

**ПУБЛИКАЦИИ ПО АНАЛИТИКЕ  
В ЖУРНАЛЕ "ЗАВОДСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ"  
(№№11-12 за 2000 год и №№1-3 за 2001 год)**

Ю.М.Полежаев

Уральский государственный технический университет (УГТУ-УПИ)  
620002, Екатеринбург, Мира, 19

В указанных номерах журнала "Заводская лаборатория" опубликована 41 статья. Распределение статей по методам и разделам приведено ниже.

**1. АНАЛИЗ ГИДРОСФЕРЫ**

**Аналитический контроль содержания селена в природных водах (обзор).** А.Р.Гарифзянов, Г.К.Будников, В.Ф.Торопова, Д.Ф.Гайнутдинова. №1. С.3-15.

Обобщены возможности и перспективы отдельных методов определения селена в природных водах. Обращено внимание на пробоподготовку и другие операции в ходе анализа. Особо выделены атомно-абсорбционные, рентгенофлуоресцентные, кинетические и хроматографические методы как наиболее перспективные для определения селена, при этом использован опыт авторов в разработке некоторых из них.

**Оценка уровня загрязнения вод органическими примесями по химическому и биохимическому потреблению кислорода (по ХПК и БПК) с применением кулонометрических титрантов.** И.Ф.Абдуллин, А.А.Дементьев, Г.К.Будников, Е.Н.Турова. №1. С.15-17.

Показана возможность оценки уровня загрязненности природных и сточных вод органическими веществами с использованием кулонометрических титрантов. Предложен метод кулоно-

**Полежаев Юрий Михайлович - заведующий кафедрой аналитической химии Уральского Государственного технического университета, доктор технических наук, профессор.**

**Область научных интересов: химия, технология и анализ веществ и материалов на основе редких металлов.**

**Автор свыше 420 научных и методических публикаций, в том числе 48 авторских свидетельств, 2 монографий и 2 учебных пособий.**

метрического определения биологического потребления кислорода (БПК) с помощью электрогенерированных ионов меди (II).

**Экспрессное определение следовых количеств пероксида водорода реактивными индикаторными средствами.** В.М.Островская, Д.А.Маньшев. №4. С.9-11.

Описана методика определения пероксида водорода

в водных растворах в диапазоне концентраций 0,005-0,05 мг/л с помощью индикаторной полосы РИБ-Пероксид-Тест, состоящей из хромогенной целлюлозы с ковалентно-иммобилизованным 3,3',5,5'-тетраметилбензидином и карманного устройства для концентрирования на ней. Даны примеры определения пероксида водорода в атмосферных осадках и технологических водах. Правильность методики проверена методом добавок. Относительное стандартное отклонение равно 0,3. Пропиточный состав для изготовления индикаторных полос установлен путем оптимального трехфакторного планирования эксперимента.

**2. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА**

**2.1. Потенциометрия и ионометрия**

**Селективные мембранные электроды для определения синтетических поверхностно-**



**активных веществ (обзор).** *Е.Г.Кулапина, Р.К.Чернова, А.И.Кулапин, С.А.Митрохина. №11. С. 3-15.*

Показаны место и роль ионометрии в современных химических и физико-химических методах определения синтетических поверхностно-активных веществ (СПАВ). Рассмотрены возможности использования селективных мембранных электродов (СЭ) для аналитического контроля за содержанием неионных, анионных и катионных ПАВ. приведены составы мембран СЭ, их электроаналитические и эксплуатационные характеристики. Показана возможность использования СЭ для определения индивидуальных СПАВ методом прямой потенциометрии и в качестве датчиков при потенциометрическом титровании неионных, анионных и катионных ПАВ. определения суммарного содержания отдельных типов ПАВ, раздельного определения неионных, катионных и анионных ПАВ в объектах окружающей среды, парфюмерно-косметических препаратах, синтетических моющих средствах, производственных композициях.

**Учет влияния ионной силы и потенциала жидкостного соединения при ионометрическом определении фторид- и иодид-ионов в водах и рассолах.** *Г.И.Бебешко, Е.М.Нестерина, С.Н.Бурцева. №12. С.8-10.*

Разработаны и утверждены в качестве отраслевых стандартов методики определения фторид-иона в интервале концентраций 0,2-20 мг/л и иодид-иона в интервале концентраций 0,2-200 мг/л в разнообразных природных водах с минерализацией 0,2-200 мг/л. Методики отличаются экспрессностью, селективностью, простотой исполнения и невысокой стоимостью.

**Сравнительное исследование метрологических характеристик потенциометрического и фотометрического методов определения фторид-ионов в водах.** *Е.В.Ванчикова, Е.А.Кун. №3. С.12-14.*

Проведено сравнение метрологических характеристик потенциометрического и фотометрического методов определения фторид-ионов в водах. Показано, что анализ проб воды с низким содержанием фторид-ионов [ $c_{\text{м}}(\text{F}) < 2,0 \text{ мг/дм}^3$ ] следует проводить только фотометрическим методом. Для измерения массовых концентраций фторид-ионов  $2,0 < c_{\text{м}}(\text{F}) < 200,0 \text{ мг/дм}^3$  применимы оба метода, однако преимущество ввиду экспрессности и меньших затрат дополнительных реактивов следует отдать потенциометрическому, при этом необходимо учитывать, что в интервале концентраций  $90,0 < c_{\text{м}}(\text{F}) < 200,0 \text{ мг/дм}^3$  эксперимен-

тальная погрешность имеет мультипликативный характер и составляет не менее 15 % от измеряемой характеристики.

**Применение метода двухфазного потенциометрического титрования для определения основного вещества в анионных ПАВ, используемых в кинофотопромышленности.** *А.Р.Гарифзянов, З.А.Тельнова, Н.И.Савельева, В.Ф.Торопова, Г.К.Будников. №4. С.16-19.*

Найдены оптимальные условия и разработана методика определения основного вещества для ряда анионных ПАВ с ионогенной сульфогруппой, используемых в кинофотопромышленности методом двухфазного потенциометрического титрования с жидкостным ион-селективным электродом в среде вода-хлороформ. Показана высокая селективность определения исследованных соединений в присутствии полупродуктов их синтеза.

## 2.2. Вольтамперометрия

**Применение полярографии на ртутном капельном электроде для анализа и исследования доноров оксида азота.** *В.И.Левина, Е.Ю.Хмельницкая, Г.В.Чечекин, А.В.Данилов, Н.Б.Григорьев. №12. С.3-7.*

Описано применение полярографии на ртутном капельном электроде для анализа и поиска потенциальных доноров оксида азота. С помощью разработанных модельных методов предсказания биологической активности NO-генерирующих соединений, выявляющих их способность выделять оксид азота в результате химических (окислительных, восстановительных, гидролитических) превращений, обнаружены новые классы соединений NO-доноров, а также выявлены соединения с NO-донорными свойствами среди применяемых лекарственных средств.

**Инверсионная вольтамперометрия с высоковольтным режимом электронакопления.** *Р.Ю.Бек, Л.И.Скворцова, В.Н.Кирюшов, Т.П.Александрова, В.А.Тарасова. №2. С.3-7.*

Изучено влияние электрического поля высокого напряжения на электромиграционный массоперенос катионов металла. Установлено, что значительное ускорение массопереноса ионов металла при высоковольтном режиме накопления обусловлено явлением экзальтации в результате протекания параллельного процесса восстановления водорода из молекул слабых кислот или воды. Показано, что использование этого режима позволяет увеличить скорость электроосаждения металлов на 2-3 порядка по сравнению с обычным режимом инверсионной вольтамперометрии. При постоянном высоком напряжении



накопления инверсионные пики металлов пропорциональны времени накопления и объемной концентрации анализируемых ионов. Экзальгационные явления позволяют не только интенсифицировать процесс электроосаждения металлов, но и снизить предел обнаружения, повысить селективность определения и уменьшить отрицательное влияние поверхностно-активных веществ.

**Методические особенности инверсионно-вольтамперометрического определения Cu, Pb, Cd, Zn в водах различного типа, влияние матричного состава.** К.М.Нестерина, Т.И.Бебешко. №2. С. 7-12.

Рассмотрены особенности определения низких содержаний (на уровне ПДК и ниже) меди, свинца, кадмия и цинка в водах различных типов методом ИВА с использованием электрохимического датчика "Модуль ЕМ-04" (НТФ Вольта, С.-Петербург) со стеклоуглеродным электродом. Особое внимание уделено влиянию матричного состава на проведение измерений и устранению его мешающего влияния. Показано, что в питьевых и снеговых маломинерализованных водах с минерализацией 50-150 мг/дм<sup>3</sup> удается получать воспроизводимые аналитические сигналы при многократных измерениях одного и того же раствора с электрохимической очисткой электрода при потенциале +0,42 В.

**Простые формулы расчета определяемой концентрации при вольтамперометрическом анализе методом стандартной добавки.** Т.П.Александрова, В.Н.Кирюшов. №2. С. 20.

Предложены простые формулы расчета концентрации определяемого компонента в растворе методом стандартной добавки в вольтамперометрическом анализе, применение которых значительно экономит время аналитика, особенно в рутинном анализе.

**Объекты определения и анализа в вольтамперометрии.** И.Я.Петрова, А.И.Горобец, Р.М.-Ф.Салихджанова. №3. С. 17-18.

Проанализирован материал, представленный в автоматизированной информационной базе вольтамперометрических методик анализа природных объектов, металлических материалов, пищевого сырья и продуктов питания, вод, атмосферного воздуха, лекарственных препаратов и биосубстратов. Проведена оценка по распространенности каждого объекта анализа и определения.

### 2.3. Амперометрия

**Определение платины в лекарственных препаратах и биообъектах с помощью амперометрического биосенсора на основе дезоксирибонуклеи-**

**новой кислоты.** С.С.Бабкина, Н.А.Улахович, Ю.И.Зявкина. №12. С. 11-13.

Предложен амперометрический биосенсор на основе денатурированной дезоксирибонуклеиновой кислоты (ДНК), иммобилизованной на нитроцеллюлозной мембране, который позволяет высокочувствительно и селективно определять платину в исследуемых объектах (биосредах организма, лекарственных препаратах и других веществах) в состоянии окисления Pt(IV) и Pt(II). Область определяемых содержаний в результате извлечения путем предварительного накопления для Pt(IV) составляет  $1,0 \cdot 10^{-6}$  –  $0,5 \cdot 10^{-10}$  моль/л, Pt(II) –  $1,0 \cdot 10^{-6}$  –  $0,5 \cdot 10^{-8}$  моль/л. Предлагаемый метод отличается хорошей воспроизводимостью, простотой пробоподготовки и экспрессностью. Разработаны условия реактивации биочувствительной части сенсора для его многократного использования.

### 2.4. Кулонометрия

**Прецизионное определение ртути в высокотемпературных сверхпроводниках состава Hg-Ba-Cu-O методом кулонометрии при постоянном потенциале.** А.Е.Денисова, О.Л.Кабанова. №11. С. 15-18.

Описана методика кулонометрического определения 6-30 мг Hg(II) в фоновом растворе 0,1 М HNO<sub>3</sub> при постоянном потенциале 0,2 В в присутствии 14-кратного мольного избытка меди и 6-кратного бария на рабочем электроде из угольной ткани марки ТМП-4. Предложен способ учета влияния ионов меди (II) на результаты определения. Методика опробована на модельных растворах, для которых погрешность определения не превышает 0,2 % ( $s_r = 0,001$ ), и на образцах ВТСП состава Hg-Ba-Cu-O ( $s_r$  не более 0,002).

**Кулонометрическое определение сорбиновой кислоты в пищевых продуктах.** И.Ф.Абдуллин, Е.Н.Турова, Г.К.Будников. №5. С. 3-4.

Изучено взаимодействие сорбиновой кислоты с электрогенерированными галогенами и гипогалогенит-ионами. Разработан способ кулонометрического определения сорбиновой кислоты, основанный на ее взаимодействии с электрогенерированным бромом. Проведено определение сорбиновой кислоты в майонезе и кондитерских кремах.

### 2.5. Спектрофотометрия

**Спектрофотометрическое определение меди в La(Sr)Me<sub>1-x</sub>Cu<sub>x</sub>O<sub>3</sub> (Me-Co, Mn) с реагентом N,N-ди(2-карбоксиэтил)-3,4-ксилидином.** Ю.А.Скорик, Л.К.Неудачина, Е.В.Коротовских, А.А.Вшивков. №3. С. 15-16.

Описана экспрессная методика спектрофотометрического определения меди в сложноксид-



ных системах типа  $\text{La}(\text{Sr})\text{Me}_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}_3$  ( $\text{Me}=\text{Co}, \text{Mn}$ ;  $0,05 \leq x \leq 0,4$ ) в виде координационного соединения с *N,N*-ди(2-карбок시에тил)-3,4-ксилидином. Методика не требует предварительного отделения или маскирования сопутствующих компонентов. Интервал определяемых концентраций составляет  $(0,3-3) \cdot 10^{-4}$  моль/л.

**Определение массовой концентрации ионов аммония в цветных и мутных водах.** *Е.В.Ванчикова, Т.М.Мальгина, В.М.Кондратенко, Н.Н.Кун.* № 4, С.5-8.

Показано, что при фотометрических измерениях содержания минеральных компонентов фотометрическим методом (ионов аммония, нитрат-, сульфат-, хлорид-ионов) в поверхностных водах и снежном покрове необходимо предварительное осветление окрашенных и мутных проб. Установлено, что суспензия гидроксида алюминия, получаемого из алюмоаммонийных квасцов и гидроксида аммония, непригодна для обработки проб, содержащих ионы аммония, даже после длительного промывания осадка. Взамен данного способа предложено проводить осаждение гидроксида алюминия из растворов алюмокалиевых квасцов гидроксидом калия при pH 7,0-7,8. Применимость данного варианта осветления проверена на стандартных растворах ионов аммония, а также на сильно загрязненных образцах талых вод по процедуре внутрилабораторного оперативного контроля сходимости определений, воспроизводимости измерений и погрешности определений. Получены удовлетворительные результаты.

**Экстракционно-фотометрическое определение ванадия (V) с 3,2-оксинафтойной кислотой, ее производными и гидрофобными аминами.** *Н.Х.Рустамов, А.Н.Гурбанов.* № 4, С. 12-16.

Спектрофотометрическим методом исследованы разнолигандные комплексы ванадия (V) с 3-окси-2-нафтойной кислотой, ее производными и гидрофобными аминами. Установлены условия образования и экстракции, состав, изучены физико-химические и аналитические свойства комплексов. Разработаны методики экстракционно-фотометрического определения ванадия. Методики апробированы при анализе природных и промышленных материалов.

**Определение следовых количеств палладия с помощью реагента *o*-сульфобензолазороданина методом спектрофотометрии с бета-коррекцией.** *Хонг-Вен Гао.* № 4, С. 19-21.

С помощью метода двуволновой спектрофотометрии с  $\beta$ -коррекцией фона, позволяющего устранить влияние избытка реагента, изучено взаимодействие палладия (II) с *o*-сульфобензолазо-

роданином. Показано, что в таких сложных системах протекают мультикоординационные реакции, поскольку образуются комплексы с соотношением металл:реагент = 1:6. Найдены величины молярных коэффициентов погашения ступенчатых продуктов реакции и констант образования.

**Определение микроколичеств ацетилхолина при помощи спектрофотометрии и термолинзовой спектрометрии.** *М.А.Проскурин, А.В.Пухтарь, В.В.Ивлева, Е.К.Иванова.* № 5, С.12-16.

Описаны спектрофотометрические методы определения ацетилхолина, основанные на его гидролизе до ацетилгидроксамовой кислоты и определении последней ионами железа (III) в водной среде (предел обнаружения  $7 \cdot 10^{-5}$  М; диапазон определяемых содержаний  $8 \cdot 10^{-5}$ - $1,5 \cdot 10^{-2}$  М), а также на экстракции комплекса ацетилхолина с дипикриламином из водной среды в дихлорметан (предел обнаружения  $3 \cdot 10^{-6}$  М; диапазон определяемых содержаний  $6,5 \cdot 10^{-6}$ - $1,7 \cdot 10^{-3}$  М). На основе способа определения ацетилхолина дипикриламином разработан термолинзовый метод его определения с пределом обнаружения  $6 \cdot 10^{-9}$  М и диапазоном определяемых содержаний  $2 \cdot 10^{-6}$ - $1,5 \cdot 10^{-6}$  М.

**Фотометрическое определение сульфит-ионов в природной и питьевой воде с использованием иод-амилозного реагента.** *В.В.Никоноров, Л.Н.Москвин.* № 6, С.6-9.

Разработана методика фотометрического определения сульфит-ионов в природной и водопроводной воде, основанная на ослаблении окраски иод-амилозного реагента. Методика отличается простотой, экспрессностью, низким пределом обнаружения (4 мкг/л) и широким диапазоном линейности (0,008-4,8 мг/л). Рассмотрены различные факторы, мешающие анализу пробы, разработаны способы устранения их влияния.

#### 2.6. Хроматография

**Применение поверхностно-активных веществ для модификации подвижных и неподвижных фаз при определении пищевых красителей методом ТСХ.** *Е.Г.Сумина, Е.В.Ермолаева, Н.В.Тюрина, С.Н.Штыков.* № 5, С.5-8.

Изучена возможность применения катионных, анионных и неионных поверхностно-активных веществ для модификации подвижных и неподвижных фаз при разделении и определении ряда пищевых красителей. Определены оптимальные условия модифицирования и разделения. Проанализирован состав некоторых пищевых продуктов. Относительная погрешность оп-



ределения не превышает 5 %.

### 2.7. Люминесцентный анализ

**Хемилюминесцентное определение аскорбиновой кислоты в фармпрепаратах.** Е.Н.Стадничук, В.К.Зинчук. № 1. С. 18-19.

Разработана экспрессная методика определения аскорбиновой кислоты в фармпрепаратах, основанная на ингибировании хемилюминесценции в реакции окисления гидразида 3-аминофталеовой кислоты пероксимоносерной кислотой в присутствии комплексов марганца (III) с триэтаноламином. Нижний предел определения составляет 0,35 мкг в 20,0 см<sup>3</sup> конечного объема.

## 3. ФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

### 3.1. Атомно-эмиссионный анализ

**Атомно-эмиссионный с индукционной плазмой метод определения селена в продуктах Норильской горной компании.** Л.И.Издебская, Д.Ф.Макаров, О.В.Ковалева, И.С.Остапчук. №11. С.63-64.

Описана методика атомно-эмиссионного определения селена в медно-никелевых рудах Норильской горной компании и продуктах их переработки в диапазоне концентраций от 0,0002 до 0,002 %, основанная на предварительном выделении селена методом соосаждения с теллуром.

**Определение бора и тантала в покрытиях боридов тантала и расплавах эвтектической смеси фторидов Li, Na, K.** Т.Г.Кашулина, О.В.Макарова, Г.В.Короткова, Н.В.Серба, В.С.Басков. №2. С. 18-19.

Описаны методики определения бора и тантала методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой (ICP) в расплавах эвтектической смеси фторидов Li, Na, K, содержащих K<sub>3</sub>TaOF<sub>6</sub> и Na<sub>3</sub>B<sub>3</sub>O<sub>3</sub>F<sub>6</sub>, а также синтезированных на их основе покрытиях боридов тантала. Предлагаемые методики сокращают продолжительность анализа примерно в три раза и имеют метрологические характеристики, не уступающие традиционным химическим методам.

**Новый вариант метода вдувания при спектральном анализе порошков.** А.Г.Змитревич, А.К.Туманов. №3. С.64-65.

Показано, что известный вариант метода вдувания с отбором излучения в направлении, перпендикулярном воздушному потоку, обеспечивает оптимальные условия анализа лишь для узкого круга материалов. Предложен новый вариант метода вдувания с отбором излучения вдоль воздушного потока и разработана аппаратура для его осуществления. На примере анализа ферросплавов показано, что новый метод позволяет

анализировать различные материалы в оптимальных условиях на одном спектральном приборе без какой-либо перенастройки.

### 3.2. Рентгенофлуоресцентный анализ

**Две тенденции расчета фундаментальных  $\alpha$ -коэффициентов при рентгенофлуоресцентном анализе материалов широкопеременного состава.** Е.И.Молчанова, А.Н.Смагунова, Н.Г.Апрелков. №2. С. 12-17.

На примере определения Ст(0,1-0,7) в двойных и тройных образцах, в которых содержание Fe и Ni менялось от 0,1 до 0,9 сопоставлена эффективность учета межэлементных взаимодействий с помощью двух групп алгоритмов матричной коррекции. Первая основана на аппроксимации зависимости коэффициентов влияния от состава образцов, а вторая – на оценке корректирующих коэффициентов в точке анализируемого образца или образца сравнения близкого состава. Показано, что при РФА многокомпонентных материалов с широкими вариациями  $C_i$ ,  $C_j$  недостатком алгоритмов, в которых  $\alpha$ -коэффициенты установлены по отношению к одноэлементному образцу, а функция  $\alpha = F(C)$  аппроксимирована в диапазоне  $C_i$ ,  $C_j$  от 0 до 1, является необходимость учета влияния третьих элементов  $k$ . Расчет  $\alpha$ -коэффициентов по отношению к многоэлементному образцу и аппроксимация функции  $\alpha = F(C)$  в реальном диапазоне вариаций  $C_i$ ,  $C_j$  позволяет отказаться от использования коэффициентов  $\alpha_{ijk}$ . На практике, когда имеют место погрешности эксперимента, реализация алгоритмов, непосредственно учитывающих межэлементные взаимодействия в точке анализируемой пробы, может быть затруднена вследствие расходимости приближений расчета  $C_j$ .

**Рентгенофлуоресцентный анализ ультранизкого загрязнения в условиях полного отражения рентгеновского пучка, сформированного бесщелевым коллиматором.** В.К.Егоров, А.П.Зуев, Е.В.Егоров. №3. С.3-11.

Кратко изложены особенности метода РФА ПВО спектроскопии в условиях использования бесщелевого коллиматора (БК) для формирования пучка возбуждающего рентгеновского излучения. Проведена оценка аналитических возможностей спектрометра, обращено внимание на уникально низкие пределы обнаружения примесей, реализуемые на РФА ПВО спектрометре с БК, простоту конструкции и относительно низкую стоимость модифицированного спектрометра.

### 3.3. Масс-спектрометрический анализ

**Масс-спектрометрическое с индукционной плазмой определение платиновых метал-**



**лов и золота в медно-никелевых рудах и продуктах их переработки с предварительным пробирным концентрированием в никелевый штейн.** А.П.Кузнецов, Д.Ф.Макаров, В.В.Витус. №11. С. 65-66.

Разработана методика масс-спектрометрического определения всех платиновых металлов и золота в сульфидных медно-никелевых рудах и промышленных продуктах Норильского горно-металлургического комбината. Сочетание масс-спектрометрии с пробирно-химическим концентрированием в никелевый штейн объединяет низкие пределы обнаружения первого метода и полноту извлечения благородных металлов второго. Кроме того, простые спектры и малые спектральные влияния в масс-спектрометрии облегчают анализ неизвестных продуктов.

**Идентификация летучих органических примесей в трихлорсилане.** А.И.Степанов, А.А.Кох, В.В.Новиков, П.А.Данов, А.В.Сизеева, А.А.Тытов. №5. С.8-11.

Методом хромато-масс-спектрометрии определен молекулярный состав примесей в технологических пробах трихлорсилана, полученного по различным технологиям. Показано, что основной примесью является метилдихлорсилан. Проведена оценка правильности его идентификации и количественного определения.

**Аналитические возможности лазерного времяпролетного масс-спектрометра.** А.А.Сысоев, С.С.Потешин, А.Ю.Адамов, И.В.Мартынова. №5. С. 16-22.

Описаны результаты исследований модифицированной модели лазерного времяпролетного масс-спектрометра нового типа. Для обеспечения временной фокусировки использован цилиндрический конденсатор. Исследования проводили с помощью стандартных проводящих образцов. Изучены основные аналитические характеристики прибора: точность измерения масс, предел обнаружения, динамический диапазон, воспроизводимость и правильность результатов анализа, производительность. Предел обнаружения для разных элементов изменяется в пределах 20-170 ppb. Погрешность определения состава для большинства элементов в зависимости от содержания элемента в образце варьируется в пределах от 0,8 % отн. для основы до 50 % отн в случае микропримесей. Проанализированы факторы улучшения воспроизводимости и правильности результатов измерений.

#### 4. КОНЦЕНТРИРОВАНИЕ В АНАЛИЗЕ

##### Микроэкстракционное концентрирование

**полихлорированных дибензо-*p*-диоксинов и дибензофуранов в анализе аминной соли 2,4-дихлорфеноксисукусной кислоты.** З.Ф.Шарафисламова, В.Н.Майстренко, Ф.Ф.Хизбуллин, Ф.Х.Кудашева, Т.М.Астахова. №12. С. 14-16.

Описан способ пробоподготовки аминной соли 2,4-дихлорфеноксисукусной кислоты (2,4-Д) для хромато-масс-спектрометрического определения полихлорированных дибензо-*p*-диоксинов (ПХДД) и дибензофуранов (ПХДФ), основанная на использовании микроэкстракционного концентрирования определяемых соединений, которая исключает стадии очистки на многослойной силикагелевой колонке и промежуточные стадии упаривания. Показано, что применение кислотно-щелочной обработки микроэкстракта и его очистки на угольной колонке вполне достаточно для устранения влияния мешающих соединений.

**Предварительное концентрирование и определение стронция-90 в природных и сточных водах Курского региона.** И.Н.Басаргин, Р.В.Гребенникова, В.Д.Салихов, Ю.Г.Розовский. №4. С. 3-5.

Синтезированы и исследованы полимерные хелатные сорбенты, содержащие в структуре функционально-аналитическую группу – орто-окси-азо-ортоу-сульфогруппу. Изучены физико-химические свойства сорбентов и процесса хемосорбции Sr и <sup>90</sup>Sr. Разработан экспрессный метод предварительного концентрирования с последующим атомно-абсорбционным и радиометрическим определением стронция в природных и сточных водах региона Курской АЭС.

#### 5. ПРИБОРЫ И УСТРОЙСТВА

**Ионизационный сенсор для определения кислорода.** А.М.Насимов, З.Н.Нормуродов, А.Т.Бердиев, Э.Л.Латфуллаев, Р.М.-Ф.Салихджанова. №2. С.21-22.

Авторы отмечают недостатки, присущие сенсорам, основанным на эффекте теплопроводности и предлагают сенсор, основанный на эффекте испарения веществ, взаимодействующих с кислородом, с поверхности терморезисторов. Приведена схема сенсора и дано ее описание. Предлагаемый сенсор позволяет определить кислород в диапазоне 10-15 % по объему.

**Простой оптоэлектронный мини-фотометр-рефлектометр для работы с твердыми, жидкими и газообразными образцами в видимой области спектра.** Ю.Л.Шившин. №3. С. 19-21.

Предложен фотометр-рефлектометр на основе двух оптопар, включенных по дифференциальной схеме и образующих два оптических канала.



один из них работает в режиме пропускания, а другой – в режиме отражения.

#### **6. МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ АНАЛИЗА. СЕРТИФИКАЦИЯ И АККРЕДИТАЦИЯ**

**Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа.** В.Б.Горшков, А.Н.Федоров. №12. С.60-61.

В ГНЦ РФ ВНИИМ в 2000 г. разработан программный комплекс "Internal Control 2000", предназначенный для проведения внутрилабораторного контроля качества результатов количественного анализа. Описаны возможности комплекса.

**Метрологические проблемы сертификации партий веществ и материалов по химическому составу (обзор).** Ю.А.Карпов, И.А.Майоров, Л.Н.Филлимонов. №2. С.52-64.

Общие требования к сертификации продукции и к испытательным лабораториям конкретизированы применительно к сертификации веществ и материалов по химическому составу. Сформулированы критерии объективной проверки соответствия найденных содержаний компонентов и примесей официально установленным нормам их содержания. Рассмотрены зависимости относительных стандартных отклонений сходимости, воспроизводимости и повторяемости от содержания компонентов и примесей, полученных при выполнении аналитического контроля исследуемого объекта. Обсуждены области применения законов нормального и логнормального распределения результатов.

**Новые требования и подходы к оценке компетентности испытательных и аналитических лабораторий.** И.Г.Назарова, О.Д.Вернидуб, Е.И.Хунузиди. №2. С.65-68.

Рассмотрены Европейская концепция оценки соответствия с целью устранения технических барьеров в торговле, идея формирования доверия к качеству продукции на основе системы качества производителя и создания единых регла-

ментов в области испытаний, аккредитация как средство формирования доверия к результатам испытаний продукции. Российская система аккредитации и нормативные документы по аккредитации, структура и новые требования к аккредитации в связи с введением ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2000 "Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий".

**Обеспечение достоверности результатов сертификационных испытаний пищевых продуктов и продовольственного сырья.** В.И.Панева. №4. С.60-67.

Рассмотрены основные элементы метрологического обеспечения сертификационных испытаний пищевой продукции и комплекс реализованных мер по их совершенствованию.

**К вопросу аттестации вычислительных программ.** В.Б.Горшков, А.Н.Федоров. №4. С.68-69.

Статья рассматривает основные принципы аттестации алгоритмов и программ обработки данных на примере аттестации программного комплекса Internal Control 2000. Программа предназначена для ведения базы данных по метрологическим характеристикам методик выполнения измерений, результатам измерений и проведения контроля качества измерений с занесением результатов контроля в эту же базу данных.

#### **7. О ТЕРМИНОЛОГИИ В АНАЛИТИКЕ**

**О структуризации и терминологии в аналитической химии.** В.М.Немец, А.А.Петров, А.А.Соловьев. №4. С.21-23.

С целью отражения современного состояния и уровня развития методов и исследований в области анализа веществ и материалов предпринята попытка новых подходов к терминологии. В порядке обсуждения рассмотрен вопрос о переходе от термина "аналитическая химия" к термину "аналитика" с его последующей дифференциацией.

\* \* \* \* \*