері. Допускається наносити маркування незмивною фарбою на бічну поверхню м'якого контейнера в будь-якій її частини.

#### Упаковка

Упаковка меленого шлаку повинна проводитися відповідно до ГОСТ 30515.

Мелена шлак відвантажують в упаковці або без неї. При поставці без упаковки мелений шлак повинен бути відвантажений в спеціалізованому транспорті [19].

### 1.3. Мартенівський шлак

Відомо, що хімічний склад сталеплавильних шлаків, зокрема мартенівських, в основному представлений оксидами, що утворюються при окисленні заліза і різних домішок стали - кремнію, марганцю, фосфору, хрому та інших; оксидами кальцію, заліза, кремнію та алюмінію, які надходять в плавильну піч з вапном або вапняком, флюсами, залізною рудою, агломератом і бокситом; оксидами магнію і хрому, що потрапляють в шлак в результаті руйнування вогнетривкої футеровки печей основного процесу, і кремнеземом.

Мартенівські шлаки відрізняються високим вмістом фарбувальних компонентів (сполук заліза, марганцю та хрому), яке змінюється в різних межах і в середньому становить близько 20-25% мас. Крім того, до їх складу входить і велика кількість оксидів кальцію, магнію і алюмінію, які також є одними з основних компонентів практичних складів відомих керамічних пігментів, зокрема, чорно-коричневої колірної гама. Однак зважаючи на істотні коливань за хімічним складом, що відзначаються для зерен різної крупності, а також значного змісту в великих фракціях таких відходів металевих включень найдоцільніше проводити їх підготовку шляхом спільного подрібнення усереднених по гранулометрії проб. При цьому можливо як досягнення високого ступеня гомогенізації за хімічним складом для виділеної шлакової (немагнітної) частини, так і її відділення від металевих корольків, які в подальшому можуть бути повернуті в металургійний процес. Зазначене вище дозволяє з достатньою [20, 21].

Шлаки мартенівський вживається наступного складу: не більше 25% кремнезему; 40% окису кальцію плюс окису магнію; не менше 20% окису заліза марганцю; не більше 2% окису фосфору; не більше 4% сірчистого кальцію. У шлаку не допускається кристалічний або склоподібного злам, червона або зелена оераска. вміст оксидів заліза не повинно бути більше 10% [22].

#### 1.4 Методи визначення Плюмбуму, Марганцю, Міді в металургійних відходах(шлаках)

Для визначення Плюмбуму, Марганцю, Міді в рудних матеріалах, металургійних відходах використовують, атомно-абсорбційний метод [14, 23].

### 1.4.1 Атомно-абсорбційний методи

Атомно-абсорбційна спектрометрія (ААС) заснована на поглинанні випромінювання збуджених вільних атомів в газоподібному стані. Як у всіх методах, заснованих на селективному поглинанні речовинами електромагнітного випромінювання, в методі діє закон Бугера-Ламберта-Бера (1.1):

$$A = \lg(I_0 / I) = kCl \quad (1.1)$$

де  $A$  – величина характеризує поглинання світла(абсорбція);

$I_0$  – інтенсивність монохроматичного пучка світла;

$I$  – інтенсивність пучка світла, що пройшов крізь поглинаючий шар;

$k$  – коефіцієнт поглинання  $\text{дм}^3 \text{ моль}^{-1} \text{ см}^{-1}$ ;

$l$  – товщина поглинаючого шару, см;

$C$  – концентрація визначуваного елемента  $\text{мг/дм}^3$

Атомно-абсорбційний метод аналізу забезпечує межу виявлення багатьох елементів на рівні  $0,1 - 0,01 \text{ мкг/см}^3$ , що в багатьох випадках дає можливість аналізувати ґрунт і рослини без попереднього концентрування елементів

Атомно-абсорбційна спектрометрія заснована на поглинанні електромагнітного випромінювання вільними атомами в не збудженому (основному) стані. Величина аналітичного сигналу пов'язана з концентрацією атомів в основному не збудженому стані і, отже, з концентрацією елемента в аналізованому зразку [22, 7, 11].

В наш час розроблено багато різноманітних моделей атомно-абсорбційних спектрофотометрів, що мають досконалі оптичні схеми, джерела випромінювання, і супроводжені спеціальними програмами математичної обробки результатів випромінювання.

Одним з перспективних приладів є атомно-абсорбційний спектрофотометр фірми Hitachi 180-80 з використанням ефекту Зеємана.

Зовнішній вигляд атомно-абсорбційного спектрофотометра фірми Hitachi 180-80 зображено на рис. 1.1.



Рисунок 1.1 – Атомно-абсорбційний спектрометр Hitachi 180-80

Спектрофотометр Hitachi 180-80 має спектральний діапазон 193,7-852,0 нм (ультрафіолетовому та видимому діапазоні спектру) [14, 8, 6].

Джерела випромінювання: лампи з порожистим катодом.

Атомізатор: полум'яний з довжиною щілини 100 мм.

Кількісний атомно-абсорбційний метод заснований на основному законі світло поглинання – Бугера-Ламберта-Бера, представлений формулою (1.2):

$$\log I_0/I_1 = A = \epsilon lc \quad (1.2)$$

де:  $l$  – товщина поглинального шару;

$\epsilon$  – молярний коефіцієнт поглинання, якщо концентрація речовини виражена в молях на літр, а товщина поглинального шару – у сантиметрах;

$\log I_0/I_1$  – оптична густина розчину [21, 23].

Використання полум'яної атомізації потребує використання необхідних наступних умов:

- полум'я повинно бути високо прозорим (невисока оптична щільність у всьому спектральному інтервалі від 190 до 860 нм);
- власне випромінювання полум'я повинно бути слабким;
- ефективність атомізації в полум'ї повинна бути якомога більшою;
- ступінь іонізації визначуваного елемента повинна бути низькою.

В аналітичній практиці використанні атомно-абсорбційного методу для деяких елементів використовують полум'я ацетилен-повітря (максимальна температура 2300 °С), полум'я стабільне, прозоре в області від 200 нм, має дуже слабку емісію і доцільне для визначення Плюмбуму, Купруму, Мангану [24].

Враховуючи, що шлаки використовують в матеріалах, для будівництва, дорожньому будівництві, тому метод дозволяє проконтролювати рухомі форми токсичних елементів (Pb, Cu, Mn), що небезпечні для довкілля.

Кількісний аналіз вмісту елементів, що визначаємо, відбувається за допомогою методу зовнішніх стандартів [23].

При аналізі складних зразків використання Зеємана-коректора дозволяє виділити корисний сигнал із загального поглинання проби і отримати коректніші результати, ніж без його використання. Метод використовується, як контрольний при визначення основних компонентів, а також рухомих форм токсичних елементів (Pb, Cu, Mn) [25, 26].

Не зважаючи, на те, що в аналітичній практиці використовуються високоефективні відносні інструментальні методи, в наступний час не менше значення мають класичні хімічні методи, які відносять до прямих методів, що не потребують процедури градування [27, 28, 29].

## 2 МАТЕРІАЛИ І МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ

### 2.1 Об'єкт дослідження

Для проведення досліджень були використані відходи металургійного виробництва (шлаки).

### 2.2 Обладнання, матеріали, реактиви

- Атомно-абсорбційний спектрофотометр з полум'яним атомізатором «Hitachi 180 – 80»
  - лампи з порожнистим катодом на свинець; маганец мідь
  - Колби мірні 2 – го класу точності по ГОСТ 1770 – 74;
  - Піпетки градуйовані 2 – го класу по ГОСТ 29227 – 91;
  - Піпетки з однією позначкою 2 – го класу по ГОСТ 29169-91;
  - Кислота нітратна по ГОСТ 4461 – 77 с ( $\text{HNO}_3$ )=1 моль/дм<sup>3</sup>;
  - Ваги аналітичні з найбільшим навантаженням 200 г та похибкою зважування не більше 0,0001 г згідно з ГОСТ 24104;
  - Колби мірні ємністю 100, 250, 500 см<sup>3</sup>, 1 дм<sup>3</sup> згідно з ГОСТ 1770;
  - Шприц дозатор або мірні циліндри місткістю 50 см<sup>3</sup> згідно з ГОСТ 1770;
  - Фільтри знезолені «синя стрічка» діаметром 7; 9; 15 см або папір фільтрувальний лабораторний згідно з ГОСТ 12026;
  - Вода дистильована згідно з ГОСТ 6709 або ДСТУ ISO 3696;
  - Піпетки згідно з ГОСТ 29169 (ИСО 648 – 77) і ГОСТ 29227 (ИСО 835 – 1 – 81);



- Стандартний зразок розчинів іонів Рb – МСО 0526:2003 ДСТУ 022.55 – 96;
- Вода бідистильована;
- Ацетилен газоподібний технічний згідно з ГОСТ 5457
- Ротатор з обертами на  $360^\circ$  і частотою обертання від  $30 \text{ хв}^{-1}$  до  $40 \text{ хв}^{-1}$  або струшувач з поворотно-поступальним рухом і частотою коливань не менше  $75 \text{ хв}^{-1}$ .
- рН-метр із похибкою вимірювання не більше 0,1 рН зі скляним електродом.
- Сита поліетиленові ґрунтові з діаметром отворів 1 мм.
- Ступка агатова або яшмова з товкачиком.
- Лійки лабораторні згідно з ГОСТ 25336.
- Шприц-дозатор або мірні циліндри місткістю  $50 \text{ см}^3$  згідно з ГОСТ 1770.
- Піпетки згідно з ГОСТ 29169 (ИСО 648-77) і ГОСТ 29227 (ИСО 835-1- 81).
- Фільтри знезолені “синя стрічка” діаметром 7; 9; 15 см або папір фільтрувальний лабораторний марки ФНС згідно з ГОСТ 12026.
- Лійки поліетиленові діаметром 6,9 см.
- Установка для перегонки.
- Шафа сушильна з терморегулятором

### 2.3 Реактиви

- Хлоридна кислота згідно з ГОСТ 3118
- Оцтова кислота згідно з ГОСТ 18270
- Ацетат амонію згідно з ГОСТ 3117.
- Вуглець чотирьохлористий згідно з ГОСТ 20288.

- Дитизон згідно з чинними нормативними документами.
- Аміак водний згідно з ГОСТ 3760.
- Активоване вугілля згідно з ГОСТ 6217
- Аскорбінова кислота згідно з чинними нормативними документами
- Сульфатна кислота згідно з ГОСТ 14262 або ГОСТ 4204
- Вода дистильована згідно з ГОСТ 6709 або ДСТУ ISO 3696
- Хлороформ згідно з ГОСТ 20015.
- Катіоніт КУ-2 згідно з ГОСТ 20298.
- Стандартні зразки розчинів іонів металів з атестованим значенням масової концентрації іонів марганцю.
- Вода бідистильована
- Ацетилен газоподібний технічний згідно з ГОСТ 5457

#### 2.4 Атомно-абсорбційний спектрофотометр Hitachi 180-80

Атомно-абсорбційний спектрофотометр має спектральний діапазон 190–800 нм, два атомізатора: електротермічний та полум'яний а також коректор для обліку неселективного поглинання, заснований на ефекті Зеемана. Технічний пристрій цього спектрометра дозволяє проводити аналіз і в режимі відключеного коректора [30]. Зовнішній вигляд атомно-абсорбційного спектрофотометра фірми Hitachi зображено на рис. 2.1



Рисунок 2.1–Атомно-абсорбційний спектрофотометр фірми Hitachi

Джерело випромінювання лампа з порожнистим катодом (рис. 2.2).

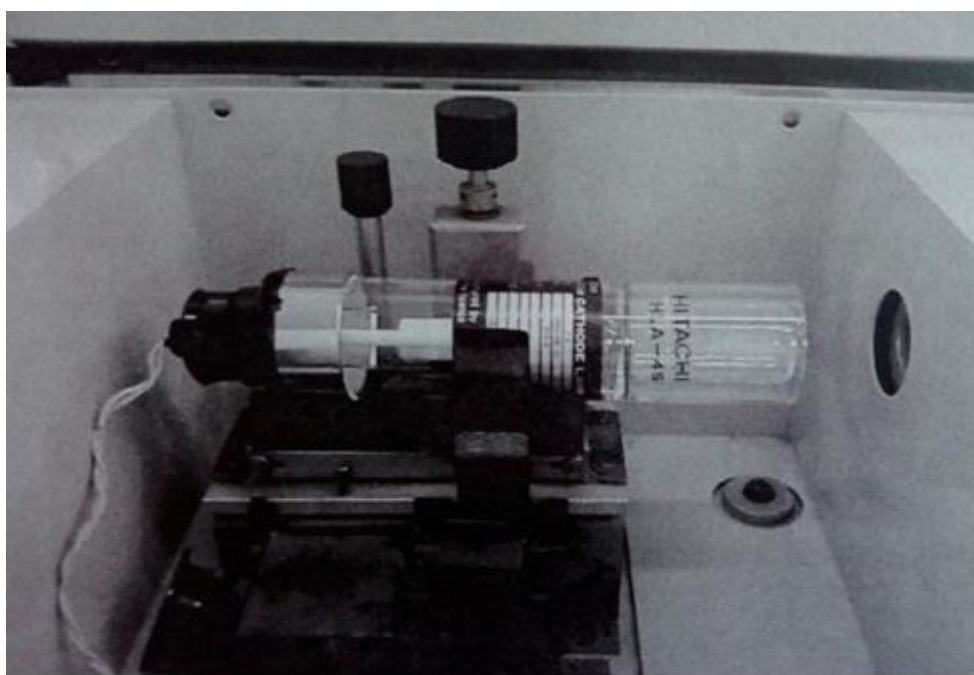


Рисунок 2.2 – Лампа з порожнистим катодом

## 2.5 Відбирання проб

Відбирання проб ґрунту виконують згідно з ГОСТ 17.4.3.01 і ГОСТ 17.4.4.02. Проби ґрунтів відбирають у поліетиленові пакети. Маса проби має бути не менше 1 кг. Безпосередньо після відбору проби ґрунту висушують до повітряно-сухого стану у приміщенні, яке добре провітрюється, або у сушильній шафі з терморегулятором [31, 32].

## 2.6 Готування до проведення аналізування

### 2.6.1. Готування ґрунту

Із загальної проби масою 1 кг методом конверту відбирають середню пробу масою 200 г, розсипають на кальці й розминають товкачиком великі грудки. Потім вибирають включення – корені рослин, камені, скло, вугілля, кістки тварин, а також новоутворення – друзи гіпсу, вапняні журавчики та інше. Ґрунт розтирають у ступці товкачиком і просівають через поліетиленове сито з діаметром отворів 1 мм [33].

### 2.6.2 Готування розчинів

Готування амонійно-ацетатного буферного розчину з рН 4,8

У мірну колбу місткістю 1 дм<sup>3</sup> поміщають 77 г оцтовокислого амонію і вносять циліндром 50 см<sup>3</sup> оцтової кислоти, доводять дистильованою водою до

мітки та перемішують. Значення рН готового розчину визначають на рН-метрі. Якщо відхилення рН від значення 4,8 перевищує  $\pm 0,05$  одиниць, реакцію середовища встановлюють, обережно додаючи по краплях оцтову кислоту за  $\text{pH} > 4,8$  або водний аміак за  $\text{pH} < 4,8$ . Розчин зберігають у поліетиленовому посуді.

#### Готування калібрувальних розчинів

Для приготування калібрувальних розчинів іонів марганцю (II) використовується стандартний зразок складу розчину іонів марганцю (II) з масовою концентрацією іонів марганцю (II)  $1,00 \text{ мг/см}^3$ .

### 2.7. Визначення рухомих форм токсичних речовин

Для визначення рухомих форм компонентів в шлаках металургійного виробництва користувалися нормативними документами :

СанПін 42-128-4439; МВВ 081/12-0787-11; ДСТУ 4770.9. МСО 0526 : 2003; ДСТУ 022.55-96; ГСО 7874-200; МСО 0299 : 2002; МСО 0032 : 1998; ДСТУ 022.63-96

Готування проби шлаку для проведення аналізу : із загальної проби методом конверту відбирають середню пробу масою 200 г, розсипають на кальці й розминають товчком великі грудки [34-36]. Шлак розтирають у ступці товчком і просівають через поліетиленове сито з отворів 1 мм.

Готування буферного розчину : у мірну колбу місткістю  $1 \text{ дм}^3$  поміщають 77 г амоній ацетат і вносять циліндром  $50 \text{ см}^3$  етанової кислоти, доводять дистильованою водою до риски та перемішують. Значення рН готового розчину визначають на рН-метрі.

Якщо відхилення рН від значення 4,8 перевищує  $\pm 0,05$  одиниць, реакцію середовища встановлюють, обережно додаючи по краплях оцтову кислоту за  $\text{pH} > 4,8$  або водний аміак за  $\text{pH} < 4,8$ .

Готування калібрувальних розчинів: для приготування калібрувальних розчинів іонів Pb, використовується стандартний зразок складу розчину іонів заліза з масовою концентрацією іонів Pb, 1,00 мг/см<sup>3</sup>.

2.7.1 Приготування стандартного розчину іонів Pb, Cu, Mn з масовою концентрацією іонів свинцю, міді і марганцю 0,1 мг/см<sup>3</sup>

Вміст ампули переливають у чисту хімічну склянку. Із склянки місткістю 5 см<sup>3</sup> відбирають 5 см<sup>3</sup> стандартного зразка складу розчину іонів свинцю з масовою концентрацією іонів 1,00 мг/см<sup>3</sup> і вміщують у мірну колбу місткістю 50 см<sup>3</sup>, об'єм колби доводять до позначки ацетатно-амонійними буферним розчином з рН=4,8

2.7.2 Приготування робочого стандартного розчину іонів Pb Cu, Mn з масовою концентрацією іонів Pb, Cu, Mn 0,01 мг/см<sup>3</sup>

Мірну колбу місткістю 50 см<sup>3</sup> піпеткою місткістю 5 см<sup>3</sup> вміщують 5 см<sup>3</sup> запасного стандартного розчину і доводять об'єм колби до позначки буферним розчином амоній ацетат рН 4,8

2.7.3 Приготування калібрувальних розчинів іонів Pb Cu, Mn

В мірні колби місткістю 100 см<sup>3</sup> вміщують вказані у таблиці 1 об'єми робочого стандартного розчину іонів кадмію з масовою концентрацією іонів

кадмію 0,01 мг/см<sup>3</sup> або запасного стандартного розчину іонів кадмію з масовою концентрацією іонів кадмію 0,1 мг/см<sup>3</sup> і доводять об'єм колби до позначки ацетатно-амонійним буферним розчином з рН=4,8 приготвленим відповідно до п. 8.2.1.

### 3 ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

Кількісне визначення іонів Плюмбуму проведено методом калібрувального графіку за допомогою стандартного зразку:

РЬ- МСО 0526:2003 ДСТУ 022.55 – 96 [30]

Режим атомізації і умови спектрального аналізу наведені в табл. 3.1.

Таблиця 3.1 – Умови проведення визначення Плюмбуму

λ, нм	Довжина щілини монохроматора, нм	Співвідношення C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> повітря	Висота просвічування полум'я
1	2	3	4
283	1,3	2,3/9,4	7,5

Довжина поглинаючого шару складає 10 см.

Для побудови градувального графіка дані наведені в табл. 3.2.

Таблиця 3.2 – Дані калібрувального графіку для визначення Плюмбуму

№ калібрувального розчину	Концентрація	Абсорбція
1	0,5	0,002
2	2,0	0,008
3	4,0	0,014

За отриманими даними в програмі Microsoft Office Excel побудовано калібрувальний графік (рис. 3.1).



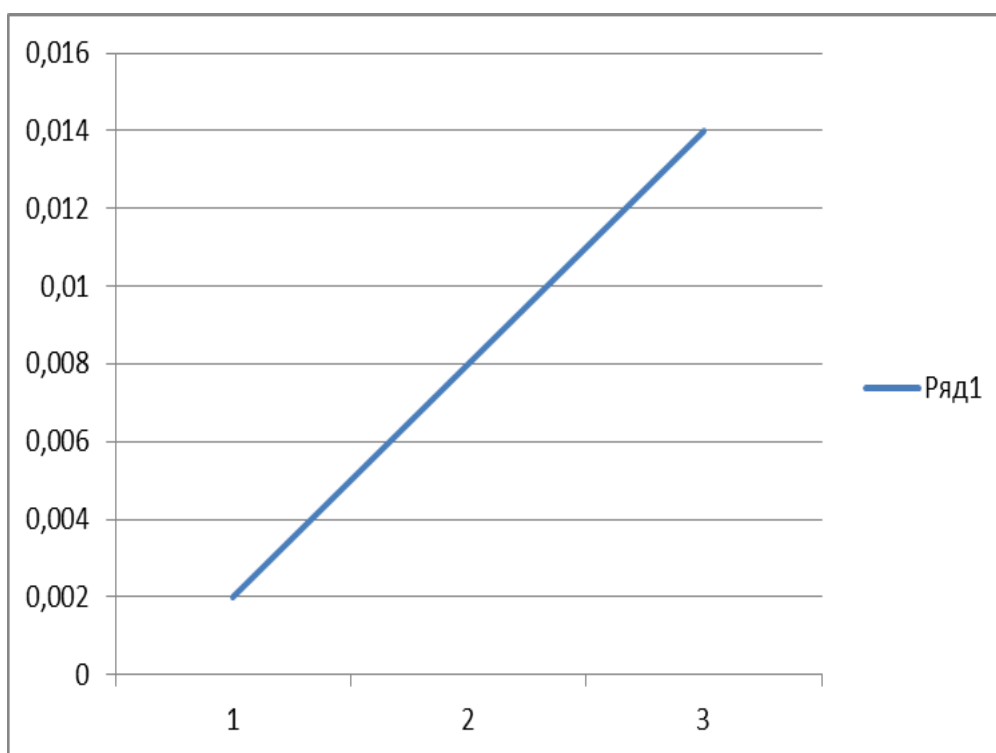


Рисунок 3.1 – Функція калібрувального графіку для визначення Плюмбуму  $y=a+bx$ . ( $a= 0.00327$ ;  $b= 0.0011$ ,  $R^2=1$ ).

### Визначення Купруму

Для побудови калібрувального графіку для визначення міді використали стандартний зразок:

Cu MCO 0523 : 2003 ДСЗУ 02248- 96

Режим атомізації і умови спектрального аналізу наведені в табл. 3.3.

Таблиця 3.3 – Умови проведення визначення Купруму

$\lambda$ , нм	Довжина щілини монохроматора, нм	Співвідношення $C_2H_2$ повітря	Висота просвічування полум'я
1	2	3	4
324,75	0.1	9,4/2,3	5

Довжина поглинаючого шару складає 10 см

Отримані дані програма запам'ятовує та будує графік. Отримані середні значення для побудови калібрувального графіка наведені у табл.3.4.

Таблиця 3.4– Дані калібрувального графіку для визначення Купруму

№ калібрувального розчину	Концентрація	Абсорбція
1	0,5	0,002
2	2,0	0,001
3	4,0	0,021

За отриманими даними в програмі MicrosoftOfficeExcel побудовано калібрувальний графік (рис. 3.2).

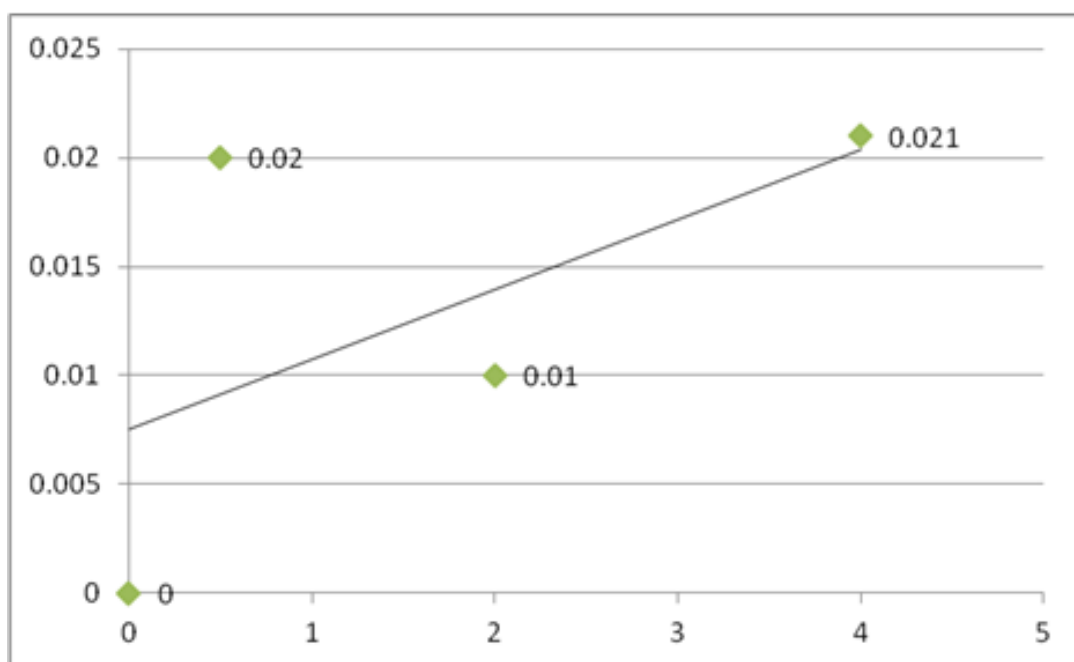


Рисунок 3.1 – Калібрувальний графік для визначення Купруму

Коефіцієнт кореляції  $R^2 = 0.9996$ ;  $y = ax + b$

Визначення Мангану

Для побудови градуйованого графіку для визначення Mn використали стандартний зразок:

Mn MCO 0524 : 2003 ДСЗУ 02248 - 96

Режим атомізації і умови спектрального аналізу наведені в табл. 3.5.

Таблиця 3.5 – Умови проведення визначення Мангану

$\lambda$ , нм	Довжина щілини монохроматора, нм	Співвідношення C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> повітря	Висота просвічування полум'я
1	2	3	4
279.48	0,1	9,4/2,0	5

Довжина поглинаючого шару складає 10 см

Отримані данні програма запам'ятовує та будує графік. Отримані середні значення для побудови калібрувального графіка наведені у табл. 3.6

Таблиця 3.6 – Дані калібрувального графіку для визначення Мангану

№ калібрувального розчину	Концентрація	Абсорбція
1	0,5	0,017
2	2,0	0,058
3	0,4	0,117

За отриманими даними в програмі MicrosoftOfficeExcel побудовано калібрувальний графік (рис. 3.3).

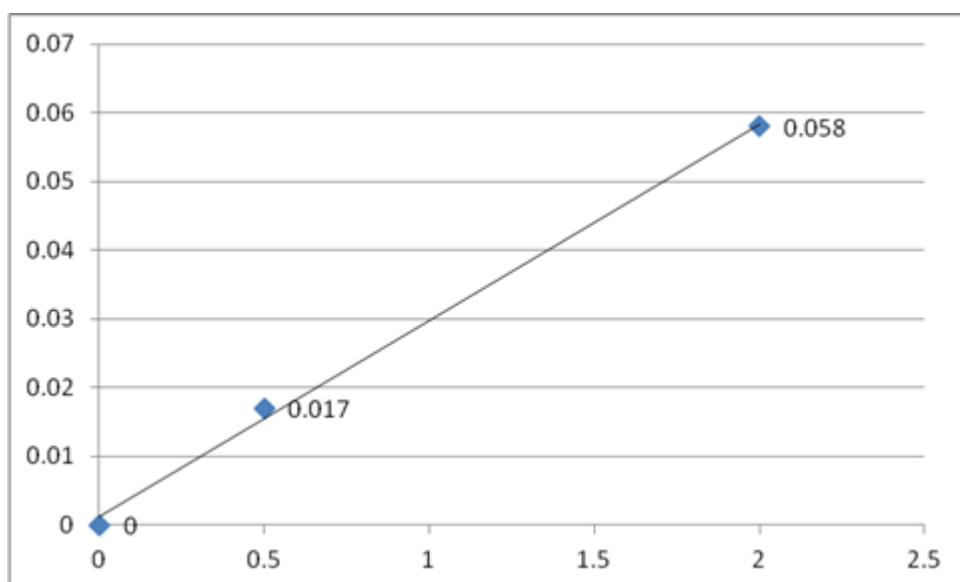


Рисунок 3.3 – Калібрувальний графік для визначення Мангану

Коефіцієнт кореляції  $R^2=0.9999$ ;  $y = ax$

Для витяжки було взято водний розчин в якому було виявлено тільки Са, буферний розчин з рН 2,5 в якому нічого не показало та буферний розчин з рН 4,8 в якому виявили всі при рухомих елемента.

Результати зразків на мартенівський шлак весною представлений в табл. 3.7

Таблиця 3.7 – Мартенівський шлак весна.

Зразок	Вміст Pb, Cu, Mn мг/кг	
	$X_1$	$\bar{x} \pm \varepsilon$
Pb	4,02	
	4,00	
	4,01	
	3,99	
	3,98	
	4,03	
	3,95	

## Продовження таблиці

	4,08 4.01 4,04	4,00
Cu	0,87 0,89 0,92 0,94 0,90 0,88 0,91 0,95 0,86 0,96	0,90
Mn	810 816 811.5 815 820.5 818 809 814 817 811	815

Результати зразків на мартенівський шлак літом представлений в табл.

3.8

Таблиця 3.8 – Мартенівський шлак літо

Зразок	Вміст Pb, Cu, Mn мг/кг	
	$X_1$	$\frac{\pm \varepsilon}{x}$
Pb	0,2	0,5
	0,5	
	0,8	
	0,6	
	0,4	
	0,49	
	0,7	
	0,3	
	0,51	
	0,48	
Cu	0,3	0,6
	0,9	
	0,5	
	0,6	
	0,7	
	0,69	
	0,58	
	0,8	
	0,4	
	0,59	
Mn	508	520
	530	

Продовження таблиці

	520	
	514	
	528	
	515	
	518	
	525	
	516	
	521	

Результати зразків на доменний шлак весною представлений в табл. 3.9

Таблиця 3.9 – Доменний шлак весна

Зразок	Вміст Pb, Cu, Mn мг/кг	
	$X_1$	$\bar{x} \pm \varepsilon$
Pb	0,2	0,6
	0,9	
	0,5	
	0,8	
	0,6	
	0,58	
	0,7	
	0,3	
	0,4	
	0,1	

Продовження таблиці

Cu	0,1 0,51 0,47 0,2 0,7 0,4 0,3 0,6 0,48 0,05	0,4
Mn	299 304 300 303 305 297 302 298 301 296	300

Результати зразків на доменний шлак весною представлений в табл. 3.10

Таблиця 3.10 – Доменний шлак літо

Зразок	Вміст Pb, Cu, Mn мг/кг	
	$X_1$	$\frac{-\pm \varepsilon}{x}$



## Продовження таблиці

Pb	0,2 0,4 0,1 0,2 0,3 0,25 0,19 0,3 0,23 0,29	0,2
Cu	0,24 0,18 0,26 0,28 0,20 0,25 0,19 0,22 0,27 0,24	0,24
Mn	68 62 70 60 67 64 69 63	68

Продовження таблиці

	66	
	65	

Згідно СанПін вміст Pb-32мг/кг, Mn-1500мг/кг, Cu-3.0мг/кг

З таблиці видно, що шлаки за вмістом рухомих форм токсичних елементів не перевищують СанПін, тому вони є небезпечним матеріалом для металургійного виробництва.

#### 4 ОХОРОНА ПРАЦІ ТА БЕЗПЕКА В НАДЗВИЧАЙНИХ СИТУАЦІЯХ

Тема моєї кваліфікаційної роботи «Моніторинг токсичних елементів у шлаках металургійного виробництва». Основними небезпечними та шкідливими факторами були: скляний посуд, робота на приладах вимірювання, робота з електроприладами та з електронагрівачами, робота з комп'ютером.

За правилами техніки безпеки, жодна людина не повинна працювати в хімічній лабораторії одна, тому виконання моєї дипломної роботи проходило під чітким керівництвом наукового керівника – Синяєвої Н.П.

В умовах, що розглядаються, можливими забруднювачами повітря можуть бути органічні кислоти та розчинники.

Для забезпечення складу повітря робочої зони згідно з 12.1.016 – 79 ССБТ «Повітря робочої зони» проектом передбачено:

- 1) проведення робіт з даними речовинами у витяжній шафі (згідно з ГОСТ 22360 – 86 «Шафи демонстраційні, витяжні»;
- 2) використання природної вентиляції (СНіП 2.04.05-91) [37-40].

Виробничий шум. Єдиним джерелом шуму в лабораторії є витяжна шафа, її шум не перевищує допустимі норми і не заважає при роботі.

Виробничі вібрації. Джерелом вібрації в умовах, що розглядаються в роботі є робота витяжної шафи. Вібрації, які вона викликає не перевищують допустимі норми і не заважають при роботі.

Загальні вимоги безпеки під час роботи:

1. Кожен працівник лабораторії повинен мати закріплене за ним робоче місце.
2. Перед початком роботи слід одягти спецодяг, який зберігається в індивідуальних шафах, окремо від верхнього одягу. Тип захисного костюма та частота його зміни визначаються в залежності від характеру роботи.
3. При роботі зі скляними приладами необхідно:

- захищати руки рушником при зборі скляних приладів або з'єднанні окремих частин їх за допомогою каучуку або гуми;
- при розламуванні скляних трубок притримувати лівою рукою трубку біля надпилу;
- при закриванні колби, пробірки або іншої тонкостінної посудини пробкою, тримати посудину за верхню частину шийки ближче до місця, куди повинна бути вставлена пробка, захищаючи руку рушником.

4. Нагріту посудину не можна закривати притертою пробкою поки вона не охолоне.

5. Нагріваючи рідину в пробірці або інших посудинах їх тримають спеціальними утримувачами так, щоб отвір був спрямований від себе і працюючих поруч.

6. При перенесенні посудин із гарячою рідиною користуються рушником, посудину при цьому тримають обома руками: однією за дно, а другою за горловину.

7. При закупорюванні пробками посудин із реактивами враховують їх властивості. Гумові пробки сильно набухають під дією деяких реактивів (спирт, бензол, ацетон, ефір), а під дією галогенів (бром, йод) втрачають еластичність. Такі реактиви краще закупорювати скляними притертими пробками. Луг не можна закупорювати притертою пробкою, тому що карбонати, що утворюються між пробкою і горлом, щільно заклинюють пробку.

8. При переливанні рідин (крім тих, що містять біологічний матеріал) користуються лійкою.

9. При змішуванні (розведенні) речовин, що супроводжуються виділенням тепла, користуються термостійким хімічним посудом.

10. При роботі з кислотами та лугами використовують такі заходи безпеки:

– всю роботу з концентрованими кислотами та лугами проводять у витяжній шафі, користуючись при цьому окулярами, гумовими рукавичками та фартухом;

– концентровану кислоту відбирають із посудини тільки за допомогою спеціальної піпетки з грушею або сифоном;

– при приготуванні розчинів кислот, спочатку в посудину наливають необхідну кількість води, а потім помалу додають кислоту. Забороняється додавати воду в кислоту;

– при приготуванні розчинів лугів наважку лугу опускають у велику широкогорлу посудину, заливають необхідною кількістю води і старанно перемішують. Шматки лугу варто брати тільки щипцями;

– концентровані кислоти і луги виливають у раковину після попередньої їх нейтралізації;

– при кип'ятінні кислотних і лужних розчинів не можна щільно закривати посуд (пробірки і колби) пробкою до повного їх охолодження;

– при митті посуду хромовою сумішшю запобігають попаданню її на шкіру, одяг, взуття.

11. При роботі з легко займистими речовинами (ефір, бензин, бензол, ацетон, спирт і ін.) дотримуються таких вимог:

– усі роботи проводяться у витяжній шафі при включеній вентиляції, вимкнутих газових пальниках і нагрівальних електроприладах відкритого типу;

– нагрівання легкозаймистих речовин проводять у витяжній шафі на піщаній або водяній бані з закритим електронагрівом.

12. Категорично забороняється збереження в лабораторії несправних або розбитих апаратів зі ртуттю [41, 42].

#### Правила електробезпеки

Робота з електроприладами в хімічній лабораторії вимагає великої уваги і безумовно виконання правил електробезпеки згідно з ДНАОП 0.00-1.21. -98 “Правила безпечної експлуатації електроустановок споживачів”:

1. В хімічній лабораторії слід користуватися електронагрівниками закритого типу та іншим електричним обладнанням тільки заводського виготовлення.

2. Заземлення електрообладнання необхідно виконувати згідно з ГОСТ 12.1.030-81 ССБП «Електробезпека. Захисне заземлення, занулення» [42].

Перша медична допомога.

При ураженні електрострумом потерпілого звільняють від контакту з електрострумом (якщо це не зроблено раніше). Виключають джерело електроживлення, а якщо це неможливо, то скидають обірваний провід дерев'яним сухим ціпком. При зупинці подиху проводять штучне дихання, вводять серцеві і серцево-судинні засоби (0.1 %-ий розчин адреналіну, кордіамін, 10 %-ий розчин кофеїну підшкірно), засоби, що стимулюють дихання (1 %-ий розчин лобеліну внутрішньо). Накладають стерильну пов'язку на електроопікову рану. Штучне дихання не припиняють протягом тривалого часу. При зупинці серця – непрямий масаж серця, внутрішньосерцеве введення розчину адреналіну і 10 %-ий розчин хлориду кальцію. Госпіталізація. Транспортування лежачи на носилках в опікове чи хірургічне відділення [43].

Отруєння лугами. Причини: попадання лужних сполук натрію і калію, які є у регенеративній речовині, у дихальні шляхи.

Ознаки : неприємний лужний смак у роті, кашель, різка печія слизових оболонок очей і гортані, біль за грудиною, розширення зіниць, різка слабкість, загальні судоми.

Перша допомога про отруєннях. Забезпечити потерпілому приплив свіжого повітря, вивільнити його від одягу, який утруднює дихання, дати понюхати нашатирний спирт. У разі припинення дихання необхідно проводити штучне дихання.

Опіки шкіри. При опіках I і II ст. слід негайно покласти на вражене місце примочку зі спиртом, горілкою, одеколоном або слабким розчином

марганцевокислого калію. Спирт та його похідні стримують подальше руйнування клітини і водночас знезаражують місце ушкодження [44]. При III-IV ст. на вражені місця накладають стерильні пов'язки. При великих опіках використовують чисті, випрасувані простирадла. Потерпілого слід напоїти чаєм або мінеральною водою і терміново доставити до лікарні.

Перелік негайних заходів при сильних опіках:

1. Перевірте дихання і роботу серця. Якщо відсутнє дихання чи пульс, негайно починайте штучне дихання рот в рот і масаж серця.

2. Перевірте, чи не перебуває потерпілий в шоці.

3. Негайно опустіть попечену частину тіла на 10 хвилин в чисту воду. Якщо немає достатньої кількості води, накрийте опік намоченим тампоном.

4. Промийте рану водою і зав'яжіть грубою сухою пов'язкою. Потерпілому можна дати обезболюючі таблетки. Ніколи не змазуйте рану кремом чи маззю. Вони створять тверду шкірку поверх опіку, яка може відкрити рану. Використовуйте дезинфікуючі розчини: фурациліну і перманганату калію (1 : 5000), 3 – 4 рази в день [45].

При важких опіках ковток гарячої кави чи чаю допоможе відновити втрачену рідину і заспокоїть потерпілого.

Забезпечення пожежної безпеки в лабораторії визначається “Правилами пожежної безпеки в Україні” :

1. В лабораторії повинні бути справні первинні засоби пожежогасіння :

– вогнегасники вуглекислотні, пінні або порошкові, які розміщують безпосередньо в лабораторії;

– ящик або відро з піском (об'ємом близько 0,01 м<sup>2</sup>) і совком;

– покривало з вогнетривкого матеріалу. До них обов'язково необхідно забезпечити вільний доступ.

2. Загорання в лабораторії слід відразу ліквідувати. У разі пожежі необхідно :

– повідомити пожежну охорону;

– вжити заходів щодо евакуації людей з приміщення;

- вимкнути електромережу.

Розпочинаючи працювати на ПК, необхідно пам'ятати, що це дуже складна апаратура, яка потребує акуратного й обережного ставлення до неї, високої самодисципліни на всіх етапах її експлуатації [46].

Напруга живлення ПК (220 В) є небезпечною для життя людини. Тому, незважаючи на те що в конструкції комп'ютера передбачена достатня ізоляція від струмопровідних ділянок, необхідно знати та чітко виконувати ряд правил техніки безпеки.

Забороняється:

- торкатися екрана і тильного боку дисплея, проводів живлення та заземлення, з'єднувальних кабелів;
- порушувати порядок увімкнення й вимикання апаратних блоків;
- класти на апаратуру сторонні предмети;
- працювати на комп'ютері у вологому одязі та вологими руками;
- палити в приміщенні, де знаходяться комп'ютери.

Перед початком роботи на комп'ютері необхідно отримати дозвіл на роботу в уповноважених осіб педагогічно-лаборантського складу. Під час роботи на комп'ютері необхідно :

- суворо дотримуватися інструкції з експлуатації апаратури;
- працювати на клавіатурі чистими сухими руками, не натискуючи на клавіші без потреби чи навмання;
- працюючи з дискетами, оберігати їх від ударів, дії магнітного поля й тепла, правильно вставляти дискети в дисковод;
- коректно завершувати роботу з тим чи іншим програмним засобом [46-48].

У разі появи запаху горілого, самовільного вимикання апаратури, незвичних звуків треба негайно повідомити про це обслуговуючий персонал та вимкнути комп'ютер. Не можна працювати на комп'ютері при недостатньому освітленні, високому рівні шуму тощо.



Приступаючи до роботи з ПК, необхідно завжди пам'ятати, що це дуже складна і дорога апаратура, яка потребує акуратного й обережного ставлення до неї, високої самодисципліни на всіх етапах роботи з комп'ютером.

Особливо уважним треба бути при роботі з дисплеєм, електронно-променевою трубкою якого використовується висока напруга і є джерелом електромагнітного випромінювання. Неправильне поводження з дисплеєм та іншою електронною апаратурою може призвести до тяжких уражень електричним струмом, спричинити загоряння апаратури [49].

Правовою основою законодавства з охорони праці є Конституція України, Закон України «Про охорону праці», «Про пожежну безпеку», «Про використання ядерної енергії та радіаційного захисту», «Про забезпечення санітарного та епідеміологічного благополуччя населення», «Про загальноосвітнє державне соціальне страхування від нещасного випадку на виробництві та професійного захворювання, які призвели до втрати працездатності», а також Кодекс законів про працю України (КЗоТ) [37-40].

Виконання правил техніки безпеки є обов'язковим для всіх. Вивчення курсів «Безпека життєдіяльності», «Охорона праці», «Охорона праці в галузі» допомогли уникнути нещасних випадків при виконанні кваліфікаційної роботи [50, 51].

## ВИСНОВКИ

1. Обґрунтовано метод підготовки проб до визначення Плюмбуму, Купркму та Мангану. Оцінена невизначенність пробовідбору
  2. Визначено вміст Плюмбуму, Купркму та Мангану рухомих форм токсичних елементів в техногенних відходах металургійного виробництва.
  3. Проведена оцінка метрологічних характеристик методик, та їх відтворюваність. Правильність наведених методик доведена порівнянням за результатами вібркового атомно-адсорбційного методу
  4. Проведена оцінка токсичності металургійних шлаків на вплив на навколишнє середовище.
- .

## ПРАКТИЧНІ РЕКОМЕНДАЦІЇ

В результаті виконаних досліджень і накопиченого практичного досвіду показано, що шлаки можуть знаходити широке застосування при будівництві об'єктів природоохоронного призначення замість природних ґрунтових матеріалів. Особливо важливим є використання їх в спорудах промислової гідротехніки і при консервації відпрацьованих виїмок, які є вельми матеріаломісткими об'єктами.

Наукові дослідження і практика показали, що матеріали володіють унікальними особливостями: низькою теплопровідністю, відмінною щільністю, а також доцільність використання в будівництві, дорожньому будівництві, металургії.

Напрямок такого використання потребує досліджень екологічного напрямку за вмістом токсичних елементів як, Pb, Mn, Cu.

Результати дослідження використання шлаків в будівництві та інших галузях потребує аналізу інфраструктури України при транспортних витратах на перевезення шлаків, належність обов'язкових державних техніко-економічних законодавчих документів та стимулів на застосування відходів підприємствами будівництва і будівельних матеріалів, створення в Україні комплексної програми використання шлаків.

Директиви, що регулюють шкідливі викиди енергетиці, металургії могли б стати хорошим стимулом для регіональної влади та бізнесу почати вирішувати ці проблеми більш активно. Необхідно: організація спільної роботи з Мінприроди, Мінпаливенерго, Міннауки, Мінагро України, лобювання через уряд і парламент законодавчих документів щодо стимулювання використання в країні шлакових продуктів; пропаганда через засоби масової інформації переваг шлакопродуктов в порівнянні з виробами з традиційної сировини.

Можна використовувати в таких предметах як: метрологія і стандартизація, контроль якості продуктів, колоїдна хімія, оптичні методи аналізу.

## ПЕРЕЛІК ПОСИЛАНЬ

1. Алемасова А.С., Зайцев В.М., Єнальєва Л.Я, Щепіна Н.Д., Гождзінський С.М.. Аналітична хімія. Донецьк.: Ноулідж, 2010. 417 с.
2. Алемасова А.С., Рокун А.Н., Шевчук І.А. Аналітичеськая атомно-абсорбційна спектроскопія. Учебное пособие. Донецк. : 2009. 327 с.
3. Андронов В. А., Крайнюк О. В., Буц Ю. В., Семків О. М., Оцінка можливості створення екологічної небезпечної ситуації при використанні у будівництві фосфогіпсу та зоошлаків. Збірка наукових праць. Випуск 4, 2006 49 с.
- 4 Євлаш В.В., Самойленко С.О., Отрошко Н.О., Буряк І.А. Експрес методи дослідження небезпечності та якості харчових продуктів. Харків 2016. 336 с.
5. Гождзінський С.М., Зайцев В.М., Калібабчук В.О., Рудковська Л.М. Основи аналітичної хімії. Київ. : Высшая школа. 2010. 141 с.
6. Габ А.І., Шахнін Д.Б., Малишев В.В., Аналітична хімія та інструментальні методи аналізу для студентів природничих та інженерних спеціальностей: підручник. Київ. : Університет «Україна». 2018. 396 с.
7. Крюковська Л.І. Формування вимог екологічної безпеки при використанні металургійних шлаків у дорожньому будівництві м. Київ, 2017. 61 с.
8. Крюковська Л. І. Розробка методики оцінювання рівня екологічної безпеки при використанні металургійних шлаків у дорожньому будівництві. Львів, 2018. 50 с.
9. Котельникова А.Л. О подвижных формах тяжёлых металлов медеплавильных шлаков. Ежегодник-2011. вып. 159, 2012, 96–98 с.

10. Богомольця О.О., Рева Т.Д., Чихало О.М., Зайцева Г.М. Аналітична хімія. Якісний аналіз : Навч- метод. посіб. (ВНЗ III—IV р. а.). Рекомендовано вченою радою НМУ. Київ, 2017. 280 с.
11. Быстров, В.П. Сборник нормативных документов и актов по охране труда предприятия, учреждения, организации, учебного заведения. Симферополь: НАТА. 2014. 176 с.
12. Крюковська Л. І. Розробка системи управління проектами використання металургійних. Rzeszow. 2009. 274 с.
13. Демура В.І. Оцінка токсичності і класу небезпеки шлаку сміттєспалювального заводу. Дніпропетровський національний університет імені Олеся Гончара. УДК 550.42.
14. Болотов В.В., Гайдукевич О.М., Сич Ю.В. Аналітична хімія : Навчальний посібник. Харків. Основа, Видавництво НФАУ, 2009. 432 с.
15. Крюковська Л.І. Застосування металургійних шлаків при будівництві автомобільних доріг як замінників традиційних дорожньо-будівельних кам'яних матеріалів. Зб.: 63-наукова конференція професорсько-викладацького складу і студентів НТУ. Тези доповідей.— К. НТУ. 2007. 70 с.
16. Крюковська Л. І. Використання доменних і сталеплавильних шлаків у дорожньому будівництві як вирішення проблеми утилізації відходів металургійних комбінатів. «Знання» України, 2005. 212 с.
17. Виткуп А.Б. Доменные шлаки в строительстве. Под редак. – К.: Госстройиздат УССР. 1956. 452 с.
18. Брызгунов К.А., Гаврилова О.Н. Металлургические шлаки Донбасса. Донецк. 2009.100 с.
19. Дердавна митна служба україни лист 14.07.2010. 6 с.
20. Баптизманский В.И., Бойченко Б.М., Величко А.Г Сталеплавильное производство: Учебное пособие. Киев: ИЗМН, 1996. 400 с
21. Петрушов С.Н., Дорофеев Р.И., Русанов В.Н Использование мартеновских шлаков АМК в аглодоменном производстве. Алчевск: ДГМИ, 2002. 81 с.

22. Зайчук А.В., Белый Я.И., Минакова Н.А., Шовкопляс Е.В., Пивоваров А.А., Пивоваров Ю. А. Исследование мартеновских шлаков как перспективного сырья для производства керамических пигментов *Металл и литье Украины*. 2011. 34-38 с.
23. Базель Я.Р., Воронич О.Г., Кормош Ж.О. Практичний курс аналітичної хімії (частина 1). Ужгород-Луцьк 2004. 181 с.
24. Базель Я.Р., Воронич О.Г., Кормош Ж.О. Практичний курс з аналітичної хімії. Луцьк. : Вежа, 2011. 256 с.
25. Кельнер Р Мериме Т.-М, Отто М. перевод с англ.: Золотова Ю.А. Аналитическая химия. Проблемы и подходы: Мир, 2004. 728 с.
26. Алемасова А.С. Аналитическая атомно-абсорбционная спектроскопия. : учебное пособие. Донецк, 2003. 327 с
27. Бейзель Н.Ф. Атомно-абсорбционная спектрометрия. Учебное пособие. Новосибирск, 2008. 72 с.
28. Пупышев А.А. Атомно-абсорбционный спектральный анализ. Москва: Техносфера. 2009. 784 с
29. Сегеда А.С. Аналітична хімія. Кількісний аналіз (Українською мовою). Київ. : Фітосоціоцентр. 2016. 544 с.
30. Паспорт ДСТУ 022.55-96 (МСО 0526:2003)
31. Орлов Д.С. Химия почв: издательство Московского университета 1992 . 399 с.
32. Lukaszewski Z., K.Pavla M.,. Electroayal J. Chem. Interfac. Electrochem., 1979, vol. 103, p 232.
33. Хавезов И., Цалев Д. Атомно-абсорбционный анализ, перевод с болгарського. Химия, 1983. 144 с.
34. ДСТУ 4770.1:2007. Визначення вмісту рухомих сполук марганцю в ґрунті в буферній амонійно-ацетатній витяжці з рН 4,8 методом атомно-абсорбційної спектрофотометрії. Київ Держспоживстандарт України 2005. 24 с.

35. Державна служба інтелектуальної власності України. Опис до патенту на корисну модель UA 95330 U
36. Крюковська Л. І. Вибір та моделювання критеріїв оцінювання рівня безпеки на окремих етапах життєвого циклу металургійних шлаків. НТУ, 2014. 88 с..
37. Hemminger W.F., Cammenga H.G. Methoden der Thermischen Analyse (Anleitung für die chemische Laboratoriumspraxis, Bd.24), Springer, Berlin/Heidelberg/New York, 2015. P.7-19
38. Kunze U.R. Grundlagen der quantitativen Analyse, 3. Auflage, Thieme, Stuttgart/New York, 2010. P.26-59
39. Latscha H. P., Klein H. A. Analytische Chemie, Chemie-Basiswissen III, Springer, Berlin, 2012. P. 20-29
40. Welz B. Atoma absorption spektrometrie, Wiley-VCH, Weinheim, 2009. P. 9-18
41. Boumans P.W.J.M., Inductively Coupled Plasma Emission Spectroscopy (Part 1 and 2), Wiley, New York, 2009. P. 4-10
42. Higley L.W., Neumeier L.A., Fine M.M., Nartma J.C. Development of a pyrometallurgical technique to recycle stainless steel wastes. *Concerv. and Recycl.* 3, 2015. P. 53-62.
43. Tomonori Kuwano, Kameyam Teruhiko The recovery of valuable metals from waste materials produced as by-products in the stainless steel production process. *SEASI Conf. Resour. Effie. Iron and steel*, Singapore, 2009, P. 1-7.
44. Ткачук К.Н. Охорона праці та промислова безпека. Начаний посібник; під ред.. Ткачука К.Н і Халімовського М.О. [2 – е вид.доповнене] К.: Основа. 2006. 448 с.
45. Смагунова А.Н., Карпукова О.М. Методы математической статистики в аналитической химии: учеб. пособие . Ростов н/Д: Феникс, 2012. 346 с.
46. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). Кн.2. Г.: Вышш. шк., 2011. 615 с.



47. K.Doerffel, R.Geyer und H.Miiller, Analytikush, 9. Auflage, Deutscher Verlag fir Grundstoffindustrie, Leipzig-Stuttgart, 2009.

48. Кузнецов В.А. Пожежна безпека. Харків: Фактор, 2008. 275 с

49. Основи охорони праці: Навчальний посібник для студентів вищих закладів освіти України. Харків: ХДАМГ, 2002. 105 с

50. Охорона праці. Терміни та визначення основних понять: ДСТУ 2293

99. К.: Держстандарт України, 1999. 22 с.

51. Топольський В.Г., Котляр М.А. Метрологія, стандартизація, сертифікація і управління якістю. Харків ХДУХТ 2016. 62 с.