

**ЗАВОДСКАЯ
ЛАБОРАТОРИЯ
ДИАГНОСТИКА МАТЕРИАЛОВ**

6

2016
И Ю Н Ь

ЗАВОДСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ

ДИАГНОСТИКА МАТЕРИАЛОВ

ЕЖЕМЕСЯЧНЫЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ ПО АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ, ФИЗИЧЕСКИМ, МАТЕМАТИЧЕСКИМ И МЕХАНИЧЕСКИМ МЕТОДАМ ИССЛЕДОВАНИЯ, А ТАКЖЕ СЕРТИФИКАЦИИ МАТЕРИАЛОВ

№6 ТОМ 82
2016

Основан в январе 1932 г.

СОДЕРЖАНИЕ

АНАЛИЗ ВЕЩЕСТВА

- Михеев И. В., Карпухина Е. А., Усольцева Л. О., Самарина Т. О., Волков Д. С., Проскурнин М. А. Применение атомно-эмиссионной спектроскопии с микроволновой плазмой и генерацией гидридов для определения мышьяка и селена в минеральной воде 5
- Белозерова А. А., Майорова А. В., Печищева Н. В., Боярникова Н. Г., Шуняев К. Ю. Методика определения мышьяка, сурьмы и висмута в материалах с высоким содержанием вольфрама и меди методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой 10
- Крылов В. А., Созин А. Ю., Чернова О. Ю., Чурбанов М. Ф. Хромато-масс-спектрометрический анализ гексафторида серы, обогащенного изотопом ^{34}S 17
- Липских О. И., Короткова Е. И., Дорошко Е. В., Дёрина К. В., Воронова О. А. Определение кармуазина в безалкогольных напитках методом вольтамперометрии 22

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ

ФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И КОНТРОЛЯ

- Соколов А. К., Якубина О. А. Определение температуропроводности материалов численно-аналитическим методом при малых числах Фурье 27
- Ольхов А. А., Маркин В. С., Косенко Р. Ю., Гольдштрах М. А., Иорданский А. Л. Метод контроля состава тонких пленок на основе смеси полигидроксидбутирата и полиамида 33
- Кузнецов И. А., Хазан Г. Л., Лоптев А. В. Гранулометрический анализ песка в литейном производстве 37
- Беляев Д. А., Зувев Ю. Н., Лукин А. В., Святков И. Л. Применение метода цветового картирования в металлографических исследованиях образцов после динамического нагружения 40

МЕХАНИКА МАТЕРИАЛОВ: ПРОЧНОСТЬ, РЕСУРС, БЕЗОПАСНОСТЬ

- Писарев В. С., Матвиенко Ю. Г., Елеонский С. И., Одинцев И. Н. Влияние малоциклового усталости на параметры механики разрушения по данным метода спекл-интерферометрии 44
- Пилюгин С. О., Лунин В. П. Определение вероятности обнаружения дефектов при ультразвуковом контроле прямым преобразователем 56

Обмен опытом

- Стерлин А. Я. Оптимизация скорости нагружения при циклических ресурсных испытаниях на прочность 60

ОЦЕНКА СООТВЕТСТВИЯ. АККРЕДИТАЦИЯ ЛАБОРАТОРИЙ

- Куцева Н. К., Карташова А. В., Чамаев А. В., Ларин В. Е. Аналитический центр ЗАО «РОСА». Под флагом качества 63
- Доронина М. С., Карпов Ю. А., Барановская В. Б., Лолейт С. И. Возвратное металлосодержащее сырье — общая характеристика и классификация для целей сертификации (обобщающая статья). 70

Адрес редакции:

119334 Москва, Ленинский пр-т, 49,
ИМЕТ им. А. А. Байкова,
редакция журнала
«Заводская лаборатория.
Диагностика материалов».

Тел./факс: (499) 135-62-75,
тел.: (499) 135-96-56
e-mail: zavlabor@imet.ac.ru
http://www.zldm.ru

Журнал включен в список изданий,
рекомендованных ВАК при защите
докторских диссертаций.

© ООО Издательство «ТЕСТ-ЗЛ», «Заводская
лаборатория. Диагностика материалов», 2016

Перепечатка материалов журнала
«Заводская лаборатория. Диагностика
материалов» допускается только
с письменного разрешения редакции.
При цитировании ссылка обязательна.

**ЗАВОДСКАЯ®
ЛАБОРАТОРИЯ**
ДИАГНОСТИКА МАТЕРИАЛОВ

Логотип «Заводская лаборатория. Диагностика материалов®» является зарегистрированной торговой маркой ООО «ТЕСТ-ЗЛ». Все права охраняются законом.

CONTENTS

ANALYSIS OF MATERIALS

- Mikheev I. V., Karpukhina E. A., Usol'tseva L. O., Samarina T. O., Volkov D. S., Proskurnin M. A.** Determination of Arsenic and Selenium in Mineral Water Using Atomic Emission Spectrometry with a Microwave Plasma and Hydride Generation 5
- Belozeroва A. A., Maiorova A. V., Pechischceva N. V., Boyarnikova N. G., Shunyaev K. Yu.** Development of the ICP-AES Technique for Determination of Arsenic, Antimony, and Bismuth in the Materials with High Content of Tungsten and Copper 10
- Krylov V. A., Sozin A. Iu., Chernova O. Iu., Churbanov M. F.** Gas Chromatographic-Mass Spectrometric Analysis of Sulfur Hexafluoride Enriched with ^{34}S 17
- Lipskikh O. I., Korotkova E. I., Dorozhko E. V., Derina K. V., Voronova O. A.** Voltammetric Determination of Carmoisine in Soft Drinks. 22

TESTING OF STRUCTURE AND PARAMETERS

PHYSICAL METHODS OF TESTING AND QUALITY CONTROL

- Sokolov A. K., Yakubina O. A.** Determination of the Thermal Diffusivity of Materials Using Numerical and Analytical Method at Small Fourier Numbers 27
- Olkhov A. A., Markin V. S., Kosenko R. Yu., Goldshtrakh M. A., Iordansky A. L.** Composition Control of Thin Films Based on Polyhydroxybutyrate – Polyamide Mixture 33
- Kuznetsov I. A., Khazan G. L., Loptev A. V.** Grain-Size Analysis of Foundry Sand 37
- Belyaev D. A., Zuev Yu. N., Lukin A. V., Svyatov I. L.** Application of Color Mapping Method to Metallographic Study of the Samples after Dynamic Loading 40

MECHANICAL TESTING METHODS

- Pisarev V. S., Matvienko Yu. G., Eleonskii S. I., Odintsev I. N.** Study of the Effect of Low Cycle Fatigue on the Parameters of Fracture Mechanics Using Speckle Interferometry. 44
- Pilyugin S. O., Lunin V. P.** Determination of the Probability of Defect Detection in Ultrasonic Testing with Straight Beam Probe 56
- Exchange of Experience**
- Sterlin A. Ya.** Optimization of the loading rate in cyclic endurance test for strength 60

CERTIFICATION OF MATERIALS AND ACCREDITATION OF LABORATORIES

- Kutseva N. K., Kartashova A. V., Chamaev A. V., Larin V. E.** Analytical Center "ROSA" (CJSC). Flying a Flag of Quality. 63
- Doronina M. S., Karpov Yu. A., Baranovskaya V. B., Loleit S. I.** Return Metal-Containing Raw Material: General Characteristics and Classification for Certification Purposes (summarizing article). 70

ABSTRACTS

UDC 543.429.9

Determination of Arsenic and Selenium in Mineral Water Using Atomic Emission Spectrometry with a Microwave Plasma and Hydride Generation*Mikheev I. V., Karpukhina E. A., Usol'tseva L. O., Samarina T. O., Volkov D. S., Proskurnin M. A.*

A possibility of arsenic and selenium determination at the MPC level in drinking water using atomic emission spectrometry with a microwave plasma (MP-AES) and hydride generation is demonstrated even for samples with a high degree of mineralization (up to 12 g/liter). To ensure the desired sensitivity of the determination for both elements we optimized the operation modes of the atomizing chamber for hydride generation. Conditions for their determination in mineral and medicinal table waters are specified.

Keywords: atomic emission spectrometry with a microwave plasma; generation of the hydride forms of the elements; mineral water; arsenic; selenium; determination.

UDC 543.423.1

Development of the ICP-AES Technique for Determination of Arsenic, Antimony, and Bismuth in the Materials with High Content of Tungsten and Copper*Belozeroва A. A., Maiorova A. V., Pechischceva N. V., Boyarnikova N. G., Shunyaev K. Yu.*

An ICP-AES technique (atomic emission spectrometry with inductively coupled plasma) providing simultaneous determination of arsenic, antimony and bismuth in a wide range of tungsten- and copper-containing materials (ferrotungsten, copper and tungsten concentrates, copper based alloys) in a single extraction procedure using coprecipitation on iron hydroxide (III) is presented. Optimal conditions of coprecipitation (i.e., 0.02 mole Fe (III) and 30-min coagulation of the precipitant at pH = 10) are specified. The results of analysis of the reference samples of ferrotungsten, copper and tungsten ores and concentrates, copper-Nickel alloys, bronzes containing arsenic, antimony and bismuth in the range of 0.001 – 0.4 wt.%, satisfactory match the certified content that proving the effectiveness of the proposed method.

Keywords: determination; arsenic; antimony; bismuth; coprecipitation; atomic emission spectrometry with inductively coupled plasma; ferrotungsten; copper based alloys.

UDC 543.544.3:661.233

Gas Chromatographic-Mass Spectrometric Analysis of Sulfur Hexafluoride Enriched with ^{34}S *Krylov V. A., Sozin A. Iu., Chernova O. Iu., Churbanov M. F.*

The method of gas chromatography-mass spectrometry is first used to study the impurity composition of SF_6 enriched with ^{34}S isotope. Adsorption capillary columns with a modified silica gel and polytrimethylsilylpropyne (PTMSP) are used to separate the impurities. We managed to identify 23 substances: permanent gases, saturated, unsaturated and aromatic hydrocarbons $\text{C}_1 - \text{C}_8$, diethyl ether, diethylsulfide and 2-methylfuran. Compared to natural isotopic composition of SF_6 , 18 substances are detected for the first time. The detection limits of the impurities range within $1 \times 10^{-5} - 5 \times 10^{-8} \% \text{ mol}$. The correctness of analysis is confirmed by the method of varying the sample size.

Keywords: sulfur hexafluoride; isotope; adsorption capillary column; impurities; detection limit; correctness; chromatography-mass spectrometry.

UDC 543.552

Voltammetric Determination of Carmoisine in Soft Drinks*Lipskikh O. I., Korotkova E. I., Dorozhko E. V., Derina K. V., Voronova O. A.*

Voltammetry is used to study electrochemical behavior of Carmoisine (synthetic red food dye from azo dye group) on a glassy carbon electrode. Different factors affect the cathode signal of the dye: pH, potential and accumulation time, and the sweep rate of the potential. We specified working conditions for Carmoisine determination in model solutions: pH = 1.65, $E_{acc} = -0.1 \text{ V}$, $t_{acc} = 10 \text{ sec}$, $W = 100 \text{ mV/sec}$. Linear dependence of Carmoisine electroreduction current on the dye concentration at a potential value of 0.15 V is observed in the range of 0.05 – 0.5 mg/liter. Carmoisine detection limit is 0.02 mg/liter. Results of comparative determination of