

Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего образования
«СИБИРСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Институт Нефти и газа

Кафедра «Пожарная безопасность»

УТВЕРЖДАЮ

Заведующий кафедрой

_____ А.Н.Минкин

«__» _____ 2017г.

ДИПЛОМНАЯ РАБОТА

20.05.01 «Пожарная безопасность»

**Разработка ИК-спектроскопического метода
идентификации смеси «бензин – моторное масло»**

Научный руководитель	_____	доцент каф ПБ, канд.хим.наук	А. А. Шубин
Выпускник	_____		Е. Г. Григорьева
Рецензент	_____	канд.тех.наук	М. В. Елфимова
Консультанты:			
Экономическая часть	_____	доцент каф ПБ	С. Н. Масаев
Часть БЖД	_____	зав.каф ПБ, канд.тех.наук, доцент	А. Н. Минкин
Нормоконтролер	_____		О.В.Помолотова

Красноярск 2017

РЕФЕРАТ

Дипломная работа по теме «Разработка инфракрасного спектроскопического метода идентификации смеси «бензин – моторное масло» содержит 75 страниц текстового документа, ссылки на 29 использованных источников, 21 рисунок.

ПОЖАРНО – ТЕХНИЧЕСКАЯ ЭКСПЕРТИЗА, ИК – СПЕКТРОСКОПИЯ, БЕНЗИН, МОТОРНОЕ МАСЛО, ХЕМОМЕТРИКА.

Цель работы: установление качественного и количественного состава системы бензин – моторное масло методом ИК – спектроскопии.

Для достижения цели решали следующие задачи:

- Определить спектр «чистых» компонентов;
- Создать смеси в различных соотношениях;
- Определить спектры смесей;
- Сравнить спектры исходных образцов со спектром смеси;
- Разработать методику идентификации.

В результате получены ИК – спектры бензина и моторного масла, а также их смесей в различных соотношениях, построены зависимости. Установлен количественный состав проверочного образца, используя данные зависимости, и проведены оценки некоторых параметров.

Данный подход позволяет проводить качественное и количественное определение компонентов в смеси бензина и моторного масла в рамках пожарно – технической экспертизы.

СОДЕРЖАНИЕ

Введение.....	5
1 Теоретическая часть.....	7
1.1 Объекты исследования.....	7
1.1.1 Бензин	8
1.1.2 Моторное масло.....	11
1.1.3 «Коктейль Молотова».....	14
1.2 Методы исследования.....	18
1.2.1 Спектральный качественный анализ.....	20
1.2.1.1 Инфракрасная спектроскопия.....	21
1.2.1.2 Пробоподготовка.....	24
1.2.1.3 Спектроскопия в пожарно – технической экспертизе.....	25
1.2.2 Люминесцентный качественный анализ.....	29
1.2.3 Хроматографический анализ.....	30
1.2.4 Газоанализаторы.....	35
2 Методика эксперимента.....	39
2.1 Образцы, исследуемые в работе.....	39
2.2 Оборудование, использованное в работе.....	41
3 Результаты исследования.....	43
3.1 Моторное масло.....	43
3.2 Бензин АИ-92.....	44
3.3 Смесь «бензин – моторное масло».....	47
3.4 Построение зависимости и определение концентраций компонентов смеси.....	49
4 Безопасность жизнедеятельности.....	56
4.1 Общая характеристика объекта.....	56
4.2 Санитарные требования к помещению.....	57
4.3 Требования безопасности при работе за компьютером.....	58
4.4 Микроклимат.....	59

4.5	ПДК вредных веществ в воздухе рабочей зоны.....	60
4.6	Система вентиляции.....	61
4.7	Система освещения.....	62
5	Экономическое обоснование работы.....	64
5.1	Смета затрат на проведение исследований.....	64
5.2	Определение экономического результата исследования.....	68
	Заключение.....	69
	Список сокращений.....	70
	Список использованных источников.....	71

ВВЕДЕНИЕ

Пожар – явление, вероятность возникновения которого во все времена остается высокой. Соблюдение мер пожарной безопасности позволяет снизить эту вероятность. Однако если пожар уже возник, то кто же будет устанавливать очаг пожара, развитие пожара в пространстве и времени, а также взаимодействие источника зажигания с горючим веществом? Этими и другими вопросами занимается пожарно – техническая экспертиза.

Несомненно, экспертизы по делам о пожарах относят к сложным видам криминалистического исследования. Предметом исследования пожарно – технической экспертизы являются данные о явлениях, обстоятельствах и, конечно же, причинно – следственных связях, при которых возник пожар, его развитие, тушение и последствия. Каждый предмет в пределах данной зоны подвергается воздействию огня. Злоумышленники не даром считают поджог лучшим способом замести следы содеянного.

Так или иначе, анализ места пожара способен дать квалифицированному специалисту много важной информации. Информация, которая может позволить обнаруживать следы сгоревших веществ, а также характер термических поражений конструкций и материалов, их свойства. Данные остатки способны помочь обнаружить место возникновения пожара, и установить причину пожара. Специалисту необходимо представление о процессах, происходящих на пожаре, взаимодействие структуры и изменение свойств обугленных остатков с условиями горения. Также исследующему пожар эксперту понадобятся представления о возможных методах анализа термически пораженных веществах и материалов, о характере информации, которая может быть при этом получена, и конечно, как следует эту информацию трактовать.

Один из способов отнесения вещества к тому или иному классу, то есть его идентификация, является метод инфракрасной спектроскопии. Благодаря ряду достоинств это наиболее оптимальный метод, которым пожарно - технический эксперт сможет пользоваться.

Какую же смесь используют для поджогов? Инициаторами горения может быть использована специальная смесь, помимо ЛВЖ и ГЖ. Но, как правило, злоумышленники используют легкодоступные смеси. Используют распространенный бензин, так как он является легковоспламеняющейся жидкостью, и моторное масло – для вязкости, чтобы смесь длительное время горела.

Целью дипломной работы является разработка методики идентификации, и определения количественного состава смеси на основе инфракрасного спектроскопического метода в области пожарно – технической экспертизы.

1 ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

1.1 Объекты исследования

По статистике за 2017 год уже произошло 31665 пожаров [25]. Среди них по причине поджога произошло 2316 пожаров, по причине взрывов – 16, а из – за самовозгорания веществ и материалов – 63.

Традиционно инициаторами горения для поджога и розжига могут выступать не только ЛВЖ и ГЖ, но могут быть использованы специальные смеси. Как правило, злоумышленники используют легкодоступные смеси, к которым можно отнести «коктейль Молотова». Самым распространенным вариантом «коктейля» считается смесь из бензина и моторного масла в различных соотношениях. Бензин является легковоспламеняющимся веществом, а моторное масло добавляется для вязкости смеси, для того, чтобы бензин быстро не стекал по поверхности и длительно горел.

В определенных соотношениях бензин – моторное масло применяется в качестве топлива для двухтактных двигателей внутреннего сгорания, в частности, бензопил и в бензокосилок. Любому человеку не составит труда слить ее из аппарата и использовать для поджога. Поэтому возникает необходимость определения, что представляет смесь «бензин – моторное масло», и применяли ли именно ее на каком либо пожаре.

Основная задача пожарно – технической экспертизы при исследовании следов поджога:

- выявить зажигательное вещество,
- идентифицировать его,
- сформировать доказательную базу.

Рассмотрим бензин и моторные масла подробнее.

1.1.1 Бензин

Бензин является горючей смесью легких углеводородов с температурой кипения от 33 до 205°C, в зависимости от примесей, а также с температурой вспышки ниже 20°C.

Бензин относится к третьему классу опасности – умеренно опасные вещества. Предельно допустимая концентрация в атмосфере до 10 мг/м³.

Одним из показателей качества бензина является октановое число.

Октановое число – характеристика, показывающая детонационную стойкость топлива, то есть неконтролируемое горение. Скорость распространения пламени при детонации равна 2000 м/с, когда при нормальном давлении – 40-50 м/с. Октановое число является показателем, как сгорает топливо, как если бы сгорала смесь, состоящая из н-гептана и изооктана (2, 2, 4 – триметилпентан), октановое число которых равно 0 и 100, соответственно.

Октановое число определяется:

-исследовательским методом – считается, что определяется в мягких условиях, работа двигателя при частичной нагрузке, в режиме городской езды;

-моторный метод – более жесткие условия, езда за городом, режим двигателя на максимальных мощностях.

Октановое число зависит от следующего:

- от химического состава топлива (чем больше в бензине алканов изостроения, чем больше ароматических углеводородов, но при технологических условиях содержание бензола не более 1%, остальные не более 30%, тем выше октановое число);

-от присадок (от специальных антидетонационных присадок (фероцен) от них отказались, так как железо не может сгорать полностью, а остается в виде ржавчины. Используют эфиры и монометиламин).

Для повышения октанового числа применяют крекинг и риформинг, в которых преобразуются линейные цепочки n-алканов, являющиеся основной составляющей прямогонного бензина, в разветвленные алканы и ароматические соединения соответственно.

В России автомобильные бензины выпускают по ГОСТ 2084-77, ГОСТ Р 51105-97, ГОСТ Р 51866-2002, и ТУ 251-001-02150839-2015.

Бензины автомобильные подразделяются на летние и зимние. В зимних бензинах содержатся больше низкокипящих углеводородов.

Также изготавливают бензины – растворители. Это легкокипящие продукты каталитического риформинга или прямой перегонки малосернистой нефти (ГОСТ 443-76). Также используют в качестве растворителя для приготовления резиновых клеев при производстве печатных красок, мастик, для обезжиривания электрооборудования, тканей, кожи, поверхности металлов перед нанесением покрытий, для промывки арматуры.

Особенно распространён бензин-растворитель для лакокрасочной промышленности — Уайт-спирит.

Влияние на здоровье человека.

Вдыхание паров бензина очень опасно для человека, может вызывать острые и хронические отравления.

При вдыхании небольших концентраций паров бензина наблюдаются симптомы, похожие на алкогольную интоксикацию: психическое возбуждение, эйфория, головокружение, тошнота, слабость, рвота, покраснение кожных покровов, учащение пульса. В более тяжёлых случаях могут отмечаться галлюцинации, обморочные состояния, судороги, повышенная температура.

Хроническое отравление бензином выражается в повышенной раздражительности, головокружении, поражении печени и ослаблении сердечной деятельности.

Попадание бензина в лёгкие, при засасывании его в шланг, используемый как сифон с целью слива из бака, может привести к развитию «бензиновой пневмонии»: появляются боли в боку, одышка, кашель с ржавой мокротой, повышение температуры.

Необходимо произвести первую помощь при отравлениях. Необходимо вынести пострадавшего на свежий воздух, уложить на горизонтальную поверхность. Определить пульс и дыхание, если они есть. Если человек в обмороке, то необходимо дать ему понюхать нашатырь и выпить чай. Если нет дыхания, то нужно сделать искусственное дыхание.

1.1.2 Моторное масло

Моторные масла применяются для смазывания поршневых и роторных двигателей внутреннего сгорания.

Все современные моторные масла состоят из базовых масел и присадок, которые улучшают их свойства. В качестве базовых масел обычно используют дистиллятные и остаточные компоненты различной вязкости (углеводороды), их смеси, углеводородные компоненты полученные гидрокрекингом и гидроизомеризацией, а также синтетические продукты (поли-альфа-олефины и эфиры). Большинство всесезонных масел получают путём загущения маловязкой основы макрополимерными присадками.

Моторное масло выполняет свои функции так, что надёжно обеспечивает заданный ресурс двигателя, при точном соответствии его свойств тем термическим, механическим и химическим воздействиям, которым масло подвергается в смазочной системе двигателя и на поверхностях смазываемых и охлаждаемых деталей.

Требования, предъявляемые к маслам:

- высокие моющие, диспергирующе-стабилизирующие способности по отношению к различным нерастворимым загрязнениям, обеспечивающие чистоту деталей двигателя;
- высокие термическая и термоокислительная стабильности позволяют использовать масла для охлаждения поршней, повышать предельный нагрев масла в картере, увеличивать срок замены;
- достаточные противоизносные свойства, обеспечиваемые прочностью масляной пленки, нужной вязкостью при высокой температуре и высоком градиенте скорости сдвига, способностью химически модифицировать поверхность металла при граничном трении и нейтрализовать кислоты, образующиеся при окислении масла и из продуктов сгорания топлива,
- отсутствие коррозионного воздействия на материалы деталей двигателя как в процессе работы, так и при длительных перерывах;

- стойкость к старению, способность противостоять внешним воздействиям с минимальным ухудшением свойств;
- пологость вязкостно-температурной характеристики, обеспечение холодного пуска, прокачиваемости при холодном пуске и надежного смазывания в экстремальных условиях при высоких нагрузках и температуре окружающей среды;
- совместимость с материалами уплотнений, совместимость с катализаторами системы нейтрализации отработавших газов;
- малая вспениваемость при высокой и низкой температурах;
- малая летучесть, низкий расход на угар (экологичность).

Для двухтактных бензиновых двигателей применяются специально предназначенные для них масла.

Отечественная классификация моторных масел отражена в ГОСТ 17479.1-85. Сейчас эта классификация применяется очень ограниченно.

Одним из свойств моторного масла является его вязкость и зависимость от температуры окружающего воздуха в момент холодного пуска зимой до максимальной температуры масла в двигателе при максимальной нагрузке летом.

Описание соответствия вязкостно – температурных свойств масел требованиям двигателей содержится в классификации SAE J300. Данная классификация моторные масла подразделяет на 17 классов от 0W до 60: 8 зимних (0W, 2,5W, 5W, 7,5W, 10W, 15W, 20W, 25W) и 9 летних (2, 5, 7,5, 10, 20, 30, 40, 50, 60) классов вязкости. «W» означает «winter» - масло приспособлено к работе при низкой температуре. Данное значение температуры говорит о минимальной температуре, при которой безопасный пуск двигателя возможен.

А всесезонные масла обозначают сдвоенным номером: первый указывает максимальное значение динамической вязкости масла при отрицательных температурах и гарантирует пусковые свойства, второй – определяет характерный диапазон кинематической вязкости при 100°C и

динамической вязкости при 150°C, для соответствующего класса вязкости летнего масла.

Показатели низкотемпературной вязкости:

0W — используется при температуре до -35 °C;

5W — используется при температуре до -30 °C;

10W — используется при температуре до -25 °C;

15W — используется при температуре до -20 °C;

20W — используется при температуре до -15 °C.

Показатели высокотемпературной вязкости нельзя просто перевести на понятный автолюбителю язык. Высокотемпературная вязкость – это сборный показатель, который указывает на минимальную и максимальную вязкость масла при рабочих температурах 100 – 150°C. Чем больше это число. Тем выше вязкость моторного масла при высоких температурах.

В зависимости от способа получения основы и химического состава моторные масла делятся на минеральные (нефтяные) и синтетические.

Минеральные – производятся из нефти посредством перегонки с кислотной или селективной очистки масляных фракций, синтетические – органическим синтезом, но с глубокой переработкой нефтепродукта. Органическим синтезом получают разные соединения, поэтому синтетические масла отличаются по своему составу. Существуют масла на основе полиальфаолефинов (ПАО), полиорганосилоксанов (силиконов) гликолей, сложных эфиров.

Существуют также минеральные масла, которые прошли дополнительную обработку гидрокрекингом, называемые *Synthetic technology*. По качеству они приближены к синтетическим.

Также есть полусинтетические масла - *Semi-synthetic, Part-synthetic*. Основа получена путем добавления в минеральное масло компонентов, полученных путем органического синтеза. На деле же, данное масло является минеральным с добавлением синтетических компонентов.

1.1.3 «Коктейль Молотова»

Бутылки с зажигательной смесью часто называют «коктейлем Молотова». Имеет обычную конструкцию – стеклянную бутылку, которая содержит горючую жидкость, и запал.

Финский «коктейль» разработал капитан Куиттинен в 1939 году. Это была обычная стеклянная бутылка, наполненная бензином, с прикрученным к ней куском ткани. Но данная конструкция имела недостатки: жидкость не прилипала к цели и стекала с ней слишком быстро, горящая ткань делала бросавшего легко заметным. При решении проблем, решили добавлять гудрон, это позволяло создать больше дыма при возгорании.

Название «коктейль Молотова» произошло от имени председателя Совнаркома и министра иностранных дел СССР В.М.Молотова. По версии, во время русско – финской войны 1939 – 1940 гг., бутылки изготавливались на финских заводах по приказу властей с формулировкой: «Нам нужна жидкость, которая долго горит и не тухнет» против русских танков.

Зажигательные вещества делятся на группы:

- 1) Зажигательные смеси на основе нефтепродуктов (напалмы);
- 2) Металлизированные зажигательные смеси на основе нефтепродуктов (пирогели);
- 3) Термит и термитные зажигательные составы (смеси алюминиевого порошка и железной окалины).

Также к смесям добавляют пластифицированный фосфор, как дымообразующее вещество и как самовоспламеняющееся на воздухе.

Жидкие зажигательные смеси на основе нефтепродуктов представляют смесь бензина с моторными топливами, дизельным топливом и смазочными маслами. Достоинством данной смеси является простота приготовления, доступность исходных продуктов, устойчивость при хранении.

Вязкие смеси представляют собой студнеобразные вещества, состоящие из жидкого горючего и загустителя. Загуститель состоит из трех

кислот: нафтеновой, пальмитиновой и олеиновой. И называется он напалмом от начальных букв этих кислот. При горении напалм насыщает воздух ядовитыми раскаленными газами, что усугубляет тяжесть поражения людей и затрудняет его тушение. Температура горения напалма – 800 – 1100 °С.

Металлизированные зажигательные смеси – пирогеи, являются вязкими, загущенными огнесмесями. При их горении образуется шлак, способный прожигать тонкий металлический лист, обугливать живые ткани и древесины, затекать внутрь боевой техники. Температура горения – 1200 - 1600°С. Пирогеи превосходят напалм по своим боевым свойствам, но они сложны в производстве, что ограничивает масштабы их применения.

Пирогеи – металлизированные зажигательные вещества на основе нефтепродуктов. Представляю напалмы с добавлением порошков щелочных металлов (магния, натрия), повышающие температуру горения до 1600°С. Горит с выделением большого количества черного дыма, прожигает тонкий слой металла, обугливает древесину и создает устойчивый очаг пожар. Во влажных местах способна самовоспламеняться. Его нельзя потушить водой, так как натрий и щелочные металлы бурно реагирует с ней, разлагая воду и самовоспламеняясь.

Состав и область применения напалма представлена в таблице 1.1.

Таблица 1.1 – составы и средства применения различных напалмов

Наименование смеси	Жидкое горючее	Шифр загустителя и добавок	Состав загустителя и содержание его в смеси с добавками	Средства применения, назначение
Напалм1 (NP1)	Бензин	M1 (M4)	Смесь алюминиевых солей:пальмитиновых (50%),нафтеновых(25%) ,олеиновых(25%). Загустителя – 4-8%	Авиационные зажигательные бомбы и напалмовые баки, ранцевые и механизированные танковые огнеметы
Напалм 2 (NP2)	Бензин	M2	Загуститель M1 95%, обезвоженный силикагель 5%. Загуститель – 3-6%	Для снаряжение авиационных бомб
Напалм 3 (NP3)	Керосин	M1 (M4)	Состав как в напалме 1. Загустителя – 3-4%	Зажигательные патроны
Напалм ИМ (IM)	Бензин	Смесь	Напалм ИМ бензин смесь:изобутилметакрилат 50%, стеариновая кислота 30%, окись кальция 20%. Загустителя 10-11%	Авиационные зажигательные бомбы
PT1	Бензин, керосин	Изобутилметакрилат в смеси с пастой(окись магния, уголь, нефтяной дистиллат и асфальт), магниевыми стружками, нитрат натрия	64-67%	То же
Напалм - В	Бензин и бензол	Полистерол	Загустителя полистерола 50%	Напалмовые баки
ТРА	триэтилалюминий	Полиизобутилен	Загустителя 6%	Зажигательные наряды и гранаты

Зажигательные вещества на основе термита (от греч. жар, тепло) являются механической смесью алюминиевого порошка Al или гранул – 25% и железной окалины, окиси железа – 75%. Имеет высокую температуру горения до 3000°C, способны гореть при отсутствии кислорода воздуха, так как он входит в состав компонентов вещества и без пламени. Брикет термита по цвету и структуре напоминают серый чугун. Расплавленный термит прожигает листы стали и железа. При данной температуре растрескивается бетон и кирпич. Лучшее средство для тушения – сухой песок.

1.2 Методы исследования

Идентификация неизвестных веществ и их смесей – это задача, которая возникает в различных областях науки, промышленности и т.п. Очевидно, что каждая конкретная задача требует конкретного выбора метода анализа и способов идентификации. На практике реализации пожарно – технической экспертизы существуют химические и физические методы качественного анализа. Среди многих методов исследования строения веществ, которые применяются для идентификации неизвестных веществ, смесей и примесей, наиболее универсальным является метод инфракрасной спектроскопии. Его достоинства заключаются в высокой информативности ИК – спектра, минимальном уровне требования к образцу, небольшая масса, любое агрегатное состояние, неразрушающее действие ИК – излучения.

В чем проявляется универсальность метода ИК – спектроскопии? Каковы ее ближайшие «конкуренты» по решению задачи идентификации неизвестных веществ и смесей?

Существует метод идентификации при разделении смеси на компоненты. Так осуществляются химический метод анализа. Для определения состава вещества необходимо отделить определяемую часть от посторонних примесей и выделить ее в чистом виде. Иногда это трудная и даже невыполнимая задача. Кроме того, чтобы определить количество примесей, которые содержатся в веществе, необходимо брать большие пробы. Недостатки очевидны, поэтому будем учитывать специфику и сужать условия до более жестких. Необходима идентификация компонентов в смеси без предварительного разделения.

Близкими по информативности к ИК – спектроскопии являются методы масс – спектрометрии, ядерного магнитного резонанса высокого разрешения, люминесцентный и хроматографический качественные анализы.

Масс – спектрометрический метод основан на определении отдельных ионизированных частиц, которые отклоняются электромагнитным полем в

зависимости от отношения их массы к заряду. Данный метод может превосходить метод ИК – спектроскопии, хотя бы по минимальному количеству образца. Масс – спектрометрический метод затруднителен в прямом анализе нелетучих веществ, из рассмотрения выпадают полимеры.

Метод ядерного магнитного резонанса требует большего количества образца, нежели ИК – спектроскопия. Главным условием является то, чтобы образец был жидким или нацело растворим в растворителе.

Таким образом, ИК – спектрометрический метод более полезен для идентификации смесей веществ:

- высокая информативность, т.е. возможность с высокой степенью вероятности идентификации вещества в смеси;
- необходимое для одного анализа количество пробы находится в пределах нескольких миллиграммов;
- возможность регистрации спектра смеси в виде жидкости, в твердом состоянии, суспензии, эмульсии, газовой фазы.

Рассмотри люминесцентный качественный анализ и хроматографический метод и разберем, в чем же состоят их достоинства и недостатки.

1.2.1 Спектральный качественный анализ

Спектроскопия – это раздел физики, который основан на изучении спектров электромагнитного излучения.

Спектральный анализ основан на наблюдении спектров испускания и излучения, элементов, которые входят в состав исследуемого вещества.

В спектральных приборах происходит разложение в спектр света с различными длинами волн, который испускает накаленный образец в пламени вещества.

В зависимости от способа наблюдения спектра данные спектральные приборы называют спектрометрами, с помощью которых ведется визуальное наблюдение спектра, также есть спектрографы, они в свою очередь фотографируют спектры.

Совокупность этих разделенных линий называют спектром. Спектр характеризуется определенной длиной волны (λ), или частотой колебаний (ν). Именно данные характеристики и дают возможность судить о наличие элемента в исследуемом веществе, а интенсивность линий указывает на их количественное содержание.

Цвет света зависит от длины волны: наибольшая длина волны видимого света соответствует красному цвету, а наименьшая – фиолетовому.

Для измерения длин волн применяют единицы:

$$1 \text{ микрон (мк)} = 0,001 \text{ мм} = 10^{-4} \text{ см};$$

$$1 \text{ миллимикрон (ммк)} = 0,001 \text{ мк} = 10^{-7} \text{ см};$$

$$1 \text{ ангстрем (Å)} = 0,1 \text{ ммк} = 10^{-9} \text{ см}.$$

Спектральный анализ имеет надежные результаты и одним из преимуществ является то, что не требуется предварительное разделение элемента. Кроме этого, при проведении спектрального анализа не требуется много времени и достаточно небольшого количества испытуемого вещества (несколько миллиграммов).

Спектральный метод применяется в металлургической и других отраслях промышленности, в химическом, геологоразведочном деле и других областях науки и техники.

1.2.1.1 Инфракрасная спектроскопия

Один из разделов спектроскопии называется инфракрасная спектроскопия. ИК – спектроскопия – раздел, который изучает взаимодействие инфракрасного излучения с веществами.

При пропускании ИК – излучения через вещество происходит возбуждение молекул или их отдельных фрагментов колебательными движениями. При этом у света, прошедшего через образец, понижается интенсивность. Но поглощение происходит не во всем спектре падающего излучения, а только в тех длинах волн, энергия которых соответствует энергиям возбуждения колебаний в молекулах. Следовательно, длина волны или частота, соответствующая максимальному поглощению ИК – излучения, свидетельствует о наличии в молекулах образца тех или иных функциональных групп.

Разберем подробнее принцип действия.

В спектроскопии поглощения происходит следующее. Молекула поглощает фотоны определенной энергии, которая связана с частотой электромагнитной волны через постоянную Планка:

$$E_p = h\nu, \quad (1.1)$$

При поглощении фотона происходит возбуждение, то есть увеличение энергии молекулы: она переходит из основного колебательного состояния E_1 в возбужденное колебательное состояние E_2 так, что энергетическая разница между уровнями равна энергии фотона.

$$E_2 - E_1 = \Delta E = h\nu, \quad (1.2)$$

Схема представлена на рисунке 1.1.

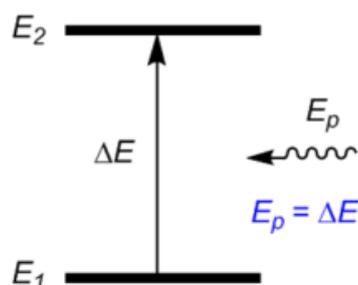


Рисунок 1.1 – Поглощение фотона молекулой

Энергия поглощенного ИК – излучения расходуется на возбуждение колебательных переходов для веществ в конденсируемом состоянии. Для газов – приводит к колебательным и вращательным переходам.

Существует несколько областей испускания длин волн: ближняя ИК – область – $14000 - 4000 \text{ см}^{-1}$, средняя ИК – область – $4000 - 400 \text{ см}^{-1}$, дальняя ИК – область – $400 - 10 \text{ см}^{-1}$. Поглощение излучения описывается законом Бугера – Ламберта – Бера, который определяет ослабление параллельного монохроматического пучка света при распространении его в поглощающей среде. При построении получается спектр в зависимости пропускания (T - *transmittance*, %) или оптической плотности (D , англ. *optical density*) от длины волны, частоты или волнового числа.

Закон выражается формулой 1.3.

$$I(l) = I_0 \cdot e^{-k\lambda l}, \quad (1.3)$$

где $I(l)$ – интенсивность света, прошедшего слой вещества толщиной l ,

I_0 – интенсивность света на входе в вещество,

k_λ – показатель поглощения.

Инфракрасная спектроскопия применяется достаточно широко в пожарно – технической экспертизе для анализа номенклатуры материалов – от неорганических строительных до обгоревших остатков древесины, лакокрасочных покрытий, полимеров, а также для окалины [22].

У органических соединений колебательные спектры имеют сложную структуру и содержат большое число полос разной формы и интенсивности. Установлено, что наличие тех или иных полос в определенной области спектра говорит о наличии в молекуле соответствующих им функциональных групп. Но также в спектрах органических соединений присутствуют полосы поглощения, которые сложно отнести к конкретным колебаниям.

Колебания связей $X - H$, где X – это C , O или N , описывают как колебания двухатомной молекулы, поэтому эти колебания проявляются приблизительно в одной области частот. Так например, для связи $C-H$ наблюдается частота в 3000 см^{-1} .

Для связей $X - X'$, где например, $C - O$, частота колебаний ниже и соответствует 1150 см^{-1} . Аналогично для кратных связей. Например, силовая постоянная связи $C=O$ выше, чем для связи $C - O$, то есть частота ее колебаний 1600 см^{-1} . Тройные связи прочнее двойных и их колебания наблюдаются в диапазоне $2300 - 2100\text{ см}^{-1}$.

Силовые постоянные для деформационных колебаний ниже, чем для валентных, поэтому они проявляются при более низких частотах. Например, колебания групп XH_2 попадают в область 1500 см^{-1} , групп X_2H — в область от 1500 до 1000 см^{-1} , а групп XYZ (все атомы относительно тяжёлые) — в область ниже 1000 см^{-1} .

Таким образом, спектр можно разделить на четыре области:

- $3600—2800\text{ см}^{-1}$ — область валентных колебаний $X-H$;
- $2800—1800\text{ см}^{-1}$ — область колебаний тройных связей либо других относительно редких групп;

- 1800—1500 см^{-1} — область колебаний двойных связей;
- ниже 1500 см^{-1} — область отпечатков пальцев.

1.2.1.2 Пробоподготовка

Как же подготавливают образцы для снятия их спектра?

У жидких веществ регистрация спектров осуществляется из тонких пленок, которые расположены между стеклами материалов, пропускающих ИК – излучение. Для органических соединений применяют бромид калия, фторид бария. Следующий прием, с помощью которого можно записать спектр жидких веществ, является растворение их в растворителе. Вода для этого не подходит, так как она несовместима с оптическими материалами и сильно поглощает ИК – излучение. Обычно используют растворители, состоящие из симметричных молекул, так как они дают минимальное число полос в ИК – спектре. Например, сероуглерод и четыреххлористый углерод.

Для того, чтобы получить спектр твердых веществ, их необходимо измельчить в мелкий порошок и диспергировать в матрице. В качестве матрицы используют бромид калия в количестве до 300 мг. Затем смешивается с образцом (1-2 мг), растирается и прессуется ручным гидравлическим прессом в таблетку, толщиной 1 мм и диаметром 15 мм. Перед использованием бромид калия нагревают до 40°C. Это делается для того, чтобы не конденсировалась вода, которая проявляется в спектре в виде полос при 3450 и 1640 см^{-1} .

Преимущество данного способа в том, что в области выше 400 см^{-1} бромид калия не поглощает. Также в виде раствора на стекло наносят растворимые вещества, а после удаляют под ИК – лампой.

Также твердые тела можно готовить с помощью растирания в ступке с несколькими каплями вазелинового масла. Примесными сигналами являются сигналы СН_3 - и СН_2 - групп, наблюдаемые в области 3000 см^{-1} .

Для измерения газообразных веществ требуется более длинный оптический путь, 10 см при высокой концентрации. У газообразных веществ особенностью спектроскопии является проявление вращательного движения молекул, и уширения спектральных линий вследствие теплового движения и соударения частиц. Но проблема заключается в том, что из – за большой длины оптического пути начинает играть роль расходимости светового пучка, вследствие чего между краевыми и центральными лучами пучка возникает дополнительная разность хода.

1.2.1.3 Спектроскопия в пожарно – технической экспертизе

Причиной пожара может служить неаккуратное обращение с огнем, поджог, человеческий фактор, да и сама природа может сыграть с нами в злую шутку. Для того, чтобы обнаружить причину необходимо специалисту из пожарно – технической экспертизы провести исследования.

На заводах, АЗС, наливных станциях и нефтебазах используются легковоспламеняющиеся жидкости и горючие жидкости. Необходимы меры предосторожности на таких объектах. Но случаев с разливом нефтепродукта, в том числе с поджогом, не избежать.

Исследование экстрактов ЛВЖ и ГЖ с объектов, изъятых с места пожара, методом ИК – спектроскопии прописано в техническом обеспечении расследовании поджогов.

ИК – спектр проб с остатками ЛВЖ может быть получен в ИК – спектрометре, при этом с малым количеством вещества. Съемку проводят в растворе тетрахлорулерода, так как ограниченное количество возможных полос поглощения, в диапазоне $820-720\text{ см}^{-1}$.

Как уже говорилось выше, анализ ИК – спектра поглощения выявляет функциональный состав веществ в исследуемой пробе. Определенным структурным группам молекулы соответствуют полосы поглощения при

определенных частотах ИК – спектра. Принадлежность устанавливают с помощью таблиц характеристических частот.

Для интерпретации ИК – спектров ЛВЖ и ГЖ используют следующие полосы поглощения:

- 3100 – 3500 см^{-1} – ОН-группы кислотного и спиртового характера;
- 3070 – 3100 см^{-1} – СН-связи ароматического характера;
- 2940 – 2960 и 1360 – 1380 см^{-1} – СН_3 -группы;
- 2860 – 2870 и 1440 – 1470 см^{-1} – СН-связи алифатического характера;
- 1720 – 1750 см^{-1} – $\text{C}=\text{O}$ карбонильная группа;
- 1600 см^{-1} – ароматические структуры бензольного ряда;
- 1220, 1160, 1120 см^{-1} – алифатические эфиры.

Полосы поглощения сложных эфиров, а также карбонильных соединений проявляются при анализе выгоревших нефтепродуктов, так как образуются в результате окисления углеводородов в условиях пожара.

На рисунках 1.2 – 1.5 указаны ИК – спектры товарных ЛВЖ и ГЖ в жидком виде.

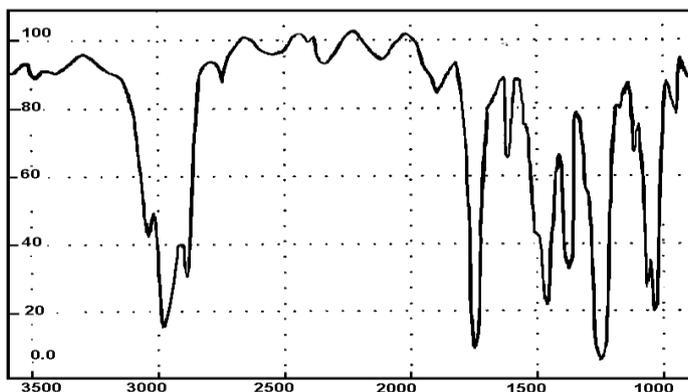


Рисунок 1.2 – ИК – спектр растворителя №646

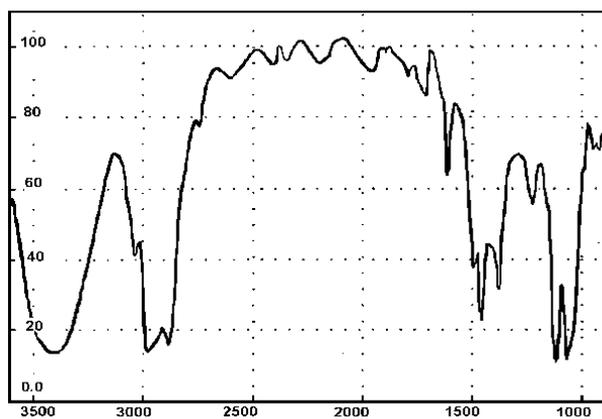


Рисунок 1.3 – ИК – спектр растворителя №649

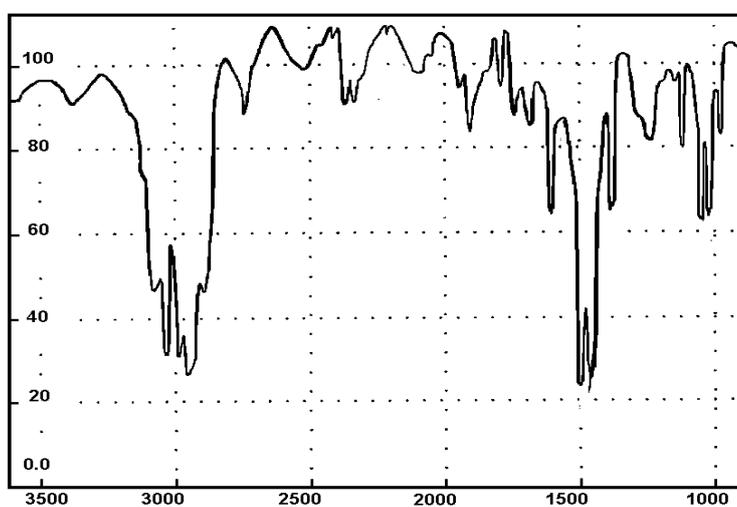


Рисунок 1.4 – ИК – спектр бензина

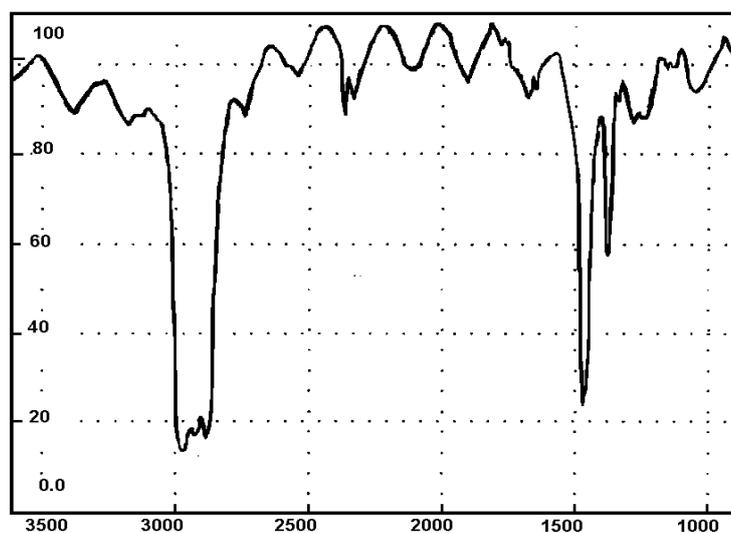


Рисунок 1.5 – ИК – спектр растворителя «Нефрас»

На ИК – спектрах фиксировались полосы поглощения в областях: 2960 и 1380 см^{-1} – для CH_3 -группы, 2870 и 1440 см^{-1} - CH -связи алифатического характера.

Также обнаруживаются кислородсодержащие органические жидкости по спектрам. Скипидар, масла имеют полосы поглощения карбонильных групп, которые выражены в интервале 1700 – 1800 см^{-1} . Жиры, сложные эфиры глицерина и жирных кислот, имеют полосу в интервале 1100 – 1300 см^{-1} .

Нефтепродукты, как светлые, так и масла, имеют характерные две полосы в интервале 1450 – 1350 см^{-1} . В бензинах, в которых содержатся ароматические углеводороды, имеется полосы 3000 и около 1600 см^{-1} . Но вот например керосин осветительный, дизельное топливо, то есть светлые нефтепродукты, представленные на рисунке 1.6, этих полос не имеют. Именно по этому признаку они отличаются от бензинов. При исследовании выгоревших нефтепродуктов дифференциация внутри класса, например, определение конкретной марки бензина, невозможна, из – за того, что изменилось соотношение характеристических полос в спектре.

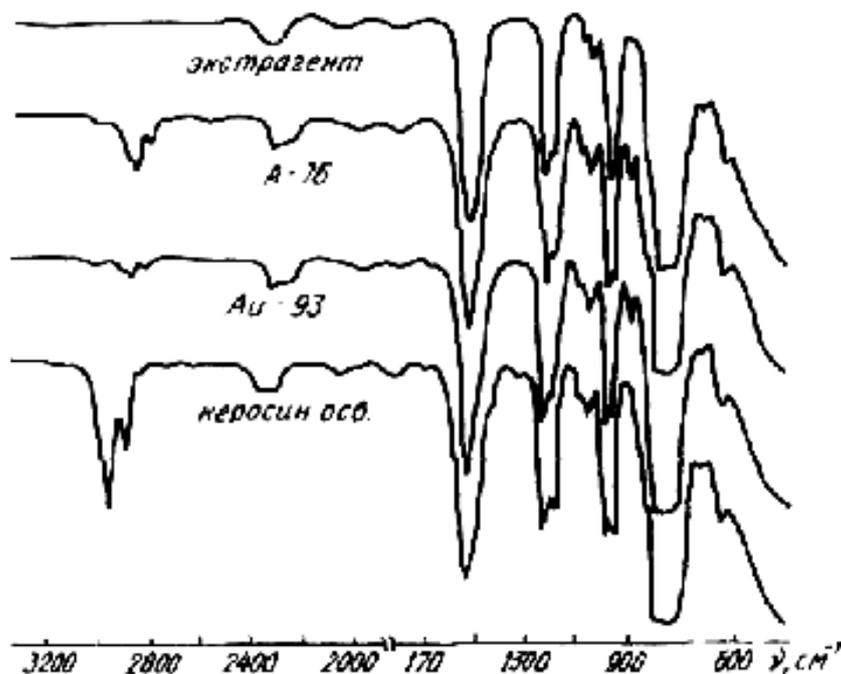


Рисунок 1.6 – Спектры нефтепродуктов

1.2.2 Люминесцентный качественный анализ

Люминесцентный анализ основан на наблюдении люминесценции, то есть излучения света, веществ, которые вызывают действием ультрафиолетовых лучей. Метод применяется для анализа природных органических соединений, минералов, медицинских препаратов.

Для возбуждения свечения, вещество или его раствор облучают ультрафиолетовыми лучами. При этом атомы, поглотив количество энергии, переходят в возбужденное состояние. Это состояние имеет большой запас энергии, нежели нормальное состояние вещества. При переходе вещества от возбужденного состояния к нормальному, возникает люминесценция за счет избыточной энергии.

Люминесценцию, которая очень быстро затухает после прекращения облучения, называют флуоресценцией.

Наблюдая характер свечения, либо измеряя его интенсивность или яркость люминесценции соединения или его растворов, судят о составе анализируемого вещества.

Флуоресцентный анализ определяет не только качественный, но и количественный анализ. Качественный анализ осуществляют по цвету флуоресцентного излучения, количественный – по интенсивности.

К флуоресценции способны органические вещества, которые содержат систему сопряженных π -связей. Способен определить продукт, в которых содержатся бензольной кольцо, ароматические соединения.

На практике количественного анализа вместо выхода флуоресценции определяют интенсивность флуоресцентного излучения. Между данной величиной и концентрацией существует зависимость, как и концентрацией и выходом флуоресценции. Повышение температуры ведет к уменьшению выхода флуоресценции, называемое температурным гашением флуоресценции.

1.2.3 Хроматографический метод анализа

Хроматографический метод анализа был предложен в 1903г русским ученым М. С. Цветом. Суть метода заключается в избирательном поглощении (адсорбции) отдельных компонентов анализируемой смеси различными адсорбентами. Адсорбент – это твердое тело, на поверхности которого происходит поглощение адсорбируемого вещества.

Раствор смеси веществ, подлежащих разделению, пропускают через стеклянную трубку – адсорбционную колонку, заполненную адсорбентом, представленного на рисунке 1.7.

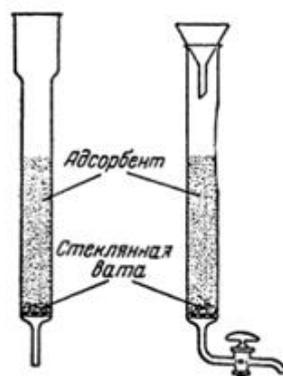


Рисунок 1.7 – Адсорбционные колонки

Из – за различной адсорбируемости и скорости передвижения веществ, компоненты смеси удерживаются на разной высоте столба адсорбента в виде отдельных слоев. Вещества, которые обладают большей способностью адсорбироваться, поглощаются в верхней части адсорбционной колонки, хуже адсорбируемые – располагаются ниже. Вещества, которые не способны адсорбироваться данным адсорбентом, проходят через колонку, не задерживаясь, и собираясь в фильтрате.

Если адсорбент бесцветен, а адсорбируемые вещества окрашены, то на столбе адсорбента появляются цветные зоны, образуя хроматограмму. Если адсорбируемые вещества бесцветны, то зоны, ими образованные, тоже

бесцветны. Тогда через колонку пропускают реактив, образующий окрашенные соединения.

Преимущество хроматографического метода анализа – применим, когда другие методы разделения смеси оказываются непригодными. Можно разделить малые количества веществ с очень близкими химическими свойствами. Данный метод прост в выполнении, и широко используется для разделения смесей неорганической и органической химии.

В зависимости от природы процесса, распределение сорбатов между подвижной и неподвижной фазами, различают несколько видов хроматографического метода анализа:

- Адсорбционную;
- Распределительную;
- Ионообменную;
- Осадочную.

Рассмотрим каждый вид подробнее.

Об адсорбционной хроматографии говорилось выше. Ее применяют для разделения неэлектролитов, паров и газов.

Распределительная хроматография рассматривает различия коэффициентов распределения (сорбируемости) компонентов в смеси между двумя несмешивающимися жидкостями. Неподвижная жидкость находится в порах пористого вещества – носителя, а подвижная – это растворитель, не смешивающийся с другой жидкостью. Последний пропускают через колонку с небольшой скоростью. Различные величины коэффициентов распределения обеспечивают неодинаковую скорость движения и разделения компонентов смеси. Отношение концентрации вещества подвижного растворителя к концентрации неподвижного и есть коэффициент распределения вещества. Обычно неподвижным растворителем служит вода. Носителем неподвижного растворителя вместо колонки являются полоски или листы фильтровальной бумаги.

Иногда один растворитель не может разделить все взятые вещества. Подбирают второй растворитель и разделение осуществляют двумерной хроматограммой. Полученная данным образом хроматограмму представляет собой совокупность цветных пятен, расположенных на поверхности бумаги.

Одним из видов распределительной хроматографии является газожидкостная хроматография, применяемая для разделения газов и паров жидкости. Неподвижной фазой используют малолетучие растворители, например, кремний, органические соединения, а подвижной – газообразные азот, водород, гелий, двуокись углерода.

В жидкостной хроматографии подвижной фазой является жидкость. В зависимости от агрегатного состояния неподвижной фазы жидкостную хроматографию делят на жидкостно – адсорбционную. Разделение происходит из – за различной способности адсорбироваться и десорбироваться с поверхности адсорбента. Жидкостно – жидкостная – распределение осуществляется за счет разной растворимости в подвижной фазе и неподвижной фазе. Ионообменная хроматография, разделение происходит за счет обратимого взаимодействия ионизирующихся веществ с ионными группами сорбента – ионита.

В газовой хроматографии подвижной фазой служит инертный газ, протекающий через неподвижную фазу с большой поверхностью. Этот метод используют для анализа газообразных, жидких и твердых веществ с молекулярной массой меньше 400, которые, в свою очередь, должны быть летучими, термостабильными, инертными. Газовую хроматографию используют как метод анализа органических соединений.

Прибор, на котором проводятся исследования в газовой хроматографии – газовый хроматограф, представленный на рисунке 1.8.

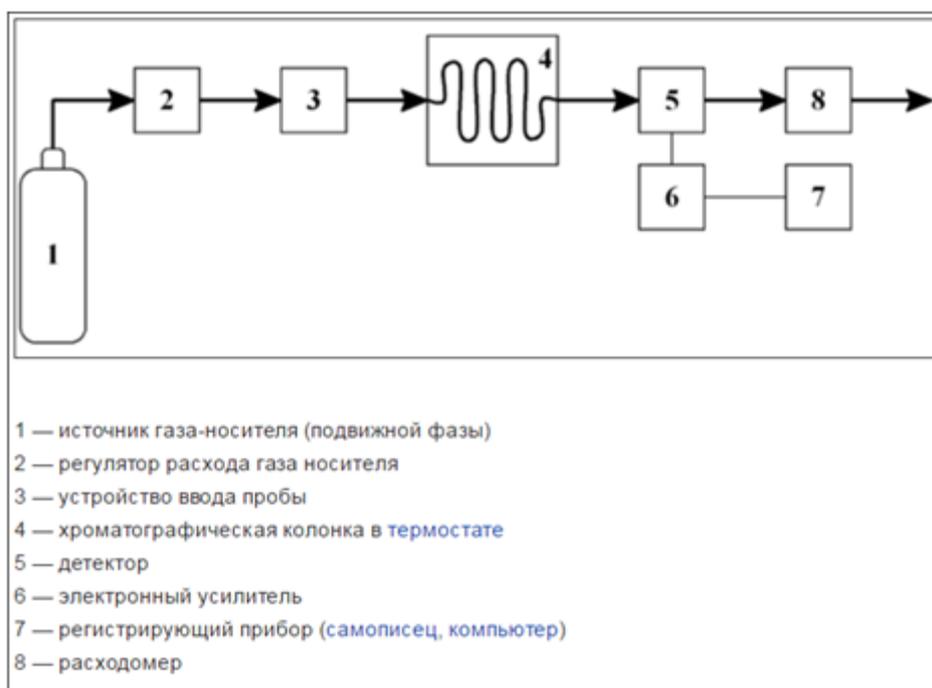


Рисунок 1.8 – Схема газового хроматографа

Источник газа – носителя – это 40 литровый баллон со сжатым или сжиженным газом, под давлением до 150 атмосфер, редуктором снижают давление на выходе до рабочего давления хроматографа (4 – 10 атмосфер). Используют гелий, аргон, азот, водород.

Регулятор расхода газа предназначен для контроля расхода газа в системе, и поддержки необходимого давления газа на входе в систему.

Устройство ввода пробы предназначено для подачи пробы смеси в хроматографическую колонку. Если анализ жидких проб, то предусмотрено совмещение с испарителем. Проба вводится в испаритель микрошприцом путем прокалывания эластичной прокладки. Температура испарителя выше температуры колонки на 50°C.

Хроматографические колонки подразумевают сосуды капиллярные и насадочные. Насадочные диаметром от 2 до 4 мм и длиной от 1 до 4 м. внутренний диаметр капиллярных колонок составляет – 0,15 – 0,53 мм, длина – 15 – 100 м. сосуды могут быть стеклянными, из нержавеющей стали, меди.

Детекторы предназначены для непрерывного измерения концентрации веществ на выходе из хроматографической колонки.

Еще один вид хроматографии – это осадочная хроматография. Она основана на различной растворимости осадков, образуемых компонентами смеси вместе с реактивами. Образовавшиеся осадки в зависимости от растворимости располагаются в последовательности по высоте колонки. Закрепление осадков происходит на колонке из – за удерживания осадков в порах носителя, поверхностного взаимодействия кристаллов осадка с зернами носителя и сорбции на носителе, вступившего в реакцию осадителя.

1.2.4 Газоанализаторы

Газоанализатор – это прибор для измерения качественного и количественного состава смесей газов. Бывают ручного и автоматического действия. Первые газоанализаторы были абсорбционными, в них компоненты газовой смеси последовательно поглощались различными реагентами. Автоматические газоанализаторы непрерывно измеряют физическую или физико – химическую характеристику газовой смеси.

Портативные газоанализаторы на базе фотоионизационных детекторов были использованы с 70 – 80 – х годов американскими специалистами для поисков на месте пожара остатков инициаторов горения.

Достоинством данного прибора считается то, что он оперативно может определить является ли причиной утечка нефтепродукта или поджог. А недостатком – то, что есть вероятность давать ошибочные сигналы.

Газоанализаторы не разделяют пробу как хроматографы. Фотоионизационный детектор обнаруживает в воздухе гамму газов и паров органических соединений, но не чувствителен к легким углеводородам $C_1 - C_3$, окиси и двуокиси углерода.

В Санкт – Петербурге АО «Химаналит» выпускает прибор АНТ – 2, имеющий 5 диапазонов измерения, габариты 195x105x60 мм, массу 1,3 кг, питание 12 В. Чувствительность прибора по бензолу – 0,5 мг/м³.

Газоанализатор представлен на рисунке 1.9.

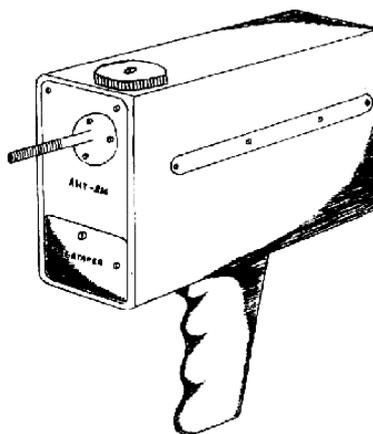


Рисунок 1.9 – Газоанализатор

Автоматические газоанализаторы по принципу действия могут быть разделены на группы:

- 1) Приборы, которые основаны на физических методах анализа, и включают вспомогательные химические реакции. Называются такие газоанализаторы объемно – манометрическими или химическими. С помощью них определяют изменение объема или давления газовой смеси в результате химических реакций.
- 2) Приборы, которые основаны на физических методах анализа, и включают вспомогательные физико – химические процессы (термохимические, электрохимические, фотоионизационные и др.). Термохимические – основаны на измерении теплового эффекта реакции каталитического окисления (горения) газа, применяется для определения концентраций горючих газов. Электрохимические – определяют концентрацию газа в смеси по значению электрической проводимости раствора, поглотившего этот газ. Фотоионизационные – основаны на измерение силы тока, который вызван ионизацией молекул газов и паров фотонами, излучаемыми источниками вакуумного ультрафиолетового излучения – ВУФ – лампы. Фотоколориметрические – основаны на изменение цвета определенных веществ при их реакции с исследуемыми компонентами газовой смеси, применяются для измерения

микроконцентраций токсичных примесей в газовых смесях – сероводорода, окислов азота. Хроматографические используются для анализа смесей газообразных углеводородов.

- 3) Приборы – основаны только на физических методах анализа (термокондуктометрические, денсиметрические, магнитные, оптические). Термокондуктометрические – основаны на измерении теплопроводности газов, позволяют анализировать двухкомпонентные смеси. Денсиметрические – основаны на измерении плотности газовой смеси, определяют содержание углекислого газа, плотность у которого превышает плотность воздуха в 1,5 раза. Магнитные – определяют концентрацию кислорода, который обладает большой магнитной восприимчивостью. Оптические – основаны на измерении оптической плотности, спектров поглощения или спектров испускания газовой смеси. Ультрафиолетовыми – определяют содержание в газовых смесях галогенов, паров ртути, органических соединений.

Распространенные приборы – электрохимические и оптические газоанализаторы, способные обеспечить контроль концентрации газов в режиме реального времени.

Классификация приборов газового анализа:

- по функциональным возможностям (индикаторы, сигнализаторы, газоанализаторы);
- по конструктивному исполнению (стационарные, переносные, портативные);
- по количеству измеряемых компонентов (однокомпонентные и многокомпонентные);
- по количеству каналов измерения (одноканальные и многоканальные);

- по назначению (для обеспечения безопасности работ, для контроля технологических процессов, для контроля промышленных выбросов, для контроля выхлопных газов автомобилей, для экологического контроля).

2 МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

2.1 Образцы, исследуемые в работе

В работе для разработки подхода количественного определения состава смеси «бензин-моторное масло» методом ИК – спектроскопии использованы следующие образцы:

- Бензин АИ-92 (АЗС «Роснефть», г. Ачинск, производство ООО «АНПЗ» ВНК);
- Моторное масло Visco 10W-40 чистое;
- Моторное масло 10W-40 «Роснефть», отработанное 40 часов;
- Смесь «бензин – моторное масло», снятое из бака мотоцикла, работающий на двухтактном двигателе.

На рисунках 2.1 и 2.2 представлены ИК-спектры исходного бензина и моторного масла, соответственно.

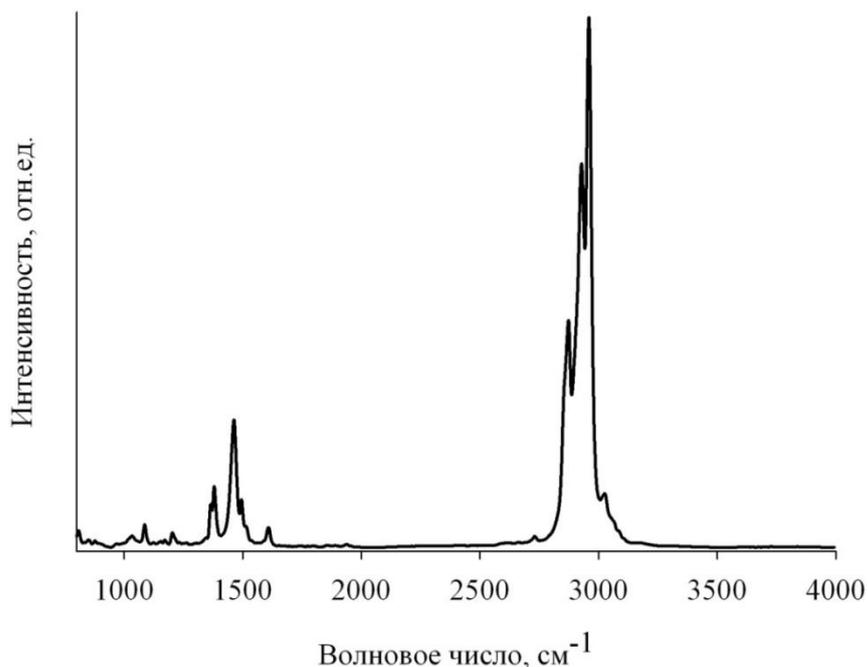


Рисунок 2.1 – ИК-спектр бензина Аи-92

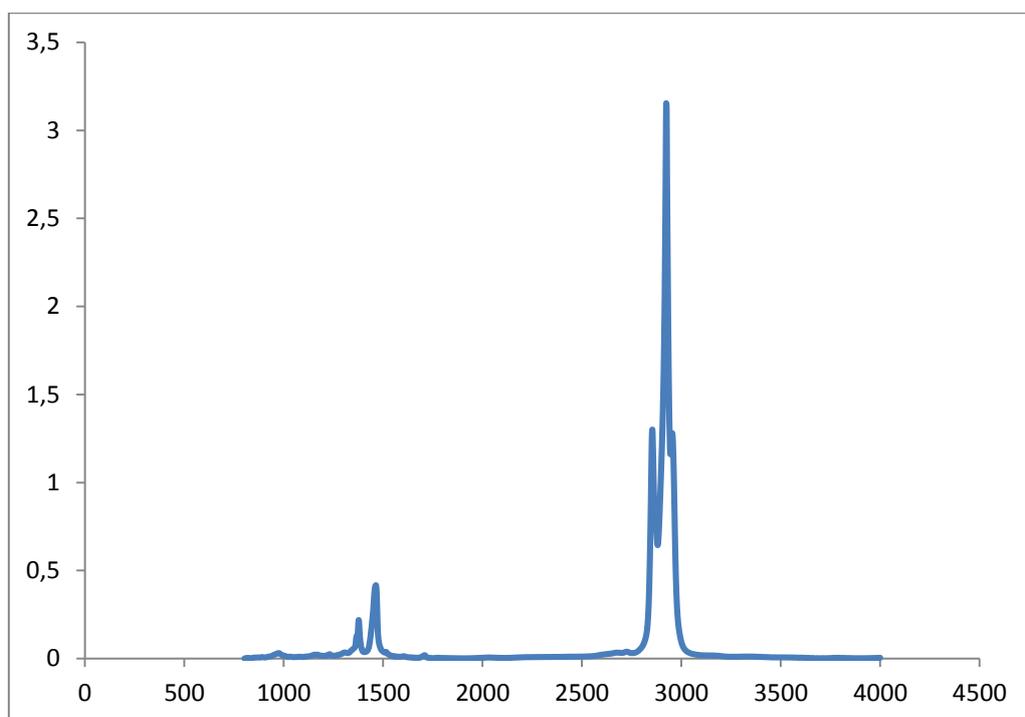


Рисунок 2.2 – ИК-спектр моторного масла 10W-40

В ходе работы готовилась серия образцов заданного состава из исходных компонентов – бензин АИ-92 и моторное масло, с применением мерной колбы, объемом 50 мл и пипеток на 5 и 10 мл. Составы, приготовленные и использованные в работе, представлены в таблице 2.1.

Таблица 2.1 – Соотношения в смеси «бензин – моторное масло»

Ком- понент мл	Обозначение образца										
	БМ 0- 100	БМ 10-90	БМ 20-80	БМ 30-70	БМ 40-60	БМ 50-50	БМ 60-40	БМ 70-30	БМ 80-20	БМ 90-10	БМ 100 -0
Объем бензи- на АИ- 92	0	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50
Объем мотор- ного масла	50	45	40	35	30	25	20	15	10	5	0

Соответствующие смеси «бензин – моторное масло» заливались в стеклянные емкости объемом 100мл, с плотно закручивающейся крышкой, и с помещением прокладки из алюминиевой фольги, что гарантировало сохранение состава образцов во время их хранения.

2.2 Оборудование, использованное в работе

Общий вид спектрометра NICOLET 380, который использован в работе, представлен на рисунке 2.3.



Рисунок 2.3 – ИК – Фурье спектрометр NICOLET 380

Регистрация ИК-спектров производилась в спектральном диапазоне 4000 – 800 см^{-1} со спектральным разрешением 4 см^{-1} . Для улучшения соотношения «сигнал – шум» осуществлялось накопление 128 сканов, с последующим их усреднением. Управление спектрометром NICOLET 380 и первичная обработка ИК-спектров осуществлялась с применением компьютера и программного обеспечения OMNIC 7.0.

Для записи ИК-спектров исследуемый образец в небольшом количестве наносился на оптически прозрачный диск BaF_2 . После нанесения образца сверху помещался второй диск, при этом между ними формировался тонкий слой исследуемого вещества. Держатель с установленными дисками

помещался в кюветное пространство спектрометра, после чего осуществлялась регистрация ИК-спектра.

3 РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Для формирования подхода, который позволил бы осуществить количественное определение состава смеси «бензин – моторное масло», целесообразно предварительно рассмотреть «чистые» исходные компоненты.

3.1 Моторное масло

На рисунке 3.1 представлен ИК – спектр поглощения моторного масла 10W-40.

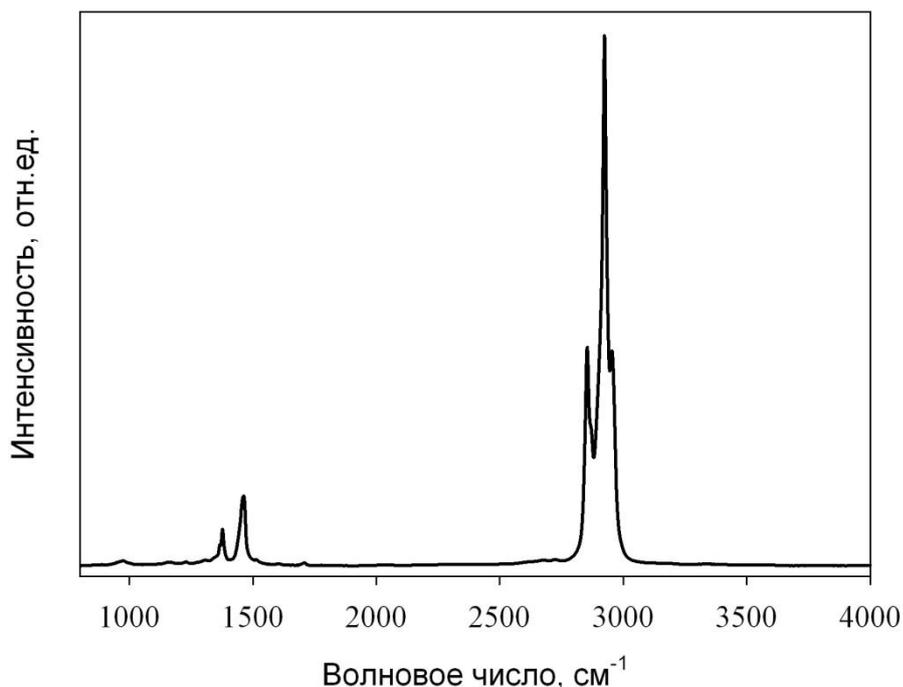


Рисунок 3.1 – ИК-спектр поглощения моторного масла

Спектр моторного масла представляет собой совокупность полос поглощения, расположенных в двух спектральных областях: от 2800 до 3000 см⁻¹ и от 1300 до 1500 см⁻¹, соответственно.

Полосы поглощения в области от 2800 до 3000 см⁻¹ отвечают ассиметричным и симметричным валентным колебаниям связи С-Н в функциональных группах -СН₃- и -СН₂- [27].

Спектральный профиль моторного масла в области $1300 - 1500 \text{ см}^{-1}$ представляет собой совокупность полос поглощения с относительно низкой интенсивностью и с взаимным перекрыванием.

Полосы поглощения в данной области отвечают деформационным колебаниям С-Н функциональных групп $-\text{CH}_3$ - и $-\text{CH}_2$ -.

3.2 Бензин АИ-92

На рисунке 3.2 представлен ИК – спектр поглощения бензина АИ-92.

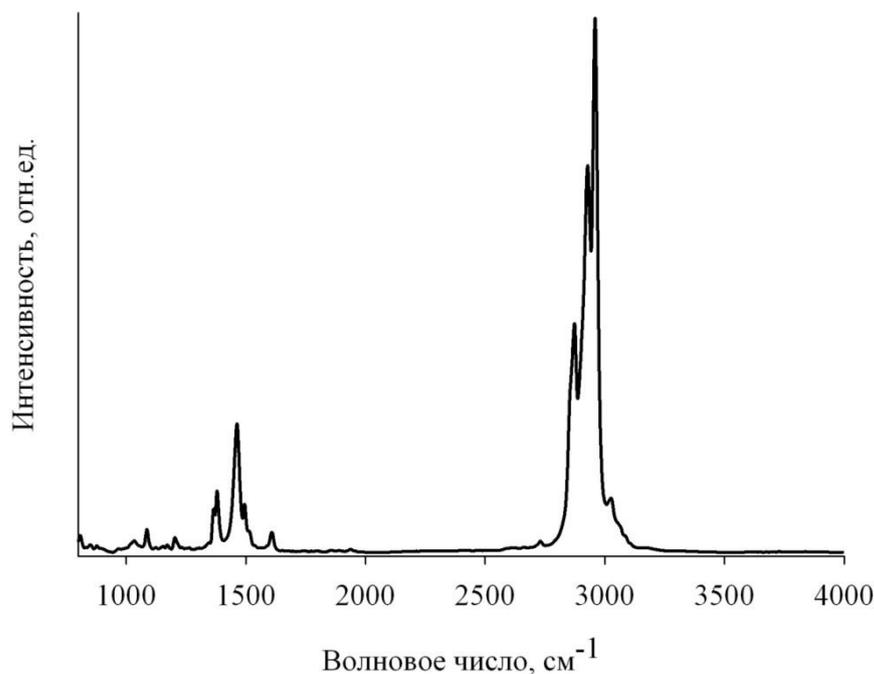


Рисунок 3.2 – ИК – спектр бензина АИ-92

Спектр бензина представляет собой совокупность полос поглощения, расположенных в двух спектральных областях: от 2500 до 3200 см^{-1} и от 800 до 1700 см^{-1} , соответственно. Данные полосы поглощения отражают совокупность колебаний, которая реализуется в веществе в соответствии с его природой.

Рассмотрим спектральный профиль бензина в области 2500-3200 см^{-1} , представленного на рисунке 3.3.

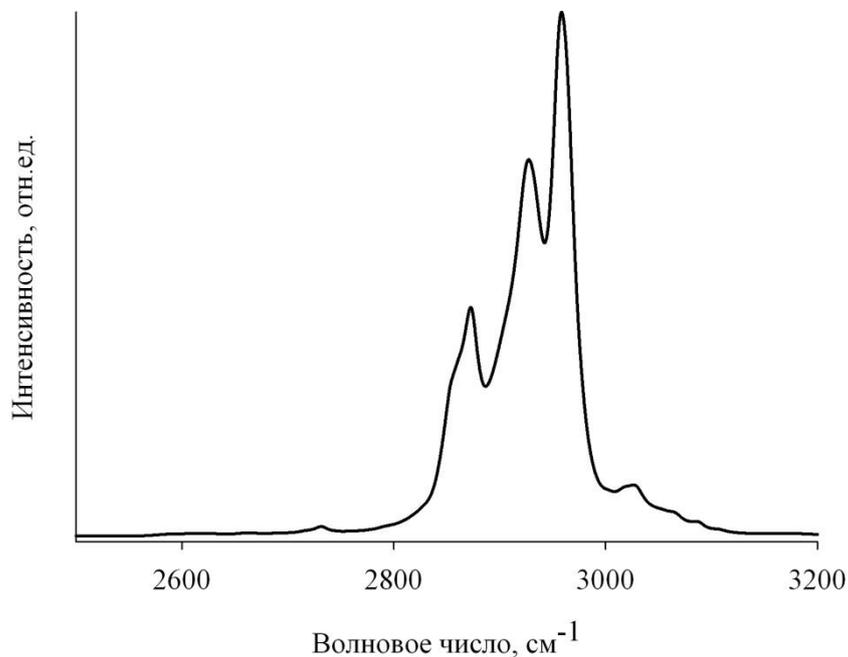


Рисунок 3.3 – Спектральная область 2500 – 3200 см^{-1} бензина Аи-92

Можно отметить, что данный профиль также, как и в моторном масле, является результатом перекрытия отдельных полос поглощения, которые отвечают ассиметричным и симметричным валентным колебаниям связи С-Н в функциональных группах $-\text{CH}_3$ и $-\text{CH}_2-$ [27].

Относительно низко-интенсивная широкая полоса поглощения в области 3030 см^{-1} , отвечает колебаниям сопряженной связи $-\text{C}=\text{C}-$ в бензольном кольце, что является признаком наличия в исследуемом бензине ароматических соединений.

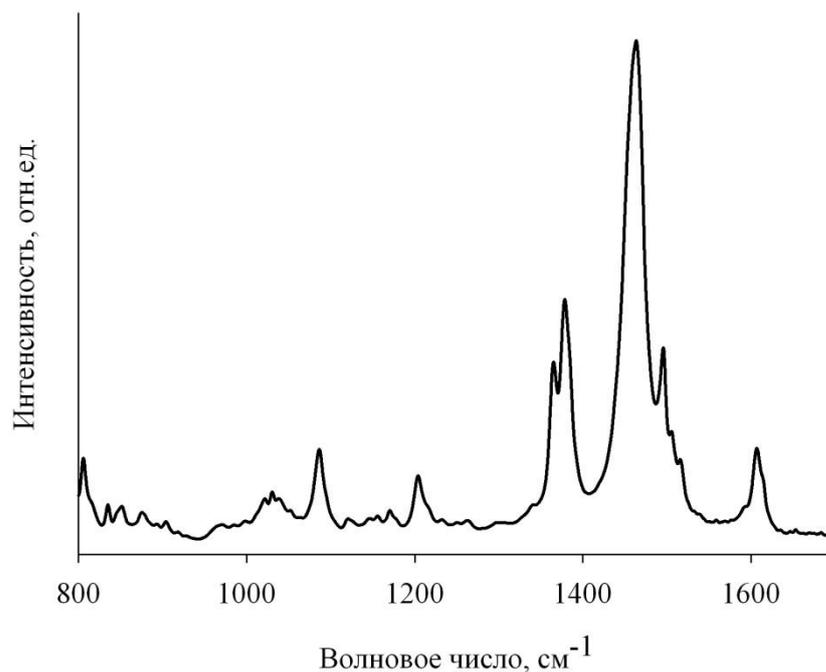


Рисунок 3.4 – Спектральная область 800 – 1700 см^{-1}
бензина АИ-92

Спектр бензина в области 800-1700 см^{-1} представляет собой совокупность полос поглощения с относительно невысокой интенсивностью и со значительным взаимным перекрытием (рисунок 3.4).

Полосы поглощения в областях 1360 – 1390 см^{-1} и 1460 см^{-1} отвечают, как и в моторном масле, деформационным колебаниям С-Н функциональных групп $-\text{CH}_3$ и $-\text{CH}_2-$, соответственно.

Полоса поглощения при 1610 см^{-1} связывается с валентным колебанием $-\text{C}=\text{C}-$, что является признаком наличия непредельных углеводородов в составе исследуемого бензина.

В общем виде совокупность низко-интенсивных полос поглощения, в диапазоне 800 – 1300 см^{-1} , не удастся однозначно интерпретировать из-за их значительного взаимного перекрытия, однако они отображают индивидуальную природу рассматриваемого образца, это и отвечает так называемой области «отпечатка пальца».

3.3 Смесь «бензин – моторное масло»

На рисунке 3.5 представлено сопоставление ИК-спектров бензина АИ-92, моторного масла и смеси «бензин-моторное масло», в соотношении 70/30 объемных единиц. Можно отметить, что в спектре смеси «бензин – моторное масло» присутствуют характерные полосы поглощения как бензина так и моторного масла.

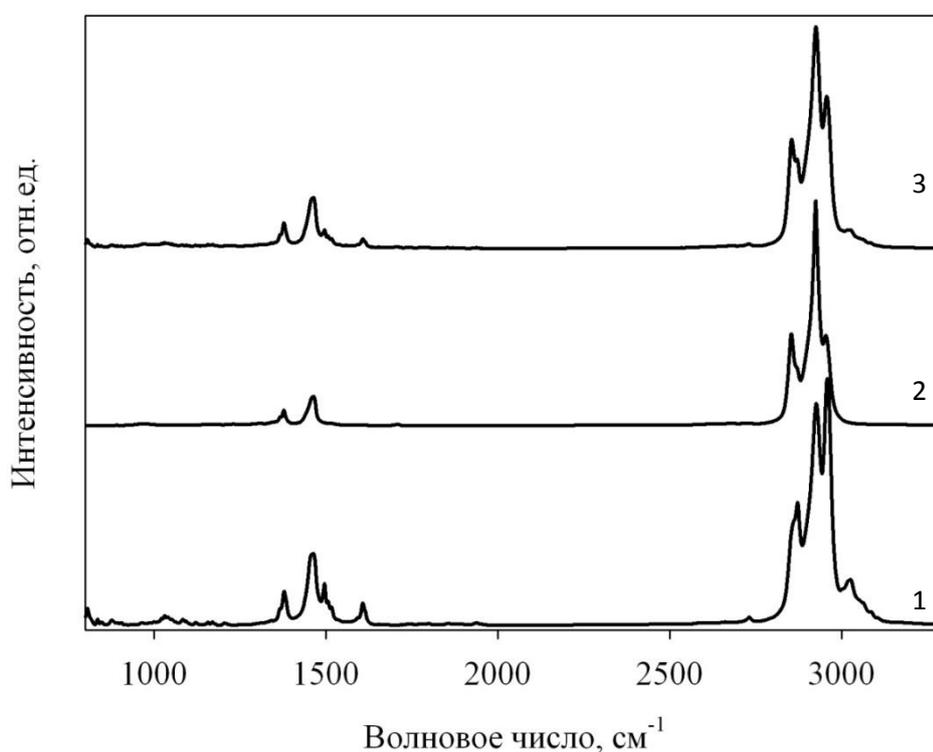


Рисунок 3.5 – Сопоставление ИК-спектров: 1 – бензин АИ-92; 2 – моторное масло; 3 – смесь «бензин – масло» 70-30

Таким образом, спектральный профиль смеси представляет собой совокупность спектров бензина и моторного масла. То есть может рассматриваться как аддитивная их сумма.

Представим основные выделенные полосы в смеси «бензин – моторное масло» 70/30 в таблице 3.1.

Таблица 3.1 – Наличие волнового числа в бензине и моторном масле

	Волновое число, см ⁻¹													
	3015	2970	2925	2875	2854	2731	1606	1575	1505	1463	1425	1367	1000	806
М	-	+	+	-	+	-	-	+	-	+	+	+	+	-
Б	+	+	+	+	-	+	+	+	+	+	+	+	+	+
М – моторное масло, Б – бензин АИ-92, + – присутствует, - – отсутствует.														

В таблице 3.1 указаны основные выделенные полосы в смеси «бензин – моторное масло» 70/30. Можно видеть, что имеются полосы, которые относятся только к бензину и к моторному маслу, а также к обоим, соответственно.

Таблица 3.1 представлена для того, чтобы из данных можно было выделить соответствующие полосы для индивидуальных компонентов смеси. Интенсивность подобных полос поглощения исследуемых образцов, может быть использована для построения калибровочной зависимости методами хемометрики.

3.4 Построение зависимости и определение концентраций компонентов смеси

Хемометрика – это метод анализа данных большого объема, который позволяет, путем ряда преобразований этих данных, выявить скрытые или плохо проявляемые закономерности [16].

Важной особенностью хемометрики, в отличие от «традиционного» подхода, является рассмотрение многофакторных данных в совокупности, без выделения предварительно одного или нескольких «существенных» факторов или переменных. В результате построенные многомерные эмпирические модели позволяют обнаружить новые связи или явления, так как учитывают скрытые объективно существующие связи внутри объекта.

Для построения калибровочных зависимостей используется ИК – спектры исходных веществ и приготовленных смесей, заданного состава.

Была рассмотрена задача множественной линейной калибровки [26]:

$$Y = X \cdot B + E, \quad (3.1)$$

где B – матрицы коэффициентов многокомпонентной калибровки, которая находится по:

$$B = (X^T X)^{-1} X^T Y, \quad (3.2)$$

E – матрицы ошибок («шум»).

Исходя из соотношения (3.1), при наличии выражения для матрицы B , можно осуществить оценку концентрации компонентов по спектральным данным X для исследуемого образца:

$$\hat{Y} = X \cdot B, \quad (3.3)$$

При этом \hat{Y} – является оценкой искомым откликов и отражает концентрацию определяемых компонентов в смеси.

Главная проблема – это обращение матрицы $X^T X$. Если число стандарты образцов меньше, чем число переменных ($I < J$), то обратной

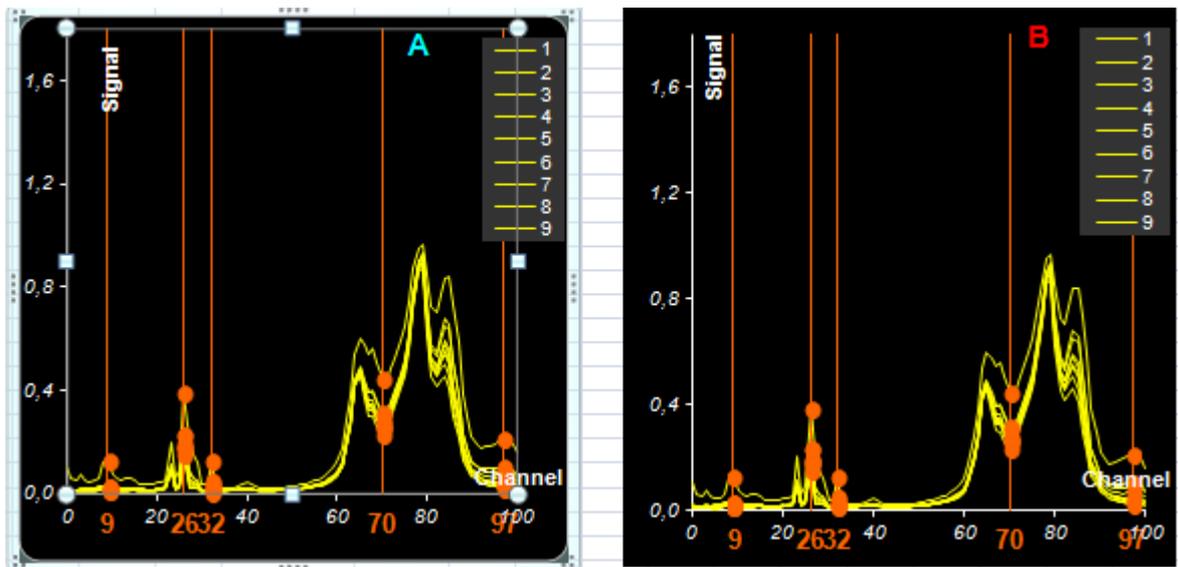
матрицы не существует. Даже при достаточно большом числе образцов ($I > J$), обратной матрицы может не быть.

Реализация пошаговой калибровки (step-wise regression, SWR), в которой отбор переменных, является способом справиться с переоценкой, заключается в следующем. Имея калибровочную модель, построенную по M отобраным данным, необходимо добавить еще один $M+1$ канал. Выбор этого дополнительного канала основан на принципе – добавляется тот, который дает минимум величины RMSEC (среднеквадратичные остатки калибровки). Добавление новых каналов происходит до тех пор, пока не наступает риск переоценки, то есть до начала роста величины RMSEP.

Для выбранных волновых чисел (таблица 3.1) фиксировались значения интенсивности спектральных профилей исследуемых составов, из которых путем перебора выбирались до 5-ти каналов. Поочередный перебор каналов и их совместный учет, при оценке по формуле (3.1) рассчитываемых значений концентраций первого и второго компонента смеси, проводился до получения минимальной ошибки. Наилучший результат для смеси моторного масла и бензина достигается при одинаковых каналах. Такими каналами являются 9, 26, 32, 70, 97 (1000 см^{-1} , 1425 см^{-1} , 1575 см^{-1} , 2875 см^{-1} , 3015 см^{-1} , соответственно). Отбор данных каналов является процедурой, которую выполняют в Excel. Образное представление выбранных каналов на спектральном профиле смесей показано на рисунке 3.6.

Значения интенсивностей выбранных каналов для калибровочных образцов представлены в таблице 3.2.

На основании данных относительных интенсивностей на выбранных волновых числах (матрица X) и заданных концентрациях масла и бензина в калибровочных образцах (Матрица Y) рассчитывается матрица коэффициентов многокомпонентной калибровки (матрица B) по выражению (3.2).



А - является моторным маслом, В – бензин.

Рисунок 3.6 – Графики пошаговой калибровки

Таблица 3.2 – Данные пошаговой калибровки

Концентрация, заданная		Относительная интенсивность, при соответствующем волновом числе					Концентрация, оцененная		Ошибка	
Масло	Бензин	1000 см ⁻¹	2875 см ⁻¹	1425 см ⁻¹	1575 см ⁻¹	3015 см ⁻¹	Масло	Бензин	Е _М	Е _Б
0.9	0.1	0.011	0.232	0.152	0.009	0.022	0.904	0.139	0.004	0.039
0.8	0.2	0.018	0.251	0.168	0.014	0.025	0.749	0.235	-0.051	0.035
0.7	0.3	0.011	0.271	0.180	0.015	0.038	0.699	0.270	-0.001	-0.030
0.6	0.4	0.025	0.261	0.183	0.022	0.038	0.531	0.432	-0.069	0.032
0.5	0.5	0.029	0.262	0.188	0.030	0.046	0.571	0.436	0.071	-0.064
0.4	0.6	0.016	0.280	0.198	0.030	0.064	0.481	0.530	0.081	-0.070
0.2	0.7	0.024	0.312	0.228	0.043	0.085	0.235	0.733	0.035	0.033
0.3	0.8	0.018	0.307	0.229	0.051	0.103	0.233	0.825	-0.067	0.025
0.1	0.9	0.130	0.446	0.389	0.125	0.212	0.097	0.902	-0.003	0.002
0.9	0.1	0.011	0.232	0.152	0.009	0.022	0.904	0.139	0.004	0.039

Результаты расчетов представлены в матричном виде:

$$\begin{pmatrix} 24.18 & -29.74 \\ 38.49 & -37.46 \\ -56.93 & 62.65 \\ 1.19 & 4.45 \\ 8.35 & -16.25 \end{pmatrix} \quad (3.4)$$

Используя значения матрицы В проведена проверка оценка концентрации для калибровочных образцов по соотношению (3.3). Результаты оценки представлены в таблице 3.2 в колонке «Концентрация, оцененная».

На рисунке 3.7 показаны графики «измерено – предсказано» для пошаговой калибровки по набору калибровочных образцов. Представление зависимости концентраций описывается хорошей линейной зависимостью. Подтверждением этого служат коэффициенты регрессии, значения которых находится от 0,92 до 0,97.

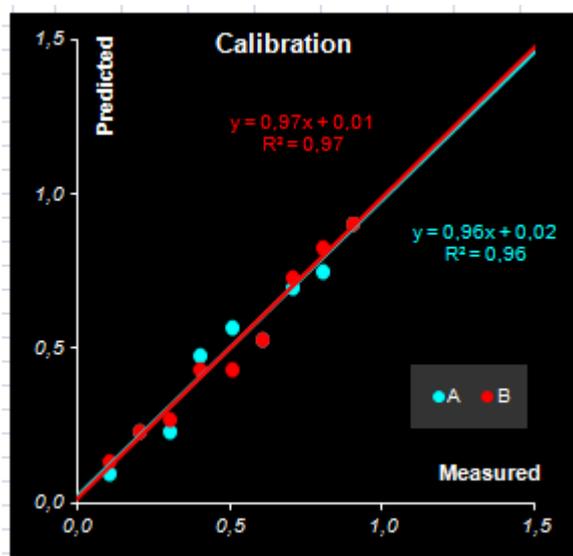


Рисунок 3.7 – Графики «измерено – предсказано» для пошаговой калибровки.

В качестве проверки правильности работы полученного метода калибровки, выбрано пять образцов с различным содержанием моторного масла и бензина. Составы этих образцов, значения интенсивностей на выбранных волновых числах, оцененная концентрация компонентов и значения ошибок представлены в таблице 3.3.

На рисунке 3.8 показаны графики «измерено – предсказано» для проверки пошаговой калибровки по набору проверочных образцов. Представление зависимости концентраций «измерено – предсказано» описывается хорошей линейной зависимостью. Подтверждением этого

служат коэффициенты регрессии, значения которых находятся от 0,92 до 0,94.

Таблица 3.3 – Результаты проверки пошаговой калибровки

Концентрация, заданная		Относительная интенсивность, при соответствующем волновом числе					Концентрация, оцененная		Ошибка	
Масло	Бензин	1000 см ⁻¹	2875 см ⁻¹	1425 см ⁻¹	1575 см ⁻¹	3015 см ⁻¹	Масло	Бензин	Е _М	Е _Б
0.8	0.2	0.018	0.251	0.168	0.014	0.025	0.749	0.235	-0.051	0.035
0.6	0.4	0.025	0.261	0.183	0.022	0.038	0.531	0.432	-0.069	0.032
0.5	0.5	0.029	0.262	0.188	0.030	0.046	0.571	0.436	0.071	-0.064
0.4	0.6	0.016	0.280	0.198	0.030	0.064	0.481	0.530	0.081	-0.070
0.2	0.8	0.018	0.307	0.229	0.051	0.103	0.233	0.825	0.033	0.025

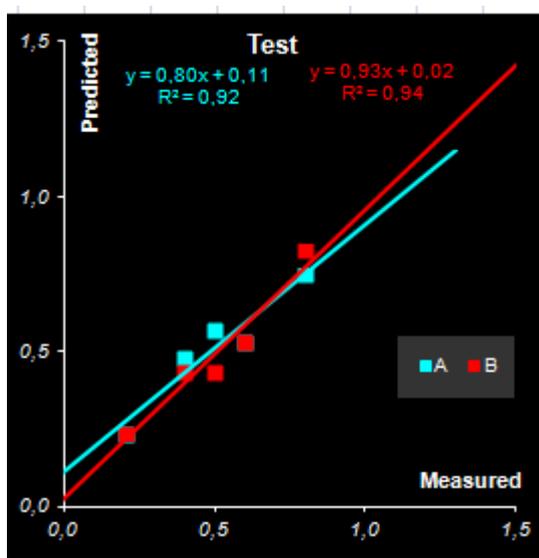


Рисунок 3.8 – Графики «измерено – предсказано» для проверки пошаговой калибровки.

На рисунке 3.9 показано, как изменяются среднеквадратичные остатки в обучении (RMSEC) и проверки (RMSEP) при увеличении числа каналов в реализуемом методе пошаговой калибровки.

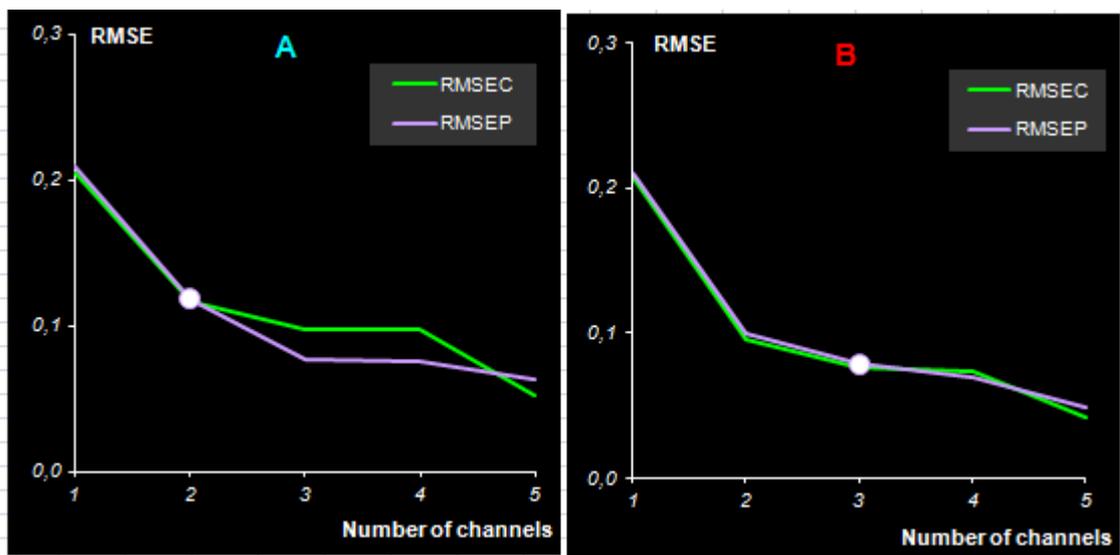


Рисунок 3.9 – Среднеквадратичные остатки обучения (RMSEC) и проверки (RMSEP) в пошаговой калибровке

В таблице 3.4 приведена характеристика пошаговой калибровки для оценки содержания моторного масла (А) и бензина (В). При этом R_c^2 – коэффициент корреляции для обучающего набора; $BIASC$, $BIASP$ – смещение в калибровке и в проверке, соответственно; SEC , SEP – стандартные ошибки в калибровке и в проверке, соответственно; R_t^2 – коэффициент корреляции для проверочного набора; $TRVC$, $TRVP$ – полная дисперсия остатков в обучении и в проверке; $ERVc$, $ERVp$ – объясненная дисперсия остатков при обучении и при проверки.

Таблица 3.4 – Характеристики качества реализуемой пошаговой калибровки

A	B
$R_c^2 = 0,959$	$R_c^2 = 0,974$
RMSEC= 0,053	RMSEC= 0,041
BIASC= 0,000	BIASC= 0,000000
SEC= 0,023	SEC= 0,041
$R_t^2 = 0,919$	$R_t^2 = 0,942$
RMSEP= 0,063	RMSEP= 0,049
BIASP= 0,013	BIASP= -0,009
SEP= 0,062	SEP= 0,048
TRVC= 0,004	
ERVc= 0,993	
TRVP= 0,003	
ERVp= 0,989	

Таким образом, на основании реализованного алгоритма пошаговой калибровки, путем обработки спектральных данных калибровочных образцов реализована оценка содержания компонентов двухкомпонентных смесей «бензин – моторное масло». При этом полученные результаты и применяемый подход можно рассматривать как начальный этап разработки методики количественного определения компонентов в смесях. Сочетание эффективного и достаточного быстрого метода ИК - спектроскопического анализа, доступного оборудования и методики обработки спектральных данных должно позволить осуществлять быстрый, достаточно дешевый и достоверный анализ ЛВЖ и ГЖ, в рамках отработки версий о поджогах.

4 БЕЗОПАСНОСТЬ ЖИЗНЕДЕЯТЕЛЬНОСТИ

В данной главе дипломной работы рассмотрена безопасность жизнедеятельности работников лаборатории, а также описаны оптимальные условия труда.

Обеспечение безопасности жизнедеятельности человека в той или иной мере зависит от правильной оценки вредных, а также опасных факторов. Такими являются какие – либо факторы производственной среды, большие физическая и умственная нагрузки, нервно – эмоциональное напряжение, и, конечно же, сочетание всех этих причин. Необходимое обеспечение безопасности жизнедеятельности влечет рост производительности, снижение финансовых затрат, а следовательно, к улучшению здоровья работников и повышению трудовой дисциплины.

Работа проводилась в лаборатории общего химического анализа в центре коллективного пользования Сибирского федерального университета.

4.1 Общая характеристика объекта

Исследование проводилось в помещении 41-15 ЦКП СФУ (главный корпус СФУ).

На рабочем месте установлен спектрометр, оснащенный персональным компьютером. Лаборатория предназначена для молекулярно – спектроскопического анализа веществ и материалов.

Основные методы анализа, реализуемые в лаборатории:

- Спектрофотометрия УФ-, видимой области;
- ИК – спектроскопия;
- Спектроскопия комбинационного рассеивания.

На каждом рабочем месте присутствуют неблагоприятные производственные факторы, в соответствии с ГОСТ 12.0.003, которые, воздействуя на организм работающего человека, подразделяются:

- на вредные производственные факторы, то есть факторы, приводящие к заболеванию, в том числе усугубляющие уже имеющиеся заболевания;
- опасные производственные факторы, то есть факторы, приводящие к травме.

По характеру происхождения можно выделить опасные и вредные производственные факторы, которые возможны в лаборатории:

- физические факторы (поражение электрическим током и лазерным излучением, акустический шум);
- химические и физико-химические факторы (отравление парами химических веществ - гексан, ацетон, этиловый спирт, бензин, моторные масла и прочие нефтепродукты);
- биологические факторы (текущее самочувствие сотрудников, интенсивная и напряженная интеллектуальная деятельность сотрудников при выполнении своих обязанностей).

Лаборатория имеет аккредитацию на проведение работ по анализу объектов окружающей среды, при этом обеспечено выполнение всех требований по соблюдению техники безопасности и пожарной безопасности. Кроме этого, проводятся инструктажи с работниками и практикантами в лаборатории, а также ведутся журналы о проведении инструктажа. Поскольку ЦКП находится в учебном корпусе, соблюдение правил пожарной безопасности и техники безопасности является не маловажным фактором не только для студентов, но и для всех сотрудников, находящихся в корпусе.

Аварийные ситуации возникают из-за не соблюдения правил техники безопасности, перепада напряжения в сети электроснабжения, выхода из строя оборудования и/или компьютера, а также разлив ЛВЖ и ГЖ и тп.

4.2 Санитарные требования к помещению

В соответствии с СП 118.13330.2012 «Общественные здания и сооружения» в таблице приведены сравнения фактического и требуемого значения высоты и площади помещения на одного работающего.

Для проведения необходимых расчетов использованы следующие данные о помещении лаборатории - аудитория 41-15 ЦКП СФУ, имеет параметры:

- Длина 7 м,
- Ширина 6 м,
- Высота 3,3 м,
- Площадь 42м².

Таблица 4.1 – Требуемые и фактические значения высоты и площади помещения

Значение на одного работающего	Помещение	
	Фактическое значение	Требуемое значение по СП 118.13330.2012
Высота, м	3,3	Не менее 3,3
Площадь, м ²	4,6	4,5

После проведения проверки соответствия высоты и площади помещения требуемым значениям, вывод таков, что данное помещение удовлетворяет установленным требованиям.

4.3 Требования безопасности при работе за компьютером

На рабочем месте применяется персональный компьютер, поэтому необходимо использовать СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03 «Гигиенические

требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организации работы».

Для снижения воздействия излучения монитора на лаборанта применяются дисплеи с пониженной излучательной способностью и устанавливаются защитные экраны. Осуществляется контроль уровня электромагнитных полей, акустического шума, концентрации вредных веществ в воздухе.

Стол, оборудованный ЭВМ, был высотой 0,7 м. Клавиатура располагалась на специальной отдельной, от основной столешницы, поверхности, которая регулировалась по высоте.

Данные параметры не противоречат требованиям, установленные СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03 и не требуют изменений.

4.4 Микроклимат

Микроклимат помещения – это комплекс факторов внутренней среды помещения, который оказывает влияние на организм и здоровье человека.

Фактические и нормированные значения воздуха рабочей зоны в помещении 41-15 определяются по ГОСТ 30494-2011 «Здания жилые и общественные. Параметры микроклимата в помещениях».

В соответствии с таблицей 3 ГОСТа 30494-2011, в помещении поддерживаются следующие параметры, представленные в таблице 4.3.

Таблица 4.2 – Параметры микроклимата помещения

Период года	Температура воздуха, °С	
	Оптимальная	Допустимая
Холодный	19 – 21	18 – 23

Работа проводилась в период с марта по апрель, следовательно, в холодное время года, и в помещении температура воздуха поддерживалась 21°C, что удовлетворяет установленным требованиям.

4.5 Предельно допустимые концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Предельно допустимая концентрация называется максимальная концентрация химических элементов либо соединений, которая в течение длительного времени не вызывает в организме человека заболеваний либо патологических изменений.

В соответствии с гигиеническими нормативами ГН 2.2.5.1313-03 устанавливаются предельно допустимое содержание вредных веществ в рабочей зоне, которые представлены в таблице 4.4.

Таблица 4.3 – Предельно допустимые концентрации вредных веществ в воздухе

Наименование вещества	Формула	Величина ПДК, мг/м ³	Агрегатное состояние в воздухе	Класс опасности
Бензин		300/100	Пары, газы	4
Гексан	C ₆ H ₁₄	900/300	Пары, газы	4
Масла минеральные нефтяные		5	Аэрозоль	3
Пропанон – 2 (ацетон)	C ₃ H ₆ O	800/200	Пары, газы	4
Спирт	C ₂ H ₅ OH	10	Смесь паров и аэрозоля	3

В графе "Величина ПДК" в некоторых веществах приведено два норматива, что в числителе – это максимальная разовая, а в знаменателе – среднесменная ПДК. Один норматив означает, что он установлен как максимальная разовая ПДК.

4.6 Система вентиляции

Вентиляция является неотъемлемой частью в лаборатории, так как испарение веществ очень велико. В ЦКП все вещества, которые могут с легкостью испариться, находятся в плотно закрытых емкостях. Все опыты, промывания и исследования с ними проводятся в вытяжном шкафу. Таким образом, это не влияет на здоровье лаборанта и учащихся.

Но рабочее место находилось рядом со спектрометром, где не имеется вытяжного шкафа. В помещении имеется вентиляция. Рассчитаем для данного помещения кратность воздухообмена.

Кратность воздухообмена – это соотношение объема воздуха, поступившего в помещение и удалившегося из него за 1 час работы системы вентиляции. Образование горючей среды в помещении происходит в том случае, когда кратность воздухообмена принята меньше, чем требуется для обеспечения норм взрывопожарной безопасности.

Кратность воздухообмена n , ч^{-1} , рассчитывается по формуле:

$$n = \frac{L}{V_n}, \quad (4.1)$$

где V_n – внутренний объем помещения, м^3 ;

L – потребный воздухообмен, $\text{м}^3/\text{ч}$, который рассчитывается:

$$L = \frac{G \cdot 1000}{x_B - x_H}, \quad (4.2)$$

где G – количество вредных веществ, выделяемых в помещении, $\text{г}/\text{ч}$;

x_B – предельно допустимая концентрация вредности в воздухе рабочей зоны, мг/м³;

x_H – максимально возможная концентрация той же вредности в воздухе, мг/м³.

По СН 245-71 $n > 10$ недопустимо!

Для начала рассчитаем объем помещения:

$$V_n = 6 \cdot 7 \cdot 3,3 = 138,6 \text{ м}^3 .$$

Рассмотрим кратность воздухообмена для бензина.

Пусть $G=50$ г/ч, $x_H = 5$ мг/м³, $x_B = 300$ мг/м³.

Тогда

$$L = \frac{50 \cdot 1000}{300 - 5} = 169,5 \text{ м}^3/\text{ч} ,$$

$$n = \frac{169,5}{138,6} = 1,22 \text{ ч}^{-1} .$$

Такая кратность воздухообмена допустима.

Вывод: данная вентиляция обеспечивает необходимую кратность воздухообмена.

4.7 Система освещения

Помещение, в котором работают на компьютере, должно быть оснащено как естественным, так и искусственным освещением. В кабинете 41-15 выполняются работы, которые относят к высокой точности, с размерами элементов не более 0,5 мм. Характеристика проводилась в соответствии со СНиП 23-05-95 «Естественное и искусственное освещение».

В таблице 4.4 представлены характеристики для помещения зрительных работ высокой точности.

Таблица 4.4 – Характеристика зрительных работ средней точности

Размер объекта различения, мм	Разряд зритель- ной работы	Нормированное значение коэффициента совмещенной освещенности, %		Нормированное освещение при искусственном освещении, лк		Тип светиль- ника, мощ- ность, марка
		Комбиниро- ванное освещение	Боковое освещение	Комбиниро- ванное освещение	Общее	
от 0,3 до 0,5	III	3	1,2	600	200	ЛВО 4x18 Вт

Для комфортной работы за персональным компьютером естественное освещение необходимо дополнять искусственным. В лаборатории установлены 9 светильников типа ЛВО (4x18 Вт): длиной 0,6 м; шириной 0,6 м; встроенные в потолочное покрытие. Расположены светильники в два ряда по четыре и пять штук, соответственно. При проведении аттестации помещения произведены замеры освещенности, на основании которых можно сделан вывод о соответствии искусственного освещения предъявляемым требованиям [19].

Вывод по главе

По проведенным исследованиям микроклимата, предельно допустимых концентраций вредных веществ, вентиляции и освещения лаборатория подходит для работы и не требует дополнительных мероприятий по улучшению условий труда и жизнедеятельности работников.

5 ЭКОНОМИЧЕСКОЕ ОБОСНОВАНИЕ РАБОТЫ

Целью экономической части дипломной работы является расчет затрат на разработку методики идентификации ИК – спектроскопического анализа в целях пожарно-технической экспертизы.

5.1 Смета затрат на проведение исследований

В смету на проведение исследовательской работы включаем следующие затраты:

- Материалы;
- Заработная плата;
- Отчисления на социальные нужды;
- Амортизация оборудования;
- Электроэнергия.

Стоимость материалов приведена в таблице 5.1.

Таблица 5.1 – Стоимость материалов

Материал	Кол-во, ед.	Цена, руб./ед.	Стоимость, руб.
Бензин АИ-92, л	0,6	33,5	20,1
Моторное масло, л	0,6	325	195
Пачка бумаги, шт	1	250	250
Картридж, шт	1	1500	1500
Фильтровальная бумага, шт	10	2	20
Вата (пачка)	1	40	40
Итого:	-	-	2025,1

При составлении сметы затрат учитывают заработную плату сотрудника, вычисленную по формуле:

$$ЗП = \frac{a \cdot 12}{T} \cdot \tau, \quad (5.1)$$

где a – заработная плата в месяц, руб.,

T – плановый фонд рабочего времени, ч,

τ – количество часов, проведенных в лаборатории.

$$ЗП = \frac{12500 \cdot 12}{1540} \cdot 40 = 3896 \text{ руб.}$$

Отчисления на социальные нужды составляют 30% от общей суммы заработной платы.

$$СН = ЗП \cdot 0,3 = 3896 \cdot 0,3 = 1168 \text{ руб.}$$

Исследования, которые проводились, требовали использования специального оборудования.

Приведем расчет амортизационных отчислений за час работы оборудования с учетом стоимости оборудования, годовой нормы амортизации и годового фонда рабочего времени, по формуле:

$$A = \frac{C \cdot H_a}{2000} \cdot \tau, \quad (5.2)$$

где A – амортизационные отчисления, руб/час,

C – стоимость оборудования, руб.,

H_a – норма амортизации, 6,5%,

τ – время использования оборудования, ч,

2000 – фонд рабочего времени.

Амортизационные расходы приведены в таблице 5.2.

Таблица 5.2 – Амортизационные расходы

Наименования оборудования	Кол-во, шт.	Цена, руб.	Время использования, час.	Общая сумма, руб.
Компьютер	1	30000	15	14,625
ИК-спектрометр *	1	3000000	15	146,25
Сушильный шкаф	1	29000	17	16
Итого	-	-	-	176,9

* - В стоимость спектрометра включается стоимость лицензированного программного обеспечения.

Рассчитаем стоимость потребленной электроэнергии по формуле:

$$C_3 = C \cdot N \cdot \tau, \quad (5.3)$$

где $C=2,65$ – цена за 1 кВт·час электроэнергии,

N – мощность оборудования, кВт,

τ – время использования оборудования при проведении исследований,

ч.

Затраты на электроэнергию приведены в таблице 5.2.

Таблица 5.3 – Затраты на электроэнергию

Наименование оборудования	Мощность оборудования, кВт	Время использования, ч	Стоимость, руб.
Компьютер	0,8	15	31,8
ИК-спектрометр	3,5	15	139,2
Сушильный шкаф	1,6	17	72,1
Итого	-	-	243,1

Накладные расходы составляют 20% от суммы затрат на данную работу:

$$НР=(СтМ+ЗП+А+ЭЛ)\cdot 0,2, \quad (5.4)$$

где НР – накладные расходы, руб.,

СтМ – стоимость материалов, руб.,

ЗП – заработная плата сотрудника, руб.,

А – амортизационные расходы, руб.,

ЭЛ – расходы на электроэнергию, руб.

$$НР=(2025,1+3896+176,9+243,1)\cdot 0,2=1268,2 \text{ руб.}$$

В таблице 5.4 приведена полная смета расходов на проведение исследовательской работы.

Таблица 5.4 – Суммарные расходы

Элементы затрат	Сумма затрат, руб.
Материальные расходы, в том числе электроэнергия	2025,1 243,1
Расходы на оплату труда	3896
Отчисления на социальные нужды	1168
Амортизация оборудования	176,9
Накладные расходы	1268,2
Итого	8777,3

Составлена смета затрат на проведение работы. Согласно смете сумма затрат равна 8777,3руб.

5.2 Определение экономического результата исследования

Целью исследовательской работы является разработка методики определения состава смеси «бензин – моторное масло» на основе ИК – спектроскопического метода.

ИК – спектроскопический метод идентификации вещества имеет широкий спектр применения. Особое значение данного метода можно выделить в пожарно – технической экспертизе. В данной области применения ИК – спектроскопия может позволять определить качественный и количественный состав смеси того или иного образца.

На данный момент в пожарно – технической экспертизе применяется хроматографический метод идентификации веществ. Будем считать, что стоимость анализа составляет 12571,5 рублей.

Стоимость анализа ИК – спектроскопического метода составляет 8777,3 рублей.

Сопоставим стоимость методов:

$$12571,5 - 8777,3 = 3794,2 \text{ руб.}$$

Выгода ИК – спектроскопического метода идентификации по сравнению с хроматографическим составляет около 3800 рублей.

При расследовании пожаров, обусловленных поджогами, зачастую требуется идентифицировать и подтвердить ЛВЖ и ГЖ, послужившими инициатором горения. В отличие от применяемого метода анализа – газовой хроматографии, метод ИК-спектроскопии позволяет за более короткий период времени провести анализ. Кроме этого, он характеризуется более простой и легко реализуемой методикой анализа с использованием менее дорогого оборудования и расходных материалов. В целом, разрабатываемая методика должна обеспечивать проведение анализа за более короткий промежуток времени и с меньшими материальными затратами, что и обеспечивает экономическую целесообразность.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Разработан подход количественного анализа двухкомпонентной смеси методом ИК – спектроскопии для области применения пожарно – технической экспертизы. Для реализации подхода использован метод пошаговой калибровки (step – wise regression), на основании которого по интенсивностям на пяти выбранных волновых числах осуществляется определение концентраций бензина и моторного масла. Стандартная ошибка в калибровке по компоненту «моторное масло» составляет 2,3%, а по компоненту «бензин» – 4%.

Данный подход может быть реализован в практике исследовательских пожарных лабораторий.

Как и другие методы количественного анализа, метод пошаговой калибровки обладает своими достоинствами и недостатками.

Достоинства его заключаются в том, что путем простой обработки спектральных данных с применением модуля разработки на базе Excel, можно оценить соотношения бензина и моторного масла, в смесях за короткий промежуток времени. А недостаток такой, что точность, проводившая оценки, существенным образом зависит от качества регистрирующих спектров. Поэтому на данный момент, можно говорить о количественном анализе содержания бензина и масла только в двухкомпонентной смеси.

СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ

ГЖ – горючие жидкости

ИКС – инфракрасная спектроскопия

ЛВЖ – легко – воспламеняющиеся жидкости

ПТЭ – пожарно – техническая экспертиза

УФ – ультрафиолетовая область

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Беллами Л. Инфракрасные спектры сложных молекул.- М.:Изд.ин.лит. 1963.
2. Бёккер Ю. Спектроскопия Spektroskopie / Пер.с нем. Л. Н. Казанцевой, под ред. А. А. Пупышева, М. В. Поляковой. — М.: Техносфера, 2009. — 528 с.
3. Бойко Е. В., Химия нефти и топлив. Учебное пособие. — Ульяновск: УлГТУ, 2007. — 60 с.
4. Болдырев А.И. Инфракрасные спектры минералов - М.: Недра, 1976. -199 с.
5. ГН 2.2.5.1313-03 «Химические факторы производственной среды. ПДК вредных веществ в воздухе рабочей зоны».
6. ГОСТ 12.0.003-2015. Система стандартов по безопасности труда. Опасные и вредные производственные факторы.
7. ГОСТ 30494-2011. Здания жилые и общественные. Параметры микроклимата в помещениях.
8. Гуреев А. А., Жоров Ю. М., Смидович Е. В.. Производство высокооктановых бензинов. — Москва: «Химия», 1981. — 224 с.
9. Дехант И., Инфракрасная спектроскопия полимеров.- М.: Химия, 1976.
10. Долгоносов А. М., Методы колоночной аналитической хроматографии — учебное пособие для студентов химических специальностей, Дубна, 2009 г.
11. Золотов Ю. А., Дорохова Е. Н., Фадеева В. И., Основы аналитической химии./ Под ред. Ю. А. Золотова. — М.: Высш. шк., 2000.
12. Кесслер И. Методы ИК – спектроскопии в химическом анализе. - М.:Мир, 1964.

13. Коваленко В. И., Диденко Т. Л., Нестеров А. В., Идентификация веществ в смеси методом инфракрасной спектроскопии./ Методические указания. Казан. Гос. Технол. Ун-т – Казань, 2006. - 20 с.
14. Крешков А. П., Основы аналитической химии./ изд. «Химия» М, 1970. - 472 с.
15. Лабас Ю. А., Гордеева А. В., Фрадков А. Ф. Флуоресцирующие и цветные белки // Природа, № 3, 2003.
16. Лоусон К., ИК-спектры поглощения неорганических веществ. - М.: Мир, 1964.
17. Мухина Е. А., Физико-химические методы анализа: Учебник для техникумов — М.: Химия, 1995.
18. Плиев Т. Н., Молекулярная спектроскопия в 5-ти томах.- Владикавказ: «Иристон»/ Т. 5 – 2002.- 596с.
19. Правила устройства электроустановок. 6-е изд. М.: Энергоатомиздат, 1986.
20. Рудаков О. Б., Востров И. А., Спутник хроматографиста. — Воронеж: Водолей, 2004. — 528 с.
21. СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03 Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организации работы.
22. СП 118.13330.2012 Общественные здания и сооружения. Актуализированная редакция СНиП 31-06-2009.
23. Смит А., Прикладная ИК-спектроскопия: основы, техника, аналитическое применение / Пер. с англ. Б. Н. Тарасевича, под ред. А. А. Мальцева. — М.: Мир, 1982. — 328 с.
24. СНиП 23-05-95 Естественное и искусственное освещение
25. Чешко И.Д., Экспертиза пожаров./ Под науч. ред. канд. юр. наук Н. А. Андреева. - 2-е изд., стереотип. - СПб.: СПБИБ МВД России. 1997. - 562 с.
26. Юинг Г., Инструментальные методы химического анализа. — М.: Мир, 1989.

27. Яшин Я. И., Яшин Е. Я., Яшин А. Я. Газовая хроматография. — М., 2009. — 528 с.
28. http://www.mchs.gov.ru/activities/stats/Pozhari/2017_god
29. <http://rsc.chemometrics.ru/Tutorials/>