



ТОМСКИЙ
ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ

Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Институт природных ресурсов
Направление подготовки (специальность) «Химическая технология природных
энергоносителей и углеродных материалов»
Кафедра Химической технологии топлива и химической кибернетики

БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА

Тема работы
Разработка методики количественного определения железа в подземных водах, обогащенных гуминовыми веществами

УДК 556.314.6 : 546.72

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
3-2Д11	Власова М.Б.		

Руководитель

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент кафедры ХТТ и ХК	Левашова А.И.	к.т.н., доцент		

КОНСУЛЬТАНТЫ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент кафедры МЕН	Сечина А.А.	к.х.н., доцент		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент кафедры ЭБЖ	Чулков Н.А.	к.т.н., доцент		

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Зав. кафедрой	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
ХТТ и ХК	Юрьев Е.М.	к.т.н., доцент		

Томск – 2016г.



Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Институт природных ресурсов
Направление подготовки (специальность) «Химическая технология природных
энергоносителей и углеродных материалов»
Кафедра Химической технологии топлива и химической кибернетики

УТВЕРЖДАЮ:
Зав. кафедрой
_____ Юрьев Е. М.
(Подпись) (Дата) (Ф.И.О.)

ЗАДАНИЕ
на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

бакалаврской работы

(бакалаврской работы, дипломного проекта/работы, магистерской диссертации)

Студенту:

Группа	ФИО
3-2Д11	Власовой Марии Борисовне

Тема работы:

**Разработка методики количественного определения железа в подземных водах,
обогащенных гуминовыми веществами**

Утверждена приказом директора (дата, номер)

03.03.2016 г., № 1768/с

Срок сдачи студентом выполненной работы:

25 мая 2016 г.

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

Исходные данные к работе

(наименование объекта исследования или проектирования; производительность или нагрузка; режим работы (непрерывный, периодический, циклический и т. д.); вид сырья или материал изделия; требования к продукту, изделию или процессу; особые требования к особенностям функционирования (эксплуатации) объекта или изделия в плане безопасности эксплуатации, влияния на окружающую среду, энергозатратам; экономический анализ и т. д.).

Объектом исследования являются модельные растворы и природные воды, содержащие растворенные гуминовые вещества и ионы железа.

<p>Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов</p> <p><i>(аналитический обзор по литературным источникам с целью выяснения достижений мировой науки техники в рассматриваемой области; постановка задачи исследования, проектирования, конструирования; содержание процедуры исследования, проектирования, конструирования; обсуждение результатов выполненной работы; наименование дополнительных разделов, подлежащих разработке; заключение по работе).</i></p>	<ol style="list-style-type: none"> 1. Характеристика подземных вод региона Западной Сибири. 2. Физико-химические свойства гуминовых веществ. 3. Взаимодействие гуминовых веществ с ионами железа. 4. Методики определения железа в природных водах и проблемы их использования для природных вод, содержащих растворенные гуминовые вещества. 5. Верификация способа определения железа, связанного с гуминовыми веществами: установление диапазона определения, воспроизводимости, повторяемости. 6. Постановка задачи исследования. 7. Методы и методики исследования. 8. Результаты исследования.
<p>Перечень графического материала</p> <p><i>(с точным указанием обязательных чертежей)</i></p>	<ol style="list-style-type: none"> 1. Зависимость концентрации железа связанного с гуминовыми веществами от концентрации гуминовых веществ в растворе. 2. Зависимость концентрации гуминовых веществ и ионов железа для образования устойчивой коллоидной системы.
<p>Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы</p>	
<p>Раздел</p>	<p>Консультант</p>
<p>Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение</p>	<p>Кандидат химических наук, доцент кафедры менеджмента Сечина А.А.</p>
<p>Социальная ответственность</p>	<p>Кандидат технических наук, доцент кафедры экологии и безопасности жизнедеятельности Чулков Н. А.</p>
<p>Экспериментальная часть</p>	<p>Кандидат физико-математических наук, доцент кафедры общей химии и химической технологии Шиян Л.Н.</p>
<p>Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:</p>	
<p>_____</p>	

<p>Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику</p>	<p>11 января 2016 г.</p>
--	---------------------------------

Задание выдал руководитель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
<p>Доцент кафедры ХТТ и ХК</p>	<p>Левашова Альбина Ивановна</p>	<p>к.т.н, доцент</p>		<p>11.01.2016 г.</p>

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
<p>3-2Д11</p>	<p>Власова Мария Борисовна</p>		<p>11.01.2016 г.</p>

ПЛАНИРУЕМЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ОБУЧЕНИЯ (ООП «Химическая технология»18.03.01)

Планируемые результаты обучения

Код результата	Результат обучения (выпускник должен быть готов)	Требования ФГОС ВПО, критериев и/или заинтересованных сторон
<i>Профессиональные компетенции</i>		
Р1	Применять базовые и специальные, математические, естественнонаучные, социально-экономические и профессиональные знания в профессиональной деятельности	Требования ФГОС (ПК-1,2,3,19,20), Критерий 5 АИОР (п.1.1), СДИО(п. 1.1, 4.1, 4.3, 4.8)
Р2	Применять знания в области современных химических технологий для решения производственных задач	Требования ФГОС (ПК-7,11,17,18, ОК-8), Критерий 5 АИОР (пп.1.1,1.2), СДИО (п. 1.1, 3.2, 4.2, 4.3, 4.5, 4.6)
Р3	Ставить и решать задачи производственного анализа, связанные с созданием и переработкой материалов с использованием моделирования объектов и процессов химической технологии	Требования ФГОС (ПК-1,5,8,9, ОК-2,3), Критерий 5 АИОР (пп.1.2), СДИО (1.2, 2.1, 4.5)
Р4	Разрабатывать <i>новые</i> технологические процессы, проектировать и использовать новое оборудование химической технологии, <i>проектировать объекты химической технологии в контексте предприятия, общества и окружающей среды</i>	Требования ФГОС (ПК-11,26,27,28), Критерий 5 АИОР (п.1.3) СДИО (п.1.3, 4.4, 4.7)
Р5	Проводить теоретические и экспериментальные исследования в области современных химических технологий	Требования ФГОС (ПК-4,21,22,23,24,25, ОК-4,6), Критерий 5 АИОР (п.1.4), СДИО (п. 2.2)
Р6	Внедрять, эксплуатировать и обслуживать современное высокотехнологичное оборудование, обеспечивать его высокую эффективность, <i>выводить на рынок новые материалы</i> , соблюдать правила охраны здоровья и	Требования ФГОС (ПК-6,10,12,13,14,15, ОК-6,13,15), Критерий 5 АИОР (п.1.5) СДИО (п. 4.1, 4.7, 4.8, 3.1, 4.6)

	безопасности труда на химико-технологическом производстве, выполнять требования по защите окружающей среды.	
<i>Общекультурные компетенции</i>		
P7	Демонстрировать знания социальных, этических и культурных аспектов профессиональной деятельности.	Требования ФГОС (ОК-5,9,10,11), Критерий 5 АИОР (пп.2.4,2.5), CDIO (п. 2.5)
P8	Самостоятельно учиться и непрерывно повышать квалификацию в течение всего периода профессиональной деятельности.	Требования ФГОС (ОК-1,2,7,8,12), Критерий 5 АИОР (2.6), CDIO (п. 2.4)
P9	Активно владеть иностранным языком на уровне, позволяющем разрабатывать документацию, презентовать результаты профессиональной деятельности.	Требования ФГОС (ОК-14) , Критерий 5 АИОР (п.2.2), CDIO (п. 3.2, 3.3)
P10	Эффективно работать индивидуально и в коллективе, демонстрировать лидерство в инженерной деятельности и инженерном предпринимательстве , ответственность за результаты работы и готовность следовать корпоративной культуре организации.	Требования ФГОС (ОК-3,4) , Критерий 5 АИОР (пп.1.6, 2.3) CDIO (п. 4.7, 4.8, 3.1)

**ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА
«ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И
РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ»**

Студенту:

Группа	ФИО
3-2Д11	Власовой Марии Борисовне

Институт	ИПР	Кафедра	ХТГ и ХК
Уровень образования	бакалавр	Направление/специальность	Химическая технология природных энергоносителей и углеродных материалов

Исходные данные к разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»:

1. Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих	Работа с информацией, представленной в российских и иностранных научных публикациях, аналитических материалах, статистических бюллетенях и изданиях, нормативно-правовых документах; анкетирование; опрос
2. Нормы и нормативы расходования ресурсов	
3. Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования	

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. Оценка коммерческого потенциала, перспективности и альтернатив проведения НИ с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения	Провести конкурентный анализ исследуемой методики по технологии QuaD. Составить SWOT-анализ используемого комплекса методик.
2. Планирование и формирование бюджета научных исследований	Расчет затрат на оборудование, сырье и материалы для проведения научного исследования. Расчет заработной платы исполнителей НИ. Расчет общих затрат на НИ.

Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):

1. Оценка конкурентоспособности технических решений по технологии QuaD
2. Матрица SWOT
3. График проведения НИ
4. Расчет заработной платы исполнителей НИ
5. Расчет бюджета затрат НИ

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
доцент	Сечина Ася Александровна	к.х.н., доцент		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
3-2Д11	Власова Мария Борисовна		

**ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА
«СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»**

Студенту:

Группа	ФИО
3-2Д11	Власовой Марии Борисовне

Институт	ИПР	Кафедра	ХТТ и ХК
Уровень образования	бакалавр	Направление/специальность	Химическая технология природных энергоносителей и углеродных материалов

Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:

1. Характеристика объекта исследования (вещество, материал, прибор, алгоритм, методика, рабочая зона) и области его применения	<p>Разработка методики количественного определения железа в подземных водах, обогатенных гуминовыми веществами, с целью выявления комплекса железа связанного с гуминовыми веществами и в дальнейшем разработке очистки от этих комплексов.</p> <p>Разработка проводится в химической лаборатории радиационной спектроскопии НИ ТПУ.</p>
--	--

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. Производственная безопасность	<p>1.1. Анализ выявленных вредных факторов при разработке и эксплуатации методики определения железа связанного с гуминовыми веществами в следующей последовательности:</p> <ul style="list-style-type: none"> – физико-химическая природа вредности, её связь с разрабатываемой темой; – действие фактора на организм человека; – приведение допустимых норм с необходимой размерностью (со ссылкой на соответствующий нормативно-технический документ); – предлагаемые средства защиты (сначала коллективной защиты, затем – индивидуальные защитные средства). <p>1.2. Анализ выявленных опасных факторов при разработке и эксплуатации методики определения железа связанного с гуминовыми веществами в следующей последовательности:</p> <ul style="list-style-type: none"> – механические опасности (источники, средства защиты); – термические опасности (источники, средства защиты); – электробезопасность (в т.ч. статическое электричество, молниезащита – источники, средства защиты); – пожаровзрывобезопасность (причины, профилактические мероприятия, первичные средства пожаротушения).
2. Экологическая безопасность:	<ul style="list-style-type: none"> – защита селитебной зоны – анализ воздействия объекта на атмосферу (выбросы); – анализ воздействия объекта на гидросферу (сбросы); – анализ воздействия объекта на литосферу (отходы); – разработать решения по обеспечению экологической безопасности со ссылками на НТД по охране окружающей среды.

3. Безопасность в чрезвычайных ситуациях:	<ul style="list-style-type: none"> – перечень возможных ЧС при разработке и эксплуатации проектируемого решения; – выбор наиболее типичной ЧС; – разработка превентивных мер по предупреждению ЧС; – разработка действий в результате возникшей ЧС и мер по ликвидации её последствий.
4. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности:	<ul style="list-style-type: none"> – специальные (характерные при эксплуатации объекта исследования, проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства; – организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны.

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	14.04.16
--	-----------------

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
доцент	Чулков Н.А.	к.т.н., доцент		14.04.16

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
3-2Д11	Власова Мария Борисовна		14.04.16

Реферат

Выпускная квалификационная работа выполнена на 59 страницах, содержит 5 рисунков, 24 таблицы, 25 источников.

Ключевые слова: комплексообразование, железоорганические соединения, природные воды, гуминовые вещества, железо.

Объект исследования – модельные растворы и природные воды, содержащие растворенные гуминовые вещества и ионы железа.

Целью работы является разработка методики количественного определения железа в подземных водах, обогащенных гуминовыми веществами.

В процессе исследования методом экстракции выделили форму железа, связанную с гуминовыми веществами и предложили методику количественного определения этой формы железа.

Результатом исследования является методика количественного определения железа, связанного с гуминовыми веществами подтвержденная показателями точности, такими как повторяемость и прецизионность. Установлено, что в анализируемых модельных растворах, с содержанием железа общего $7,1-7,2 \text{ мг/дм}^3$, с повышением содержания гуминовых веществ от $0,3 \text{ мгО/дм}^3$ до $5,5 \text{ мгО/дм}^3$ повышается содержание железа, связанного с гуминовыми веществами, от $3,05$ до $6,72 \text{ мг/дм}^3$.

ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение	11
1 Обзор литературы	13
1.1 Характеристика подземных вод региона Западной Сибири	13
1.2 Физико-химические свойства гуминовых веществ	14
1.3 Взаимодействие гуминовых веществ с ионами железа	17
1.4 Методики определения железа в природных водах и проблемы их использования для природных вод, содержащих растворенные гуминовые вещества	19
1.5 Верификация способа определения железа, связанного с гуминовыми веществами: установление диапазона определения, воспроизводимости, повторяемости	20
2 Постановка задачи исследования	22
3 Экспериментальная часть	23
3.1 Объекты исследования	23
3.2 Методы и методики исследования	23
3.2.1 Методика приготовления модельных растворов, содержащих гуминовые вещества	24
3.2.2 Методика определения общего железа	26
3.2.3 Методика определения перманганатной окисляемости	28
3.2.4 Методика определения железа, связанного с гуминовыми веществами	30
4 Результаты исследования	32
4.1 Повторяемость	32
4.2 Внутрилабораторная прецизионность	33
4.3 Обработка результатов	35
5 Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	38
5.1 Предпроектный анализ	38
5.2 Планирование управлением НИИ	39
5.3 Бюджет научно-технического исследования	41
6 Социальная ответственность	46
6.1 Профессиональная социальная безопасность	46
6.2 Экологическая безопасность	53
6.3 Безопасность в чрезвычайных ситуациях	53
6.4 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности	54
Заключение	56
Список используемых источников	57

Введение

В регионах Западной Сибири развиваются газо- и нефтедобывающие отрасли. Для них создаются вахтовые поселки, не имеющие централизованного водоснабжения, поэтому требуется решение вопроса по обеспечению населения поселков пригодной для питья водой. На территории этого региона находится достаточное количество открытых водоемов, но основным источником питьевой воды являются подземные воды. Это связано с тем, что поверхностные воды не являются экологически чистыми, так как не защищены от антропогенных воздействий. А так же заболоченность территории Западной Сибири является одной из причин содержания в поверхностных водах гуминовых веществ. Использовать подземные воды нежелательно из-за повышенного содержания ионов железа, что характеризует воды Западно-Сибирского региона. Наличие в подземных водах железа является следствием выщелачивания и растворения запасов железистосодержащих минералов, обнаруженных на территории Западной Сибири. А так же кроме повышенного содержания ионов железа, в подземных водах содержатся соединения кремния и органические вещества гумусового происхождения.

Гуминовые вещества (ГВ) представляют собой комплекс природных соединений, входящих в состав органических веществ почв, природных вод и твердых горючих ископаемых. В молекулах ГВ содержатся функциональные группы, такие как карбоксильные, гидроксильные и др. Сочетание этих групп с ароматическими фрагментами показывает их способность вступать во взаимодействия с различными металлами, радионуклидами и органическими соединениями, что снижает их токсическое воздействие на живые организмы и экосистемы.

Содержание этих примесей в подземных водах влечет образование коллоидных систем, обладающих повышенной устойчивостью к физико-химическим воздействиям, которые используются в настоящее время в водоподготовке [1]. При обработке вод с таким составом понижается

качество работы установок, и могут возникать проблемы получения качественной питьевой воды.

Для правильного выбора технологического процесса очистки воды необходима информация о количественном содержании железа, связанного с гуминовыми веществами, которое является определяющим для расчета технологических параметров.

Объектом исследования являются модельные растворы и природные воды, содержащие растворенные гуминовые вещества и ионы железа.

1 Обзор литературы

1.1 Характеристика подземных вод региона Западной Сибири (аналитический обзор)

В настоящий момент вопрос о снабжении населения подходящей для питья водой является одним из распространённых. Эта проблема состоит не столько в наличие водных ресурсов, сколько в получении воды безопасной для здоровья человека. Существуют разные технологии, позволяющие получить воду, удовлетворяющую нормативным требованиям. В виду того, что на территории Западной Сибири одними из основных примесей являются соединения железа [1,2], выбор технологии зависит не только от концентрации железа, но и от формы его нахождения в воде. Было показано [1], что железосодержащие подземные воды можно разделить на два типа: 1) это воды гидрокарбонатного состава, в которых железо находится в виде гидрокарбоната железа; 2) это воды, в которых железо находится в присутствии растворенных органических веществ, образуя устойчивые железо органические соединения.

Присутствие железа в подземных источниках вод связано с присутствием этого элемента в недрах земли. В земной коре содержится 4,56 % железа, с помощью чего он занимает 4 место среди 107 элементов. Содержание железа в основном связано с климатическими, региональными, гидрологическими и ландшафтными особенностями зон нашего проживания [3].

В основном в подземных водах железо находится в двухвалентной растворимой форме, а при поверхностном залегании водного слоя ионы железа встречаются в виде форм, связанных с гуминовыми веществами.

Гуминовые вещества (ГВ) имеют широкое распространение в природе и образуются везде, где есть остатки растительного и животного происхождения, которые могут подвергаться биохимическому разложению. Они характеризуются темной окраской, высокими молекулярными массами [3].

ГВ находятся в почвах и торфах, в углях и сланцах, в морских и озерных отложениях, в водах рек и озер и входят в состав органического вещества данных объектов, являясь главным его компонентом. Например, в почвах с минеральным составом ГВ составляют до 80 – 90 % от суммарной части органических соединений, в торфах примерно 50 % , в землистых бурых углях они могут достигать 60 %, в каменных углях и выветрившихся бурых углях – от 0 до 100%, в морской воде – до 20 %, а в воде озер и рек – 60-85 % [3].

1.2 Физико-химические свойства гуминовых веществ

Гуминовые вещества (ГВ) представляют собой комплекс природных соединений, находящихся в составе органических веществ почв, твердых горючих ископаемых, а так же природных вод. По данным источника [4] гуминовые вещества состоят из углеводных фрагментов, что составляет до 30% от их массы. А так же в эту часть входят такие зольные компоненты как алюмосиликаты, силикаты, оксиды железа и т.п., связанные с органической матрицей кислородными мостиками.

Существует множество структурных формул молекул гуминовых веществ. На рисунке 1 показана одна из них, которая наглядно демонстрирует характер структуры ГВ.

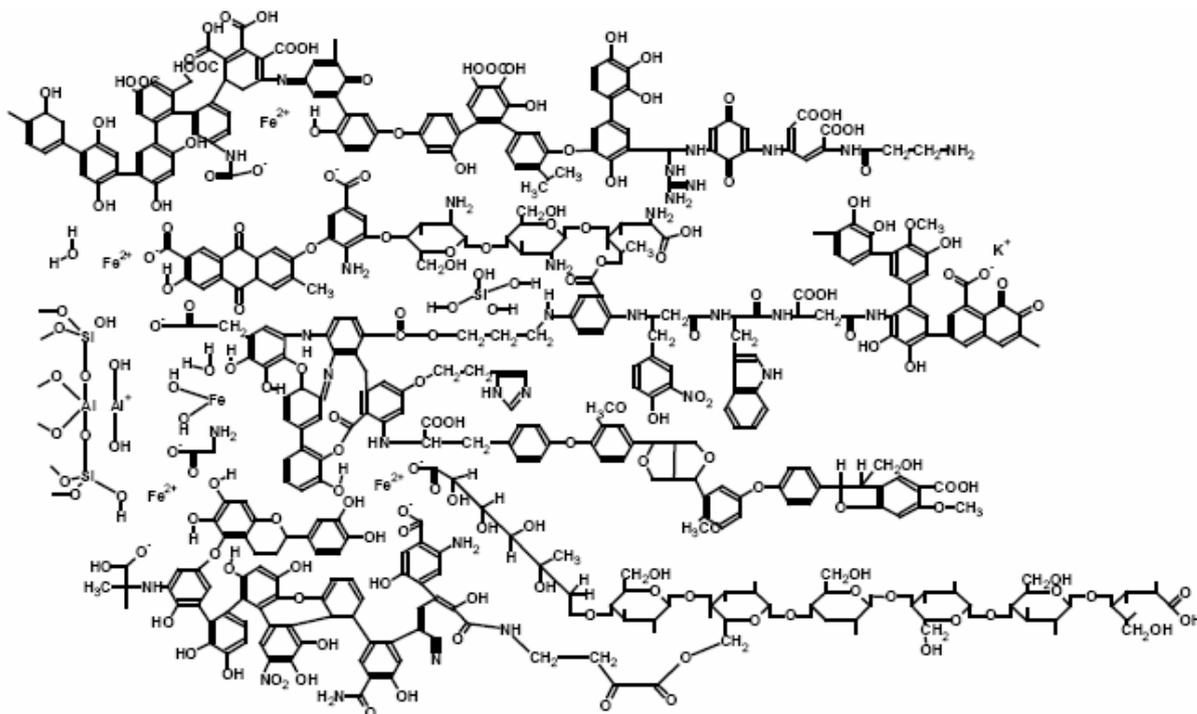


Рисунок 1- Гипотетическая структура гуминовых веществ почвы [4]

Молекулы гуминовых веществ состоят в основном из таких элементов как углерод, кислород и водород. В их составе находится примерно 1-5 % азота и серы, а так же составной частью гуминовых веществ являются вода и микроэлементы. Брутто-формулу гуминовых веществ можно записать в общем виде следующим образом:



где М – ионы металлов,

х, у, z, р, q, l, m, n – стехиометрические коэффициенты.

Гуминовые вещества имеют разнообразные физико-химические свойства, так они содержат разные функциональные группы (карбоксильные, аминные, карбонильные, и др.). Кислотные свойства гуминовых веществ зависят от рН среды. В воде они слабо растворимы, образуют растворимые соли с одновалентными катионами, и легко выпадают в осадок с двух- и трехвалентными катионами.

Кисотно-основные свойства гуминовых кислот

Гуминовые вещества имеют слабо выраженные кислотные свойства. Частицы гуминовых веществ переносят отрицательный заряд благодаря большому количеству связанных анионов (COO^- и др.).

Одной из кислотных характеристик гуминовых веществ является их константа диссоциации K_d . В современной лабораторной практике при определении констант диссоциации применяется метод потенциометрического титрования, спектрофотометрия, ядерный магнитный резонанс, метод определения константы диссоциации при различных рН раствора по растворимости исследуемого вещества в воде. Последний метод ненадежен и в основном приводит к большим ошибкам. Пока еще не широкое распространение получил метод ядерного магнитного резонанса и используется он в основном для определения K_d сильных кислот. Метод основанный на спектрофотометрии связан с потенциометрией, так как спектральные измерения проводятся в буферных растворах, в которых значения рН определяются потенциометрией [4].

Особенностью гуминовых веществ является то, что они имеют группы с различными K_d , зависящими от пространственного расположения этих групп, от их химической природы, а также радикалов, у которых они находятся, природы заместителя, находящегося вблизи этих групп и возможности диффузии к ним молекул растворителя.

Таким образом, кислотно-основные свойства гуминовых веществ могут приниматься во внимание в технологии очистки вод ионообменным способом. Этот метод применим для вод, загрязненных ионами тяжелых металлов, а также различными токсичными органическими веществами. Функциональные группы гуминовых веществ рассматривают при регулировании технологических свойств торфа как сырья для производства фильтрующих материалов.

Окислительно-восстановительные свойства ГВ

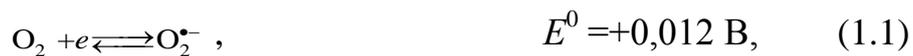
Согласно работе [3], способность ГВ участвовать в окислительно-восстановительных реакциях объясняется наличием в их структуре различных функциональных групп: карбоксильных $-COOH$, фенольных $-OH$, хинонных $=C=O$, аминогрупп $-NH_2$ и др. ГВ способны быть как окислителями, так и восстановителями. Они окисляют элементы в низких степенях окисления $Fe(II)$, $Sn(II)$ и восстанавливают элементы из высоких степеней окисления $Fe(III)$, $Mn(IV)$, $Hg(II)$, $Cr(VI)$, и др. Двойственность свойств обусловлена не только различием функциональных групп, но и их распределением в макромолекулах ГВ.

Методы определения окислительно-восстановительных свойств ГВ основаны на прямом или косвенном измерении скорости реакций:

- взаимодействие с кислородом;
- образование продуктов окисления;
- связывание свободных радикалов.

Например, автору работы [3] была предпринята попытка оценить реакционную способность ГВ по взаимодействию с кислородом. Для этих целей использовался метод катодной вольтамперометрии электровосстановления кислорода. Генерация активных кислородных

радикалов происходила на поверхности рабочего электрода по схеме:



Процесс электровосстановления O_2 протекает за счет окисления ГВ с образованием H_2O_2 в кислой и нейтральной средах и HO_2^{\bullet} в щелочной среде. По результатам этих исследований было установлено, что фракции ГВ проявляют восстановительные свойства. В работе [3] показано, что ГВ могут восстанавливать тяжелые металлы из высоких степеней окисления, присутствующие в анионной форме, переводя их в катионную форму, которая затем прочно связывается с ГВ за счет комплексообразования.

В литературных источниках приводятся значения электродного потенциала (E_{H}^0) для ГВ, которые изменяются в интервале от +0,15 В до +0,70 В. Значения электродного потенциала зависят от природы ГВ: ГВ торфа – 0,794 В, почвенных ГВ – 0,780 В, речных ГВ – 0,760 В; для фульвокислот – 0,5 В (рН 5,0). Продуктами окисления ГВ являются алифатические соединения преимущественно с кислородными функциональными группами, такими как карбоксильные ($-\text{COOH}$), гидроксильные ($-\text{OH}$), альдегидные ($-\text{CHO}$).

1.3 Взаимодействие гуминовых веществ с ионами железа

В подземных водах, богатых растворенными органическими веществами, железо может быть в виде коллоидных и растворимых комплексов органического происхождения, причем четких границ между ними не установлено. По данным [1,2], можно считать железо растворенное, прошедшее через мембранный фильтр с размером пор 0,45...0,5 мкм. В подземных водах состав веществ органического происхождения сложный (например, это органические кислоты высокомолекулярные и низкомолекулярные, вещества гумусового происхождения, углеводы, аминокислоты, фенолы, и т.д.) [2]. Количество органических веществ, промеренное через перманганатную окисляемость, в разных подземных водах изменяется от единиц до десятков мг/л.

Из источника [2], железо, связанное с гуминовыми веществами, имеет разные свойства. Это происходит из-за наличия в молекулах веществ гуминового происхождения сильно и слабосвязывающих центров. В первом случае, ионы железа проявляют довольно высокую устойчивость к образованию комплексов с другими веществами. А во втором случае, ионы железа адсорбируются на внешней поверхности молекул веществ гуминового происхождения.

По данным источника [2], железо и гуминовые вещества могут образовать сложные соединения за счет адсорбции гуминовых веществ на частицах железа коллоидного происхождения. В таком случае железо может находиться в воде в виде золя связанного с растворенными органическими веществами.

В настоящее время нет единого представления о строении комплекса железоорганического соединения в поверхностных водах. По данным [2], структура этого соединения может быть в следующем виде (рисунок 2):

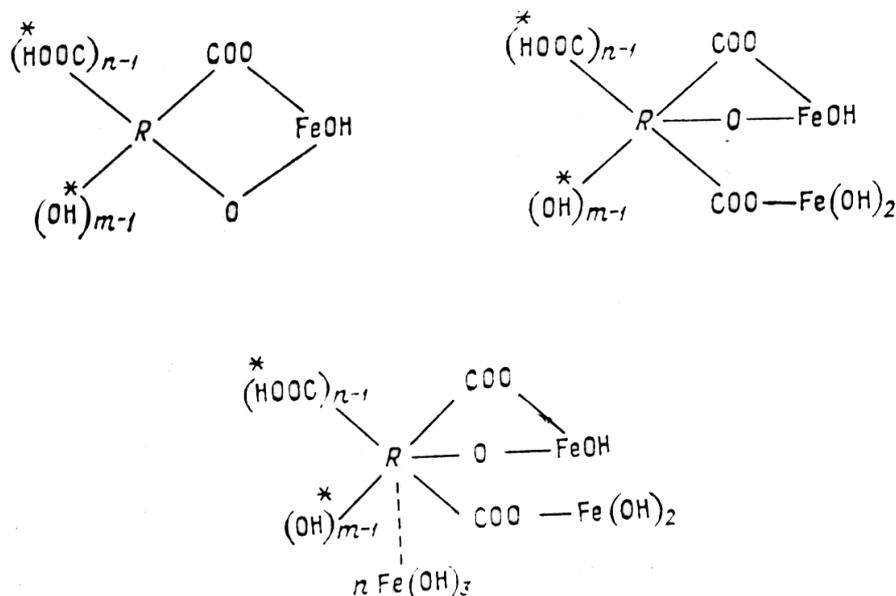


Рисунок 2 - Структурная схема соединений железа с гуминовыми веществами:

*- ионы водорода, способные к обмену;

----- - межмицеллярные формы связи

Сведения о соединениях железа, связанного с органическими веществами в подземных водах практически не изучены. По литературным данным невозможно представить единой номенклатуры этих соединений.

1.4 Методики определения железа в природных водах и проблемы их использования для природных вод, содержащих растворенные гуминовые вещества

Существуют различные методы определения основных форм железа в воде, таких как Fe(II), Fe(III) и общего железа.

Одна из методик определения общего железа (Методика выполнения измерений массовой концентрации общего железа в природных и сточных водах фотометрическим методом с сульфосалициловой кислотой ПНД Ф 14.1:2.50-96) основана на образовании окрашенного комплексного соединения железа и сульфосалициловой кислоты в щелочной среде.

Недостатком данного способа является отсутствие селективности, так как данный способ предполагает определение только общего железа.

Основной задачей в области водоподготовки является определение железа, связанного в железо-органические комплексы. Железо-органические комплексы обладают высокой устойчивостью к физико-химическим воздействиям, что создает основную проблему при очистке воды.

В лаборатории Радиационной спектроскопии ТПУ был разработан способ [25] определения железа, связанного с гуминовыми веществами. В предлагаемом способе определения железа в воде, включающем обработку воды хлороформом, определяют общее содержание железа в пробе воды. А затем в другой пробе воды создают рН в пределах 4,0-5,0, добавляют хлороформ до получения соотношения хлороформ-вода не менее 1:5, интенсивно перемешивают, отстаивают до разделения пробы на три слоя: воду, пленку, содержащую железо-органический комплекс, и хлороформ. В воде верхнего слоя определяют содержание железа, после чего по разнице содержания железа в первой пробе и верхнем слое воды второй пробы определяют содержание железа, связанного в железо-органические комплексы.

В запатентованной методике не была проведена оценка показателей точности методики, что не позволило провести верификацию метода.

1.5 Верификация способа определения железа, связанного с гуминовыми веществами: установление диапазона определения, воспроизводимости, повторяемости

При разработке методики определения железа, связанного с гуминовыми веществами, необходимо определить диапазон методики, проверить результаты на воспроизводимость и повторяемость по РМГ 61 ГСИ «Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки».

Верификация – это подтверждение на основе предоставления объективных доказательств того, что установленные требования были выполнены.

Воспроизводимость – это показатель прецизионности в условиях воспроизводимости.

Прецизионность – это близость независимых результатов измерений друг к другу, полученных по регламентированным условиям.

Условия воспроизводимости – это условия, необходимые для получения результатов измерений одним и тем же методом, на одинаковых объектах испытаний, разными операторами, в разных лабораториях, с использованием разного оборудования.

Воспроизводимость результатов измерений – показывает на сколько близки друг к другу независимые результаты измерений, полученные в условиях воспроизводимости.

Среднеквадратическое отклонение воспроизводимости – это среднеквадратическое отклонение полученных результатов измерений, при исполнении условий воспроизводимости.

Предел воспроизводимости – это такое значение, при котором абсолютная величина разности между результатами 2-х измерений, полученных в условиях воспроизводимости, не превышает это значение.

Повторяемость – это показатель прецизионности в условиях повторяемости.

Условия повторяемости (сходимости) – это условия, необходимые для получения независимых результатов измерений (или испытаний) одним и тем же методом на одинаковых объектах испытаний, одним и тем же оператором, в одной и той же лаборатории, с использованием одного и того же оборудования, за короткий промежуток времени.

Повторяемость (сходимость) результатов измерений – показывает на сколько близости друг к другу независимые результаты измерений, полученные в условиях повторяемости.

Среднеквадратическое отклонение повторяемости – это среднеквадратическое отклонение полученных результатов измерений, при исполнении условий повторяемости.

Предел повторяемости – это значение, при котором с $P = 95 \%$ не превышает абсолютная величина разности между результатами 2-х измерений, полученных в условиях повторяемости, не превышает это значение [5].

2 Постановка задачи исследования

Одной из наиболее острых экологических проблем в настоящее время является очистка подземных вод от коллоидного железа. Это связано с тем, что коллоидные формы железа, содержащие органические вещества гумусового происхождения практически не изучены и как следствие не разработаны способы их удаления.

Для отработки технологического режима водоподготовки такого состава нужна полная информация о количестве содержания ионов железа, связанного с гуминовыми веществами.

Цель работы заключается в разработке методики количественного определения железа в подземных водах, обогащенных гуминовыми веществами.

Для достижения поставленной цели необходимо было решить следующие задачи:

- Провести исследования химического состава подземных вод Западно-Сибирского региона с целью установления количественных соотношений ионов железа и гуминовых веществ.
- Разработать методику количественного определения железа, связанного с органическими веществами с использованием экстракционного метода.
- Определить диапазоны погрешностей, в которых разработанная методика позволяет количественно определять железо, связанное с гуминовыми веществами.

3 Экспериментальная часть

3.1 Объекты исследования

Экспериментальная часть работы выполнена в аккредитованной лаборатории Радиационной спектроскопии Томского политехнического университета (Аттестат аккредитации № ROCC.Ru.0001.510653; в область аккредитации входят питьевая вода, а так же воды подземных и поверхностных источников водоснабжения) на оборудовании, имеющем свидетельство о поверке.

В качестве объектов исследования были выбраны модельные растворы, содержащие ионы железа и гуминовые вещества в массовом соотношении 5:1 и природные воды, отобранные с территории Томского района и ряда регионов Томской области (Каргасокский район, Молчановский район).

3.2 Методы и методики исследования

Для получения количественных характеристик химического состава исследуемых модельных растворов, содержащих коллоидные соединения железа, использовали стандартные методики, характеристики которых приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Методы химического анализа

Определяемый компонент	Единицы измерений	НД на методику выполнения аналитических работ				ПДК, мг/дм ³ по СанПиН 2.1.4.1074-01
		Обозначение НД на методику	Наименование метода	Диапазон определений	Погрешность ±δ, %	
Водородный показатель - рН	единиц рН	ПНДФ 14.1:2:3:4.121-97	рН-метрия	1-10 единиц рН	± 0,2 единиц рН	6-9 единиц рН
Железо общее	мг/дм ³	ПНДФ 14.1:2:4.50-96	Фотоколориметрический	0,05-0,5 0,5-5,0 5,0-10,0	24 15 10	0,3
Перманганатная окисляемость	мгО/дм ³	ПНДФ 14.1:2:4.154-99	Титриметрический	0,25 -2,0 2,0–100	20 10	5,0 мгО/дм ³

3.2.1 Методика приготовления модельных растворов, содержащих гуминовые вещества

Для исследования было решено приготовить 4 модельных раствора с одинаковым содержанием железа (5,6 мг/л), но различным содержанием гумата натрия, в диапазоне концентраций от 0,2 до 4,4 мг/л с заданным значением рН.

Так как в процессе приготовления раствора рН среды смещается в кислую среду (в результате гидролиза соли $\text{FeSO}_4 \times 7\text{H}_2\text{O}$), для достижения необходимого значения рН, в раствор по каплям добавляют NaOH и измеряют полученное значение на рН-метре.

- **Реактивы**

1. Раствор гумата натрия с концентрацией гумата натрия 4 %.

Отбирают 1 мл концентрированного гумата натрия и доводят объем до 100 мл дистиллированной водой.

2. Раствор железа (II): железо сернокислое ГОСТ 4148 $\text{FeSO}_4 \times 7\text{H}_2\text{O}$, навеску 0,556 г растворяют в дистиллированной воде, подкисленной 0,4 мл концентрированной серной кислотой, и доводят до 200 мл дистиллированной водой. Полученный раствор соответствует концентрации железа (II) 560 мг/л;

3. Гидроксид натрия (NaOH) 2%

Навеску гидроксида натрия массой 1 г помещают в мерную колбу на 250 мл и доводят объем до метки дистиллированной водой.

4. Раствор метасиликата натрия ($\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$), который добавляется в модельные растворы, так как ионы кремния участвуют в образовании коллоидных соединений и содержатся в природных водах.

Навеску 5 г метасиликата натрия растворяют в 500 мл дистиллированной воды.

- **Приготовление 4 типов модельных растворов**

1. Приготовление модельного раствора №1 с содержанием гумата натрия 0,25 мг/л.

В емкость отбирают 4,5 л дистиллированной воды, добавляют 5,7 мл разбавленного гумата натрия, 100 мл метасиликата натрия и 50 мл раствора железа(II) и доводят объем до метки (5,0 л). Перемешивают, добавляют раствор NaOH для достижения нужного значения pH. В результате получается модельный раствор состава Fe–ГВ–Si 5,6 мг/л – 0,25 мг/л, соответственно, с заданным значением pH, равным 7,5.

2. Приготовление модельного раствора №2 с содержанием гумата натрия 1,0 мг/л.

В емкость отбирают 4,5 л дистиллированной воды, добавляем 23 мл разбавленного гумата натрия, 100 мл метасиликата натрия и 50 мл раствора железа(II) и доводят объем до метки (5,0 л). Перемешивают, добавляют раствор NaOH для достижения нужного значения pH. В результате получается модельный раствор состава Fe–ГВ–Si 5,6 мг/л – 1,0 мг/л, соответственно, с заданным значением pH, равным 7,6 .

3. Приготовление модельного раствора №3 с содержанием гумата натрия 2,2 мг/л.

В емкость отбирают 4,5 л дистиллированной воды, добавляют 50 мл разбавленного гумата натрия, 100 мл метасиликата натрия и 50 мл раствора железа(II) и доводят объем до метки (5,0 л). Перемешиваем, добавляем раствор NaOH для достижения нужного значения pH. В результате получается модельный раствор состава Fe–ГВ–Si 5,6 мг/л – 2,2 мг/л , соответственно, с заданным значением pH, равным 7,7.

4. Приготовление модельного раствора №4 с содержанием гумата натрия 4,4 мг/л.

В емкость отбирают 4,5 л дистиллированной воды, добавляют 100 мл разбавленного гумата натрия, 100 мл метасиликата натрия и 50 мл раствора железа(II) и доводят объем до метки (5,0 л). Перемешиваем, добавляем раствор NaOH для достижения нужного значения pH. В результате получается модельный раствор состава Fe–ГВ–Si 5,6 мг/л – 4,4 мг/л , соответственно, с заданным значением pH, равным 7,5.

В таблице 2 приведены основные параметры приготовленных модельных растворов.

Таблица 2 – Параметры приготовленных модельных растворов

Исследуемые пробы вод	pH	Fe общ., мг/дм ³	Перманганатная окисляемость, мгО/дм ³
Модельный раствор №1	7,5	7,2	0,3
Модельный раствор №2	7,6	7,2	1,3
Модельный раствор №3	7,7	7,1	2,8
Модельный раствор №4	7,5	7,1	5,5

3.2.2 Методика определения общего железа

Для определения общего железа был использован ПНД Ф 14.1:2:4.50-96 «Методика измерений массовой концентрации общего железа в подземных, поверхностных и сточных водах фотометрическим методом с сульфосалициловой кислотой».

Сущность метода состоит в образовании комплекса железа с сульфосалициловой кислотой, измеренного фотометрическим методом.

Аппаратура:

- спектрофотометр измеряющий оптическую плотность при $\lambda = 425$, в лаборатории используется спектрофотометр КФК-3;
- кюветы с толщиной поглощающего слоя 10 и 50 мм;
- весы аналитические;
- стеклянная посуда;
- электрическая плита.

Реактивы, материалы:

- Аммоний хлористый 2М.
- Кислота азотная.
- Кислота сульфосалициловая 20%.
- Вода дистиллированная.
- Аммиак водный (1:1).
- Бумага индикаторная универсальная.

Выполнение измерений:

В колбу объемом 100 см³ отбирают пробу 50 см³ (или объемом меньше, но доведённого до 50 см³ дистиллированной водой), добавляют 1 см³ азотной кислоты и ставят упариваться на электрическую плиту. Затем после упаривания в два раза объема пробы, колбы охлаждают до комнатной температуры. В охлажденные пробы приливают 2,0 см³ 2 М хлористого аммония, 2,0 см³ 20 % сульфосалициловой кислоты, 2,0 см³ аммиака (1:1), и смотрят рН раствора, он должен быть 7-8 единиц рН (по индикаторной бумаге). Затем объем пробы доводят до 50 см³ дистиллированной водой. Пробу перемешивают и измеряют оптическую плотность при $\lambda = 425$ нм в кювете на 50 или 10 мм по отношению к холостому раствору, полученного по тому же ходу анализа, но только с дистиллированной водой.

Обработка результатов:

Расчет концентрации железа производят по формуле (1):

$$X = \frac{(D-Do)}{E} * \frac{Vk}{V_{пр}} * 56000, (1)$$

где X- массовая концентрация железа в пробе, мг/дм³;

D и Do - оптические плотности пробы и холостого опыта;

Vк- объем колбы, см³;

Vпр – объем пробы, взятой для анализа, см³;

E – коэффициент экстинкции, рассчитанный по градуировочному графику, построенному на основе ГСО.

За окончательный результат измерений принимают среднее арифметическое значение X_{ср} двух параллельных определений X₁ и X₂ по формуле (2):

$$X_{ср} = \frac{X_1 + X_2}{2}, (2)$$

Для двух параллельных определений выполняется следующее условие (3):

$$|X_1 - X_2| \leq r * X_{ср}, (3)$$

где r- предел повторяемости, его значения приведены в таблице 3.

Таблица 3 – Значения предела повторяемости при вероятности $P = 0,95$

Диапазон измерений, мг/дм ³	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r , %
От 0,05 до 0,5 включ.	18
Св. 0,5 до 5 включ.	11
Св. 5 до 10 включ.	8

3.2.3 Методика определения перманганатной окисляемости

Определение перманганатной окисляемости проводят по ПНДФ 14.1:2:4.154-99 «Методика выполнения измерений перманганатной окисляемости в пробах питьевых, природных и сточных вод титриметрическим методом».

Сущность метода состоит в окислении веществ, содержащихся в пробе воды, 10 см³ перманганата калия в сернокислой среде, дальнейшем кипячении в течение 10 минут. Затем добавляют щавелевую кислоту и титруют перманганатом калия до слабо-розовой окраски.

Аппаратура:

- Бюретка вместимостью 25 см³.
- Весы аналитические.
- Дистиллированная вода.
- Плита электрическая.
- Часы песочные на 10 мин или таймер.
- Посуда стеклянная.

Реактивы:

- Вода дистиллированная.
- Серная кислота (1:3) и (1:15).
- Щавелевая кислота 0,01н.
- Перманганат калия 0,01н.

Выполнение измерений:

В колбу помещают 100 см³ пробы (или ее меньший объем доведенный до 100 см³ дистиллированной водой), добавляют 5 см³ раствор серной кислоты (1:3) и 10 см³ раствора перманганата калия (0,01 н). Колбы

закрывают коническими воронками и ставят нагреваться на плитки и после закипания их кипятят 10 ± 2 мин. Если в процессе кипячения проба побуреет или обесцветит розовую окраску, то определение надо повторить, разбавив исследуемую воду. После 10 минут колбы снимают с плит, затем прибавляют 10 см^3 раствора щавелевой кислоты (0,01 н). И обесцвеченную пробу титруют раствором перманганата калия (0,01 н) до слабо-розовой окраски пробы.

Обработка результатов:

Расчёт перманганатной окисляемости в мгО/дм^3 производят по формуле (4):

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot K \cdot 0,01 \cdot 8 \cdot 1000 \cdot K_p}{V}, \quad (4)$$

где V_1 - объем перманганата калия (0,01 н), израсходованный на титрование исследуемой пробы, см^3 ;

V_2 - объем перманганата калия (0,01 н), израсходованный при титровании холостой пробы, см^3 ;

K - поправочный коэффициент;

V - объем пробы, использованный для анализа, см^3 ;

K_p - коэффициент разбавления пробы;

8 - эквивалент кислорода.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение $X_{\text{ср}}$ двух параллельных определений X_1 и X_2 по формуле (5):

$$X_{\text{ср}} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \quad (5)$$

Для которых выполняется следующее условие (6):

$$|X_1 - X_2| \leq r \cdot X_{\text{ср}}, \quad (6)$$

где r - предел повторяемости, его значения приведены в таблице 4.

Таблица 4 – Значения предела повторяемости при вероятности $P = 0,95$

Диапазон измерений, мгО/дм^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), r , %
от 0,25 до 2,0 вкл.	20
св. 2,0 до 100 вкл.	8

3.2.4 Методика определения железа, связанного с гуминовыми веществами

В основу разрабатываемой методики был выбран патент [41].

Сущность метода состоит в том, что пробу воды с рН среды в пределах 4,0-5,0 обрабатывают хлороформом, интенсивно перемешивают, отстаивают до разделения пробы на три слоя: воду, пленку, содержащую железо-органический комплекс, и хлороформ. В воде верхнего слоя определяют содержание железа. Затем рассчитываем концентрацию железа, связанного с гуминовыми веществами.

Аппаратура:

- спектрофотометр измеряющий оптическую плотность при $\lambda=425$, в лаборатории используется спектрофотометр КФК-3;
- кюветы с толщиной поглощающего слоя 10 и 50 мм;
- весы аналитические;
- электрическая плита;
- стеклянная посуда.

Реактивы, материалы:

- Хлороформ (трихлорметан).
- Приготовление ацетатного буферного раствора с рН=4,5:

В мерную колбу на 1 л вносят 102 мл 1 н уксусной кислоты, добавляют 95 мл 1 н раствора ацетата натрия, и затем доводят дистиллированной водой объем до метки.

- Приготовление раствора 1 н уксусной кислоты:

В мерную колбу на 1 л вносят 57 мл ледяной уксусной кислоты и доводят дистиллированной водой объем до метки.

- Приготовление раствора 1 н ацетата натрия:

В мерную колбу на 1 л вносят навеску 136 г водного ацетат натрия и доводят дистиллированной водой объем до метки.

Определение железа, связанного с гуминовыми веществами:

Определяют концентрацию общего железа в пробе исследуемой воды до обработки хлороформом по ПНДФ 14.1:2:4.50-96. Эту концентрацию обозначим $C(\text{Fe общ.})$.

Затем проводим выделение железа, несвязанного с гуминовыми веществами. Для этого отбирают 50 см^3 исходной воды и помещают ее в делительную воронку. В нее добавляют 5 см^3 ацетатного буферного раствора с известным $\text{pH}=4,5$ единиц pH и приливают 10 см^3 хлороформа, затем энергично встряхивают в течение 5 мин. Пробе дают отстояться 30 мин для разделения на 3 слоя: воду, пленку, содержащую железо-органический комплекс и хлороформ. Нижний слой хлороформа и пленку сливают, а в воде верхнего слоя анализируют железо по ПНДФ 14.1:2:4.50-96. После чего по разнице содержания железа в первой пробе и верхнем слое воды второй пробы определяют железо, связанное в железо-органические комплексы. Эту концентрацию обозначим $C(\text{Fe несвяз. с гв})$.

Расчет содержания железа связанного с гуминовыми веществами:

Концентрацию железа, связанного с гуминовыми веществами, определяют по разнице между концентрацией $C(\text{Fe общ.})$ и концентрацией $C(\text{Fe несв. с гв})$.

$$C(\text{Fe св.с гв}) = C(\text{Fe общ.}) - C(\text{Fe несв. с гв})$$

4 Результаты исследования

Так как целью работы является разработка методики количественного определения железа в подземных водах, обогащенных гуминовыми веществами, то необходимо выяснить, какие понятия и показатели, входят в понятие «методика».

При разработке методики определения железа, связанного с гуминовыми веществами, необходимо определить диапазон методики, проверить результаты на воспроизводимость и повторяемость по РМГ 61 ГСИ «Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки».

4.1 Повторяемость

Условия, при которых независимые результаты измерений (или испытаний) получаются одним и тем же методом на идентичных объектах испытаний, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, с использованием одного и того же оборудования, в пределах короткого промежутка времени.

В таблице 5 представлены результаты измерений несвязанного железа в модельных растворах с различным содержанием гуминовых веществ.

Таблица 5 – Концентрация несвязанного железа в модельных растворах

Концентрация несвязанного железа, мг/дм ³	Концентрация гуминовых веществ в модельных растворах, мг/дм ³							
	0,25		1,0		2,2		4,4	
После экстракции	X ₁	X ₂	X ₁	X ₂	X ₁	X ₂	X ₁	X ₂
	4,1	4,2	1,2	1,1	0,749	0,750	0,375	0,374
X _{ср}	4,15		1,15		0,7495		0,3745	

Для расчета оперативного контроля повторяемости результатов анализа используем алгоритм расчета из методики определения общего железа по ПНДФ 14.1:2:4.50-96:

Процедура контроля предусматривает сравнение абсолютного расхождения r_k между наибольшим X_{max} и наименьшим X_{min} результатами контрольных определений, выполненных для получения результата контрольного измерения с пределом повторяемости r_n . (по методике анализа):

$$r_k = X_{max} - X_{min} \leq r_n$$

Если условие $r_k \leq r_n$ выполняется, то за результат измерения принимают среднее арифметическое из результатов «n» контрольных измерений.

Если условие $r_k > r_n$, то процедуру контроля повторяют.

При повторном превышении предела повторяемости, представленного в таблице 6, процедуру анализа прекращают и выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

Таблица 6 – Предел повторяемости

Определяемый компонент	Шифр методики	Диапазон определения	r, %	Расчет содержания определяемого компонента в воде по методике КХА	
				Формула расчета	Коэф-т
Железо, мг/л	ПНДФ 14.1:2:4.50- 96	0,05-0,5	18	$C = \frac{D - D_0}{\Sigma} \times \frac{V_{\text{колбы}}}{V_{\text{пр}}} \times 56000$	$\Sigma=14600$
		0,5-5,0	11		
		5-10 (50)*	8		

В таблице 7 приведены результаты расчета предела повторяемости при определении несвязанного железа в модельных растворах.

Таблицы 7 – Результаты расчета предела повторяемости

Концентрация гуминовых веществ, мг/дм ³	Концентрация несвязанного железа, мг/дм ³		r_k , мг/дм ³	r_n , мг/дм ³	$r_k \leq r_n$ или $r_k > r_n$
	X ₁	X ₂			
0,25	4,1	4,2	0,1	0,46	$0,1 < 0,46$
1,0	1,2	1,1	0,1	0,13	$0,1 < 0,13$
2,2	0,749	0,750	0,001	0,	$0,001 < 0,08$
4,4	0,375	0,374	0,001	0,18	$0,001 < 0,06$

Как видно из таблицы 7, все образцы выполняют условие $r_k \leq r_n$, что позволяет за результат измерения принять среднеарифметическое значение из результатов «n» контрольных измерений. При выполнении этих условий не требуется повтор процедуры контроля.

4.2 Внутрिलाбораторная прецизионность анализа

Условия, при которых результаты анализа получают по одной и той же методике в одной и той же лаборатории при вариации различных факторов (время, оператор, разные партии реактивов и т.д.).

Рассчитать прецизионность можно по учебному пособию «Метрологическое обеспечение и контроль качества химического анализа».

Для расчета используют следующие уравнения:

$$X = \frac{\sum X_l}{L'},$$

$$S_r = \sqrt{\frac{\sum (X_l - X)^2}{L'}},$$

где S_r - оценка стандартного отклонения прецизионности;

L' - количество серий, которое осталось после проверки серий на однородность;

X_l - средний результат анализа всей серии.

Для расчета внутрилабораторной прецизионности результатов анализа используем значения R из методики определения общего железа по ПНДФ 14.1:2:4.50-96 представленные в таблице 8.

Таблица 8 – Значения предела прецизионности при вероятности $P=0,95$.

Диапазон измерений, мг/дм ³	Предел прецизионности, R, %
От 0,05 до 0,5 включ.	27
Св. 0,5 до 5 включ.	17
Св. 5 до 50 включ.	11

Результаты расчета прецизионности железа не связанного с гуминовыми веществами по вышеуказанным уравнениям представлены в таблице 9.

Таблица 9 – Результаты расчета прецизионности

Концентрация гуминовых веществ, мг/дм ³	Средняя концентрация несвязанного железа, X_{cp} мг/дм ³	S_R , мг/дм ³	R , мг/дм ³	$S_R \leq R$ или $S_R > R$
0,25	4,15	0,04	0,71	$0,04 < 0,71$
1,0	1,15	0,06	0,20	$0,06 < 0,20$
2,2	0,75	0,02	0,13	$0,02 < 0,13$
4,4	0,38	0,003	0,103	$0,003 < 0,103$

Как видно из расчетов предела прецизионности для результатов определения не связанного железа в растворе, все образцы выполняют

условие $S_R \leq R$, из чего следует, что результаты измерения приемлемы, и повтор процедуры контроля не требуется.

4.3 Обработка результатов

Методика определения связанного железа с гуминовыми веществами была применена не только на модельных растворах, но и на реальных подземных водах Томской области, в ходе чего были получены следующие результаты, представленные в таблице 10.

Таблица 10 – Результаты определения связанного железа с гуминовыми веществами

Исследуемые пробы вод	pH	Fe Общ., мг/дм ³	Fe Не связанное в железо-органические формы в водном слое, мг/дм ³	Fe Связанное в железо- органические формы, мг/дм ³	Перманганатная окисляемость, мгО/дм ³
Очищенная вода Усть-Сильгинское ГКМ (Столовая)	6,9	5,2	1,7	3,5	7,3
Очищенная вода Усть-Сильгинское ГКМ (Пожарное депо)	7,2	1,3	0,4	0,9	7,0
Скважинная вода с. Могочино, Молчановский район	6,7	0,25	0,11	0,14	2,9
Скважинная вода мкр. Степановка	6,6	1,7	0,9	0,8	4,0
Скважинная вода № 1 с. Подгорное	7,0	5,7	0,25	5,45	5,0
Скважинная вода № 2 с. Подгорное	7,1	1,92	0,23	1,69	4,7
Модельный раствор №1	7,5	7,2	4,15	3,05	0,3
Модельный раствор №2	7,6	7,2	1,13	6,07	1,3
Модельный раствор №3	7,7	7,1	0,78	6,32	2,8
Модельный раствор №4	7,5	7,1	0,38	6,72	5,5

Из таблицы 10 видно, что концентрация железа, связанного с гуминовыми веществами, для каждого источника воды различна. Присутствие таких соединений в подземных водах является проблемой для ее очистки.

При приготовлении модельных растворов мы задали определенное значение железа, оно равно $5,6 \text{ мг/дм}^3$. Но при измерении общего железа в готовых модельных растворах наблюдается его увеличение до $7,2 \text{ мг/дм}^3$.

Для того чтобы выяснить причину возрастания количества железа, приготовили модельные растворы без добавления навески железа(II). Было показано, что в этих растворах содержатся ионы железа, присутствие которых можно объяснить их содержанием в растворе гумата натрия.

На рисунке 3 приведена зависимость концентрации ионов железа, связанного с гуминовыми веществами от концентрации гуминовых веществ в растворе. На этом же графике показан предел прецизионности, определенный по методике, описанной выше.

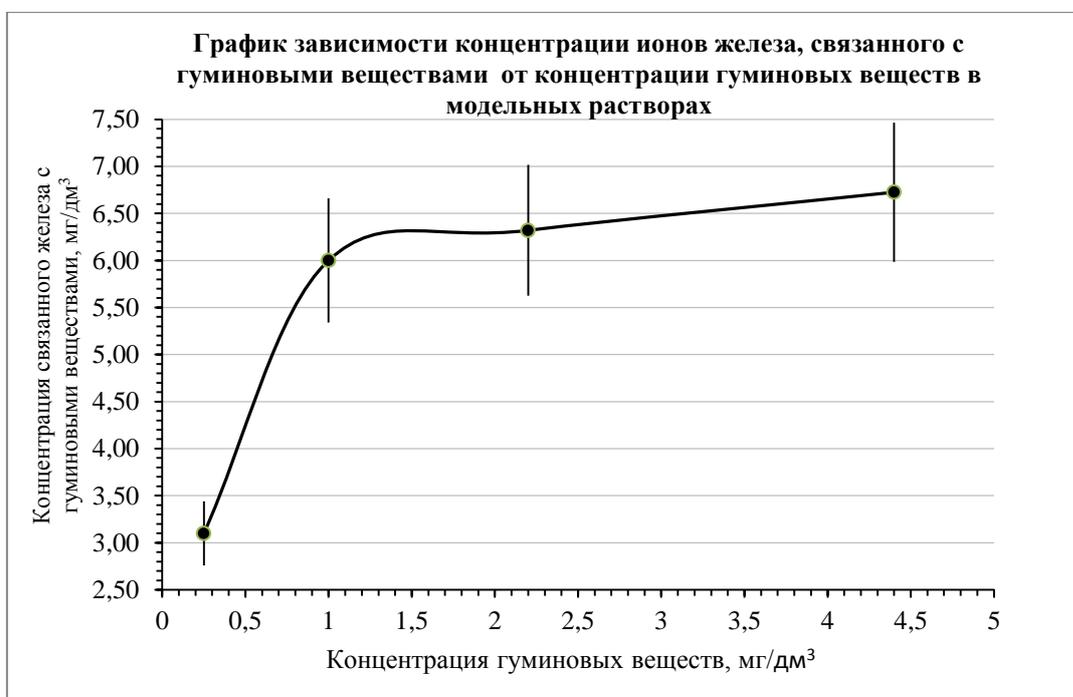


Рисунок 3 – Зависимость концентрации ионов железа, связанного с гуминовыми веществами от концентрации гуминовых веществ

В работе была исследована устойчивость коллоидной системы, содержащей различные количества гумата натрия при одинаковой концентрации ионов железа в растворе.

Устойчивость коллоидной системы контролировали измерением дзета-потенциалом. При нулевых значениях дзета-потенциала система не устойчива и с увеличением отрицательного значения дзета-потенциала устойчивость увеличивается.

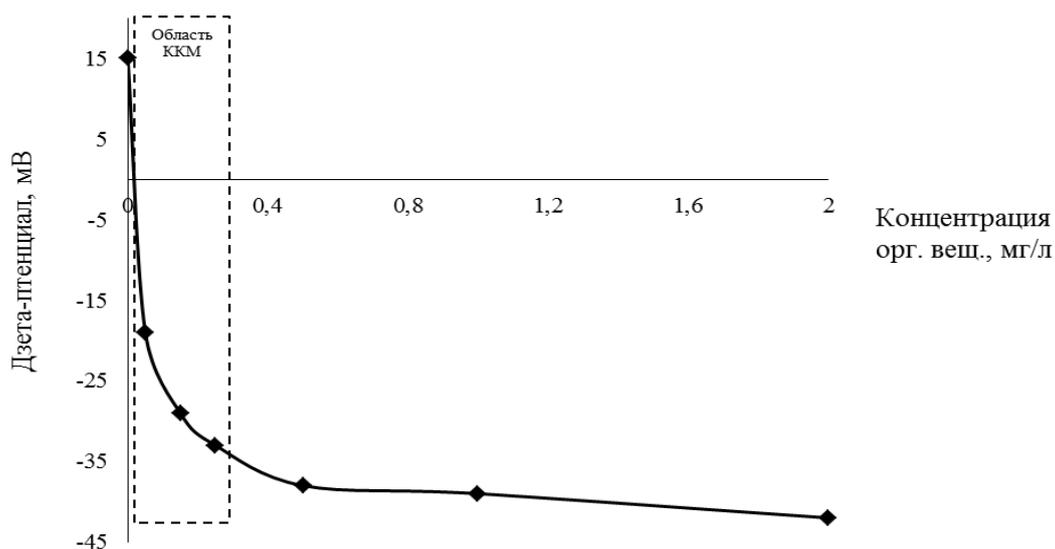


Рисунок 4 – Изменение дзета-потенциала в зависимости от концентрации органических веществ в растворе

Из рисунка видно, что резкое изменение дзета-потенциала наблюдается при концентрации органических веществ от 0,02 мг/л до 0,5 мг/л. Этот интервал и является областью критической концентрации мицеллообразования (ККМ). При концентрации органических веществ ниже ККМ нет истинного раствора, как это должно быть согласно литературе [22], но образующаяся коллоидная система неустойчива и в отсутствие органических веществ она коагулирует. При концентрации органических веществ выше ККМ образуется устойчивая коллоидная система.

5 Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение

5.1 Предпроектный анализ

Продукт: методика определения железа, связанного с гуминовыми веществами.

Технология QuaD

Таблица 11 – Оценочная карта для сравнения конкурентных технических решений (разработок)

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы	Максимальный балл	Относительное значение (3/4)	Средневзвешенное значение (5*2)
1	2	3	4	5	6
Энергоэффективность	0.05	50	100	0.5	0.025
Надежность	0.1	50	100	0.5	0.05
Безопасность	0.05	30	100	0.3	0.015
Простота эксплуатации	0.05	30	100	0.3	0.015
Конкурентоспособность продукта	0.3	80	100	0.8	0.24
Перспективность рынка	0.2	80	100	0.8	0.16
Пригодность для продажи	0.1	50	100	0.5	0.05
Долговечность	0.05	50	100	0.5	0.025
Финансовая эффективность	0.1	50	100	0.5	0.05
Итого	1	-	-	-	$P_{cp}=0.63=63\%$

Значение P_{cp} позволяет говорить о перспективах разработки и качестве проведенного исследования. Значение $P_{cp}=63\%$ показывает, что у такой разработки перспективность выше среднего.

SWOT-анализ

SWOT – Strengths (сильные стороны), Weaknesses (слабые стороны), Opportunities (возможности) и Threats (угрозы) – представляет собой комплексный анализ научно-исследовательского проекта.

Таблица 12 – SWOT-анализ

	Сильные стороны научно-исследовательского проекта:	Слабые стороны научно-исследовательского проекта:
	<p>C1. Актуальность промышленной технологии.</p> <p>C2. Наличие бюджетного финансирования.</p> <p>C3. Квалифицированный персонал.</p> <p>C4. Экономичность и</p>	<p>Сл1.Отсутствие у потенциальных потребителей квалифицированных кадров</p> <p>Сл2.Отсутствие инжиниринговой услуги, способной обучить работать в рамках проекта</p>

	энергоэффективность технологии.	
<p>Возможности:</p> <p>В1.Использование инновационной инфраструктуры ТПУ.</p> <p>В2.Появление дополнительного спроса на новый продукт.</p>	<p>1. Разработка методики по мониторингу и анализу происхождения вод.</p> <p>2. Изменения в технологической сфере и на рынке регионального масштаба.</p> <p>3. Аналог методики еще не разработан.</p>	<p>1.Разработка научного исследования.</p> <p>2.Повышение квалификации кадров у потребителя.</p> <p>3.Приобретение научного оборудования для проведения данного вида исследований.</p>
<p>Угрозы:</p> <p>У1.Отсутствие спроса на новые технологии производства</p> <p>У2.Введение дополнительных государственных требований к сертификации продукции</p> <p>У3.Несвоевременное финансовое обеспечение научного исследования со стороны государства.</p>	<p>1.Продвижение новой технологии с целью проявления спроса.</p> <p>2.Изучение законодательной базы для выхода технологии на экспорт</p> <p>3.Сертификация продукции.</p>	<p>1. Разработка научного исследования.</p> <p>2. Повышение квалификации кадров у потребителя.</p> <p>3. Приобретение научного оборудования для проведения данного вида исследований.</p> <p>4. Продвижение новой технологии с целью проявления спроса.</p> <p>5. Изучение законодательной базы для выхода технологии на экспорт.</p> <p>6. Сертификация продукции.</p>

5.2 Планирование управления научно-техническим проектом

Структура работ в рамках научного исследования

Планирование комплекса предполагаемых работ осуществляется в следующем порядке:

- определение структуры работ в рамках научного исследования;
- определение участников каждой работы;
- установление продолжительности работ;
- построение графика проведения научных исследований.

Таблица 13 – Перечень этапов и участников НТИ

Этап	Состав участников
Изучение литературы, составление литературного обзора	Власова М.Б. Левашова А.И.
Проведение исследования	Власова М.Б.
Обсуждение полученных результатов	Власова М.Б. Левашова А.И.
Оформление выводов	Власова М.Б.
Оформление пояснительной записки	Власова М.Б.

Разработка графика проведения научного исследования

Определение трудоемкости выполнения работ:

Ожидаемое значение трудоемкости

$$t_{ож} = 3 \cdot t_{min} + 2 \cdot t_{max} / 5$$

Продолжительность каждой работы в рабочих днях

$$T_p = \frac{t_{ож}}{Ч}$$

Продолжительность выполнения работы в календарных днях

$$T_k = T_p \cdot k_{кал}$$

$$k_{кал} = \frac{T_{кал}}{T_{кал} - T_{вых} - T_{праз}} = 1,3$$

Сводим все рассчитанные данные в таблицу 14.

Таблица 14 – Временные показатели проведения научного исследования

Название работы	Трудоемкость работ			Длительность работ в рабочих днях, T_{pi}	Длительность работ в календарных днях, T_{ki}
	t_{min} , чел-дни	t_{max} , чел-дни	$t_{ож}$, чел-дни		
Изучение литературы, составление литературного обзора	72	76	74	37	48
Проведение исследования	53	57	55	55	72
Обсуждение полученных результатов	54	58	56	28	36
Оформление выводов	2	6	4	4	5
Оформление пояснительной записки	24	28	26	26	34

Построение календарного плана-графика проведения НИТ

Таблица 15 - Календарный план-график проведения НИОКР по теме

Вид работ	Исполн.	Т _к , кал, дн	Продолжительность выполнения работ																				
			ноя			дек			янв			фев			март			апр			май		
			3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3		
Изучение литературы, составление литературного обзора	Бакалавр. Руков-ль	48																					
Проведение исследования	Бакалавр.	72																					
Обсуждение полученных результатов	Бакалавр, руков-ль	36																					
Оформление выводов	Бакалавр.	5																					
Оформление пояснительной записки	Бакалавр.	34																					

5.3 Бюджет научно-технического исследования (НТИ)

В процессе формирования бюджета НТИ использовалась группировка затрат по статьям:

- ✓ материальные затраты НТИ;
- ✓ затраты на специальное оборудование;
- ✓ основная заработная плата исполнителей НТИ;
- ✓ отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления);
- ✓ накладные расходы.

Расчет материальных затрат НТИ

Расчет материальных затрат осуществляется по следующей формуле:

$$Z_m = (1 + k_T) \cdot \sum_{i=1}^m Ц \cdot N_{расх}$$

где m – количество видов материальных ресурсов, потребляемых при выполнении НТИ;

$N_{расх}$ – количество материальных ресурсов определенного вида, планируемых к использованию при выполнении научного исследования;

$Ц$ – цена приобретения единицы i -го вида потребляемых материальных ресурсов;

k_T – коэффициент, учитывающий транспортно-заготовительные расходы.

Транспортные расходы принимаем в размере 20% от стоимости материалов.

$$k_T = 0,2$$

Результаты сводим в таблицу.

Таблица 16 – Материальные затраты

Наименование	Единицы измерения	Количество	Цена за ед.	Материальные затраты, руб.
Хлороформ	1 литр	3	900	3240
Азотная кислота	1 литр	0.5	200	120

Специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ

Стоимость оборудования, имеющегося в данной научно-технической лаборатории, учитывается в калькуляции в виде амортизационных отчислений 15%.

Таблица 17 - Расчет затрат по статье «Спецоборудование для научных работ»

№	Наименование оборудования	Количество единиц оборудования	Цена за единицу оборудования, тыс. руб.	Общая стоимость оборудования (с учетом амортизации), тыс. руб.
1	Весы лабораторные равноплечие ВЛР-200г-М	1	24500	28175
2	Спектрофотометр КФК-3	1	84000	96600
3	Сушильный шкаф	1	50000	57500
4	Плитка электрическая	1	1900	2185
5	Вытяжной шкаф	1	54000	62100
Итого:				246560

Основная заработная плата

Месячный оклад работника:

$$Z_M = Z_{\text{оклад}} \cdot (1 + k_{\text{пр}} + k_{\text{д}}) \cdot k_{\text{р}}$$

где $Z_{\text{оклад}}$ – заработная плата по окладу, руб.;

$k_{\text{пр}}$ – премиальный коэффициент, равный 0,3 (т.е. 30% от $Z_{\text{оклад}}$);

$k_{\text{д}}$ – коэффициент доплат и надбавок составляет примерно 0,2 – 0,5;

$k_{\text{р}}$ – районный коэффициент, равный 1,3 (для Томска).

Среднедневная заработная плата:

$$Z_{\text{дн}} = Z_M \cdot M / F_{\text{д}}$$

где Z_M – месячный должностной оклад работника, руб.;

M – количество месяцев работы без отпуска в течение года:

при отпуске в 48 раб. дней $M=10,4$ месяца, 5-дневная неделя;

$F_{\text{д}}$ – действительный годовой фонд рабочего времени научно-технического персонала, раб. дн. (табл. 14)

Основная заработная плата:

$$Z_{\text{осн}} = Z_{\text{дн}} \cdot T_{\text{р}}$$

где $Z_{\text{осн}}$ – основная заработная плата одного работника;

$T_{\text{р}}$ – продолжительность работ, выполняемых научно-техническим работником, раб. дн.;

$Z_{\text{дн}}$ – среднедневная заработная плата работника, руб.

Таблица 18 – Баланс рабочего времени

Показатели рабочего времени	Руководитель	Бакалавриат
Календарное число дней	193	193
Количество нерабочих дней	34	45
- выходные дни	27	38
- праздничные дни	7	7
Действительный годовой фонд рабочего времени	65	150

Таблица 19 – Расчет основной заработной платы

Исполнители	Должность, степень	З _{оклад, руб}	к _р	З _{м, руб}	З _{дн, руб}	Т _{р, раб. дни}	Итого З _{осн, руб}
Руководитель	доцент, к.т.н.	23264,86	1,3	45366,48	7258,6	65	471811,4
Бакалавр	мл. науч. сот рудник	14877,45		28038,34	1944,0	150	291600,0

Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления)

Статья включает в себя отчисления во внебюджетные фонды.

$$Z_{внеб} = k_{внеб} \cdot Z_{осн}$$

На 2016 г. в соответствии с Федеральным законом от 24.07.2009 №212-ФЗ установлен размер страховых взносов равный 30%. На основании пункта 1 ст.58 закона №212-ФЗ для учреждений осуществляющих образовательную и научную деятельность в 2016 году водится пониженная ставка – 27,1%.

Таблица 20 – Отчисления во внебюджетные фонды

Исполнитель	Основная заработная плата, руб.
Руководитель	471811,4
Бакалавр	291600,0
Коэффициент отчислений во внебюджетные фонды	0,271
Итого, руб	206884,5

Накладные расходы

$$Z_{наклад} = (\text{сумма статей 1-4}) \cdot k_{нр}$$

где $k_{нр}$ – коэффициент, учитывающий накладные расходы.

Величину коэффициента накладных расходов можно взять в размере 16%.

$$k_{нр} = 0,16$$

$$Z_{наклад} = (\text{сумма статей 1-4}) \cdot k_{нр}$$

Результаты расчета накладных расходов приведены в таблице 21.

Таблица 21 – Расчет накладных расходов

Исполнение	Затраты, руб			
	Материальные затраты НТИ	Затраты на специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ	Затраты по основной заработной плате исполнителей темы	Отчисления во внебюджетные фонды
Тек. пр-кт	78	246560	763411,4	206884,5
$k_{нр}$	0,16			
Итого				
Тек. пр-кт	194709,4			

Формирование бюджета затрат научно-исследовательского проекта

Таблица 22 – Расчет бюджета затрат НТИ

Наименование статей	Сумма, руб
1. Материальные затраты НТИ	78
2. Затраты на специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ	246560
3. Затраты по основной заработной плате исполнителей темы	763411,4
4. Отчисления во внебюджетные фонды	206884,5
5. Накладные расходы	194709,4
6. Бюджет затрат НТИ	1411643,3

6 Социальная ответственность

Одним из национальных приоритетов является вопрос об обеспечении безопасности жизни и здоровья работников в процессе трудовой деятельности.

В целях улучшения эффективной оценки условий труда и повышения числа здоровых рабочих, а так же выявление и оценки профрисков, происходит обеспечение усовершенствованной нормативной правовой базы.

В зависимости от состояния условий и охраны труда на рабочих местах происходит совершенствование обязательного социального страхования от несчастных случаев на производстве и профессиональных заболеваний, формирование страховых тарифов.

Разрабатываются комплексные меры, направленные на модернизацию производства в целях улучшения условий труда и экономическое стимулирование технического перевооружения, а так же на снижение доли производственного оборудования с выработанным ресурсом и сроком службы в общем объеме основных производственных фондов.

Совершенствование системы и методов, а так же проведение медицинских осмотров работников через определенные периоды и при поступлении на работу. Эти условия для работников, занятых во вредных и опасных условиях труда.

С учетом соответствующих профессиональных стандартов и с использованием современных технологий происходит усовершенствование системы подготовки и переподготовки специалистов в сфере охраны труда.

Содействие развитию системы после сменной реабилитации работников, занятых во вредных и опасных условиях труда, включая профилактику стресса на работе.

Совершенствование системы обеспечения работающих современными средствами индивидуальной защиты.

6.1 Профессиональная социальная безопасность

Анализ вредных факторов при работе в химической лаборатории

Выбор вредных факторов производится по [7].

Таблица 23 - Вредные факторы.

Источник фактора, наименование видов работ	Вредные факторы	Нормативные документы
Работа с электронагревательными приборами	повышенная температура поверхности оборудования	СП 2.2.2.1327-03 «Гигиенические требования к организации технологических процессов, производственному оборудованию и рабочему инструменту» [8]
Работа с лабораторной посудой	острые кромки, заусенцы и шероховатости на поверхностях заготовок, инструментов, оборудования	Технический регламент таможенного союза ТР ТС 019/2011 «О безопасности средств индивидуальной защиты» [9]
Работа с электроустановками	термический ожог	ГОСТ 12.1.019- 2009 ССБТ «Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты» [10]
Работа с кислотами	химический ожог	ГН 2.2.5.1313-03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны» [11]
Микроклимат лаборатории	повышенная или пониженная температура воздуха рабочей зоны; повышенная или пониженная влажность воздуха;	СанПиН 2.2.4.548–96. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений [12]
Производственный шум	повышенный уровень шума на рабочем месте;	ГОСТ 12.1.003– 2014.ССБТ «Система стандартов безопасности

		труда. Шум» [13]
Производственное освещение	повышенная напряженность магнитного поля; отсутствие или недостаток естественного света; недостаточная освещенность рабочей зоны; повышенная яркость света;	СП 52.13330.2011 «Естественное и искусственное освещение» [14]

Повышенная температура поверхностей оборудования.

Эксплуатация нагревательного прибора (электрическая плита) может привести к термическим ожогам.

Согласно [8] температура наружных поверхностей оборудования, должна соответствовать требованиям действующих санитарных правил. В случае если нет возможности обеспечить нормируемую температуру поверхности оборудования, необходимо предусмотреть мероприятия по защите работников от возможного получения термического ожога. В химической лаборатории максимальная температура наружных поверхностей не превышает допустимых норм [8] и составляет не более 70°C.

Острые кромки, заусенцы и шероховатости на поверхностях заготовок, инструментов, оборудования. Причиной большинства травм в лаборатории является неправильное обращение со стеклянной посудой. Осколки от разбитого стекла могут стать причиной резаных ран или глубоких порезов. Если осколки стекла загрязнены, то вред ранения увеличивается по причине возможности внесения в рану ядовитых или раздражающих веществ. Поэтому при работе со стеклянной лабораторной посудой необходимо соблюдать меры предосторожности. Запрещается использовать стеклянную посуду, имеющую трещины или отбитые края. Осколки разбитой стеклянной посуды следует убирать с помощью щетки и совка, но ни в коем случае не руками.

Согласно [9] работникам лаборатории должны выдаваться СИЗ (резиновые и хлопчатые перчатки; халат х/б; защитные очки; резиновый

фартук), применение которых может уменьшить риск получения травм от осколков разбитой химической посуды.

Работа с электроустановками. Эксплуатация электроустановок связана с вероятностью вредного воздействия на людей электрического тока, в виде электрических травм и профессиональных заболеваний.

Термическое действие тока вызывает появление на теле ожогов разных форм, перегревание кровеносных сосудов и нарушение функциональности внутренних органов.

Поверхность электрооборудования не должны достигать температур, способных вызывать ожоги [15].

Работа с кислотами. При работе в лаборатории используется азотная кислота – она является сильной одноосновной кислотой с резким удушливым запахом. Азотная кислота является чувствительной к яркому освещению и при ярком свете разлагается на оксид азота NO_2 и воду. По степени воздействия на организм человека азотная кислота относится к веществам 3-го класса опасности. Ее пары вызывают раздражение дыхательных путей, а сама кислота оставляет на коже долгозаживающие язвы. ПДК для азотной кислоты в воздухе рабочей зоны по NO_2 – 2 мг/м^3 .

А так же используется серная кислота, которая представляет собой бесцветную, прозрачную, маслянистую жидкость, без запаха, без осадка смешивается с водой (при сильном разогревании) и со спиртом. Формула H_2SO_4 . Серная кислота – чрезвычайно агрессивное вещество, поражает дыхательные пути, кожу, слизистые оболочки, вызывают затруднение дыхания, кашель, нередко – ларингит, трахеит, бронхит. Класс опасности – 2. ПДК (предельно допустимая концентрация) аэрозоля серной кислоты в воздухе рабочей зоны $1,0 \text{ мг/м}^2$. Поражающая концентрация паров серной кислоты $0,008$ миллиграмм на литр, смертельная $0,18 \text{ мг/дм}^3$.

Микроклимат лаборатории. Микроклимат производственной среды регламентируются [28].

Температура воздуха в лаборатории поддерживается:

- 1) в холодный и переходный периоды $16 - 22 \text{ }^\circ\text{C}$;

2) в теплый период 18 – 25 °С.

Влажность воздуха не должна превышать 30 – 60 %, скорость движения воздуха 0,2 – 0,5 м/с

В лаборатории создание оптимального микроклимата обеспечивается работой форточек, дверей, приточной вытяжной вентиляцией, кондиционерами.

Летом помещения проветриваются с помощью вентиляторов, а в зимнее - помещения нагревают центральным отоплением или обогревателем.

Производственный шум. Большинство процессов в химической лаборатории сопровождаются значительным шумом. Последствия воздействия шума на организм человека ведет к снижению производительности труда и часто является причиной травматизма [13].

В химической лаборатории уровень шума составляет 65 дБ при допустимых 75 дБ и не превышает норм, установленных [16].

Производственное освещение. В лаборатории, где проводилось исследование, используется комбинированная система освещения, то есть общее искусственное и местное освещение [14].

Средства коллективной и индивидуальной защиты.

Согласно [9] защиту от воздействия вредных и опасных факторов осуществляют с помощью средств индивидуальной защиты (СИЗ) и средств коллективной защиты.

СИЗ, используемые в химической лаборатории:

- резиновые и хлопчатые перчатки
- халат х/б
- защитные очки
- резиновый фартук
- респиратор.

К средствам коллективной защиты относятся устройства, которые предназначены для оповещения или защиты человека от воздействия опасных производственных и внешних факторов. Коллективные средства защиты делятся на: оградительные, предохранительные, тормозные

устройства, устройства автоматического контроля и сигнализации, дистанционного управления, знаки безопасности.

В каждой лаборатории должны находиться укомплектованные аптечки первой медицинской помощи и аварийный запас масок, респираторов, индивидуальных противогазов и дегазаторов ядовитых веществ.

Анализ опасных факторов при работе в химической лаборатории

Выбор вредных факторов производится по [7].

Таблица 24 - Опасные факторы.

Источник фактора, наименование видов работ	Опасные факторы	Нормативные документы
Работа с электроустановками	поражение электрическим током; возникновение пожара;	ГОСТ 12.1.019- 2009 ССБТ «Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты» [10]

Поражение электрическим током. Для обеспечения нормальной работы электроустановок и защиты от поражения электрическим током используют изоляцию токоведущих частей. Наименьшее допустимое значение сопротивления изоляции нормируется правилами устройства электроустановок: для контактов, пускателей, силовых щитов и осветительных установок ПДУ не менее 0,5 МОм; для вторичных цепей - не менее 1Мом [10].

Технические мероприятия для обеспечения безопасности работы:

- возможность экстренного отключения электрической энергии;
- запрещающие плакаты;
- проверка на отсутствие напряжения;
- заземление (заземляются токоведущие части).

Пожаровзрывобезопасность. Помещение, в котором расположена лаборатория, оснащено пожарными кранами (не менее одного на этаж) с пожарными рукавами и на видном месте висит план эвакуации (см. рисунок). В самой лаборатории имеются средства пожаротушения.

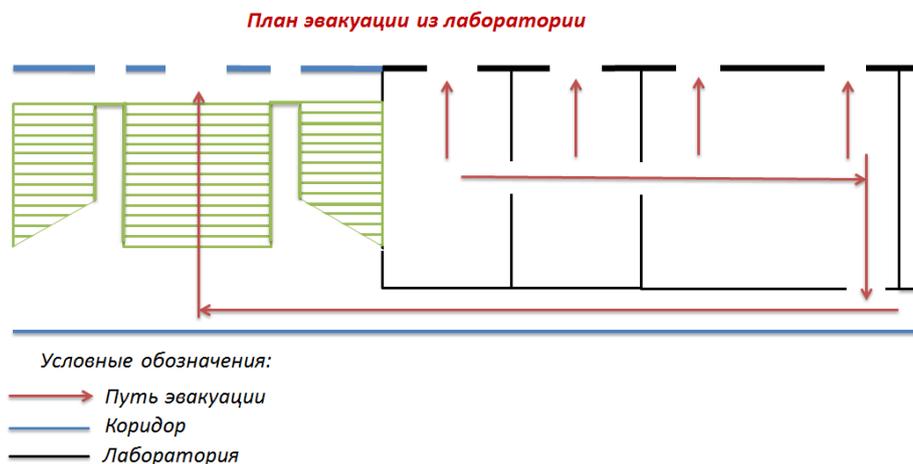


Рисунок 5 – план эвакуации

Распоряжением по лаборатории из числа сотрудников назначен человек, который организует все противопожарные мероприятия, получив инструктаж местной пожарной команды.

Взрывоопасная среда в лаборатории может образоваться вследствие пролива растворителей. Легковоспламеняющиеся жидкости нельзя нагревать на открытом огне, также держать вблизи открытого огня. Жидкости нагревают на водяной бане. Огнеопасные вещества нельзя сливать в канализацию, слив производится в специальные сосуды.

При возникновении пожара необходимо принять все меры по его локализации и тушению. Для этого должен быть обеспечен проход между лабораторными столами, выходы недопустимо загромождать различными предметами. При возникновении возгорания все сотрудники должны действовать четко, в соответствии с заранее разработанной программой согласно инструкции.

Для тушения возможного загорания и пожаров лаборатория оснащена специально оборудованным щитом, на котором установлены:

- а) огнетушитель углекислотный газовый типа ОУ – 2 для тушения всех видов горючих веществ и электроустановок, кроме веществ, горящих без доступа воздуха;
- б) порошковый огнетушитель ОПС – Ю, предназначенный для тушения небольших очагов возгорания щелочных металлов;
- в) ручной пенный огнетушитель ОХП, применяемый для тушения установок, находящихся под напряжением;

г) асбестовое одеяло, которое используется при тушении обесточенных электропроводов, горячей одежды;

д) ящик с песком для тушения обесточенных горящих на горизонтальной поверхности проводов.

Таким образом, лаборатория, где была выполнена данная дипломная работа, оснащена всеми противопожарными устройствами и соответствует требованиям пожарной безопасности [17].

6.2 Экологическая безопасность

В условиях работы в лаборатории исследуется охрана окружающей среды со стороны воздействия на атмосферу (выбросы); на гидросферу (сбросы); на литосферу (отходы).

В условиях лаборатории выбросы в атмосферу незначительны. Поэтому для защиты окружающей среды от вредных газов и паров можно использовать адсорбцию. Для этого в лаборатории на выходе вентиляционных труб установлены перегородки, поверх которых уложен слой адсорбента (обычно активированный уголь). Воздушный поток, пройдя через слой адсорбента, очищается от вредных газов и паров [18].

Все выбросы в канализацию также необходимо подвергать обезвреживанию и очистке. Для этих целей все отработанные кислотные и щелочные сливы собираются в отдельную для каждого вида тару, затем подвергаются нейтрализации и только после этого они могут быть слиты в канализацию с их предварительным 10-кратным разбавлением водопроводной водой [19].

Твердые отходы собираются в специальные сборники и увозятся для уничтожения. Охрана окружающей среды и рациональное использование природных ресурсов имеет огромное экономическое и социальное значение.

6.3 Безопасность в чрезвычайных ситуациях

Анализ вероятных ЧС, которые могут возникнуть в лаборатории

Чрезвычайная ситуация (ЧС) – это обстановка на определенной территории, сложившаяся в результате аварии, опасного природного явления, катастрофы, стихийного или иного бедствия, которая может повлечь или повлекла за собой человеческие жертвы, ущерб здоровью людей или окружающей природной среде, значительные материальные потери, нарушения условий жизнедеятельности людей.

К чрезвычайным ситуациям относят в лаборатории можно отнести:

- пожар;
- стихийные бедствия;
- социальные конфликты.

Действия работника при возникновении пожара:

- позвонить по телефону в пожарную охрану и сообщить о пожаре
- помочь работникам покинуть зону воздействия опасных факторов пожара
- отключить электрооборудование
- выключить вентиляцию.

Для предупреждения пожара необходимо соблюдать правила проведения работ в лаборатории; правильно эксплуатировать нагревательные приборы; использовать только исправные электроустановки [17].

При стихийном бедствии необходимо оповестить всех работников лаборатории об угрозе возникновения ЧС. При поступлении сигнала о возможном инциденте все работники лаборатории должны быть обеспечены средствами индивидуальной защиты, после чего в лаборатории отключается электроэнергия, водоснабжение. При необходимости персонал эвакуируется в безопасное место [20].

6.4 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности

При работах с вредными и опасными условиями труда, а так же при выполнении работ в условиях с особой температурой, работникам выдаются бесплатно сертифицированная или декларированная специальная одежда и обувь, а так же другие средства индивидуальной защиты, еще 1 раз в месяц

защитные (гидрофобного и гидрофильного действия) и очищающие средства в соответствии с типовыми нормами [21].

Федеральной инспекцией труда осуществляется надзор за соблюдением трудового законодательства и иных нормативных правовых актов.

Государственный контроль (надзор) за соблюдением требований по безопасному ведению работ в отдельных сферах деятельности осуществляется в соответствии с законодательством Российской Федерации уполномоченными федеральными органами исполнительной власти.

Профсоюзный общественный контроль за охраной труда осуществляют общественные инспектора и комиссии по охране труда комитетов профсоюзов.

Для исключения возможности несчастных случаев должны проводиться обучение, инструктажи и проверка знаний работников требований безопасности труда.

К работе в лаборатории допускаются лица, достигшие 18 лет и прошедшее медицинское освидетельствование в соответствии с [23]. Периодичность медосмотров устанавливается в соответствии с правилами и нормами [24].

Заключение

Мониторинг подземных вод Томской области показал многообразие химического состава подземных вод этого региона. Установлено, что основной особенностью подземных вод является наличие соединений железа и растворенных органических веществ гумусового происхождения, способных образовывать устойчивые коллоидные системы, снижающие производительность установок водоподготовки. Для решения проблемы разработчикам технологий водоподготовки необходима информация о количественном содержании той части ионов железа, которая связана с гуминовыми веществами.

В работе приведено описание методики количественного определения железа, связанного с гуминовыми веществами. Методика основана на экстракционном способе извлечения гуминовых веществ и вместе с ними той части растворенного железа, которая связана с ними. Определены условия проведения экстракции и показано, что наиболее точные результаты получаются при значениях $pH = 4,5$.

При анализе модельных растворов, с содержанием железа общего 7,1-7,2 мг/дм³, установлено, что с повышением содержания гуминовых веществ от 0,3 мгО/дм³ до 5,5 мгО/дм³ повышается содержание железа, связанного с гуминовыми веществами, от 3,05 до 6,72 мг/дм³.

Для внесения разработанной методики в область аккредитации лаборатории проведена процедура верификации методики и установлены области концентрационных диапазонов, показатели повторяемости и прецизионности, в которых методика дает минимальную погрешность.

Проявление большого интереса ученых к гуминовым веществам, можно объяснить их биологическими функциями и широким распространением в природе. Так как гуминовые вещества входят в состав удобрений для сельских хозяйств, а так же в состав препаратов для ветеринарии и для биологически активных добавок, применяемых для медицины.

Список используемой литературы

1. Мачехина К.И. Процесс очистки подземных вод от коллоидных соединений железа и его аппаратурное оформление. Дис. канд. технич. наук. Томск. 2013. – 121 с.
2. Тропина Е.А. Аппаратурно-технологическая система получения питьевой воды из подземных источников Западно-Сибирского региона. Дис. кан. технич. наук. Томск. 2007. – 131 с.
3. Мальцева Е.В. Физико-химические свойства гуминовых кислот, модифицированных методом механоактивации каустобиолитов, и их взаимодействие с биоцидами. Дис. канд. химич. наук. Томск. 2010. – 127 с.
4. Карпюк Л.А. Алкоксисилильные производные гуминовых веществ: синтез, строение и сорбционные свойства. Дис. канд. химич. наук. Томск. 2008. – 187 с.
5. Пикула Н.П. Метрологическое обеспечение и контроль качества химического анализа: учебное пособие/ Н.П. Пикула, А.А. Бакибаев, Г.Б. Слепченко; Томский политехнический университет. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2010. – 222 с.
6. Крайнов С.Р., Швец В.М. Гидрогеохимия. – М.: Недра, 1992. – 237 с.
7. ГОСТ 12.0.003-74. ССБТ. Опасные и вредные производственные факторы. Классификация. Дата введения:01.01.1976. - 4с.
8. СП 2.2.2.1327-03. Гигиенические требования к организации технологических процессов, производственному оборудованию и рабочему инструменту. Дата введения:26.05.2003. - 20с.
9. Технический регламент таможенного союза ТР ТС 019/2011 О безопасности средств индивидуальной защиты. Дата введения: 9.12.2011.- 180с.
10. ГОСТ Р 12.1.019-2009. ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты. Дата введения:01.01.2011. – 20с.
11. ГН 2.2.5.313-03. Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны. Дата введения:10.05.2003.- 20с.

12. СанПиН 2.2.4.548–96. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений. Дата введения:01.06.96. – 12с.
13. ГОСТ 12.1.003– 2014.ССБТ. Система стандартов безопасности труда. Шум. Дата введения:01.11.2013. – 18с.
14. СП 52.13330.2011. Естественное и искусственное освещение. Дата введения:01.06.2011. – 29с.
15. Технический регламент. О безопасности электроустановок. Дата введения:10.01.2010.- 18с.
16. ГОСТ ISO 9612-2015. Акустика. Измерения шума для оценки его воздействия на человека. Метод измерений на рабочих местах. Дата введения:01.12.2014.- 26с.
17. Технический регламент о требованиях пожарной безопасности № 123-ФЗ от 22 июля 2008 года. – 92с.
18. ГОСТ 17.2.3.02—78. Охрана природы. Атмосфера. Правила установления допустимых выбросов вредных веществ промышленными предприятиями. Дата введения:01.01.1980. – 30с.
19. Федеральный закон от 10 января 2002 года N 7-ФЗ Об охране окружающей среды. – 10с.
20. ГОСТ Р 22.0.02 – 94. Безопасность в чрезвычайных ситуациях. Дата введения:01.01.1996. – 31с.
21. Приказ Министерства здравоохранения и социального развития РФ от 17 декабря 2010 г. N 1122н «Об утверждении типовых норм бесплатной выдачи работникам смывающих и (или) обезвреживающих средств и стандарта безопасности труда «Обеспечение работников смывающими и (или) обезвреживающими средствами». – 13с.
22. Приказ Министерства здравоохранения и социального развития РФ от 16 февраля 2009 г. N 45н «Об утверждении норм и условий бесплатной выдачи работникам, занятым на работах с вредными условиями труда, молока или других равноценных пищевых продуктов. Порядка осуществления компенсационной выплаты в размере, эквивалентном стоимости молока или других равноценных пищевых продуктов». – 17с.

23. Трудовой кодекс Российской Федерации. Статья 213. Медицинские осмотры некоторых категорий работников.-424 с.
24. Приказ Минздравсоцразвития России от 12.04.2011 N 302н «Об утверждении перечней вредных и (или) опасных производственных факторов и работ, при выполнении которых проводятся обязательные предварительные и периодические медицинские осмотры (обследования), и порядка проведения обязательных предварительных и периодических медицинских осмотров (обследований) работников, занятых на тяжелых работах и на работах с вредными и (или) опасными условиями труда». – 13с.
25. Пат. 2216019 Российская федерация, МКИ7 G01N 31/22, 33/18, 21/78. Способ определения железа в воде / Сериков Л.В., Тропина Е.А., Шиян Л.Н. № 2002121705, заявл. 06.08.2002, опубл. 10.11.2003. Бюл. № 31.