

**Семинар**  
**Противоречия в химико-аналитической практике**  
**и пути их преодоления**

Сборник тезисов докладов

10 Апреля 2012 г., КВЦ «СОКОЛЬНИКИ» (Москва)

## Благодарность

Мы благодарим всех, кто оказывал помощь  
в подготовке и проведении Семинара.

## Организаторы Семинара



## Поддержка



## Информационная поддержка

1. НП «Гильдия экологов»
2. Журнал «Водоочистка. Водоподготовка. Водоснабжение»
3. Журнал «Промышленность и безопасность»
4. Журнал «Водоочистка»
5. Журнал «Вода: химия и экология»
6. Журнал «Фармацевтическая отрасль»
7. Портал «INNOVANEWS.RU»: <http://www.innovanews.ru/>

## Содержание

Стр.

<b>Проблемы определения нефтепродуктов в объектах окружающей среды и пути их преодоления</b>	<b>7</b>
Дедов А.Г., Ищенко А.А., Зайцев Н.К. РГУ нефти и газа им. И.М. Губкина, МИТХТ им. М.В. Ломоносова, г. Москва	
<b>Инструментальные методы определения нефтепродуктов в водах и почвах</b>	<b>8</b>
Юдович Е.Е., технический директор ООО «Нефтехимавтоматика-СПб»	
<b>Определение нефтепродуктов в воде и почве методом узкополосной сканирующей ИК-спектроскопии</b>	<b>11</b>
Зайцев Н.К., профессор кафедры аналитической химии МИТХТ им. М.В. Ломоносова	
<b>Возможность применения кулонометрического титрования в фармацевтическом анализе</b>	<b>12</b>
Абдуллина С.Г., доцент кафедры фармацевтической химии с курсами аналитической и токсикологической химии Казанского государственного медицинского университета	
<b>Новые подходы к автоматизации титриметрического анализа</b>	<b>15</b>
Шорин С.В., начальник отдела новых разработок ООО «Эконикс-Эксперт»	
<b>Лабораторная база данных – основа принятия обоснованных управленческих решений</b>	<b>17</b>
Розенталь О.М., главный научный сотрудник ИВП РАН, главный редактор журнала «Методы оценки соответствия»	

<b>Тест-системы для химического анализа: характеристики и возможности</b>	<b>18</b>
Моросанова Е.И., директор ООО "МедЭкоТест"	
<b>Преодоление противоречий в химическом анализе: от тест-систем к методикам выполнения измерений</b>	<b>21</b>
Муравьев А.Г., директор производственно-лабораторного комплекса ЗАО «Крисмас+»	
<b>Противоречия в химико-аналитической практике - истинные или мнимые?</b>	<b>24</b>
Кропанев А.Ю., Пономарева О.Б., ФГУП «УНИИМ», г. Екатеринбург	

## **Проблемы определения нефтепродуктов в объектах окружающей среды и пути их преодоления**

Дедов А.Г., Ищенко А.А., Зайцев Н.К.

РГУ нефти и газа им. И.М. Губкина, МИТХТ им. М.В. Ломоносова,  
г. Москва

Среди загрязнителей окружающей среды нефтепродукты занимают особое место из-за своего широкого распространения. Известны случаи крупномасштабных загрязнений речных и морских бассейнов из-за аварий танкеров или нефтедобывающих комплексов, например, в Мексиканском заливе. Загрязнения почвы происходят часто из-за аварий на нефтепроводах. Соответственно, существует задача определения нефтепродуктов в указанных природных объектах, чтобы определять виновников аварий, осуществлять защитные и рекультивационные мероприятия и т.д. Однако определение нефтепродуктов в природных объектах встречает ряд проблем.

Во-первых, в нашей стране не установлен уровень ПДК для нефтепродуктов в почве. Это не случайно. Прежде всего, существуют районы, где происходит естественное выделение нефти в почву, и экологические комплексы отлично адаптированы к такой среде, например, белый клевер прекрасно растет в нефти. Во-вторых, не всегда ясно, что именно считать нефтепродуктами. В природном торфе может содержаться торфяной воск, битумообразное природное вещество, в концентрации до 5% и даже в отдельных случаях выше. Считать его нефтепродуктом и загрязнителем или нет? По химической природе он может быть неотличим от нефтепродуктов. Подходы к нормированию такого рода пока остаются неразработанными. Возможным подходом к разрешению такой противоречивой ситуации может оказаться введение не универсальных, общероссийских, а районированных значений ПДК для нефтепродуктов в почве.

Другой значительной проблемой является расхождение результатов химико-аналитических определений, которые получаются при определении нефтепродуктов в почве различными аналитическими методами. Отчасти это может быть связано с недостатками методик

пробоподготовки и окончания анализов, отчасти – упирается в тот же самый вопрос – что считать нефтепродуктом и что – природным углеводородсодержащим веществом. В конечном счете, по-видимому, следует ориентироваться на результаты биологических исследований, которые сходятся на том, что при концентрации нефтепродуктов в почве 6% и выше растительность оказывается угнетенной. Настоящий семинар должен оказаться вкладом в обсуждение данной проблемы и в поиск подходов к возможным решениям.

### **Инструментальные методы определения нефтепродуктов в водах и почвах**

Юдович Е.Е., технический директор ООО «Нефтехимавтоматика-СПб»

Нефтепродукты относятся к числу наиболее распространенных токсичных веществ антропогенного происхождения, загрязняющих окружающую среду.

Понятие «нефтепродукты» (НП) имеет два значения – техническое и аналитическое. В техническом значении НП – это нефти и продукты их переработки (топлива, масла, мазуты и др.). В аналитическом значении к НП относятся неполярные и малополярные углеводороды, не сорбирующиеся оксидом алюминия.

В настоящее время традиционный гравиметрический метод определения НП в водах применяется сравнительно редко ввиду его трудоемкости и низкой чувствительности. Прямые измерения вод турбидиметрическим или нефелометрическим методами не дают сведений о растворенных НП, концентрация которых может в 10 и более раз превышать ПДК.

Контроль за общим содержанием НП в воде осуществляется, в основном, тремя инструментальными методами с предварительной экстракцией НП:

- газохроматографическим с программированием температуры капиллярных колонок и использованием пламенно-ионизационного детектора,

- люминесцентным с измерением вынужденного излучения моно- или полиароматических структур,
- ИК-спектрометрическим с измерением поглощения излучения в области валентных колебаний метильных и метиленовых групп.

Средства измерений (хроматографы, флуориметры, ИК фотометры) градуируют по модельным смесям, воспроизводящим в некотором приближении состав и свойства НП.

Используемые для экстракции органические экстрагенты должны обеспечивать достаточно полное извлечение НП и отвечать специфическим требованиям метода - в случае хроматографического метода иметь высокую летучесть, в случае оптических методов обладать достаточной прозрачностью в аналитической области спектра. Чувствительность анализа повышают, выбирая оптимальное соотношение объемов пробы воды и экстрагента и концентрируя НП в экстракте, который очищают на колонке с окисью алюминия.

Поскольку результаты рассмотренных анализов зависят от условий их проведения и, в первую очередь, от градуировки СИ, а само понятие НП является условным, то и описанные инструментальные методы определения НП следует признать условными. При этом полного совпадения результатов, полученных разными методами, не следует ожидать, а при решении конфликтных ситуаций предпочтение должно быть отдано арбитражному методу.

К очевидным достоинствам газохроматографического метода относится возможность получения сведений о составе НП и, при определенных обстоятельствах, об источнике загрязнений. Однако градуируют хроматограф по углеводородам от C8 до C40, тогда как более легкие и более тяжелые углеводороды, присутствующие в анализируемых водах, не определяются. Индивидуальный состав нефтяных фракций кроме бензинов не известен и, следовательно, состав и свойства градуировочных смесей и определяемых НП, отличаются. Указанные недостатки градуировки увеличивают погрешность анализа.

Основным достоинством люминесцентного метода является высокая чувствительность, а основным недостатком – зависимость результатов измерений от состава определяемых НП. В основу метода

положены измерение интенсивности флуоресценции элюата, пропорциональное концентрации ароматических колец, и определение содержания НП по градуировочной зависимости, полученной на растворах масла. При этом предполагается, что массовая доля ароматических колец в НП приблизительно постоянна и близка к их доле в масле. Однако почти во всех НП массовая доля ароматических колец невелика (в среднем 1-2% для конденсированных колец и 5-20% для моноциклов) и заметно меняется в разных топливах, маслах и мазутах. Переход в ближайшее время к более экологичным бензинам (ЕВРО-4 и выше), в которых ароматические соединения заменены оксигенатами (спиртами, эфирами и др.), существенно затруднит определение бензинов по флуоресценции. Другой недостаток метода связан со свойствами используемого в качестве экстрагента гексана, который не может полностью извлечь из вод НП, сорбированные вместе с асфальто-смолистыми веществами на взвешенных частицах. Люминесцентный метод эффективен, если состав НП в водах постоянен и при градуировке использован продукт подобного состава.

Главным недостатком ИК метода является использование токсичных экстрагентов – четыреххлористого углерода (2-й класс опасности) или тетрахлорэтилена (3-й класс опасности), а главным преимуществом – слабое влияние состава НП на результаты их определения в водах. Измеряется поглощение излучения метильными и метиленовыми группами, входящими в состав всех классов углеводородов (парафиновых, нафтеновых, ненасыщенных и ароматических в виде алифатических радикалов) и являющихся основным структурным элементом НП (около 80% масс.) Содержание этих компонентов в различных НП от бензинов до мазутов изменяется не в разы, как в случае ароматических колец, а на 10-15%. ИК метод можно использовать для определения в водах НП вне зависимости от их состава и источников загрязнения.

Приведенные выше оценки инструментальных методов относятся и к определению НП в почвах. В этом случае для экстракции используются четыреххлористый углерод или тетрагидроэтилен, а



длительность экстракции составляет 1ч. Возможность применения менее активного растворителя гексана сомнительна.

Причины отсутствия ПДК для НП в почвах очевидны и кроются в большом разнообразии климатических условий и свойств почв на территории России. Представляется целесообразным на первом этапе ввести ориентировочно допустимые концентрации (ОДК) для легких и тяжелых НП.

### **Определение нефтепродуктов в воде и почве методом узкополосной сканирующей ИК-спектроскопии**

Зайцев Н.К., профессор кафедры аналитической химии МИТХТ им. М.В. Ломоносова

Обычный метод определения нефтепродуктов в воде и почве заключается в экстракции углеводородов подходящим растворителем (обычно четыреххлористым углеродом или фреоном S-316, применяются также гексан и хлороформ). После этого применяются различные виды инструментального окончания анализа: весовой, хроматографический, ЯМР или другие. Однн из наиболее употребимых инструментальных методов окончания этого анализа – ИК-спектрометрия. Причем измеряемым параметром является поглощение ИК-излучения в области 2700 – 3100 см<sup>-1</sup>, что соответствует валентным колебаниям С-Н связи. Значительная часть приборов, выпускаемых для этой цели в настоящее время, регистрируют поглощение в данной области на фиксированной длине волны, причем, как правило, не указывают точно, на какой именно. К приборам относятся АН-2, АН-3, КН-2, КН-3, «Невод», ИКФ-2А. К сожалению, такой методне соответствует поставленной задаче определения суммарного количества нефтепродуктов в объектах окружающей среды. Спектр поглощения СН-полосы сильно зависит от структуры углеводородов. Особенно сильно различаются спектры ароматических и алифатических углеводородов. В результате разброс в результатах измерений составляет до ±80%. Для преодоления этой проблемы мы применили метод сканирующей ИК-спектрометрии на

специально сконструированном для этой цели портативном сканирующем ИК спектрофотометре, осуществляющего сканирование участка спектра от 2700 до 3100 см<sup>-1</sup> (условное название «Анализатор нефтепродуктов Эксперт-008»). При калибровке прибора по гексадекану в СС14 результаты определения реальной товарной нефти совпадают с весовым методом с точностью 3%. Прибор позволяет разделить полосы СН-колебаний для ароматических и алифатических углеводов.

### **Возможность применения кулонометрического титрования в фармацевтическом анализе**

Абдуллина С.Г., доцент кафедры фармацевтической химии с курсами аналитической и токсикологической химии Казанского государственного медицинского университета

Совершенствование контроля качества лекарственных средств и лекарственного растительного сырья является одной из основных задач отечественной фармации. Постоянное пополнение номенклатуры лекарственных средств, непрерывно возрастающие требования к качеству обуславливают необходимость своевременного совершенствования имеющихся и создания новых аналитических разработок, выполненных с использованием современной инструментальной базы. Одним из перспективных для применения в фармацевтическом анализе методов является кулонометрическое титрование при постоянной силе тока (гальваностатическая кулонометрия), в котором основными контролируемыми параметрами являются время и сила тока. Имеющиеся в настоящее время приборы и устройства позволяют измерять эти параметры с очень высокой точностью.

Кулонометрия, позволяющая генерировать большое число титрантов, способных вступать в разные типы химических реакций, широко применяется для анализа самых различных объектов: нефтепродуктов, благородных металлов и сплавов, компонентов киноплёнки и др. объектов. Наиболее перспективными для

фармацевтического анализа титрантами являются электрогенерированные гидроксид-ионы и электрогенерированные в различных средах галогены. Кулонометрическое титрование с помощью электрогенерированного в неводной среде йода рекомендовано рядом зарубежных Фармакопей (Европейской, Британской, Американской, Японской) для контроля содержания воды в фармацевтических субстанциях. К сожалению, в отечественную Государственную Фармакопею в настоящее время этот метод не включен. Предложены методики кулонометрического определения воды в фармацевтических субстанциях индапамида, арбидола, дибазола, никотиновой кислоты и др. субстанциях на кулонометре «Эксперт-007» (Россия). Фиксацию конечной точки титрования проводили бипотенциометрически. Правильность определения воды проверяли по стандартному раствору HYDRANAL®–Check Solution 1.00 с содержанием воды  $1,00 \pm 0,03$  мг H<sub>2</sub>O/г (Riedel-de Haën, Германия).

Подобраны условия генерация йода из 0,1 М раствора иодида калия в хлороводородном буферном растворе (pH 1,2). Разработаны методики кулонометрического определения аскорбиновой кислоты в субстанции и таблетках, шиповника плодах, первоцвета весеннего листьях и фитопрепарате «Сироп из плодов шиповника». С помощью электрогенерированного в кислой среде брома предложены методики количественного определения калия иодида, метионина, липоевой кислоты, индапамида, арбидола в субстанции и лекарственных формах. Изучено взаимодействие арбутина с электрогенерированным бромом. Разработаны методики определения содержания арбутина в бадана листьях, толокнянки листьях, брусники листьях. С помощью электрогенерированного в щелочной среде йода, где фактическим титрантом являются гипоиодит-ионы, образующиеся в результате диспропорционирования йода, разработаны методики определения содержания дубильных веществ в пересчете на танин в дуба коре, лапчатки корневищах, ольхи соплодиях, кровохлебки корнях и корневищах, бадана корневищах, черники плодах. С помощью электрогенерированного в щелочной среде брома, где, соответственно, образуются гипобромит-ионы, предложены методики количественного

определения глицина, аминокaproновой кислоты, изониазида, фурацилина в субстанции и лекарственных формах. Электрогенерированные из водного раствора сульфата калия гидроксид-ионы позволяют проанализировать соединения, содержащие карбоксильную группу. Разработаны методики количественного определения никотиновой, глутаминовой, салициловой и бензойной кислот, а в сочетании с ионообменной хроматографией натрия цитрата, натрия бензоата, натрия салицилата и натрия хлорида в субстанции и лекарственных формах. Предложены также методики определения содержания органических кислот в пересчете на яблочную кислоту в шиповника плодах, рябины плодах, малины плодах, фитопрепаратах «Холосас», «Сироп из плодов шиповника» и «Сок каланхое». Измерения проводились на отечественном кулонометре «Эксперт-006» с биамперометрической и pH-метрической индикацией конечной точки титрования. Относительная ошибка среднего при количественном определении в субстанции и лекарственных формах составляет в 0,2-0,3%, в лекарственном растительном сырье и фитопрепаратах – 2-3%.

Таким образом, метод гальваностатической кулонометрии отличается высокой точностью, экспрессностью, простотой проведения эксперимента, не требует предварительной стандартизации титранта и построения градуировочных графиков, что значительно сокращает время анализа, применения дорогостоящих стандартных образцов (за исключением определения содержания воды), и актуален для контроля качества фармацевтических субстанций, лекарственных средств и лекарственного растительного сырья. Необходимость включения в Государственного Фармакопею Российской Федерации общей фармакопейной статьи «Кулонометрическое титрование при постоянной силе тока» и дополнения «Кулонометрическое определение воды» к общей фармакопейной статье «Определение летучих веществ и воды» очевидна.

## **Новые подходы к автоматизации титриметрического анализа**

Шорин С.В., начальник отдела новых разработок  
ООО «Эконикс-Эксперт»

Титриметрия – один из старейших и массово применяемых в настоящее время методов аналитической химии. Отличительными особенностями титрования являются высокая точность и простота выполнения анализа. Именно поэтому титриметрия так широко представлена в отечественной нормативно-методической базе. Сотни методик ГОСТ, ПНД Ф, РД и прочих документов предписывают применять метод титрования в анализе воды, почвы, пищевой продукции, нефтепродуктов и др. объектов.

Простота выполнения титрования заключается в том, что оно во многих случаях может выполняться «вручную», без использования приборов. Однако это является преимуществом только при проведении единичных анализов. В массовом анализе простота ручного титрования оборачивается существенным недостатком. Отсутствие автоматизации анализа или его отдельных стадий приводит к высокой утомляемости аналитика, снижению производительности его труда, экспериментальным ошибкам и росту погрешности результатов анализа.

Для автоматизации титрования в нашей стране долгое время использовался полуавтоматический титратор белорусского производства БАТ 15.2, который значительно облегчал работу химика-аналитика. К сожалению, возможности данного титратора ограничены одним единственным режимом работы – титрованием до заданной точки рХ или ЭДС, автоматическая регистрация полной кривой титрования невозможна. Кроме того, конструкция за многие десятилетия морально устарела.

Современные отечественные и импортные производители аналитического оборудования освоили производство полностью автоматических титраторов с дозирующими устройствами поршневого типа, способных выполнять анализ как в режиме титрования до заданной точки, так и с регистрацией кривой титрования. Подобные системы

способны решить вопрос автоматизации титриметрического анализа, но в силу сравнительно высокой стоимости и ограниченной надёжности не получают в нашей стране широкого распространения.

С другой стороны, возможность применения автоматических титраторов не отражена в отечественных методиках. Налицо явное противоречие: один из наиболее распространённых методов анализа – титрование – не имеет должного аппаратного обеспечения, а выпускаемые автоматические титраторы не фигурируют в текстах утверждённых методик выполнения измерений.

Мы предлагаем принципиально новый подход к автоматизации титриметрии. Как известно, основным узлом любого автоматического титратора является высокоточное дозирующее устройство, позволяющее вычислять объём подаваемого титранта или осуществляющее подачу порций заданного объёма. В нашей схеме измерение объёма титранта выполняется по данным его плотности и изменения массы. Взвешивание титранта в ходе титрования и расчёт объёма порций по убыли массы, которые титратор выполняет автоматически, позволяют регистрировать кривые титрования в режиме реального времени. Высокая точность дозирования титранта (0,01 мл) достигается без использования прецизионных дозирующих устройств, их роль выполняют обычные электронные весы, находящиеся в быстром информационном обмене с микропроцессорным иономером. Такое сочетание методов классического титрования и гравиметрии является принципиально новым решением.

Дальнейшим развитием идеи автоматизации титрования является построенная нами система с фотометрической индикацией точки эквивалентности. Данный вид титрования именуется «фотометрическим титрованием» и предназначен для автоматизации методик, основанных на изменении окраски цветных индикаторов в точке эквивалентности. Фотометрическое титрование, при котором осуществляется одновременно фотометрирование, перемешивание и добавление титранта, позволяет с высокой точностью регистрировать момент переход окраски индикатора по резкому изменению значению оптической плотности раствора. Также доступна функция регистрации кривой фотометрического титрования. Вычисление объёма титранта, как

и в предыдущем случае, осуществляется путем его взвешивания на электронных весах с передачей данных в фотометр.

Предлагаемые подходы реализованы в создании автоматизированных систем для проведения потенциометрического и фотометрического титрования, в том числе в варианте одновременной регистрации двух кривых титрования (потенциометрической и фотометрической).

Применение гравиметрии для расчёта объёма титранта, а также фотометрический вариант титрования являются новыми, перспективными подходами к автоматизации титриметрического анализа и частично устраняют противоречия, связанные с несовершенством нормативно-методической базы, в частности становится возможным автоматизировать методики титрования, основанные на переходе окраски цветных индикаторов.

### **Лабораторная база данных – основа принятия обоснованных управленческих решений**

Розенталь О.М., главный научный сотрудник ИВП РАН,  
главный редактор журнала «Методы оценки соответствия»

Недооценка уровня достоверности результатов измерений (испытаний) – типичная причина ошибочных выводов контролирующих органов, неверных управленческих решений и многих арбитражных ситуаций. **Типичный пример из практики:** измерительный контроль, выполненный по аттестованной методике, показал, что концентрация бенз(а)пирена в природном водном объекте рыбохозяйственного назначения составляет 0,8 от величины предельно допустимой концентрации (ПДК). Если принять этот результат, то воду следует признать соответствующей установленным требованиям. Но норма погрешности измерений для бенз(а)пирена -  $\pm 70\%$ . Следовательно, истинная концентрация вещества, скорее всего, лежит в пределах (1,36-0,24)ПДК. Бенз(а)пирен образовался в водном объекте в результате его сброса в количестве 1 т в составе сточных вод. В соответствии с

«лимитным» нормативом плата за сброс 1 тонны рассматриваемого вещества составляет 138 млн. рублей. Однако, измерения не позволяют гарантировать, что сброшена именно 1 тонна вещества. Истинная масса сброса предположительно лежит в диапазоне от 0,3 до 1,7, плата за которые изменяется от 41 млн. р. до 235 млн. р. Описанная ситуация спровоцировала споры между органами власти и бизнесом.

Этот и другие примеры, приведенные в докладе, указывают на высокие риски неверных заключений о соответствии/несоответствии контролируемых показателей установленным требованиям вследствие погрешности измерений и ошибок выборки.

В условиях формирования технических регламентов ЕврАзЭС и ТС, а также быстрого расширения объемов внутри- межстрановой торговли роль испытательных лабораторий повышается. В частности, в тех случаях, когда в договорах на поставку продукции указываются допустимые уровни риска несоответствия (например, в форме вероятностей ошибочного отказа или ошибочной приемки), что принято в мировой практике. В этих случаях необходимо запланировать объем лабораторных исследований, необходимых при сдаче/приемке продукции, и приемлемый уровень достоверности результатов каждого измерения.

**Вывод:** в условиях встраивания России в мировое экономическое пространство возрастает роль лабораторных исследований контролируемых показателей качества продукции (услуг). Эту непреложную истину начальник лаборатории должен разъяснить своему руководству, оперируя общеизвестными и собственными конкретными примерами.

### **Тест-системы для химического анализа: характеристики и возможности**

Моросанова Е.И., директор ООО "МедЭкоТест"

Простейшие методы химического анализа, которые часто называют тест-методами, предназначены главным образом для химических анализов



вне условий лаборатории. Особенность этих методов состоит в том, что с их помощью информацию о химическом составе различных объектов может получить практически каждый человек, вне зависимости от уровня его подготовки. Дополнительные достоинства состоят в экономии времени и средств, необходимых для проведения анализа; своевременности получения информации; отсутствии проблем, связанных с хранением и транспортировкой проб в лабораторию. Можно принять такое определение: "Тест-системы для химического анализа - простые, портативные, легкие и дешевые аналитические средства и соответствующие экспрессные методики для обнаружения и определения веществ без существенной пробоподготовки (иногда без отбора проб), без использования сложных стационарных приборов, лабораторного оборудования, без самой лаборатории, без сложной обработки результатов, а также подготовленного персонала" [1].

Широкое внедрение тест-систем в практику химического анализа, в том числе и в аккредитованных лабораториях, предполагает налаживание производства широкого ассортимента тест-систем, исследование метрологических характеристик определений компонентов с их использованием, апробацию на реальных объектах.

Любой метод анализа, методика, средство измерений, результат анализа считаются допустимыми к использованию, если известны их метрологические характеристики и они отвечают установленным нормам. Методики измерений, применяемые в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, подлежат обязательной аттестации, в результате которой устанавливаются их метрологические характеристики. В отличие от количественного анализа, метрологическому обеспечению качественного анализа до настоящего времени не уделялось достаточного внимания.

Совершенно очевидно, что метрологические характеристики будут разными для разных типов тест-средств и, конечно, способов измерения аналитического сигнала. Визуально-колориметрические определения с помощью тест-систем позволяют проводить качественный и полуколичественный анализ. Инструментальное измерение аналитического сигнала, например, оптической плотности окрашенного

раствора, полученного после добавления компонентов тест-системы к анализируемому объекту - это, безусловно, пример классического количественного анализа.

В последние годы в связи с все большим распространением тест-методов интерес к метрологическому аспекту качественного анализа значительно возрос: осознана необходимость создания единой терминологии качественного анализа, обобщения подходов оценки правильности и чувствительности результатов обнаружения и идентификации компонентов. Движение в этом направлении создаст законодательную базу применения качественных и полуколичественных тест-методов анализа для экологического контроля и санитарно-гигиенического надзора в сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений в аккредитованных аналитических лабораториях [2-4].

В докладе будут рассмотрено соответствие метрологических характеристик определений с помощью разработанных и выпускаемых ООО "МедЭкоТест" тест-систем в двух вариантах - визуально-колориметрическом с цветовыми шкалами и со спектрофотометрическим измерением аналитического сигнала.

Надеюсь, что объединение усилий разработчиков и производителей тест-систем, метрологов, сотрудников контролирующих организаций позволит в ближайшем будущем повысить статус тест-средств, укрепить доверие к результатам, полученным с их использованием. Это будет способствовать внедрению тест-методов в практику химического анализа, что уже произошло в США и в Европе.

#### Литература

1. Золотов Ю.А., Иванов В.М., Амелин В.Г. Химические тест-методы анализа. М.: Едиториал УРСС, 2002. 304 с.
3. Мильман Б.Л., Конопелько Л.А. Неопределенность результатов качественного анализа. Общие положения и бинарные тест-методы.// Журн. аналит. химии. 2004. Т. 59. № 12. С.1244-1258.

4. Бессонов Ю.С., Степанов А.С. Обеспечение метрологических требований в методиках качественного анализа. //Методы оценки соответствия. 2012. № 1.С.4-9.
5. Моросанова Е.И. Тест-системы для химического анализа: характеристики и область использования. //Методы оценки соответствия. 2012. № 1.С.15-20.

### **Преодоление противоречий в химическом анализе: от тест-систем к методикам выполнения измерений**

Муравьев А.Г., директор производственно-лабораторного комплекса ЗАО «Крисмас+»

Тест-системы известны как средства предварительной оценки при выполнении химического анализа. Тест-системами обычно называют наиболее простые средства сигнального или полуколичественного химического анализа, представляющие собой товарную форму продукции с комплексом потребительских свойств, сочетающих в себе максимальные экспрессность анализа, простоту применения, наглядность результата, доходчивость и лаконичность инструкции [1]. Тест-системы применяются как самостоятельно, так и в составе различных полевых и лабораторных средств - тест-комплектов, полевых комплектных лабораторий, измерительных комплектов.

Любой потребитель тест-систем выскажется «за» такие свойства тест-систем, как высокая чувствительность, селективность, значительные (несколько лет) сроки хранения и т.п. Вместе с тем, тест-системы по определению должны быть максимально простыми, доступными (дешевыми), экспрессными. Важно, что анализ с применением тест-систем часто является начальной стадией анализа, главная задача которой – получить информацию о загрязнении типа «да \ нет» или определиться с уровнем фактической концентрации компонента и определиться в выборе дальнейшего средства анализа. Уже здесь мы сталкиваемся с противоречием между желаемыми показателями при анализе и фактическими характеристиками тест-систем. Иначе говоря,

часто имеется не то, что бы хотелось. Следует отметить, что данное противоречие наиболее значимо при анализе воды и водных сред. Применительно к анализу воздуха и промышленных газовых выбросов есть возможность применять сертифицированные индикаторные трубки – средства количественного экспресс-анализа, внесенные в Госреестр средств измерений [2].

Одной из важных характеристик тест-систем для контроля водных сред является используемый метод анализа. В этом вопросе уже содержатся предпосылки к разрешению рассматриваемого противоречия, т.к. характеристики метода часто обуславливают многие параметры тест-систем - чувствительность, специфичность, сроки годности, простоту. И выбор тест-системы с тем методом, которым будет осуществляться и последующее измерение, приближает аналитика к рациональному выбору тест-системы.

Путь развития тест-систем – это путь их приближения к измерительным системам, и это приближение представляется также поэтапно. Задача разработчика в том, чтобы максимально сохранить полезные свойства тест-метода (простоту, экспрессность, чувствительность и т.п. – см. выше), и, с другой стороны, обеспечить метрологические характеристики при анализе, чтобы получать нормированные показатели точности.

Работами ЗАО «Крисмас+» и других компаний (ООО «НПФ Траверс», ООО «МедЭкоТест» и др.) созданы промышленные образцы тест-комплектов и однотипных изделий, позволяющих выполнять несложные химические экспресс-анализы многих актуальных показателей с точностью, значительно превышающей показатели аналогичных тест-систем.

Однако и такое приближение к нуждам аналитиков не является преодолением противоречия. Необходимо предложение на рынке аналитической продукции химических экспресс-измерений средств, которые, являясь аналогичными действующим нормативным документам по методу измерений, сочетали бы в себе возможности выполнения и полуколичественного анализа, и измерений с нормированными показателями точности. Такими средствами на сегодняшний день

являются комплекты для химического анализа ЗАО «Крисмас+», которые имеют модификации, включающие аттестованные методики выполнения измерений, ряд которых внесены в Федеральный реестр [3]. В то же время анализы, не требующие точного результата, выполняются быстрее и проще с соблюдением предписанного инструкцией алгоритма операций для полуколичественного анализа. Существенно, что, применяя различные изделия из ряда тест-комплектов или полевых лабораторий, аналитик пользуется унифицированным инструментарием, практически одинаковым для разных изделий, и это является удобным элементом современной аналитической технологии анализа. В настоящее время 30 важных показателей качества воды могут быть определены с разноуровневой точностью с использованием выпускаемых ЗАО «Крисмас+» комплектами для химического экспресс-анализа (тест-комплектами, полевыми лабораториями, мини-экспресс-лабораториями) [4]. Данное научно-техническое решение, по нашему мнению, является оптимальным с точки зрения преодоления рассматриваемого противоречия.

В докладе приводится развернутое обоснование представленной точки зрения с конкретными примерами и мультимедийной презентацией.

#### Литература

1. Муравьев А.Г. О применении тест-методов в укладках контроля химических параметров окружающей среды. / В сб. тез. докладов II Всероссийского симпозиума по тест-методам «Тест-методы химического анализа» - Саратов, «Научная книга», 2004, с.13.
2. Другов Ю.С., Муравьев А.Г., Родин А.А. Экспресс-анализ экологических проб: практическое руководство - М.:БИНОМ. Лаборатория знаний, 2010. - 424 стр.
3. Муравьев А.Г. Новация: «полевые» МВИ. – В ж. «Методы оценки соответствия». М., РИА Стандарты и качество, №09, 2010, с.22-24.

4. Руководство по анализу воды. Питьевая и природная вода, почвенные вытяжки / Под ред. А.Г.Муравьева. – СПб.: Крисмас+, 2011. – 264 с.

### **Противоречия в химико-аналитической практике – истинные или мнимые?**

Кропанев А.Ю., Пономарева О.Б.  
г. Екатеринбург, ФГУП «УНИИМ»<sup>1</sup>,  
тел. (343)350-22-95, metod224@uniim.ru

В настоящее время действует много нормативных документов в ранге ГОСТ, РД, МУ и т.д., в которых представлены методики измерений (анализа, испытаний), основанные на устаревших методических подходах, средствах измерений, испытательном и вспомогательном оборудовании, в том числе, снятых с производства. Какой выход из сложившейся ситуации?

Во-первых, обращаться в соответствующие технические комитеты Росстандарта с предложениями о пересмотре государственных стандартов.

Во-вторых, отслеживать новые методики, разработанные, аттестованные и внесённые в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, который создан на основании ст.20 Федерального закона от 26.06.2008 №102 – ФЗ «Об обеспечении единства измерений» ([www.fundmetrology.ru](http://www.fundmetrology.ru)).

В-третьих, самостоятельно перерабатывать методики измерений из устаревших нормативных документов, в соответствии с современными требованиями, изложенными в ГОСТ Р 8.563-2009 «ГСИ. Методики (методы) измерений» и аттестовать их у юридических лиц или индивидуальных предпринимателей, аккредитованных на проведение работ по аттестации методик измерений и метрологической экспертизе документов.

В – четвертых, разрабатывать новые методики измерений с использованием новых принципов и средств измерений и проводить их аттестацию в соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009.

Процедура аттестации методик измерений включает не только установление показателей точности методики по каждому из определяемых показателей, установление алгоритмов и нормативов внутрилабораторного контроля качества получаемых по данной методике результатов, но и приведение текста методики в соответствие с современными требованиями. Например, в тексте методики может быть указано: «Допускается использование других средств измерений, испытательного и вспомогательного оборудования, с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных. Допускается использование реактивов аналогичной или более высокой квалификации, изготовленных по другой нормативной документации, в том числе импортных». Данное указание позволяет использовать новые, более совершенные средства измерений и оборудование, которые в будущем будут разработаны и произведены, без переаттестации методики, а также использовать реактивы зарубежного производства, а не только те, которые указаны в методике. Использование средств измерений зарубежного производства предполагает адаптацию их к российским условиям утверждением типа данного средства измерений и внесением типа в Государственный реестр средств измерений, допущенных к производству, применению в Российской Федерации.

Таким образом, метрология не устанавливает никаких запретов и препятствий для прогресса в развитии аналитической химии. Всё в руках самих химиков-аналитиков и производителей средств измерений - разработка новых методик с использованием новых средств измерений, переработка старых методик, с включением в них новых перспективных методов, средств и режимов измерений (например, фотометрическое титрование), обращение в аккредитованные на этот вид деятельности организации за аттестацией методик, в том числе проведением метрологической экспертизы материалов разработки и установления показателей точности методик, выполненных самими разработчиками.

Внесение сведений о методиках в Федеральный информационный фонд (процедура бесплатная) производит в соответствии с ГОСТ Р 8.563 разработчик (владелец) методики. Доступ в Федеральный информационный фонд открыт через Интернет.

1. Научно-методический центр по метрологическому обеспечению количественного химического анализа, аккредитованное юридическое лицо на проведение работ по аттестации методик измерений и метрологической экспертизе документов (аттестат аккредитации №01.00258 от 29.06.2011)