

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

Инженерная школа неразрушающего контроля и безопасности
Направление подготовки 27.03.02 Управление качеством
Отделение контроля и диагностики

БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА

Тема работы
Повышение качества аналитической методики количественного определения вещества

УДК 546.571:543.42.062-414

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
1Г51	Ханкишиева Наиля Рамизовна		

Руководитель

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОКД	Саранчина Н.В.	К.Х.Н.		

КОНСУЛЬТАНТЫ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОСГН ШБИП	Криницына З. В.	К.Т.Н.		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподаватель ООД	Гуляев М.В.			

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОКД	Чичерина Н.В.	К.П.Н.		

Томск 2019

Запланированные результаты обучения по программе

Код результата	Результат обучения (выпускник должен быть готов)	Требование ФГОС ВО, критериев и/или заинтересованных сторон
	<i>Обще профессиональные и профессиональные компетенции</i>	
P1	Способность применять современные базовые естественнонаучные, математические инженерные знания, научные принципы, лежащие в основе профессиональной деятельности для разработки, внедрения и совершенствования систем менеджмента качества организации, учитывая экономические, экологические аспекты.	Требования ФГОС (ОК-3, ОПК-4, ПК-1, ПК-13). Критерий 5 АИОР (п.5.2.1, 5.2.2, 5.2.8), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EURACE</i> и <i>FEANI</i>
P2	Способность принимать организационно-управленческие решения, выбирать, использовать, внедрять инструменты, средства и методы управления качеством на основе анализа экономической целесообразности.	Требования ФГОС (ОПК-2, ПК-3, ПК-5, ПК-8, ПК-19). Критерий 5 АИОР (п.5.2.3, 5.2.7), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EURACE</i> и <i>FEANI</i>
P3	Способность осуществлять идентификацию основных, вспомогательных процессов и процессов управления организацией, участвовать в разработке их моделей, проводить регламентацию, мониторинг, оценку результативности, оптимизацию, аудит качества.	Требования ФГОС (ПК-2, ПК-4, ПК-14, ПК-17, ПК-18, ПК-20). Критерий 5 АИОР (п.5.2.6), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EURACE</i> и <i>FEANI</i>
P4	Способность проектировать системы управления качеством производства на основе современных подходов к управлению качеством, знаниями, рисками, изменениями, разработке стратегии с использованием информационных технологий; учитывая требования защиты информации и правовые основы в области обеспечения качества.	Требования ФГОС (ОПК-1, ОПК-3, ПК-6, ПК-9, ПК-15, ПК-22). Критерий 5 АИОР (п.5.2.1), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EURACE</i> и <i>FEANI</i>
P5	Способность использовать базовые знания в области системного подхода для управления деятельностью организации на основе качества с учетом методологии и мирового опыта применения современных концепций повышения конкурентоспособности	Требования ФГОС (ПК-10, ПК-11, ПК-16, ПК-21, ПК-23). Критерий 5 АИОР (п.5.2.4), согласованный с требованиями международных стандартов

Код результата	Результат обучения (выпускник должен быть готов)	Требование ФГОС ВО, критериев и/или заинтересованных сторон
	продукции.	<i>EURACE</i> и <i>FEANI</i>
	<i>Общекультурные компетенции</i>	
P6	Способность самостоятельно учиться и повышать квалификацию в течение всего периода профессиональной деятельности, находить, интерпретировать, критически оценивать необходимую информацию, соблюдать основные требования информационной безопасности.	Требования ФГОС (ОК-1,7,8). Критерий 5 АИОР (п.5.2.5,5.2.14), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EURACE</i> и <i>FEANI</i>
P7	Способность результативно работать индивидуально, в качестве члена команды, в том числе интернациональной, состоящей из специалистов различных направлений и квалификаций, а также руководить малым коллективом, демонстрировать ответственность за результаты работы.	Требования ФГОС (ОК-5,6, ПК-7, ПК-12, ПК-25). Критерий 5 АИОР (п.5.2.9), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EURACE</i> и <i>FEANI</i>
P8	Способность ориентироваться в вопросах социального устройства, истории развития современного общества, аспектах устойчивого развития, социальной ответственности.	Требования ФГОС (ОК-2,4,9). Критерий 5 АИОР (п.5.2.12), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EURACE</i> и <i>FEANI</i>

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

Инженерная школа неразрушающего контроля и безопасности
Направление подготовки 27.03.02 «Управление качеством»
Отделение контроля и диагностики

УТВЕРЖДАЮ:
Руководитель ООП
27.03.02 Управление качеством
_____ Чичерина Н.В.
01.10.2018

ЗАДАНИЕ
на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

Бакалаврской работы

Студенту:

Группа	ФИО
1Г51	

Тема работы: Повышение качества аналитической методики количественного определения вещества

Утверждена приказом директора (дата, номер)

Срок сдачи студентом выполненной работы:

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

Исходные данные к работе	Аналитические методики количественного определения серебра. Показатели аналитической методики, по которым оценивается качество методик количественного определения веществ. Твердофазные сорбенты, применяемые в методиках количественного определения веществ.
Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов	Аналитический обзор литературных источников с целью установления необходимости определения серебра и состояния проблемы количественного определения серебра в России и мире. Определение основных показателей методик определения серебра. Сравнительный анализ показателей методик с целью определения лучшей методики. Оценка эффективности использования твердофазных сорбентов в современных методиках количественного определения серебра. Расчет показателей правильности и воспроизводимости определения серебра на примере методики его определения с использованием полимерного

	сорбента.
Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей)	Презентация в Microsoft PowerPoint
Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы	
Раздел	Консультант
Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	Креницына З. В.
Социальная ответственность	Гуляев М.В.

Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику	
---	--

Задание выдал руководитель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Саранчина Н.В.	К.Х.Н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
1Г51	Ханкишиева Наиля Рамизовна		

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

Инженерная школа неразрушающего контроля и безопасности
 Направление подготовки 27.03.02 Управление качеством
 Уровень образования бакалавриат
 Отделение контроля и диагностики
 Период выполнения весенний семестр 2018/2019 учебного года

Форма представления работы:

бакалаврская работа

КАЛЕНДАРНЫЙ РЕЙТИНГ-ПЛАН
выполнения выпускной квалификационной работы

Срок сдачи студентом выполненной работы:

Дата контроля	Название раздела (модуля) / вид работы (исследования)	Максимальный балл раздела (модуля)
12.03.2019	Обзор литературы	30
13.05.2019	Практическая часть	40
27.05.2019 г.	Разработка разделов «Социальная ответственность» и «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»	10
04.06.2019 г.	Оформление и представление ВКР	20

Составил преподаватель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОКД	Саранчина Н.В.	К.Т.Н.		

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель ООП	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОКД	Чичерина Н.В.	К.П.Н.		

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ»

Студенту:

Группа	ФИО
1Г51	Ханкишиевой Наиля Рамизовне

Школа	Инженерная школа неразрушающего контроля	Отделение	Отделение диагностики и контроля
Уровень образования	Бакалавриат	Направление/специальность	Управление качеством

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

1. Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих.	<i>Использование информации, содержащейся в стандартах и документах предприятия, периодических изданиях, методичках и пособиях, нормативно-правовых документах. Получение информации во время консультации с руководителями, опросов, наблюдений.</i>
2. Нормы и нормативны расходования ресурсов	
3. Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования	

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. Оценка коммерческого и инновационного потенциала НИ	<i>Разработка и составление портрета потенциального потребителя разработки; определение сильных и слабых сторон организации путем проведения SWOT-анализа; выбор метода получения коммерческой прибыли научного проекта.</i>
2. Разработка устава научно-технического проекта	<i>Определение всех заинтересованных сторон с оценкой их потенциальных ожиданий и требований; разработка целей, ожидаемых результатов и требований научного проекта.</i>
3. Планирование процесса управления НИ: структура и график проведения, бюджет, риски и организация закупок	<i>Определение структуры работы. Расчет трудоемкости выполнения работ. Построение ленточной диаграммы для написания исследования. Бюджет научных исследований : основная ЗП, дополнительная ЗП, страховые и накладные расходы</i>
4. Определение ресурсной, финансовой, экономической эффективности	<i>Проведение оценки эффективности проекта.</i>

Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):

1. Матрица SWOT-анализа
2. Сетевой график

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

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент ОСГН ШБИП	Криницына Зоя Васильевна	к.т.н.		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
1Г51	Ханкишиева Наиля Рамизовна		

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА
«СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

Группа	ФИО
1Г51	Ханкишиевой Наиле Рамизовне

Школа	Инженерная школа неразрушающего контроля и безопасности	Подразделение	Отделение диагностики и контроля
Уровень образования	Бакалавриат	Направление/специальность	Управление качеством

Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:

1. Характеристика объекта исследования.	Предел обнаружения и допустимое содержание серебра. Методика количественного определения серебра. Возможными пользователями документированной информации являются студенты технических и химических специальностей. Исследование проводится в аудитории №415 Проблемной научно-исследовательской лаборатории химии редкоземельных элементов химического факультета Томского государственного университета
---	---

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности.	Рассмотреть специальные правовые нормы трудового законодательства; организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны.
2. Производственная безопасность 2.1. Анализ потенциально возможных вредных и опасных факторов проектируемой производственной среды. 2.2. Разработка мероприятий по снижению воздействия вредных и опасных факторов	Проанализировать потенциально возможные вредные и опасные факторы при разработке и эксплуатации проектируемого решения: – электроопасность (в т.ч. статическое электричество, средства защиты); – неудовлетворительное освещение; – повышенный уровень шума; – повышенная напряженность электромагнитного поля.
3. Экологическая безопасность	– анализ воздействия объекта на литосферу (отходы, утилизация компьютерной техники и

	периферийных устройств); – решение по обеспечению экологической безопасности.
4. Безопасность в чрезвычайных ситуациях:	– Анализ 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. – Пожаровзрывоопасность (причины, профилактические мероприятия, первичные средства пожаротушения)

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподаватель отделения общетехнических дисциплин	Гуляев Милий Всеволодович			

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
1Г51	Ханкишиева Наиля Рамизовна		

Реферат

Выпускная квалификационная работа содержит 79 с., 21 таблицы, 1 рис., 47 источников.

Ключевые слова: серебро, методы и методики количественного определения серебра, твердофазные сорбенты.

Актуальность работы заключается в поиске простой, экологической безопасной методики определения серебра, пригодной для экспрессного массового анализа объектов на его содержание в связи с тем, что серебро активно используют во многих отраслях промышленности, медицине, в том числе и в качестве добавки в питьевые воды.

Объектом исследования являются различные методики/методы количественного определения серебра.

Цель работы - изучение представленных в зарубежной и отечественной литературе методик количественного определения серебра и выявление наиболее перспективных и пригодных для массовых анализов объектов на содержание серебра на основе оценки показателей качества методик.

В процессе исследования проводились поиск литературных источников по данной проблеме, выявление перспективных методик количественного определения серебра, сравнение показателей методик, таких как предел обнаружения, диапазон определяемых содержаний, время анализа и др., отвечающих за их качество.

В результате исследования выявлены методики определения серебра подходящие для контроля его содержания в различных объектах окружающей среды, отличающиеся экологической безопасностью и возможностью детектировать серебро на уровне ПДК. Сделан вывод о повышении качества методик количественного определения серебра.

Термины и определения

Аналит: компонент, искомый или определяемый в пробе вещества или материала объекта аналитического контроля.

Титрант: раствор с известной концентрацией, с помощью которого в процессе титрования определяется концентрация анализируемого раствора.

Концентрация: относительное количество растворенного вещества в растворе.

Титр: точная концентрация вещества (стандартного раствора реагента, или титранта)

Концентрация: соединение, позволяющее визуализировать изменение концентрации какого-либо вещества или компонента.

Сорбция: поглощение твёрдым телом либо жидкостью различных веществ из окружающей среды.

Сорбент: твердое тело или жидкость, избирательно поглощающее из окружающей среды газы, пары или растворённые вещества.

Твердофазная экстракция: разделение твердофазных смесей с использованием твёрдых сорбентов.

Аналитический сигнал: среднее значение результатов измерения физической величины в заключительной стадии анализа, функционально связанное с содержанием определенного компонента.

Предел обнаружения (ПО): наименьшее содержание аналита, которое можно обнаружить с помощью выбранной методики.

Диапазон определяемых содержаний (ДОС) - область содержаний определяемого вещества в анализируемом объекте, которые можно определить с помощью данной методики.

Оглавление

Введение.....	14
1 Обзор литературы	16
1.1 Классический количественный анализ	16
1.1.1 Гравиметрические методы	17
1.1.2 Титриметрические методы.....	18
1.1.3 Колориметрический метод	20
1.2 Современные методики определения серебра.....	21
1.3 Методики определения серебра с использованием твердофазных сорбентов	30
1.4 Показатели качества количественных методик определения веществ	35
2. Практическая часть.....	37
2.1 Анализ наиболее перспективных методик количественного определения серебра и сравнение их показателей качества	37
3. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	42
3.1 Потенциальные потребители результатов исследования.....	42
3.2 SWOT-анализ деятельности предприятия	42
3.3 Структура работ в рамках научного исследования	44
3.4 Определение трудоемкости выполнения работ.....	45
3.5 Разработка графика проведения научного исследования	46
3.6 Бюджет научно-технического исследования (НТИ)	50
3.6.1. Расчет материальных затрат НТИ.....	50
3.6.2 Расчет затрат на специальное оборудование для научных работ	51
3.6.3 Основная заработная плата исполнителей темы.....	51
3.6.4 Дополнительная заработная плата исполнителей темы	53
3.6.5 Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления).....	54
3.6.6 Накладные расходы	55
3.6.7 Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования.....	56
4 Социальная ответственность	59
4.1 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности	59
4.1.1 Специальные (характерные для проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства.	59
4.1.2 Организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны.....	60
4.2 Производственная безопасность	61
4.2.1 Неблагоприятный микроклимат.....	61

4.2.2 Недостаточная освещенность рабочей зоны	63
4.2.3 Повышенный уровень шума на рабочем месте	64
4.2.4 Поражение электрическим током.....	64
4.2.5 Повышенный уровень статического электричества.....	65
4.3 Экологическая безопасность.....	66
4.3.1 Анализ влияния объекта исследования на окружающую среду.....	66
4.3.2 Анализ влияния процесса исследования на окружающую среду.....	66
4.4 Безопасность в чрезвычайных ситуациях.....	67
4.4.1 Анализ вероятных ЧС, которые может инициировать объект исследований и обоснование мероприятий по предотвращению ЧС.....	67
4.4.2. Анализ вероятных ЧС, которые могут возникнуть при проведении исследований и обоснование мероприятий по предотвращению ЧС.....	68
4.5 Заключение по разделу социальная ответственность	69
Заключение.....	70
Список источников	72

Введение

Серебро – элемент, которое имеет достаточно большое значение в жизни человека. Благодаря ценным физическим свойствам, высокой химической устойчивости и красивому внешнему виду серебро является незаменимым материалом для изготовления посуды и украшений.

Сплавы серебра находят широкое применение в областях техники: в качестве катализаторов, для электрических контактов, как припой. Данное вещество также обладает антибактериальным эффектом, поэтому используется как в медицинских приложениях, так и в бытовых предметах.

При таком большом разнообразии использования серебра в продуктах возникает необходимость решения такого аналитического вопроса, как каково содержание серебра в том или ином элементе. Содержание микроэлементов может очень часто изменить физические и химические свойства сложных материалов. Поэтому необходимо определять и обнаруживать серебро, даже очень в малых количествах, в разнообразных сложных объектах.

В качестве носителей для проведения реакций на твердой фазе используют самые разнообразные материалы: силикагели, полиметилметакрилат, ацетилцеллюлозные мембраны, поливинилхлоридные пленки и другие. Широкий выбор твердых носителей способствует развитию методов определения, основанных на их использовании. Еще одним весьма существенным преимуществом использования реакций, протекающих на твердой фазе, является возможность простого, экспрессного внелабораторного определения веществ на месте отбора проб без использования дорогостоящего оборудования.

Цель настоящей работы: изучение представленных в литературе методик количественного определения серебра и выявление наиболее перспективных и пригодных для массовых анализов объектов на содержание серебра.

Для достижения поставленной цели необходимо было решить следующие задачи:

- Провести поиск методик определения серебра в зарубежных и отечественных базах данных: E-library и Scopus, Кодекс.
- Изучить ранее предложенные и современные методики определения серебра и сравнить показатели их качества.
- Сделать выводы о качестве выбранных методик определения серебра.
- Установить, происходит ли повышение качества современных методик определения серебра с ранее предложенными.
- На примере твердофазно-спектрофотометрической методики определения серебра с использованием полимерной матрицы оценить показатели правильности и воспроизводимости определения серебра в реальных объектах.

Объект исследования – количественные методы/методики определения серебра.

Предмет исследования – показатели качества методик определения серебра.

1 Обзор литературы

1.1 Классический количественный анализ

Количественный химический анализ - раздел химии, который занимается определением количества или процента одного или нескольких компонентов образца. Для количественного анализа используется множество методов, которые для удобства можно широко классифицировать как химические или физические, в зависимости от того, какие свойства используются. Химические методы зависят от таких реакций, как осаждение, нейтрализация, окисление или образование нового соединения. Основные типы строго химических методов известны как гравиметрический анализ и объемный (или титриметрический анализ). Физические методы включают измерение некоторых физических свойств, таких как плотность, показатель преломления, поглощение или поляризация света, электродвижущая сила, магнитная восприимчивость и многие другие. Анализ часто требует комбинации методов: качественных для отделения желаемых компонентов от образца и количественных для измерения присутствующих количеств.

Классический количественный анализ можно разделить на гравиметрический анализ и объемный анализ. Оба метода используют исчерпывающие химические реакции между аналитом и добавленными реагентами. Во время гравиметрического анализа избыток добавленного реагента реагирует с аналитом с образованием осадка. Осадок отфильтровывают, сушат и взвешивают. Его масса используется для расчета концентрации или количества анализируемого вещества в аналите.

Объемный анализ также известен как титриметрический анализ. Реагент (титрант) добавляют постепенно или постепенно к аналиту из бюретки. Ключом к успешному титриметрическому анализу является распознавание точки эквивалентности титрования (точки, в которой количества двух реагирующих частиц эквивалентны), обычно наблюдаемой как изменение цвета. Если во время титрования не происходит

самопроизвольного изменения цвета, небольшое количество химического индикатора добавляют к аналиту до титрования. Доступны химические индикаторы, которые меняют цвет в точке эквивалентности кислотно-основного, окислительно-восстановительного, комплексообразующего и осаждаемого титрования или вблизи нее. Объем добавляемого титранта, соответствующий изменению цвета индикатора, является конечной точкой титрования. Конечная точка используется с известной концентрацией титранта для расчета количества или концентрации аналита.

Инструментальные методы химического анализа делятся на категории в соответствии со свойством аналита, который должен быть измерен. Многие из методов могут быть использованы как для качественного, так и для количественного анализа. Основными категориями инструментальных методов являются спектральный, электроаналитический и разделительный.

Спектральные методы измеряют электромагнитное излучение, которое поглощается, рассеивается или испускается аналитом. Поскольку типы излучений, которые можно контролировать, многочисленны, и способ измерения излучения может значительно варьироваться от одного метода к другому, спектральные методы составляют самую большую категорию инструментальных методов.

1.1.1 Гравиметрические методы

Гравиметрия включает все аналитические методы, в которых аналитический сигнал представляет собой измерение массы или его изменение.

Данным методом необходимо определить общее количество взвешенных твердых частиц в образце. Взвешенные твердые частицы - это просто твердые вещества, которые еще не выпали из растворов. Анализ прост. После сбора образца нужно пропустить его через предварительно взвешенный фильтр, который удерживает взвешенные частицы, и

высушивать фильтр и твердые частицы, чтобы удалить остаточную влагу. Масса взвешенных веществ представляет собой разницу между конечной массой фильтра и его исходной массой. Это называется прямым анализом, потому что аналит - взвешенные вещества в этом примере - это взвешенный вид.

Весь гравиметрический анализ осадков имеет два важных признака. Во-первых, осадок должен иметь низкую растворимость, высокую чистоту и известный состав, если его масса должна точно отражать массу аналита. Во-вторых, осадок должен легко отделяться от реакционной смеси.

Мы можем минимизировать потери растворимости, тщательно контролируя условия, при которых образуется осадок. Это, в свою очередь, требует, чтобы мы учитывали каждую равновесную реакцию, влияющую на растворимость осадка. Например, мы можем определить Ag^+ гравиметрически, добавив NaCl в качестве осадителя, образуя осадок AgCl . Когда мы добавляем NaCl к раствору Ag^+ , растворимость AgCl первоначально уменьшается. При более высоких концентрациях Cl^- растворимость AgCl увеличивается. Очевидно, что равновесная концентрация хлорида важна, если мы хотим определить концентрацию серебра путем осаждения AgCl . В частности, мы должны избегать большого избытка хлорида.

Помимо низкой растворимости, осадок не должен содержать примесей. Поскольку осаждение обычно происходит в растворе, который богат растворенными твердыми веществами, начальный осадок часто является нечистым. Мы должны удалить эти примеси до определения массы осадка.

1.1.2 Титриметрические методы

Титриметрический метод — метод количественного анализа, который основан на измерении количества реагента, необходимый для завершения реакции с данным количеством определяемого вещества. Суть метода в том, что к раствору определяемого вещества А постепенно прибавляют раствор

реактива В известной концентрации. Добавление реактива В происходит до того момента, когда его количество приравняется к количеству реагирующего с ним вещества А. Данный объемный метод выполняется очень быстро. Преимущество данного метода заключается в том, что можно проводить несколько последовательных и параллельных определений. Точную концентрацию вещества В (стандартного раствора реагента, или титранта) называют титр. Титр выражает число граммов растворенного вещества, который содержится в 1 см^3 (или в 1 мл) раствора.

Наиболее распространенные титриметрические методы определения серебра осуществляются реакциями осаждения, окисления-восстановления и комплексообразования. Растворы галогенидов, роданидов или цианидов щелочных металлов используются как титранты в методах титрования по реакциям осаждения.

Титрование можно вести:

- без индикатора (метод Гей-Люссака);
- в присутствии индикаторов – хромата калия (метод Мора);
- в присутствии железоммонийных квасцов (метод Фольгарда).

Последний метод наиболее распространен.

Осадки галогенидов а также других труднорастворимых соединений серебра, образующиеся при титровании, склонны к коллоидообразованию. По этой причине нередко используют органические вещества, которые адсорбируются поверхностью осадков и изменяют свой цвет в точке эквивалентности — адсорбционные индикаторы.

Известны также косвенные титриметрические методы определения. Они основаны на обменных реакциях ионов серебра с цианидным комплексом никеля, сульфидом меди, на восстановлении ионов серебра металлической медью или амальгамами висмута, цинка, кадмия и последующем комплексонометрическом титровании обменивающихся ионов, выделившихся в количестве, которое эквивалентно содержанию серебра. К непрямым титриметрическим методам относится:

- Осаждение серебра в виде труднорастворимых соединений с органическими или неорганическими реагентами. Далее следует титрование избытка осадителя подходящим реагентом.

- Растворение соединения серебра в цианиде калия. Далее избыток данного соединения оттитровывают стандартным раствором нитрата серебра в присутствии иодида калия.

Известны также методы окисления-восстановления. Они основаны на восстановлении ионов серебра до металла органическими или неорганическими восстановителями. После происходит титрование окисленной формы восстановителя, эквивалентный количеству содержания серебра. Органические окислительно-восстановительные индикаторы устанавливают конечную точку титрования – момент, когда наблюдается изменение цвета индикатора.

1.1.3 Колориметрический метод

В коническую колбу помещают профильтрованную воду, серную кислоту и 25%-ный раствор персульфата аммония. Пробу кипятят 10 минут, охлаждают водой и доводят объем пробы в измерительном цилиндре дважды перегнанной дистиллированной водой до объема 200 см³.

Раствор переносят в делительную воронку, добавляют раствор трилона Б, перемешивают и добавляют 0,0005%-ный раствор дитизона в четыреххлористом углероде, энергично встряхивают 1 минуту. Окраска дитизона в присутствии серебра изменяется от зеленой до желтой. После отстаивания нижний окрашенный слой дитизоната серебра сливают в колориметрическую пробирку с притертой пробкой, перемешивают и сравнивают интенсивность окраски со шкалой образцов.

Приготовление шкалы стандартных растворов: в измерительные цилиндры вносят: 0,0; 2,0; 3,0; 5,0; 7,0; 10 см³ рабочего стандартного раствора азотнокислого серебра и доводят до 200 см³ дистиллированной водой. Получают шкалу образцовых растворов с содержанием 0,0-0,2-0,3-

0,5-0,7-1,0 мкг Ag^+ в 200 см³ раствора. Далее растворы переносят в колбы и в каждую добавляют серную кислоту и 25%-ный раствора персульфата аммония. Далее анализ продолжают, как описано выше. Далее обрабатывают результаты, то есть определяют содержание серебра.

Таким образом, суть данного метода заключается в соединении серебра с дитизоном, окрашенном в желтый цвет, извлечении дитизоната серебра в слой четыреххлористого углерода при pH 1,5-2,0 и дальнейшем колориметрировании по способу стандартных серий по смешанной окраске. Диапазон определяемых содержаний составляет 1-2 мг/л, предел обнаружения равен 0,01 мг/л [2].

1.2 Современные методики определения серебра

В статье [3] описана методика определения серебра в геологических пробах с использованием сцинтилляционной атомно-эмиссионной спектрометрии (САЭС). Данная методика дает возможность прямо определять кларковые содержания благородных металлов в порошковых пробах, в том числе в трудноискрываемых горных породах и рудах сложного состава. Преимуществами данного метода является отсутствие необходимости перевода проб в раствор и отделение аналитов от матрицы. В настоящее время предел обнаружения валового содержания серебра методом САЭС составляет 0,05 г/т. Однако результаты анализа являются обычно полуколичественными.

В работе [4] описан кинетический метод определения микроколичеств серебра (0,10-100 нг/мл) по реакции окисления ферроина пероксомоносерной кислотой (ПМСК, H_2SO_5). Нижняя граница определяемых концентраций серебра составляет 3 нг/мл. Кинетика реакций изучается следующим образом: в мерную колбу емкостью 25 мл последовательно вводят определенные вещества растворов всех реагирующих веществ. При прибавлении ПМСК включают секундомер. Растворы разбавляют водой до метки, перемешивают и помещают в кювету.

Скорость индикаторной реакции характеризуют временем, за которое оптическая плотность при 508 нм (A_{508}) реакционной смеси уменьшается на 5% при разработке методики анализа природных вод. Отсутствие операции предварительного отделения серебра, доступность и дешевизна используемых реактивов и аппаратуры, относительно высокая чувствительность являются преимуществами данной методики.

В работе [5] предложена методика количественного определения серебра методом потенциометрического титрования с компьютерной обработкой кривых титрования по способу фрагментарной линеаризации. По данной методике проведен анализ лекарственных средств «Аргосульфан» и «Протаргол». Преимуществами данной математической модели и обработки экспериментальных данных являются снижение на три порядка нижней границы диапазона определения серебра (составляет $10^{-2} \dots 10^{-9}$ М), определение произведения растворимости осадка и точки эквивалентности с высокой точностью. Также этот метод является экономически выгодным. При содержании Ag(I) от $2,9 \cdot 10^{-4}$ до $1,2 \cdot 10^{-8}$ г в 50 мл раствора величина относительного стандартного отклонения колеблется от 0,03 до 0,10.

Вольтамперометрическое определение серебра описано в статье [6]. Суть данного метода заключается в проведении электровыделения металлического серебра на твердых электродах (графитовые, платиновые, стеклоуглеродные) из растворов хлорной, азотной кислот, нитратов калия аммония и других электролитов. В анализе биологических объектов предварительно отделяют и концентрируют серебро экстракцией или сорбцией. Интервал линейной зависимости тока электровосстановления серебра от его концентрации в растворе лежит в пределах от $4 \cdot 10^{-3}$ до 0,1 мг/дм³.

В работе [7] разработан метод экстракционно-спектроскопического определения серебра в твердых экстрактах тиосемикарбазида в расплаве стеариновой кислоты. Данный метод проводился в присутствии таких элементов, как медь, свинец и цинк. Содержание серебра во всех случаях

составляло 1,0 мг. Количество вводимого металла варьировали в интервале от 1,0 до 10,0 мг.

Определение серебра методом катодной вольтамперометрии описано в статье [8]. Рабочий электрод в двухэлектродной электрохимической ячейке – стеклоуглеродный. Электрод сравнения – хлоридсеребряный. KNO_3 применяли в качестве фонового электролита для определения серебра. Данной методикой определено содержание серебра в медицинском препарате «Протаргол». Суть метода – регистрация пиков растворения серебра. Из данного порошка в аптеке готовятся растворы с содержанием серебра $4,5 \cdot 10^{-6}$ М. Содержание серебра в исследуемом растворе $(4,3 \pm 0,2) \cdot 10^{-6}$ М, что соответствует действительности.

Определение содержания серебра в водных растворах методом инверсионной вольтамперометрии описано в работе [9]. Рабочий электрод – графитовый. Электрод сравнения – хлоридсеребряный. Приготовленный раствор помещался в ячейку, при выбранном потенциале накопления и времени накопления проводился электролиз. Все это необходимо для изучения полярографического поведения ионов серебра в исследуемых растворах на графитовом электроде. Самыми близкими оказались потенциалы пика при определении серебра в концентрациях 10^{-3} и 10^{-6} моль/л при времени накопления 1 мин и скорости развертки 20 и 40 мВ/с.

Методы атомно-абсорбционной спектроскопии с атомизацией в пламени (ААС) и атомно-эмиссионной спектроскопии с дуговым разрядом (АЭС) представлены в работе [10]. Представлена высокая степень концентрирования (200-600) и полнота извлечения (выше 95%) серебра. Пределы обнаружения при $K_{\text{конц}} = 300$ методом АЭС – $5 \cdot 10^{-8}$ % масс., ААС – 0,3 нг/мл.

В работе [11] количественное определение серебра производится методом атомно-абсорбционной спектроскопии. Суть данного метода заключается в распылении раствора пробы в пламени ацетилен-воздух и

измерении атомного поглощения резонансных линий серебра. Минимальное количество серебра, которое было определено этим методом, равняется 1г/т.

Методом ионометрии [12] возможно применение ионселективного серебряного электрода, чтобы определить содержание ионов серебра в водных растворах в пределах концентраций от 10^{-1} до 10^{-6} моль/л. По результатам выявлена минимально определяемая концентрация ионов серебра, равная $1,08 \cdot 10^{-4}$ г/л.

В статье [13] предложена методика анодной вольтамперометрии с накоплением для определения серебра. Наименьшая определяемая концентрация составляет 0.079 нг/мл.

В [14] предложен способ электрохимического определения наночастиц серебра, поглощенные клеточными культурами, на основе инверсионной вольтамперометрии на электродах из графитовых материалов. Предел обнаружения равен $0,4 \text{ мкг/дм}^3$ для серебра (I).

В работе [15] предложен метод катодной вольтамперометрии на стеклоуглеродном электроде. В работе показана возможность определения серебра (I) на уровне концентраций $n \cdot 10^{-6}$.

В [16] приведено потенциометрическое определение серебра с угольно-пастовым электродом. Наименьший предел обнаружения серебра(I) равен $6,3 \cdot 10^{-8}$ моль/дм³.

В [17] метод определения массовой концентрации ионов серебра основан на образовании в кислой среде окрашенного в желтый цвет дитизоната серебра. По данным СанПиН 2.1.4.1116-02 нормализованное количество ионов серебра в 1 мг природной воды составляет 0,025 мг/мл. Результат исследования показал, что массовая концентрация иона серебра в природной источнике Серафима Саровского составила 0,0001 мг/мл.

В [18] представлено потенциометрическое титрование Ag раствором NaCl. Навеску сплава массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 150 см^3 и растворяют при нагревании в 10 см^3 азотной кислоты (1:1) в течение 30 минут. Затем раствор нагревают до исчезновения окислов азота и разбавляют

дистиллированной водой примерно до 50 см^3 . После титрования фиксируют объем раствора, который был израсходован на него (с точностью $0,1 \text{ см}^3$).

Затем обрабатываются результаты, рассчитывается массовая доля серебра. Результаты анализа проб считаются точными, если абсолютная разность наибольшего и наименьшего значений массовой доли серебра в искусственной смеси не превышает $0,2\%$.

В [19] представлено потенциометрическое титрование в аммиачной среде KI. Растворяют сплав химическим или электролитическим методом. После титрования фиксируют объем раствора, который был израсходован на него, рассчитывается массовая доля. Результаты анализа проб считаются правильными, если абсолютная разность максимального и минимального значений массовой доли серебра в искусственной смеси не превышает $0,12\%$ при массовой доле серебра от 15 до 40% и $0,20\%$ при массовой доле серебра свыше 40%.

Стандарт [20] устанавливает атомно-абсорбционный метод определения массовой доли серебра от 10 до 2500 г/т. Суть метода заключается в измерении поглощения резонансного излучения серебра в воздушно-пропан-бутановом пламени или пламени ацетилен-воздух при распылении в него анализируемых и градуировочных растворов.

В стандарте [21] описан спектрометрический метод атомной абсорбции с электротермической атомизацией. Диапазон содержаний – от 0,1 до 10 г/т.

Необходимо растворить навеску исследуемой пробы в азотной кислоте, разбавить раствор до нужного объема и ввести определенный объем раствора в электротермический атомизатор атомно-абсорбционного спектрометра, затем измерить значения абсорбции резонансного излучения, который испускается лампой с полым катодом, свободными атомами элемента.

Значение абсорбции, которое получили, нужно сравнить со значениями абсорбции градуировочных растворов серебра, приготовленных на фоне подобранной матрицы никеля.

В [22] описан метод твердофазной экстракции для концентрирования серебра и последующего определения методом атомно-абсорбционной спектроскопии. Метод основан на адсорбции серебра на нафталине, модифицированном дитизоном в колонке. Адсорбированное серебро определяют с помощью пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии. Были исследованы условия адсорбции, включая pH, концентрацию реагента, скорость потока и мешающие ионы. Предел обнаружения составлял 3,9 нг/мл. Относительное стандартное отклонение для десяти повторных измерений 40 и 600 нг/мл Ag было 4,4% и 0,9% соответственно. Метод применялся для определения серебра в образцах минеральных, рентгенологических пленок и перевязочных материалов.

В [23] установлен метод определения серебра в загруженном золотом углеводе методом огневой гравиметрии. Предложенный метод был применен для определения серебра в трех сертифицированных эталонных материалах из нагруженного золотом углевода. Полученные результаты в основном соответствовали сертифицированным значениям. Относительные стандартные отклонения (RSD, $n = 11$) составляли от 0,82% до 4,2%.

В [24] описан метод пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии для определения серебра в оловянно-свинцовом припое. Предел обнаружения составлял 0,004 мкг/мл. Относительные стандартные отклонения (RSD, $n = 9-11$) были между 0,88% и 4,8%.

В [25] предложен метод атомно-абсорбционной спектроскопии наночастиц серебра после дисперсионной суспендированной микроэкстракции с последующей обратной экстракцией окислительным растворением. Предел обнаружения (менее 100 фемтомоль AgNP).

В [26] описан метод инверсионной вольтамперометрии для определения Ag (I) в углеродистых сланцах и пиритах. Предел обнаружения равен 0,016 мг/л. Содержание серебра в пирите составило 13,6 г/т, в сланце углевода было 0,34 г/т. Ошибка определения элементов методом

инверсионной вольтамперометрии рассчитывали в диапазоне от 10 до 6 г/т (менее 12%) в пиритовом и углеродистом материале.

В работе [27] установлен метод электротермической атомно-абсорбционной спектроскопии для количественного определения наночастиц серебра в пробах воды. Предел обнаружения равен 0,04 мкг/л, предел количественного определения - 0,13 мкг/л.

В [28] предложен метод потенциометрического титрования хлорида натрия для определения серебра в благородном свинце. Относительные стандартные отклонения (RSD, $n = 6$) результатов определения составляли от 0,18% до 0,21%. Извлечение составило от 99% до 101%.

В [29] приведен метод обогащения. Ag (I) восстанавливали до наночастиц Ag (AgNP), а затем обогащали гидрогелевой фазой альгиновой кислоты. Затем образовавшуюся гелевую фазу (содержащую AgNP) растворяли в щелочном растворе до обнаружения Ag. Линейный рабочий диапазон и предел обнаружения для определения Ag (I) были определены как 0,1-25 и 0,017 мкмоль/л, соответственно.

В работе [30] разработан новый и простой аналитический подход для количественного определения наночастиц серебра и AgNPs в водных образцах. Метод сочетает в себе этап подготовки и обогащения образца, основанный на выделении точек помутнения, с детектированием рентгеновской флуоресцентной спектроскопией с полным отражением. Предел обнаружения для AgNP равен 0,3 мкг/л.

В [31] представлен метод атомно-абсорбционной спектроскопии для определения содержания серебра в морской воде. Предел обнаружения равен 2,52 нг/л.

В [32] установлен метод резонансного рассеяния с использованием 1,2-нафтохинон-4-сульфоната натрия в качестве спектрального зонда на основе его комплексообразующего действия с серебром. Массовая концентрация Ag^+ - в диапазоне 0,005 -4,0 мкг/мл. Предел обнаружения составил 18,2 нг/л.

Относительное стандартное отклонение (RSD, $n = 5$) результатов составило 2,1-4,8%. Извлечение составило от 99% до 101%.

В [33] содержание серебра в медном концентрате определяется методом атомно-абсорбционной спектроскопии с микроволновым расщеплением и пламенем. Диапазон определения равен 1,6-600,0 г/т. Предел обнаружения метода составил 1,6 г/т. Относительные стандартные отклонения (RSD, $n = 11$) составляли от 0,23% до 0,66%.

В стандарте [34] установлен метод определения содержания серебра дитизоновым методом (колориметрический метод). Сущность метода: соединение серебра с дитизоном окрашивается в желтый цвет, далее происходит извлечение дитизоната серебра в слой четыреххлористого углерода при pH 1,5-2,0. Колориметрирование производится по способу стандартных серий по смешанной окраске. Чувствительность метода составляет (объем исследуемой воды 200 см³) 1 мкг/дм³.

В коническую колбу помещают профильтрованную воду, серную кислоту и 25%-ный раствор персульфата аммония. Пробу кипятят 10 минут, охлаждают водой и доводят объем пробы в измерительном цилиндре дважды перегнанной дистиллированной водой до объема 200 см³.

Раствор переносят в делительную воронку, добавляют раствор трилона Б, перемешивают и добавляют 0,0005%-ный раствор дитизона в четыреххлористом углероде, энергично встряхивают 1 минуту. Окраска дитизона в присутствии серебра изменяется от зеленой до желтой. После отстаивания нижний окрашенный слой дитизоната серебра сливают в колориметрическую пробирку с притертой пробкой, перемешивают и сравнивают интенсивность окраски со шкалой образцов.

Приготовление шкалы стандартных растворов: в измерительные цилиндры вносят: 0,0; 2,0; 3,0; 5,0; 7,0; 10 см³ рабочего стандартного раствора азотнокислого серебра и доводят до 200 см³ дистиллированной водой. Получают шкалу образцовых растворов с содержанием 0,0-0,2-0,3-0,5-0,7-1,0 мкг Ag⁺ в 200 см³ раствора. Далее растворы переносят в колбы и

в каждую добавляют серную кислоту и 25%-ный раствора персульфата аммония. Далее анализ продолжают, как описано выше. Далее обрабатывают результаты, то есть определяют содержание серебра по формуле:

$$X = \frac{a}{V}$$

где a – содержание серебра, которое найдено по шкале стандартных растворов, мкг;

V – объем исследуемой воды, взятый для определения, см³.

Метод основан на образовании в кислой среде окрашенного в желтый цвет дитизоната серебра и позволяет определять от $1 \cdot 10^{-4}$ мг ионов серебра в пробе.

В [35] представлена оптическая сенсорная (оптодная) мембрана для непрерывного мониторинга ионов серебра. Он состоит из пластифицированного поливинилхлорида (ПВХ). Мембрана избирательно реагирует на ион серебра в диапазоне концентраций от 50 мкМ до 10 мкМ., давая обратимое изменение цвета от синего до розового, с временем отклика 2 минуты.

В [36] прозрачная триацетилцеллюлоза успешно используется в качестве полимерной ацетилированной целлюлозы для иммобилизации химических реагентов. Это почти полностью ацетилированный полимер целлюлозы, и его можно использовать в качестве сырья для подготовки волокон, пленок и пластиков.

Оптический химический сенсор подготовлен путем иммобилизации 5 (п-диметиламинобензилиден) роданина на триацетилцеллюлозной мембране. Получающаяся желтоватая мембрана меняет цвет при контакте с ионами серебра. Изменение цвета может быть определено с помощью спектрофотометрии.

Подготовленный датчик помещали в раствор, содержащий ионы серебра, и через определенное время мембрана изменялась с желтой на оранжевую.

Чтобы выбрать подходящую длину волны, спектры поглощения иммобилизованной формы производной роданина на триацетилцеллюлозной мембране измеряли в отсутствие и в присутствии ионов серебра.

Время отклика составляло менее 8 мин для 37 мкМ серебра. Предел обнаружения составлял 0,8 мкМ.

Представленная здесь работа описывает простой оптический метод определения серебра в диапазоне 1,8–55,6 мкМ. Важным преимуществом является то, что оптическая мембрана готовится проще и быстрее, чем другими методами. Кроме того, низкая концентрация серебра может быть определена спектрофотометрически, потребляя небольшое количество реагентов. Наконец, предложенный метод может широко применяться для определения серебра в реальных образцах разного состава.

1.3 Методики определения серебра с использованием твердофазных сорбентов

Использование твердофазных сорбентов приводит к увеличению качества методик определения вещества. Другими словами, если чувствительность методов определения микрокомпонентов мала или недостаточна, то производят концентрирование данных компонентов.

Сорбентами называют жидкость или твердое тело, способные поглощать из окружающей среды газы, пары или растворенные вещества. Поглощающее тело называют сорбентом. Существует несколько видов сорбентов:

- Абсорбент – тело, которое в результате поглощения образует твердый или жидкий раствор с веществом. Они могут применять для ликвидации разливов нефти и нефтепродуктов (например, порошкообразная слюда, песок, глина, вода, масла и т.д.).

- Иониты или ионообменные смолы не поглощают другие вещества, но обмениваются с ними ионами. Они применяются в бытовых фильтрах воды, где удаляются соли тяжелых металлов из водопроводной воды.

- Адсорбент – тела, обладающие большой поверхностью, которая поглощает другие вещества. Самый распространенный адсорбент активированный уголь.

В качестве твердофазных сорбентов в приведенных в литературе методиках количественного определения серебра чаще всего используются такие как силикагель, триацетилцеллюлозная мембрана, поливинилхлорид, полимерные сорбенты.

В [37] описано сорбционно-атомно-абсорбционное (с электротермической атомизацией) определение Ag. Предел обнаружения $0,3^{-1}$ нг/л. Относительное стандартное отклонение единичного определения элементов находилось в пределах 0,1-0,3. Также приведена характеристика твердофазно-спектрофотометрического определения Ag с использованием модифицированных кремнеземов. Диапазон определяемых концентраций равен 0,5-8,0 мг/л, предел обнаружения — 0,1 мг/л.

В [38] приведено применение сорбционного концентрирования Ag. Определяют серебро в медных рудах и концентратах (1-5 г). Используемый сорбент — силикагель с группами N-аллил-N'-пропил-тиомочевина. Предел обнаружения равен 10^{-1} - 10^2 г/т. Определяют серебро в геологических металлургических образцах (2г). Используемый сорбент тиомочевина на силикагеле. Предел обнаружения равен 0,33 нг/мл.

В статье [39] приведено разделение ионов серебра и наночастиц серебра твердой фазой на основе диоксида кремния. Предел обнаружения равен 4,61 мкг/л. Относительное стандартное отклонение составило 1,7%.

В [40] описана твердофазная микроэкстракция серебра в природной воде с использованием композитного сорбента полипиррол/углеродная нанотрубка/1,10-фенантролин. Линейные динамические диапазоны составляли 1–1000 мкг/л для Ag с пределами обнаружения 0,012–0,163 мкг/л

и пределы количественного определения 0,039–0,542 мкг/л. Относительные стандартные отклонения варьировались от 1,85% до 5,01%.

В [41] описана твердофазная микроэкстракция ионов серебра. Разработана атомно-абсорбционная спектрометрия твердофазной микроэкстракции пламени для разделения, предварительного концентрирования и определения следовых количеств серебра. В оптимальных условиях метод показал хорошую линейность в диапазоне концентраций 1,0–40,0 мкг/л. Метод был очень чувствительным и имеет пределы обнаружения и количественного определения, составляющие 0,2 и 0,7 мкг/л, соответственно. Метод был успешно применен для определения Ag (I) в образцах воды, сточных вод, руды и волос.

В [42] метод сочетает в себе магнитную твердофазную экстракцию с атомной спектрометрией. Предел обнаружения составил 0,03 мкг/л. Метод предлагает относительно хорошую точность (1,8–7,2%).

В [43] описано извлечение и определение следовых количеств серебра (I) с помощью магнитного наносорбента из Fe₃O₄ с кремниевым покрытием оксид графена. Предел обнаружения равен 0,1 мкг/л, относительное стандартное отклонение - 2,7%.

Статья [44] представляет определение количеств ионов Ag (I) по твердой фазе экстракционно-пламенной и атомно-абсорбционной спектрометрии в экологических и биологических образцах. Пределы обнаружения равен 55,0 мг/л. Относительное стандартное отклонение составляет менее 2,0%.

В статье [45] следовые количества Ag (I) определяются с помощью подхода твердофазной экстракции на основе нового селективного адсорбента в непрерывном режиме с последующей пламенной атомно-абсорбционной спектрометрией. Предел обнаружения равен 1,50 мкг/л.

В [46] серебро (I) количественно извлекается силикагелем. Время установления сорбционного равновесия не превышает 5 минут. В исследуемый раствор с кислотностью в диапазоне 2 М HNO₃ - pH 8,

содержащий серебро(I), вносят сорбент – силикагель, интенсивно перемешивают в течение 5 минут, сорбент отделяют от раствора декантацией (механическим отделением твердой фазы от жидкой путем сливания раствора с осадка). К сорбенту приливают раствор тиокетона Михлера в 50%-ном этаноле, перемешивают 2 минуты, сорбент вынимают, помещают в фторопластовую кювету и измеряют коэффициент диффузного отражения при 520 нм. Предел обнаружения равен 0,5 мкг серебра на 0,1 г сорбента. Количество серебра находят по градуировочному графику.

Уменьшение или увеличение pH раствора, из которого проводят сорбцию серебра (I), приводит к снижению степени извлечения и к увеличению предела обнаружения серебра с использованием тиокетона Михлера. В таблице 1 показано влияние кислотности исходного раствора на величину предел обнаружения серебра.

Таблица 1 - влияние кислотности раствора на величину предела обнаружения серебра

Условия проведения эксперимента	pH				
	1	2	4	5	6
Предел обнаружения Ag, мкг на 0,1 г сорбента	0,5	0,5	0,5	0,5	1,5

Уменьшение концентрации тиокетона Михлера приводит к уменьшению интенсивности окраски сорбента и соответственно к увеличению предела обнаружения серебра. В таблице 2 показано влияние концентрации тиокетона Михлера в 50%-ном растворе этилового спирта в воде на величину предела обнаружения серебра.

Таблица 2 - влияние концентрации тиокетона Михлера на величину предела обнаружения серебра

Условия проведения эксперимента	Концентрация тиокетона Михлера, М				
	$5 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-5}$	$8 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-4}$
Предел обнаружения Ag, мкг на 0,1 г сорбента	0,9	0,5	0,5	0,5	0,5

Уменьшение или увеличение концентрации этилового спирта в воде приводит к увеличению предела обнаружения серебра. В таблице 3 показано влияние концентрации этилового спирта на величину предела обнаружения серебра.

Таблица 3 - влияние концентрации этилового спирта на величину предела обнаружения серебра

Условия проведения эксперимента	Концентрация этилового спирта, % об.				
	30	40	50	60	70
Предел обнаружения Ag, мкг на 0,1 г сорбента	1,0	0,5	0,5	0,5	1,5

В статье [47] описана твердофазно-спектрофотометрическая методика определения серебра с пределом обнаружения 0,01 мг/л. Полиметакрилатную матрицу с иммобилизованным реагентом (0,05 г) помещали в 50 мл раствора Ag(I) с различной концентрацией и значением pH, перемешивали в течение 5–30 мин и регистрировали спектры поглощения или измеряли оптическую плотность (A) в максимуме полосы поглощения комплекса Ag(I) с дитизоном в полиметакрилатной матрице. Концентрацию ионов в растворе определяли спектрофотометрическим методом.

Суть методики заключается в следующем: анализируемый раствор вводят в колбу, создают pH 10 и разбавляют водой до метки. Так же готовят раствор в других колбах, куда дополнительно вводят 0,25; 0,50; 0,75 мл

рабочего раствора Ag (I) с концентрацией 10 мг/л. В растворы помещают пластинку полиметакрилатной матрицы с иммобилизованным дитизоном, перемешивают. После пластинку вынимают, подсушивают и измеряют оптическую плотность при 520 нм. Содержание серебра определяют графическим способом, экстраполируя прямолинейную зависимость оптической плотности от концентрации серебра. Преимуществами данной методики являются экологическая безопасность, простота и чувствительность по сравнению с экстракционно-фотометрической методикой.

1.4 Показатели качества количественных методик определения веществ

После стадий отбора и подготовки пробы наступает следующая стадия химического анализа, на которой и проводят обнаружение компонента или определение его количества. С этой целью измеряют аналитический сигнал.

Например, в гравиметрическом методе иногда прямо измеряют массу определяемого компонента. В большинстве же методов аналитическим сигналом на заключительной стадии анализа служит среднее из измерений физической величины, функционально связанной с содержанием определяемого компонента. Это может быть сила тока, ЭДС системы, оптическая плотность, интенсивность излучения и т. д.

Для обнаружения какого-либо компонента обычно фиксируют появление аналитического сигнала – появление осадка, окраски, линии в спектре и т. д. Появление аналитического сигнала должно быть надёжно зафиксировано. При определении количества компонента измеряется величина аналитического сигнала: масса осадка, сила тока, интенсивность линии спектра и т. д. Затем рассчитывают содержание компонента с использованием функциональной зависимости, которая устанавливается расчетным или опытным путём, может быть представлена в виде формулы, таблицы или графика. Содержание при этом может быть выражено

абсолютным количеством определяемого компонента в молях, в единицах массы или через соответствующие концентрации.

В качестве основных показателей методик определения веществ, по которым можно оценить качество количественных методик определения являются следующие:

- Диапазон определяемых содержаний (ДОС) - область содержаний определяемого вещества в анализируемом объекте, которые можно определить с помощью данной методики.
- Предел обнаружения (ПО) или минимальная концентрация - наименьшее содержание аналита, которое можно обнаружить с помощью выбранной методики. Это характеристика качественного (полуколичественного) анализа, которая соответствует минимальному содержанию искомого компонента, наличие которого фиксируется в анализируемом веществе данным методом с некоторой доверительной вероятностью, как правило, 0,95 или 0,99. Это означает, что в 95, соответственно 99, случаях из 100 измеренный сигнал действительно соответствует определенному элементу, а не является ложным.
- Растворители, применяемые в методике. Важно определить, присутствуют ли токсичные растворители в методе, поскольку требуется выполнять требования экологической безопасности.
- Время анализа. Важно, чтобы методика была экспрессной, поскольку зачастую требуется выполнение массовых анализов на присутствие серебра в различных объектах.

2 Практическая часть

2.1 Анализ наиболее перспективных методик количественного определения серебра и сравнение их показателей качества

Обзор литературных источников позволил выявить наиболее перспективные методики определения серебра в различных объектах окружающей среды.

В таблице 4 приведен сравнительный анализ выбранных методик.

Раньше серебро определяли преимущественно колориметрическим методом с дитизоном [2]. Суть метода заключалась в образовании соединения серебра с дитизоном, окрашенном в желтый цвет. Далее извлекали полученное соединение в слой четыреххлористого углерода. После отстаивания нижний окрашенный слой дитизоната серебра сливают в колориметрическую пробирку с притертой пробкой, перемешивают и сравнивают интенсивность окраски со шкалой образцов. Диапазон определяемых содержаний составляет 1-2 мг/л, предел обнаружения 0,01 мг/л. В дальнейшем на основании данного метода разработали нормативный документ ГОСТ 18293-72, который регламентировал определение серебра в питьевых водах [34]. Недостатками этого метода являются большое количество пробы и использование токсичных растворителей, что экологически небезопасно и вредно для людей и окружающей среды.

В настоящее время все больше возникает потребность в устранении токсичных растворителей при выполнении анализа, чтобы выполнять все требования экологической безопасности. Современные химики предлагают использовать методы, основанные на твердых сорбентах. Токсичные растворители в данном случае заменены на твердофазные сорбенты.

В качестве твердофазных сорбентов в приведенных в литературе методиках количественного определения серебра чаще всего используются такие как силикагель, триацетилцеллюлозная мембрана, поливинилхлорид, полимерные сорбенты.

В твердофазно-спектрофотометрическом методе определения серебра с использованием в качестве сорбента полимерной матрицы на основе акриловых мономеров с нанесенным на нее дитизоном достигается такой же предел обнаружения (0,01 мг/л) как и в ранее предложенных методиках, но существенным преимуществом является отсутствие токсичного растворителя. Диапазон определяемых содержаний составляет 0,05-0,8 мг/л. Показана применимость данного метода к анализу питьевых вод и медицинских препаратов на содержание в них серебра [47].

Производные акридина на поливинилхлориде позволяют существенно расширить диапазон определяемых содержаний (5,4-1078 мг/л) серебра и достичь высокой экспрессности анализа. Время определения составляет всего 2 минуты. Метод определения серебра основан на измерении поглощения мембраны при 680 нм после ее контакта с раствором серебра. Недостатками данного способа являются высокий предел обнаружения (5,4 мг/л), а также высокая трудоемкость процесса изготовления оптической мембраны на основе поливинилхлорида [35].

Способ, основанный на сорбционном выделении серебра из растворов прозрачной триацетилцеллюлозной мембраной с нанесённым на нее роданином, и образовании окрашенного комплекса серебра с реагентом в твердой фазе и измерении ее поглощения при длине волны 550 нм также позволяет добиться экспрессности анализа (время определения составляет 8 минут) и не требует использования токсичных растворителей. Диапазон определяемых содержаний равен 0,2-5,9 мг/л, предел обнаружения - 0,086 мг/л [36]. К недостаткам способа можно отнести неудобный способ хранения готовой мембраны, низкая контрастность аналитической реакции, и, как следствие этого, невысокая чувствительность метода.

Способ определения серебра на твердой фазе методом диффузной отражательной спектроскопии, основанный на сорбционном выделении серебра из растворов силикагелем с последующим отделением и обработкой сорбента раствором тиокетона Михлера в этанольном растворе позволяет

достичь наименьшего предела обнаружения (0,005 мг/л) и также является высокочувствительным. Несмотря на то, что этот метод требует использования в качестве растворителя этанола, данный растворитель является не токсичным и его использование безопасно [46]. К недостаткам предложенного способа определения можно отнести сложность применяемого в способе оборудования для измерения коэффициента диффузного отражения сорбента, т.к. наиболее часто используемым методом в аналитических лабораториях является метод молекулярной спектроскопии, основанный на измерении поглощения света из-за его высокой способности к адаптации широкому кругу аналитических проблем.

Кроме того, как показано в одной из работ [47] использование сорбентов позволяет проводить экспрессное полуколичественное визуально-тестовое определение серебра, в том числе на месте отбора проб и без использования лабораторного оборудования. Для визуально-тестового определения серебра можно использовать цветовые шкалы, которые получают путем сканирования образцов полученных при построении градуировочных зависимостей. Данная методика выполняется путем сравнения окраски матриц после контакта с растворами серебра с цветовой шкалой и полуколичественным определением концентрации элемента.

На рисунке 1 показана применимость методики на основе полимерной матрицы для определения серебра. Преимуществом данной методики является простота выполнения определения и экспрессность. Кроме того, предложенная методика определения серебра не требует использования токсичных растворителей и других вредных веществ и является безопасной для здоровья людей.

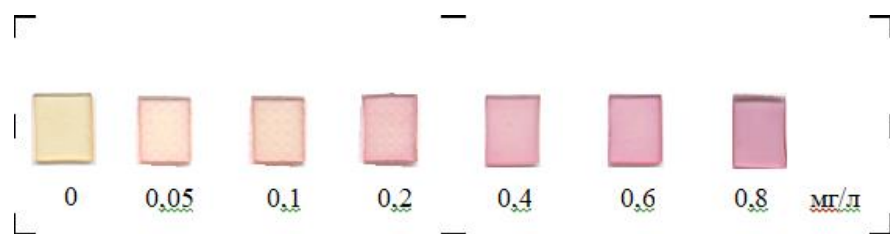


Рисунок 1 - визуально-тестовое определение серебра на основе полимерной матрицы

Таблица 4 – Сравнение выбранных методов определения серебра

Метод	Реагент	Растворитель	Время анализа	ДОС, мг/л	ПО, мг/л
Колориметрический метод[2]	Дитизон	Четыреххлористый углерод	15 мин	1-2	0,01
Дитизоновый (колориметрический) [34]	Дитизон	Четыреххлористый углерод	11 мин	1-100	0,01
Твердофазно-спектрофотометрический [47]	Дитизон на полимерной матрице на основе акриловых мономеров	нет	10 мин	0,05-0,8	0,01
Оптический метод [35]	Производные акридина на поливинилхлоридной мембране	нет	2 мин	5,4-1078	5,4
Оптический метод [36]	Роданин на триацетилцеллюлозной мембране	нет	8 мин	0,2-5,9	0,086
Диффузная отражательная спектроскопии [46]	Тиокетона Михлера на Силикагеле	этанол	5 мин	0,01-1,0	0,005

Таким образом, в целом можно сделать вывод, что современные методы определения серебра с использованием сорбентов являются более качественными, чем методы, которые использовали раньше. Главным преимуществом данных методов является отсутствие токсичных растворителей, что обеспечивает экологическую безопасность анализа. Сокращение времени анализа (экспрессность анализа объектов на содержание в них серебра), расширение диапазона определяемых содержаний серебра и снижение предела обнаружения также подтверждают то, что качество современных методик определения серебра повышается по сравнению с ранее предложенными.

3 Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение

3.1 Потенциальные потребители результатов исследования

Результатом данной работы является выявление наилучшего метода определения серебра. Следовательно, потенциальными потребителями исследовательской работы могут являться лаборатории, исследующие серебро, а также студенты химических и технических специальностей.

Задачи, которые необходимо решить для достижения данной цели:

- провести SWOT-анализ научного исследования;
- разработать график проведения работ по научному исследованию;
- рассчитать бюджет работы;
- оценить эффективность исследовательской работы.

3.2 SWOT-анализ деятельности предприятия

SWOT-анализ – это метод, который основывается на выявлении сильных и слабых сторон организации, возможностей и угроз внешней среды. Для исследования необходимо сформировать группу экспертов, которая путем совещания определяет сильные и слабые стороны организации, а также возможности и угрозы, после чего следует выявление всех комбинаций факторов: сильные стороны и возможности, сильные стороны и угрозы, слабые стороны и возможности, слабые стороны и угрозы. В конечном итоге делаются выводы, исходя из полученных результатов, на какие факторы компании стоит обратить внимание, а какие не требуют вмешательства.

Проведенный анализ представлен в Таблице 5.

Таблица 5 — Матрица SWOT-анализа

	Сильные стороны научно-исследовательского проекта: С1. Отсутствие необходимости перевода	Слабые стороны научно-исследовательского проекта: Сл1. Отсутствие необходимого оборудования
--	---	--

	проб в раствор. С2. Определение микроколичеств серебра (0,10-100 нг/мл). С3. Отсутствие операции предварительного отделения серебра. С4. Относительно высокая чувствительность методик.	для проведения некоторых методик. Сл2. Дороговизна используемых реактивов и аппаратуры.
Возможности: В1. Возможности повышения собственной конкурентоспособности. В2. Удовлетворение потребительского спроса. В3. Растущий спрос на методики.	<i>Благодаря простоте и чувствительности методик определения серебра повышается собственная конкурентоспособность и спрос на данные методики.</i>	<i>Возможное отсутствие на рынке оборудования и реактивов снизит спрос на методики определения серебра.</i>
Угрозы: У1. Отсутствие спроса на методики. У2. Уход с рынка поставщика соответствующих электродов, реактивов. У3. Развитая конкуренция. У4. Несвоевременное финансовое обеспечение научного исследования.	<i>Уход с рынка поставщика соответствующих электродов, реактивов и несвоевременное финансовое обеспечение научного исследования могут серьезно повлиять на чувствительность методик и их способности определять микроколичества серебра.</i>	<i>Отсутствие необходимого оборудования для проведения некоторых методик и дороговизна используемых реактивов и аппаратуры значительно влияют на конкуренцию и спрос на методики.</i>

На основе представленных данных SWOT-анализа, можно сделать вывод, что на повышение конкурентоспособности и спроса на методики определения серебра влияют простота и чувствительность самих методик, а на отсутствие конкурентоспособности и спроса — дороговизна используемых реактивов и аппаратуры. Чувствительность методик и их способность определять микроколичества серебра могут понизиться из-за ухода с рынка поставщика соответствующих электродов, реактивов и несвоевременного финансового обеспечения научного исследования.

3.3 Структура работ в рамках научного исследования

Планирование ВКР состоит из: определения участников и перечня работ, необходимых для достижения поставленной цели; обсуждения проблематики выбранной темы; составления работ в рабочих днях; построении линейного графика и его оптимизации.

Перечень этапов, работ и исполнителей представлен в Таблице 6.

Таблица 6 — Перечень этапов, работ и распределение исполнителей

Основные этапы	№ раб	Содержание работ	Должность исполнителя
Разработка технического задания	1	Составление и утверждение технического задания	Руководитель темы
Выбор направления исследований	2	Подбор и изучение материалов по теме	Руководитель, инженер
	3	Выбор направления исследований	Руководитель
	4	Календарное планирование работ по теме	Руководитель, инженер
Теоретические и экспериментальные исследования	5	Проведение теоретического исследования по старым методам определения серебра	Инженер
	6	Поиск источников литературы из различных баз статей по современным методам определения серебра	Инженер
	7	Поиск в статьях таких показателей, как допустимое содержание серебра (ДОС) и предел обнаружения (ПО)	Инженер
	8	Поиск источников литературы из различных баз статей по методам определения серебра с использованием сорбентов	Инженер
	9	Сравнение показателей ДОС и ПО старых и современных методов определения серебра, составление таблиц.	Инженер
	10	Вывод о повышении качества определения серебра	Инженер
Заключительный этап	11	Согласование проделанной работы с научным руководителем	Руководитель, инженер
	12	Оформление работы по стандарту	Инженер

3.4 Определение трудоемкости выполнения работ

Трудовые затраты в большинстве случаев образуют основную часть стоимости разработки, поэтому важным моментом является определение трудоемкости работ каждого из участников научного исследования.

Трудоемкость выполнения научного исследования оценивается экспертным путем в человеко-днях и носит вероятностный характер, т.к. зависит от множества трудно учитываемых факторов. Для определения ожидаемого (среднего) значения трудоемкости используется следующая формула:

$$t_{\text{ож}i} = \frac{3t_{\text{мин}i} + 2t_{\text{макс}i}}{5}$$

где $t_{\text{ож}i}$ — ожидаемая трудоемкость выполнения i -ой работы, чел.-дн.;

$t_{\text{мин}i}$ — минимально возможная трудоемкость выполнения заданной i -ой работы, чел.-дн.;

$t_{\text{макс}i}$ — максимально возможная трудоемкость выполнения заданной i -ой работы, чел.-дн.

$$t_{\text{ож}i} = \frac{3 \cdot 7 + 2 \cdot 30}{5} = 16,2$$

Исходя из ожидаемой трудоемкости работ, определяется продолжительность каждой работы в рабочих днях T_p , учитывающая параллельность выполнения работ несколькими исполнителями.

$$T_{pi} = \frac{t_{\text{ож}i}}{Ч_i}$$

где T_{pi} – продолжительность одной работы, раб.часах;

$t_{\text{ож}i}$ — ожидаемая трудоемкость выполнения одной работы, чел.-часах;

$Ч_i$ — численность исполнителей, выполняющих одновременно одну и ту же работу на данном этапе, чел.

$$T_{pi} = \frac{16,2}{1} = 16,2$$

3.5 Разработка графика проведения научного исследования

В данном разделе для построения графика проведения научного исследования используется диаграмма Ганта, которая необходима для расчета времени на проделанные работы.

Для построения графика переведем длительность каждого этапа работ из рабочих дней в календарные дни, используя формулу:

$$T_{ki} = T_{pi} \cdot k_{\text{кал}}$$

где T_{ki} — продолжительность выполнения i -ой работы в календарных днях;

T_{pi} — продолжительность выполнения i -ой работы в рабочих днях;

$k_{\text{кал}}$ — коэффициент календарности.

Коэффициент календарности определяется по формуле:

$$k_{\text{кал}} = \frac{T_{\text{кал}}}{T_{\text{кал}} - T_{\text{вых}} - T_{\text{пр}}}$$

где $T_{\text{кал}}$ — количество календарных дней в году;

$T_{\text{вых}}$ — количество выходных дней в году;

$T_{\text{пр}}$ — количество праздничных дней в году.

$$k_{\text{кал}} = \frac{365}{365 - 52 - 14} = 1,22$$

Рассчитанные значения T_{ki} необходимо округлить до целого числа. Все расчетные значения сведены в Таблицу 7.

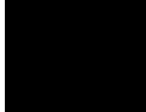
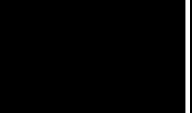
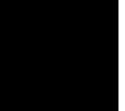
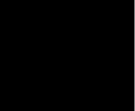
Таблица 7 — Временные показатели проведения научного исследования

№	Вид работы	Трудоемкость работы			Исполнители	Длительность работ в рабочих днях T_{pi}	Длительность работ в календарных днях T_{ki}
		$t_{\min}$, чел.-дни	$t_{\max}$, чел.-дни	$t_{\text{ож}}$, чел.-дни			
1	Составление и утверждение темы работы	1	2	1,4	Руководитель	1,4	2

2	Выдача задания на выполнение работы	1	2	1,4	Руководитель	1,4	2
3	Проведение теоретического исследования по старым методам определения серебра	10	16	13,6	Инженер	13,6	17
4	Поиск источников литературы из различных баз статей по современным методам определения серебра	10	18	14,8	Инженер	14,8	19
5	Поиск в статьях таких показателей, как допустимое содержание серебра(ДОС) и предел обнаружения (ПО)	7	14	9,8	Инженер	9,8	12
6	Поиск источников литературы из различных баз статей по методам определения серебра с использованием сорбентов	10	15	12	Инженер	12	15
7	Сравнение показателей ДОС и ПО старых и современных методов определения серебра, составление таблиц.	2	3	2,4	Инженер	2,4	3
8	Вывод о повышении качества определения серебра	4	8	5,6	Инженер	5,6	7
9	Согласование проделанной работы с научным руководителем	4	8	5,6	Руководитель Инженер	2,8	4
10	Оформление работы по стандарту	1	2	1,4	Инженер	1,4	2

На основе таблицы 7 строится календарный план-график, представленный в таблице 8.

Таблица 8 – Диаграмма Ганта

№ работ	Вид работ	Исполнители	T_{ki} , кал. дн.	Продолжительность выполнения работ																	
				дек		янв			фев			март			апр			май			
				2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	
1	Составление и утверждение темы	Руководитель	2																		
2	Выдача задания	Руководитель	2																		
3	Теория по старым методам	Инженер	17																		
4	Поиск современных методов	Инженер	19																		
5	Поиск показателей	Инженер	12																		
6	Методы с сорбентами	Инженер	15																		
7	Сравнение показателей, таблицы	Инженер	3																		
8	Вывод о качестве методов	Инженер	7																		
9	Согласован	Руков., инж.	4																		

	ие работы																					
10	Оформлен ие работы	Инженер	2																			

3.6 Бюджет научно-технического исследования (НТИ)

При планировании бюджета НТИ должно быть обеспечено полное и достоверное отражение всех видов расходов, связанных с его выполнением.

В процессе формирования бюджета НТИ используется следующая группировка затрат по статьям:

- материальные затраты НТИ;
- основная заработная плата исполнителей темы;
- дополнительная заработная плата исполнителей темы;
- отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления);
- накладные расходы;
- формирование бюджета затрат научно-исследовательского проекта.

3.6.1 Расчет материальных затрат НТИ

Расчет материальных затрат осуществляется по следующей формуле:

$$З_{\text{м}} = (1 + k_{\text{т}}) * \sum_{i=1}^m Ц_i * N_{\text{расх}i}$$

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

$N_{\text{расх}i}$ – количество материальных ресурсов i -го вида, планируемых к использованию при выполнении научного исследования (шт., кг, м, м² и т.д.);

$Ц_i$ – цена приобретения единицы i -го вида потребляемых материальных ресурсов (руб./шт., руб./кг, руб./м, руб./м² и т.д.);

$k_{\text{т}}$ – коэффициент, учитывающий транспортно-заготовительные расходы (в пределах 15-25%).

В данной работе к материальным затратам можно отнести: бумага, ручки, тетрадь.

Материальные затраты, необходимые для данной работы, указаны в

таблице 9.

Таблица 9 — Материальные затраты

Наименование материала	Единица измерения	Количество	Цена за ед., руб.	Затраты на материалы Z_m , руб.
Интернет	Месяц	6	400	2400
Ручка	Шт.	2	20	40
Тетрадь	Шт.	1	70	20
Итого				2460

Материальные затраты для выполнения данной работы составили 2460 рублей.

3.6.2 Расчет затрат на специальное оборудование для научных работ

В данную статью включают все затраты, связанные с приобретением специального оборудования (приборов, контрольно-измерительной аппаратуры, стендов, устройств и механизмов), необходимого для проведения работ по конкретной теме. При приобретении спецоборудования необходимо учесть затраты по его доставке и монтажу в размере 15% от его цены. Расчет затрат приведен в таблице 10.

Таблица 10 - Расчет бюджета затрат на приобретение спецоборудования для научных работ

№ п/п	Наименование оборудования	Кол-во единиц оборудования	Цена единицы оборудования, руб.	Общая стоимость оборудования, руб.
1.	Компьютер	1	30000	34500
Итого:				34500

3.6.3 Основная заработная плата исполнителей темы

В данном разделе рассчитывается основная заработная плата работников, которые непосредственно принимали участие в выполнении

работ.

Величина расходов по заработной плате определяется исходя из трудоемкости выполняемых работ, действующей системы окладов и тарифных ставок. В состав основной заработной платы включается премия, выплачиваемая ежемесячно из фонда заработной платы в размере 20 –30 % от тарифа или оклада. В данном исследовании необходимо рассчитать основную заработную плату научного руководителя и студента. Расчет основной заработной платы приводится в таблице 7.

Основная заработная плата руководителя (инженера) рассчитывается по формуле:

$$З_{\text{осн}} = З_{\text{дн}} * Т_{\text{раб}}$$

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

$Т_{\text{раб}}$ – продолжительность работ, выполняемых научно-техническим работником, раб.дн., представлена в таблице 3;

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

Значение среднедневной заработной платы находим по формуле:

$$З_{\text{дн}} = \frac{З_{\text{м}} * М}{F_{\text{д}}}$$

где $З_{\text{м}}$ – месячный должностной оклад работника, руб.;

$М$ – количество месяцев работы без отпуска в течение года: при отпуске в 48 раб.дней $М$ равно 10,4 месяца, 6-дневная неделя ;

$F_{\text{д}}$ – действительный годовой фонд рабочего времени научно-технического персонала (в рабочих днях), из таблицы 11.

Таблица 11 – Баланс рабочего времени

Показатели рабочего времени	Руководитель	Инженер
Календарное число дней	365	365
Количество нерабочих дней		
- выходные дни;	44	48
праздничные дни	14	14
Потери рабочего времени		
- отпуск	56	28
- невыходы по болезни		

Действительный годовой фонд рабочего времени	251	275
--	-----	-----

Месячный годовой оклад работника (руководителя):

$$З_{\text{м}} = З_{\text{тс}} * (1 + k_{\text{пр}} + k_{\text{д}}) * k_{\text{р}}$$

где $З_{\text{тс}}$ – заработная плата по тарифной ставке, руб.;

$k_{\text{пр}}$ – премиальный коэффициент, равный 0,3 (т.е. 30 процентов от $З_{\text{тс}}$);

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

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

Расчёт основной заработной платы приведён в таблице 12.

Таблица 12 — Расчет основной заработной платы

Исполнители	$З_{\text{тс}}$, тыс руб	$k_{\text{пр}}$	$k_{\text{д}}$	$k_{\text{р}}$	$З_{\text{м}}$, тыс руб	$З_{\text{дн}}$, тыс руб.	$T_{\text{р}}$, раб. дн.	$З_{\text{осн}}$, тыс руб.
Руководитель	33,664	0,3	0,4	1,3	74,397	3,082	6	18,5
Инженер	26,3	0	0	1,3	34,192	1,293	62	80,1
Итого $З_{\text{осн}}$								98,6

Основная заработная плата научного руководителя составила 18,5 тыс. руб., заработная плата инженера – 80,1 тыс. рублей. Общая основная заработная плата составила 98,6 тыс. рублей.

3.6.4 Дополнительная заработная плата исполнителей темы

Затраты по дополнительной заработной плате исполнителей темы учитывают величину предусмотренных Трудовым кодексом РФ доплат за отклонение от нормальных условий труда, а также выплат, связанных с обеспечением гарантий и компенсаций (при исполнении государственных и общественных обязанностей, при совмещении работы с обучением, при предоставлении ежегодного оплачиваемого отпуска и т.д.).

Расчет дополнительной заработной платы ведется по следующей формуле:

$$З_{\text{доп}} = k_{\text{доп}} \cdot З_{\text{осн}}$$

где $k_{\text{доп}}$ – коэффициент дополнительной заработной платы (на стадии проектирования принимается равным 0,12 – 0,15).

При коэффициенте равном 0,12, дополнительные заработные платы студента и руководителя равны:

$$З_{\text{доп.инженера}} = 0,12 \cdot 80,1 = 9,61$$

$$З_{\text{доп.руководителя}} = 0,12 \cdot 18,5 = 2,22$$

3.6.5 Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления)

В данной статье расходов отражаются обязательные отчисления по установленным законодательством Российской Федерации нормам органам государственного социального страхования (ФСС), пенсионного фонда (ПФ) и медицинского страхования (ФФОМС) от затрат на оплату труда работников.

Величина отчислений во внебюджетные фонды определяется исходя из следующей формулы:

$$З_{\text{внеб}} = k_{\text{внеб}} \cdot (З_{\text{осн}} + З_{\text{доп}}),$$

где $k_{\text{внеб}}$ – коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды (пенсионный фонд, фонд обязательного медицинского страхования и пр.).

На основании пункта 1 ст.58 закона №212-ФЗ для учреждений осуществляющих образовательную и научную деятельность в 2014 году водится пониженная ставка – 27,1%. В таблице 13 приведен расчет отчислений во внебюджетные фонды.

Таблица 13 - Отчисления во внебюджетные фонды

Исполнитель	Основная заработная плата, тыс. руб.	Дополнительная заработная плата, тыс. руб.
Научный руководитель	18,5	2,22
Инженер	80,1	9,61
Коэффициент отчислений во внебюджетные фонды	0,271	

Отчисления	Инженер: 24,31	Руководитель: 5,62
Итого	29,93	

Отчисления во внебюджетные фонды от инженера составляют 24310 рублей, от руководителя — 5620 рублей. Суммарное значение отчислений составляет 29930 рублей.

3.6.6 Накладные расходы

Накладные расходы учитывают прочие затраты организации, не попавшие в предыдущие статьи расходов: печать и ксерокопирование материалов исследования, оплата услуг связи, электроэнергии, почтовые и телеграфные расходы, размножение материалов и т.д. Их величина определяется по следующей формуле:

$$З_{\text{накл}} = (\text{сумма статей } 1 \div 7) \cdot k_{\text{нр}},$$

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

Величину коэффициента накладных расходов можно взять в размере 16%.

Накладные расходы равны:

$$З_{\text{накл}} = (2460 + 18500 + 80100 + 2220 + 9610 + 5620 + 24310) \cdot 0,16 = 22851,2$$

В таблице 14 приведен расчет бюджета затрат НТИ.

Таблица 14 - Расчет бюджета затрат НТИ

Наименование статьи	Сумма, руб.	
	Руководитель	Инженер
1. Материальные затраты НТИ	2460	
2. Затраты по основной заработной плате исполнителей темы	18500	80100
3. Затраты по дополнительной заработной плате исполнителей темы	2220	9610
4. Отчисления во	5620	24310

внебюджетные фонды	
Накладные расходы	22851,2
Бюджет затрат НТИ	142820

Бюджет НТИ составил 142820 рублей.

3.6.7 Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования

Определение эффективности происходит на основе расчета интегрального показателя эффективности научного исследования. Его нахождение связано с определением двух средневзвешенных величин: финансовой эффективности и ресурсоэффективности.

Интегральный финансовый показатель разработки определяется как:

$$I_{\text{финр}}^{\text{исп.}i} = \frac{\Phi_{pi}}{\Phi_{\text{max}}},$$

где $I_{\text{финр}}^{\text{исп.}i}$ – интегральный финансовый показатель разработки;

Φ_{pi} – стоимость i -го варианта исполнения;

Φ_{max} – максимальная стоимость исполнения научно-исследовательского проекта (в т.ч. аналоги).

Интегральный показатель ресурсоэффективности вариантов исполнения объекта исследования можно определить следующим образом:

$$I_{pi} = \sum a_i \cdot b_i, \quad (16)$$

где I_{pi} – интегральный показатель ресурсоэффективности для i -го варианта исполнения разработки;

a_i – весовой коэффициент i -го варианта исполнения разработки;

b_i^a, b_i^p – бальная оценка i -го варианта исполнения разработки, устанавливается экспертным путем по выбранной шкале оценивания;

n – число параметров сравнения.

Расчет интегрального показателя ресурсоэффективности приведен в таблице 15. Выбрана 5-бальная шкала оценивания.

Таблица 15 - Расчет интегрального показателя ресурсоэффективности

Объект исследования Критерии	Весовой коэффициент параметра	Руководитель	Инженер
Определение микроколичеств Ag	0,2	5	5
Высокая чувствительность методов	0,15	5	4
Удобство в эксплуатации	0,2	5	3
Соответствие требованиям потребителей	0,2	5	5
Уменьшение затрат на определение Ag	0,25	5	5
Итого:	1		

$$I_{p-исп1} = 5 \cdot 0,2 + 5 \cdot 0,15 + 5 \cdot 0,2 + 5 \cdot 0,2 + 5 \cdot 0,25 = 5$$

$$I_{p-исп2} = 5 \cdot 0,2 + 4 \cdot 0,15 + 3 \cdot 0,2 + 5 \cdot 0,2 + 5 \cdot 0,25 = 4,45$$

Эффективность данной исследовательской работы состоит в том, что применение ее результатов на предприятии, позволит определять микроколичества серебра и уменьшит затраты на их определение, что будет соответствовать требованиям потребителей.

Проведенный SWOT-анализ позволил выявить сильные и слабые стороны разрабатываемого проекта, его возможности и угрозы, а также взаимосвязь между ними. В рамках планирования научной работы была составлена структура работ, разработан графика этих работ и определены их трудоемкости. Календарный план-график ВКР позволил наглядно оценить

начало и окончание работы. Так же был рассчитан бюджет исследования, который составил 142820 рублей.

4 Социальная ответственность

Результатом данной выпускной квалификационной работы является выявление методики количественного определения серебра с наименьшим пределом обнаружения и наибольшим допустимым содержанием. Данная работа поможет выявить наилучшую методику определения серебра.

Выполнение работы происходит в рабочем кабинете за персональным компьютером. Возможными пользователями документированной информации являются студенты технических и химических специальностей.

В данном разделе рассмотрены вопросы, связанные с организацией рабочего места инженера в соответствии с техникой производственной безопасности, нормами производственной санитарии и охраны окружающей среды.

В соответствии с международным стандартом ICCSR 26000:2011 «Социальная ответственность организации» целью данного раздела является принятие проекторных решений, исключающих несчастные случаи в производстве и снижение вредных воздействий на окружающую среду.

Исследование проводится в аудитории №415 в Проблемной научно-исследовательской лаборатории химии редкоземельных элементов химического факультета Томского Государственного Университета.

4.1 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности

4.1.1 Специальные (характерные для проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства.

Согласно ТК РФ, N 197 -ФЗ каждый работник имеет право на:

- рабочее место, соответствующее требованиям охраны труда;
- обязательное социальное страхование от несчастных случаев на производстве и профессиональных заболеваний в соответствии с федеральным законом;
- отказ от выполнения работ в случае возникновения опасности для его жизни и здоровья вследствие нарушения требований охраны труда, за

исключением случаев, предусмотренных федеральными законами, до устранения такой опасности;

- обеспечение средствами индивидуальной и коллективной защиты в соответствии с требованиями охраны труда за счет средств работодателя;
- внеочередной медицинский осмотр в соответствии с медицинскими рекомендациями с сохранением за ним места работы (должности) и среднего заработка во время прохождения указанного медицинского осмотра.

4.1.2 Организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны

Рабочее место должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.032-78 «Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Рабочее место при выполнении работ сидя. Общие эргономические требования». Оно должно занимать площадь не менее 6 м², высота помещения должна быть не менее 4 м, а объем - не менее 20 м³ на одного человека. Высота над уровнем пола рабочей поверхности, за которой работает оператор, должна составлять 720 мм. Оптимальные размеры поверхности стола 1600 х 1000 кв. мм. Под столом должно иметься пространство для ног с размерами по глубине 650 мм. Рабочий стол должен также иметь подставку для ног, расположенную под углом 15° к поверхности стола. Длина подставки 400 мм, ширина - 350 мм. Удаленность клавиатуры от края стола должна быть не более 300 мм, что обеспечит удобную опору для предплечий. Расстояние между глазами оператора и экраном видеодисплея должно составлять 40 - 80 см. Так же рабочий стол должен быть устойчивым, иметь однотонное неметаллическое покрытие, не обладающее способностью накапливать статическое электричество. Рабочий стул должен иметь дизайн, исключаящий онемение тела из-за нарушения кровообращения при продолжительной работе на рабочем месте.

4.2 Производственная безопасность

В разделе производственная безопасность производится анализ факторов рабочей зоны на предмет выявления их вредных и опасных проявлений.

При совершенствовании системы СМК на предприятии могут возникнуть следующие вредные и опасные факторы, представленные в таблице 16.

Таблица 16 – Вредные и опасные факторы производственной среды

Источник фактора	Факторы (по ГОСТ 12.0.003-2015)		Нормативные документы
	Вредные	Опасные	
Помещение. Компьютеры, мониторы, принтеры.	– неблагоприятный микроклимат; – неудовлетворительное освещение; – повышенный уровень шума на рабочем месте; – повышенная напряженность электромагнитного поля.	– электробезопасность; – пожаровзрывоопасность.	ГОСТ 12.0.003-2015 . ГОСТ 12.1.004-91. ГОСТ 12.1.010-76. ГОСТ Р 12.1.019-2009. ГОСТ 12.1.038-82. СанПиН 2.2.1/2.1.1.1278-03. СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03. СанПиН 2.2.4.548-96. СНиП 23-05-95 СанПиН 2.2.4.3359-16

4.2.1 Неблагоприятный микроклимат

Микроклимат производственных помещений – это комплекс физических факторов внутренней среды помещений, который оказывает влияние на тепловой баланс человека с окружающей средой. Микроклимат в производственных помещениях характеризуют следующие показатели, которые должны обеспечить поддержание оптимального теплового состояния организма в течение 8-часовой рабочей смены: температура t , относительная влажность W , скорость движения воздуха V .

СанПиН 2.2.4.548-96 устанавливает следующие нормы оптимальных и допустимых метеорологических условий:

- время года – холодный период с температурой +10°C и ниже и теплый период с температурой +10°C и выше;
- категория работ – данная работа относится к категории Ia - работа с интенсивностью энергозатрат до 120 ккал/ч (до 139 Вт), которая производится сидя и сопровождающаяся незначительным физическим напряжением.

Неблагоприятный микроклимат может способствовать возникновению у человека следующих последствий:

- нарушение терморегуляции, в результате которого возможно повышение температуры, обильное потоотделение, слабость;
- нарушение водно-солевого баланса, может привести к слабости, головной боли, судорожной болезни.

При работе в производственных помещениях значения показателей микроклимата для работ категории Ia оптимальны, если они соответствуют требованиям таблицы 17, а допустимые значения требованиям таблицы 18.

Таблица 17 – Оптимальные значения показателей микроклимата на рабочем месте производственного помещения для работ категории Ia

Период года	$t, ^\circ\text{C}$	$W, \%$	$V, \text{м/с}$
Холодный	22-24	60-40	0,1
Теплый	23-25	60-40	0,1

Таблица 18 – Допустимые значения показателей микроклимата на рабочем месте для работ категории Ia

Период года	$t, ^\circ\text{C}$		$W, \%$	$V, \text{м/с}$	
	интервал ниже оптимальных значений	интервал выше оптимальных значений		для интервала t ниже оптимальных значений, не более	для интервала t выше оптимальных значений, не более
Холодный	20,0-21,9	24,1-25,0	15-75	0,1	0,1
Теплый	21,0-22,9	25,1-28,0	15-75	0,1	0,2

Величины показателей микроклимата на рабочем месте в помещении отражены в таблице 19 (категория работ Ia).

Таблица 19 – Величины показателей микроклимата на рабочем месте в помещении

Период года	$t, ^\circ\text{C}$	$W, \%$	$V, \text{м/с}$
Холодный	22	60	0,05
Теплый	24	60	0,1

Проанализировав таблицы 19, 18 и 17, можно сделать вывод, что в анализируемом помещении параметры микроклимата соответствуют нормам.

4.2.2 Недостаточная освещенность рабочей зоны

Рабочее место освещено смешанным освещением, т.е. естественным и искусственным светом в соответствии с санитарно-гигиеническими требованиями.

Нормирование освещенности рабочей поверхности: СанПиН 2.2.1/2.1.1.1278-03 устанавливает минимальную освещенность рабочей поверхности в производственных помещениях в соответствии с видом производимой деятельности, а СП 52.13330.2016 – в соответствии с характеристикой зрительной работы, которая определяется наименьшим размером объекта различения, контрастностью и свойствами фона. При работе менеджер по качеству пользуется персональным компьютером, из чего, согласно СанПиН 2.2.1/2.1.1.1278-03, можно сделать вывод, что при общем освещении минимальная искусственная освещенность должна быть не менее 200 лк [1]. Все зрительные работы в соответствии с СП 52.13330.2016 разбиваются на восемь разрядов и в соответствии с размером объекта различения, а также условий зрительной работы. Данная работа менеджера по качеству относится к 4г разряду зрительной работы. Нормы освещенности на рабочем месте при искусственном освещении представлены в таблице 20.

Таблица 20 – Нормы освещенности на рабочем месте производственного помещения при искусственном освещении

Характеристика зрительной работы	средняя точность (4 разряд)		
Минимальный размер объекта, мм	0,5-1,0		
Подразряд зрительной работы	Г		
Контрастность фона	Средний	большой	Большой
Свойства фона	Светлый	светлый	Средний

Освещенность, лк	Комбинированное освещение	300	300	300
	Общее освещение	150	150	150

Таблица 21 – Нормативные величины K_n для газоразрядных ламп 4 разряда зрительной работы

Система освещения	Коэффициент пульсации освещенности, %
Общее освещение	20
Комбинированное освещение	
а) общее	20
б) местное	20

Условия труда по световому фактору соответствуют допустимым условиям.

4.2.3 Повышенный уровень шума на рабочем месте

К основным источникам шума на рабочем месте менеджера по качеству в офисном помещении можно отнести компьютеры, мониторы, принтеры, и работающие светильники люминесцентных ламп. А также шум, возникающий вне кабинета через открытые окна и двери.

ГОСТ 12.1.003-83 «ССБТ. Шум. Общие требования безопасности» является нормативным документом, регламентирующим уровень шума рабочего места. Согласно ему, на рабочем месте максимальный уровень шума 50дБА, то есть категория напряженности труда I и категория тяжести труда I.

Условия труда инженера по качеству по шумовому фактору соответствуют допустимым условиям.

4.2.4 Поражение электрическим током

Основными источниками электрической опасности на данном рабочем месте являются вычислительная техника и электрические сети.

Электробезопасность и допустимые нормы регламентируются Правилами устройства электроустановок (ПУЭ), ГОСТ 12.1.038-82 и ГОСТ 12.1.019-2009 (с изм.№1) ССБТ [4, 5].

Существуют следующие способы защиты от поражения электрическим током на данном рабочем месте:

- защитное заземление;
- зануление;
- защитное отключение;
- изоляция токоведущих частей.

4.2.5 Повышенный уровень статического электричества

Компьютеры, оргтехника и другие электроприборы являются основными источниками статического электричества.

Под воздействием электростатического поля в организме человека происходят определенные изменения:

- повышается утомляемость и раздражительность, ухудшение сна;
- спазм сосудов и функциональные нарушения центральной нервной системы;
- изменение сосудистого тонуса и кожной чувствительности.

Нормативными документами, которые регламентируют нормы статического электричества являются ГОСТ 12.4.124-83 и ГОСТ 12.1.045-84 ССБТ.

Методами защиты от воздействия электростатического поля являются:

- предупреждение возможности возникновения электростатического заряда: постоянный отвод статического электричества от технологического оборудования путем заземления;
- снижение величины потенциала электростатического заряда до безопасного уровня: повышение относительной влажности воздуха в помещении, химическая обработка поверхности, нанесение антистатических средств и электропроводных пленок;
- нейтрализация зарядов статического электричества: ионизация воздуха.

4.3 Экологическая безопасность

В данном подразделе рассматривается характер воздействия проектируемого решения на окружающую среду. Выявляются предполагаемые источники загрязнения окружающей среды, возникающие в результате реализации предлагаемых в ВКР решений.

4.3.1 Анализ влияния объекта исследования на окружающую среду

На рабочем месте присутствуют оборудования: монитор, системный блок, принтер. С точки зрения влияния на окружающую среду можно рассмотреть влияние серверного оборудования при его утилизации.

Большинство компьютерной техники содержит бериллий, кадмий, мышьяк, поливинилхлорид, ртуть, свинец, фталаты, огнезащитные составы на основе брома и редкоземельные минералы. Это очень вредные вещества, которые не должны попадать на свалку после истечения срока использования, а должны правильно утилизироваться.

4.3.2 Анализ влияния процесса исследования на окружающую среду

Процесс исследования представляет из себя работу с информацией, такой как литература, статьи, ГОСТы. Таким образом процесс исследования не имеет влияния негативных факторов на окружающую среду.

Организационная техника состоит из множества органических составляющих (материалы из поливинилхлорида, фенолформальдегида, пластик) и множество металлов. Свинец, сурьма, ртуть, кадмий, мышьяк на полигоне ТБО под влиянием внешних условий разлагаются в органические и растворимые соединения и становятся сильнейшими ядами. Пластик содержит ароматические углеводороды, органические хлорпроизводные соединения, которые при утилизации наносят непоправимый вред экологии.

Согласно положениям российского законодательства, все организации обязаны вести учет и движение драгоценных металлов, в том числе тех, которые входят в состав оргтехники.

При помощи комплексной системы утилизации организационной техники снижаются к минимуму неперерабатываемые отходы, а материалы (черные и цветные металлы, пластмассы) и ценные компоненты (ферриты, люминофор, редкие металлы и др.) отправляются в производство. Драгоценные металлы, которые содержатся в электронных компонентах организационной техники, концентрируются и после переработки на аффинажном заводе сдаются в Государственный фонд.

4.4 Безопасность в чрезвычайных ситуациях

4.4.1 Анализ вероятных ЧС, которые может инициировать объект исследований и обоснование мероприятий по предотвращению ЧС

Согласно ГОСТ Р 22.0.02-94 ЧС - это нарушение нормальных условий жизни и деятельности людей на объекте или определенной территории (акватории), вызванное аварией, катастрофой, стихийным или экологическим бедствием, эпидемией, эпизоотией (болезнь животных), эпифитотией (поражение растений), применением возможным противником современных средств поражения и приведшее или могущее привести к людским или материальным потерям".

С точки зрения выполнения проекта характерны следующие виды ЧС:

1. Пожары, взрывы;
2. Внезапное обрушение зданий, сооружений;
3. Геофизические опасные явления (землетрясения);
4. Метеорологические и агрометеорологические опасные явления;

Так как объект исследований представляет из себя математическую модель, работающий в программном приложении, то наиболее вероятной ЧС в данном случае можно назвать пожар в помещении с серверным оборудованием. Возникновение пожаров происходит из-за человеческого фактора, в частности, это несоблюдение правил пожарной безопасности. Соблюдение современных норм пожарной безопасности позволяет исключить возникновение пожара в помещении.

4.4.2 Анализ вероятных ЧС, которые могут возникнуть при проведении исследований и обоснование мероприятий по предотвращению ЧС

При проведении исследований наиболее вероятной ЧС является возникновение пожара в помещении. Пожарная безопасность должна обеспечиваться системами предотвращения пожара и противопожарной защиты, в том числе организационно-техническими мероприятиями.

Под пожарной профилактикой понимается обучение пожарной технике безопасности и комплекс мероприятий, направленных на предупреждение пожаров.

Задачи пожарной профилактики можно разделить на три комплекса мероприятий:

- обучение, в т.ч. распространение знаний о пожаробезопасном поведении (о необходимости установки домашних индикаторов задымленности и хранения зажигалок и спичек в местах, недоступных детям);
- пожарный надзор, предусматривающий разработку государственных норм пожарной безопасности и строительных норм, а также проверку их выполнения;
- обеспечение оборудованием и технические разработки (установка переносных огнетушителей и изготовление зажигалок безопасного пользования).

В соответствии с ТР «О требованиях пожарной безопасности» для административного жилого здания требуется устройство внутреннего противопожарного водопровода.

Согласно НПБ 104-03 "Проектирование систем оповещения людей о пожаре в зданиях и сооружениях" для оповещения о возникновении пожара в каждом помещении должны быть установлены дымовые оптико-электронные автономные пожарные извещатели, а оповещение о пожаре должно

осуществляться подачей звуковых и световых сигналов во все помещения с постоянным или временным пребыванием людей.

Помещения оснащены средствами пожаротушения, а именно огнетушителями типа ОУ-2 – 1 штука, ОУ-5 – 1 штука (предназначены для тушения любых материалов, предметов и веществ, применяется для тушения ПК и оргтехники).

Согласно ПУЭ помещение, предназначенное для проектирования и использования результатов проекта, относится к типу П-Па

4.5 Заключение по разделу социальная ответственность

В данном разделе выпускной квалификационной работы были определены вредные и опасные факторы производственные среды, негативные воздействия на окружающую природную среду и возможные чрезвычайные ситуации. К вредным факторам рабочего места относятся: недостаточная освещенность рабочей зоны, повышенный уровень шума на рабочем месте, неблагоприятный микроклимат, повышенная напряженность электрического и магнитного полей. К опасным факторам рабочего места относятся факторы, связанные с электричеством. Негативное воздействие на окружающую среду выражается в выбросах в атмосферу и отходах в литосферу. Возможны чрезвычайные ситуации техногенного, стихийного, социального характера. А также были изучены организационные мероприятия обеспечения безопасности и особенности законодательного регулирования проектных решений.

Заключение

В ходе выполнения дипломной работы было проанализировано большое число методик количественного определения серебра и изучены показатели их качества с целью выбора наиболее перспективных методик, позволяющих проводить экспрессное определение количественного содержания серебра в объектах и обеспечивающих безопасность для людей и окружающей среды.

Показано, что современные методы определения серебра с использованием твердофазных сорбентов являются более качественными, чем методы, которые использовали раньше. Главным преимуществом данных методов является отсутствие токсичных растворителей, что обеспечивает экологическую безопасность анализа. Сокращение времени анализа (экспрессность анализа объектов на содержание в них серебра), расширение диапазона определяемых содержаний серебра и снижение предела обнаружения также подтверждают то, что качество современных методик определения серебра повышается по сравнению с ранее предложенными.

В результате выполнения данной научно-исследовательской работы были достигнуты следующие результаты:

- Проведен поиск методик определения серебра в зарубежных и отечественных базах данных.
- Изучены ранее предложенные и современные методики определения серебра, и проведено сравнение показателей их качества.
- Выбраны основные показатели методик, по которым оценивали их качество.
- Сделаны выводы о качестве выбранных методик определения серебра.
- Установлено, что происходит повышение качества современных методик определения серебра по сравнению с ранее предложенными за счет использования в них твердофазных сорбентов различного типа.

Рассмотрены вопросы социальной ответственности и экономической эффективности при реализации данного дипломного проекта.

Список источников

1. Пятницкий И.В., Сухан В.В. Аналитическая химия серебра. - М.:Наука,1975. - 264 с.
2. Сендел Е. Колориметрическое определение следов металлов. – М.:Мир, 1964. – 902 с.
3. А.А. Дзюба [и др.]. Аналитические возможности спектрального комплекса «Гранд-Поток» при сцинтилляционном определении содержания золота и серебра в геологических пробах.[Электронный ресурс]/Аналитика и контроль.: - 2017. - Т. 21. - №1. -С. 6-15. - Режим доступа к ст.:https://elibrary.ru/download/elibrary_28844696_75237862.pdf
4. Н.И. Гуменный, В.К. Зинчук. Кинетическое определение серебра по реакции окисления ферроина пероксомоносерной кислотой. [Электронный ресурс] /Журнал аналитической химии.: -2007. -Т. 62.- №5. -С. 549-553. - Режим доступа к ст.:https://elibrary.ru/download/elibrary_9535043_32336251.pdf
5. С.В. Шумар. Потенциометрическое определение серебра с использованием математической модели процесса. [Электронный ресурс]/Известия Томского Политехнического Университета.: - 2012. -Т.320. №3.-С.116-119.-Режим доступа к ст.:https://elibrary.ru/download/elibrary_17702097_24956185.pdf
6. Г.Б. Слепченко [и др.]. Разработка вольтамперометрического определения железа и серебра для оценки степени деградации наночастиц на их основе [Электронный ресурс]/Известия Томского Политехнического Университета.: -2011. -Т.318. -№3. -С.46-49. -Режим доступа к ст.:https://elibrary.ru/download/elibrary_16387508_71183907.pdf
7. К.С. Тосмаганбетова, С.С. Досмагамбетова, А.К. Ташенов. Влияние сопутствующих элементов на спектроскопическое определение серебра с тиосемикарбазидом в расплаве стеариновой кислоты[Электронный ресурс]/ Известия Томского Политехнического Университета.: -2012. -Т.320. - №3. -С.70-72. –Режим доступа к ст.:https://elibrary.ru/download/elibrary_17702087_95425240.pdf

8. Е.А. Лейтес, М.Ю. Быкова. Определение серебра вольтамперометрическим методом [Электронный ресурс]/Известия Алтайского Государственного Университета.: -2012. -Т.75. -№3-1. - С.177-179. –Режим доступа к

ст.:https://elibrary.ru/download/elibrary_17877676_48271920.pdf

9. Р.У.Вахобова, А.М.Зарипова, Г.Ч.Хамзаева, Г.М.Бобиев. Определение серебра методом инверсионной вольтамперометрии на графитовом электроде [Электронный ресурс]/Доклады академии наук Республики Таджикистан.: -2015. -Т.58. -№8. -С.710-714. -Режим доступа к

ст.:https://elibrary.ru/download/elibrary_26143351_78018777.pdf

10. С.С. Гражулене, Г.Ф. Телегин, Н.И. Золотарева, А.Н. Редькин. Определение серебра и палладия методами атомной спектроскопии после сорбционного концентрирования на углеродных нанотрубках [Электронный ресурс]/Заводская лаборатория. Диагностика материалов.: 2015. -Т.81. -№8. - С.5-10. –Режим доступа к

ст.:https://elibrary.ru/download/elibrary_24131244_56672341.pdf

11. Т. В. Семёнова, М. Н. Малярёнок. Щелочное сплавление проб для атомно-абсорбционного определения серебра и золота в рудах [Электронный ресурс]/Уральский минералогический сборник.:2008. -№15. -С. 127-128. – Режим доступа к

ст.:https://elibrary.ru/download/elibrary_23876019_82369363.pdf

12. Р.У.Вахобова, Г.Ф.Рачинская, Г.М.Бобиев, А.Зарипова, Д.Н.Пачаджанов.Определение некоординированного серебра методом ионометрии[Электронный ресурс]/Известия Академии наук Республики Таджикистан. Отделение физико-математических, химических, геологических и технических наук.:2015. -№2. -с. 68-73. -Режим доступа к

ст.:https://elibrary.ru/download/elibrary_23893968_22650430.pdf

13. С. Чераги, М. А. Тахер, Х. Фазелирад. Вольтамперометрическое определение серебра с помощью нового пастового электрода, модифицированного многостенными углеродными нанотрубками

[Электронный ресурс]/ Электрохимия.: 2015. -Т.51. -№3. -С.317-324. -Режим доступа к ст.:https://elibrary.ru/download/elibrary_22995858_33455483.pdf

14. Ю.А. Сунцова, Е.Л. Поморцева, Н.А. Малахова, А.И. Матерн, А.Н. Козицина.Электрохимический метод определения концентрации наночастиц серебра и золота в живых клетках[Электронный ресурс]/Ученые записки Казанского Университета. Серия: Естественные науки.:2012. -Т.154. -№3. -С.105-115. –Режим доступа к ст.:https://elibrary.ru/download/elibrary_18749763_45540444.pdf

15. Е.А. Лейтес, И.А. Тимофеева.Определение серебра (I) методом катодной вольтамперометрии[Электронный ресурс]/Известия Алтайского Государственного Университета.:2013. -№3-1(79). -С.169-174. -Режим доступа к ст.:https://elibrary.ru/download/elibrary_20186728_62477242.pdf

16. Л.К. Неудачина, Ю.С. Петрова, Д.А. Раков.Селективное потенциометрическое определение серебра в оловянных и оловянно-свинцовых припоях с индикаторным модифицированным угольно-пастовым электродом[Электронный ресурс]/Аналитика и контроль.: 2014. -Т.18. -№3. -С.316-327. –Режим доступа к ст.:https://elibrary.ru/download/elibrary_21759243_37413308.pdf

17. Н.Ж. Сейсалиева. Полезные свойства природной воды – определение массовой концентрации [Электронный ресурс]/Современные тенденции в общественном питании и сфере услуг.: 2017. -С. 78-80. -Режим доступа к ст.:https://elibrary.ru/download/elibrary_29251035_50260445.pdf

18. ГОСТ 12555.1-83. Сплавы серебряно-платиновые. Метод определения серебра. -М.:Изд-до стандартов, 1983. -4 с.

19. ГОСТ 12558.1-78. Сплавы палладиево-серебряные. Метод определения серебра. -М.:Изд-до стандартов, 1978. -7 с.

20. ГОСТ 28407.6-89 Концентрат висмутовый. Атомно-абсорбционный метод определения серебра. -М.:Изд-до стандартов, 1971. -4 с.

21. ГОСТ Р ИСО 7523-2016 Никель. Определение серебра, мышьяка, висмута, кадмия, свинца, сурьмы, селена, олова, теллура и таллия. Спектрометрический метод атомной абсорбции с электротермической атомизацией. -М.:Изд-до стандартов, 2016. -16 с.

22. Fathi. M.R. Determination of silver by flame atomic absorption spectrometry after preconcentration on naphthalene modified with dithizone// Journal of the Chinese Chemical Society/ - 2009. – Vol. 56. – P. 725-728. –Режим доступа к ст.:<https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1002/jccs.200900108>

23. Yejin Fenxi. Determination of silver in gold-loaded carbon by fire assay gravimetric method//Metallurgical Analysis/ - 2017. – Vol.37. – P. 54-58

24. Zhao. R.-L. Determination of silver in tin-lead solder by flame atomic absorption spectrometry//Metallurgical Analysis/ - 2016. – Vol.36. – P. 32-37

25. Choleva T. G., Tsogas G.Z., Giokas D.L. Determination of silver nanoparticles by atomic absorption spectrometry after dispersive suspended microextraction followed by oxidative dissolution back-extraction//Department of Chemistry/ -2019. - Vol. 196. - P. 255-261. – Режим доступа к ст.:<https://www.scopus.com/record/display.uri?eid=2-s2.0-85059176911&origin=resultslist&sort=plf-f&src=s&st1=.+Determination+of+silver+nanoparticles+by+atomic+absorption+spectrometry+&st2=&sid=d98789f01861e4f008c653bb6552f50b&sot=b&sdt=b&sl=89&s=TITLE-ABS-KEY%28.+Determination+of+silver+nanoparticles+by+atomic+absorption+spectrometry+%29&relpos=0&citeCnt=0&searchTerm=>

26. Kolpakova N.A., Sabitova Z.K. Determination of Au(III) and Ag(I) in carbonaceous shales and pyrites by stripping voltammetry//Department of Chemical Engineering/ - 2019. - Vol. 9. - P. 1-13. –Режим доступа к ст.: <https://www.mdpi.com/2075-163X/9/2/78>

27. López-Mayán, J.J., Cerneira-Temperán, B. Evaluation of a cloud point extraction method for the preconcentration and quantification of silver nanoparticles in water samples by ETAAS//Department of Analytical Chemistry / -

2018. - Vol. 98. - P. 1434-1447. – Режим доступа к ст.:
<https://www.tandfonline.com/doi/full/10.1080/03067319.2018.1562063?scroll=top&needAccess=true>

28. Xie, L. Determination of silver in noble lead by sodium chloride potentiometric titration//Metallurgical Analysis/ - 2018/ - Vol. 38. - P. 64-68

29. Eskandari, H. Trace determination of Ag(I) after reduction to Ag nanoparticles and sol–gel entrapment by alginic acid hydrogel//Journal of the Iranian Chemical Society/ -2018/ -Vol. 15. -P. 2675-2688

30. Bahadir, Z., Torrent, L. Simultaneous determination of silver and gold nanoparticles by cloud point extraction and total reflection X-ray fluorescence analysis//Spectrochimica Acta - Part B Atomic Spectroscopy/ -2018/Vol.149. -P. 22-29

31. González-Álvarez, R.J., Bellido-Milla, D. Determination of silver in seawater by the direct analysis of solvent bars by high resolution continuum source solid sampling graphite furnace atomic absorption spectrometry//Journal of Analytical Atomic Spectrometry/ -2018/Vol.33. -P. 1925-1931. – Режим доступа к ст.:

<https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2018/JA/C8JA00243F#!divAbstract>

32. Tan, Y.-X., Liu, F.-M. Determination of trace silver by sodium 1,2-naphthoquinone- 4-sulfonate resonance scattering method//Metallurgical Analysis/ -2018/Vol.33. -P. 48-52. –Режим доступа к ст.:
<http://www.cnki.net/kcms/doi/10.13228/j.boyuan.issn1000-7571.010487.html>

33. Zou, W.-W., Yue, C.-L. Determination of silver in copper concentrate by microwave digestion-flame atomic absorption spectrometry//Metallurgical Analysis/ - 2018/Vol.38. - P.59-62

34. ГОСТ 23268.13-78. Воды минеральные питьевые лечебные, лечебно-столовые и природные столовые. Метод определения ионов серебра -М.:Изд-во стандартов, 1978. -4 с.

35. ГОСТ 18293-72. Вода питьевая. Методы определения содержания свинца, цинка, серебра –М.:Изд-во стандартов, 1972. -16с.

36. Murkovic I., Oehme I., Mohr G.J., Ferber T. Optode membrane for continuous measurement of silver ions//// *Mikrochimica Acta*/ - 1995. – Vol. 121. – P. 249-258. – Режим доступа к ст.:
<https://link.springer.com/article/10.1007%2FBF01248254>
37. С. Растегарзаде, В. Резай. Оптический сенсор на основе мембраны из триацетилцеллюлозы с иммобилизованным 5-(п-диметиламинобензилиден) роданином//Журнал аналитической химии. – 2008. - № 9. – С. 985-989.
38. Ю.А. Золотов, Г.И. Цизин, Е.И. Моросанова, С.Г. Дмитриенко. Сорбционное концентрирование микрокомпонентов для целей химического анализа [Электронный ресурс]/Успехи химии.:2005. -№74. -С.41-66. -Режим доступа к ст.:https://elibrary.ru/download/elibrary_9085796_70560433.pdf
39. О.Б. Моходоева, Г.В. Мясоедова, И.В. Кубракова. Сорбционное концентрирование в комбинированных методах определения благородных металлов[Электронный ресурс]/Журнал аналитической химии .:2007. -№7. - С.679-695. –Режим доступа к ст.:https://elibrary.ru/download/elibrary_9535067_36379220.pdf
40. Anekthirakun, P., Imyim, A. Separation of silver ions and silver nanoparticles by silica based-solid phase extraction prior to ICP-OES determination// *Microchemical Journal*/ -2019/Vol.145. – P.470-475. –Режим доступа к ст.:<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0026265X1831292X>
41. Rohanifar, A., Rodriguez, L.B., Devasurendra, A.M., (...), Anderson, J.L., Kirchhoff, J.R. Solid-phase microextraction of heavy metals in natural water with a polypyrrole/carbon nanotube/1, 10–phenanthroline composite sorbent material// *Talanta*/ - 2018/Vol. 188. – P. 570-577. – Режим доступа к ст.:
<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0039914018306052?via%3Dihub>
42. Karimi, M., Dadfarnia, S., Haji Shabani, A.M. Hollow fibre-supported graphene oxide nanosheets modified with a deep eutectic solvent to be used for the

solid-phase microextraction of silver ions/ International Journal of Environmental Analytical Chemistry/ - 2018/Vol. 98. – P. 124-137. – Режим доступа к ст.: <https://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/03067319.2018.1435781?journalCode=geac20>

43. Guerrero, M.M.L., Alonso, E.V., García De Torres, A., Pavón, J.M.C. Simultaneous determination of traces of Pt, Pd, Os, Ir, Rh, Ag and Au metals by magnetic SPE ICP OES and in situ chemical vapour generation/Journal of Analytical Atomic Spectrometry/ -2017. - Vol.21 - P.2281-2291. - Режим доступа к ст.:<https://ezproxy.ha.tpu.ru:2077/record/display.uri?eid=2-s2.0-85032784447&origin=resultslist&sort=plf-f&src=s&st1=solid+phase+determination+of+Ag&nlo=&nlr=&nls=&sid=6d4272a06c68efb33fb5819f2b176dd3&sot=b&sdt=b&sl=46&s=TITLE-ABS-KEY%28solid+phase+determination+of+Ag%29&relpos=49&citeCnt=5&searchTerm=>

44. Jalilian, N., Ebrahimzadeh, H., Asgharinezhad, A.A., Molaei, K. Extraction and determination of trace amounts of gold(III), palladium(II), platinum(II) and silver(I) with the aid of a magnetic nanosorbent made from Fe₃O₄ -decorated and silica-coated graphene oxide modified with a polypyrrole-polythiophene copolymer/Microchimica Acta/ -2017/Vol. 184 – P. 2191-2200 - Режим доступа к ст.: <https://ezproxy.ha.tpu.ru:2077/record/display.uri?eid=2-s2.0-85018841678&origin=resultslist&sort=plf-f&src=s&st1=solid+phase+determination+of+Ag&nlo=&nlr=&nls=&sid=6d4272a06c68efb33fb5819f2b176dd3&sot=b&sdt=b&sl=46&s=TITLE-ABS-KEY%28solid+phase+determination+of+Ag%29&relpos=53&citeCnt=26&searchTerm=>

45. Tavallali, H., Malekzadeh, H. , Dadvar, F., Tabandeh, M. Chemically functionalized γ -alumina with Alizarin red-s for separation and determination of trace amounts of Pb(II) and Ag(I) ions by solid phase extraction–Flame Atomic Absorption Spectrometry in environmental and biological samples/Arabian Journal of Chemistry/-2017/Vol. 10 – P.2090-2097 –Режим доступа к ст.:

<https://ezproxy.ha.tpu.ru:2077/record/display.uri?eid=2-s2.0-84894758372&origin=resultslist&sort=plf-f&src=s&st1=solid+phase+determination+of+Ag&nlo=&nlr=&nls=&sid=25d814199f923c58973503734d130905&sot=b&sdt=b&sl=46&s=TITLE-ABS-KEY%28solid+phase+determination+of+Ag%29&relpos=56&citeCnt=3&searchTerm=>

46. Способ определения серебра: патент Рос. Федерация № 2287157; заявл. 10.05.2005; опубл. 11.10.2006, Бюл. № 31 – 4 с.

47. А. Гавриленко, Н. В. Саранчина. Твердофазно-спектрофотометрическое определение серебра с использованием дитизона, иммобилизованного в полиметакрилатную матрицу. [Электронный ресурс]/ Журнал аналитической химии.: -2010. -Т. 65. -№2. -С. 153-157. -Режим доступа к ст.:https://elibrary.ru/download/elibrary_13044625_63497598.pdf