

ВЫПУСКНАЯ КВАЛИФИКАЦИОННАЯ РАБОТА (магистерская диссертация): МЕТОДИКА НАПИСАНИЯ, ПРАВИЛА ОФОРМЛЕНИЯ И ПОРЯДОК ЗАЩИТЫ

ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Государственная итоговая аттестация по образовательной программе магистратуры по направлению 04.04.01 «Химия» включает защиту выпускной квалификационной работы и проводится в соответствии с Положением о государственной итоговой аттестации выпускников ФГБОУ ВО «БГУ».

Государственная итоговая аттестация проводится Государственной экзаменационной комиссией (ГЭК) во главе с председателем, утверждаемым Министерством образования и науки РФ. Состав ГЭК утверждается приказом ректора БГУ.

В результате подготовки и защиты магистерской диссертации обучающийся должен:

знать, понимать и решать

- профессиональные задачи в области научно-исследовательской деятельности в соответствии с профилем подготовки;

уметь

- использовать современные методы химических и физико-химических исследований для решения профессиональных задач; самостоятельно обрабатывать, интерпретировать и представлять результаты научно-исследовательской деятельности;

владеть

- приемами осмысления химической информации для решения научно-исследовательских задач в сфере профессиональной деятельности

и овладеть следующими компетенциями:

- способностью к абстрактному мышлению, анализу, синтезу (ОК-1);
- готовностью к саморазвитию, самореализации, использованию творческого потенциала (ОК-3);
- способностью использовать и развивать теоретические основы традиционных и новых разделов химии при решении профессиональных задач (ОПК-1);

- готовностью к коммуникации в устной и письменной формах на государственном языке Российской Федерации и иностранном языке для решения задач профессиональной деятельности (ОПК-4);
- способностью проводить научные исследования по сформулированной тематике, самостоятельно составлять план исследования и получать новые научные и прикладные результаты (ПК-1);
- способностью участвовать в научных дискуссиях и представлять полученные в исследованиях результаты в виде отчетов и научных публикаций (стендовые доклады, рефераты и статьи в периодической научной печати) (ПК-4);

Требования к магистерской диссертации

Магистерская диссертация, представляемая в виде рукописи, является итоговой оценкой деятельности студента. Она предназначена для получения выпускником опыта постановки и проведения самостоятельного научного исследования. По форме представляет собой исследовательскую работу (экспериментальную, расчетную или теоретическую) по одной из дисциплин цикла профессиональных (специальных) дисциплин и должна отражать умение выпускника в составе научного коллектива решать поставленную научную проблему. Выпускная работа должна быть основана на глубоком знании мировых и отечественных первоисточников, современных точек зрения на проблему.

Тема выпускной квалификационной работы определяется выпускающей кафедрой, реализующей соответствующий профиль подготовки, и утверждается заведующим кафедрой.

Защита магистерской диссертации проводится на заседании ГЭК. Магистерская диссертация является основным документом для решения вопроса о присвоении квалификации выпускнику вуза. По уровню ее выполнения и результатам защиты ГЭК определяет возможность присвоения выпускнику соответствующей квалификации и выдачи диплома.

ПОДГОТОВКА МАГИСТЕРСКОЙ ДИССЕРТАЦИИ

Магистерская диссертация представляет собой научное исследование.

Тематика магистерской диссертации должна быть актуальной, соответствовать современному состоянию и перспективам развития науки и техники. Темы определяются выпускающими кафедрами, рассматриваются и утверждаются Ученым советом факультета и доводятся до сведения студентов. Студенту может предоставляться право

выбора темы диссертации в порядке, установленном Советом факультета. Студент может предложить для магистерской диссертации свою тему с необходимым обоснованием целесообразности ее разработки.

Распоряжением декана факультета по представлению выпускающей кафедры назначаются научные руководители магистерской диссертации из числа преподавателей университета, а также руководители, научные сотрудники и высококвалифицированные специалисты других учреждений.

Научный руководитель:

- выдает студенту задание на выпускную квалификационную работу (магистерскую диссертацию);
- оказывает помощь студенту в разработке календарного графика работы на весь период выполнения ВКР;
- рекомендует студенту необходимую литературу, справочные материалы и другие источники по теме работы;
- проводит систематические собеседования и консультации со студентом;
- проверяет выполнение работы (по частям и в целом), дает письменный отзыв на нее.

При необходимости выпускающей кафедре предоставляется право приглашать консультантов по отдельным разделам дипломной работы за счет лимита времени, отведенного на руководство выпускной работой. Консультантами могут назначаться профессора и доценты вузов, а также высококвалифицированные специалисты и научные сотрудники других учреждений.

Магистерская диссертация выполняется студентом либо непосредственно в университете с предоставлением ему определенного места в лаборатории, либо в научных учреждениях, на предприятиях и организациях.

Перед началом выполнения работы студентом совместно с руководителем разрабатывается календарный план. План утверждается заведующим кафедрой.

До начала выполнения студентом выпускной работы научный руководитель проводит с ним инструктаж по технике безопасности проведения эксперимента.

За достоверность всех данных, приводимых в работе, принятые в ней решения и сделанные выводы несет ответственность как студент – автор работы, так и руководитель. Магистерские диссертации подлежат проверке на объем заимствования на выпускающей кафедре с использованием системы анализа текстов на наличие заимствований пакета «Антиплагиат». Обучающийся допускается к предзащите и защите работы при наличии в ней не менее 60 % оригинального текста. При наличии

в письменной работе менее 60 % оригинального текста работа должна быть доработана обучающимся и сдана на вторичную проверку

СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ МАГИСТЕРСКОЙ ДИССЕРТАЦИИ

Основными элементами композиционной структуры магистерской диссертации в порядке их расположения являются:

Титульный лист

Реферат

Оглавление

Введение

Литературный обзор

Экспериментальная часть

Обсуждение результатов

Заключение (выводы)

Список литературы

Приложения

На **титульном листе** указывается полное название ведомства, университета, факультета, кафедры, тема работы, фамилия, имя и отчество автора, фамилии и инициалы руководителя и заведующего выпускающей кафедры, место и год написания работы, ее УДК и авторский знак. На титульном листе должны стоять подписи научного руководителя и заведующего выпускающей кафедры. Образец рекомендуемого оформления титульного листа представлен в Приложении 1.

Реферат должен кратко отражать содержание работы. Объем реферата – не более одной страницы. Пример оформления реферата приведен в Приложении 2.

В **оглавлении** приводится точное название каждой главы, раздела, подраздела с указанием начальных страниц (Приложение 3).

При необходимости после оглавления помещают **перечень условных обозначений, сокращений, символов**, принятых в работе (Приложение 4).

Во **введении** обосновывается выбор темы, дается оценка современного состояния решаемой проблемы, ее актуальность, новизна и значимость для науки и практики, определяется объект исследования, формулируются цель и задачи исследования.

Основная часть работы включает **обзор литературных данных и экспериментальную часть**.

В *обзоре литературы* на основе изучения отечественных и зарубежных литературных

источников рассматривается сущность исследуемой в работе проблемы, анализируются возможности ее решения, обсуждаются особенности мнений различных авторов и излагается собственная позиция студента. На основании анализа литературных данных формулируются задачи исследования, позволяющие достичь поставленную в работе цель.

Экспериментальная часть начинается с характеристики использованных при выполнении работы реактивов и оборудования, методов синтеза и исследования, а также методик осуществления эксперимента.

Обсуждение результатов эксперимента может быть проведено одновременно с описанием полученных данных или оформлено в отдельную главу «**Обсуждение результатов**». Этот раздел является ключевым в работе. В нем проводится сопоставление полученных студентом экспериментальных данных с имеющимися в литературе, дается подтверждение или опровержение предположений, сделанных при постановке цели и задач работы.

Краткие и четкие **выводы** должны отражать основные научные результаты, показывать их новизну, давать полное представление о содержании, значимости, обоснованности и эффективности проведенного исследования (Приложение 5).

Использованные **литературные источники** оформляются в виде библиографического списка в соответствии с ГОСТ 7.1–2003 «Библиографическая запись. Библиографическое описание. Общие требования и правила составления». (Приложение 6).

Для того, чтобы сделать основную часть работы более четкой и лаконичной, часть материалов может быть приведена в конце работы в виде **приложений**, содержащих вспомогательный материал. Это могут быть расчеты, иллюстрации, таблицы, графики, спектры, схемы установок, компьютерные распечатки, акты о внедрении результатов исследований, отски публикации автора магистерской диссертации по теме проведенного исследования и другие документы.

ОФОРМЛЕНИЕ МАГИСТЕРСКОЙ ДИССЕРТАЦИИ

В работе рекомендуется использовать единицы измерения системы СИ и придерживаться терминологии, принятой ИЮПАК.

Оформление текста

Общие требования

Магистерская диссертация печатается на листах белой бумаги стандартного формата А4 (270 × 297 мм) на одной стороне листа. Поля: левое – 30 мм, правое – 15 мм, верхнее

и нижнее – по 20 мм. При использовании редактора Microsoft Word – шрифт Times New Roman 14 пт, межстрочный интервал – 1.5. Абзац в тексте начинается отступом, равным 7 мм.

Схемы, рисунки, химические формулы необходимо выполнять с использованием компьютерных программ.

Общий объем текстовой части магистерской диссертации, как правило, не должен превышать 55–65 страниц.

Магистерская диссертация работа должна быть сброшюрована в твердом переплете.

Нумерация страниц

В работе используется сквозная нумерация страниц по всему тексту, включая титульный лист и Приложения. Номер страницы проставляется арабской цифрой внизу страницы справа или в центре без точки в конце. Титульный лист включается в общую нумерацию, но номер страницы на нем не указывается. Реферат не нумеруется. После титульного листа следует оглавление, на котором проставляется цифра 2.

На следующей странице после оглавления желательно представить список сокращений и условных обозначений, принятых в работе.

Построение текста

Текст работы должен состоять из разделов (глав). Разделы делятся на пункты или подразделы (параграфы). Пункты при необходимости могут делиться на подпункты.

При делении текста на пункты и подпункты необходимо, чтобы каждый пункт (подпункт) содержал законченную информацию.

Разделы, подразделы, пункты и подпункты нумеруются (кроме введения, выводов, списка литературы, приложений) арабскими цифрами и имеют заголовки. Слова «параграф», «пункт» и «подпункт» не пишутся. Заголовки глав, слова ОГЛАВЛЕНИЕ, ВВЕДЕНИЕ, ВЫВОДЫ, СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ располагаются в середине строки без точки в конце и должны быть напечатаны прописными буквами полужирным шрифтом без подчеркивания. Заголовки параграфов печатаются строчными буквами полужирным шрифтом без подчеркивания, заголовки пунктов и подпунктов – строчными буквами, полужирным шрифтом, курсивом. Перенос слов в заголовках не допускается. Каждая глава, оглавление, введение, выводы (заключение), список литературы начинаются с новой страницы.

Ссылки на литературные источники следует располагать в порядке их появления в тексте, нумеровать арабскими цифрами и выделять квадратными скобками (например, [5]).

Частица «не», а также однобуквенные предлоги и союзы в середине фразы

не должны отделяться от слова, к которому они относятся, и заканчивать строку. Их надо перенести в начало следующей строки неразрывным пробелом.

В десятичных дробях употребляется **точка**, а не запятая (0.25, а не 0,25).

Представление отдельных видов текстового материала

Правила записи количественных и порядковых числительных

Однозначные количественные числительные, если при них нет единиц измерения, пишутся словами (пять соединений, а не 5 соединений; на трех образцах, а не на 3 образцах).

Многочисленные количественные числительные пишутся цифрами, за исключением числительных, которыми начинается абзац. Такие числительные пишутся словами.

Числа с сокращенным обозначением единиц измерения пишутся цифрами (3 л, 25 г). После сокращений «л», «мг», «г», «кг», «с» и т.п. точка не ставится.

При перечислении однородных чисел (величин и отношений) сокращенное обозначение единицы измерения ставится только после последнего числа. Например, 3, 18 и 26 мг.

Количественные числительные, если они сопровождаются существительными, при записи арабскими цифрами не имеют падежных окончаний (например, / на 20 страницах, а не на 20-ти страницах).

Словосочетания, состоящие из числительного и прилагательного *процентный*, пишутся в виде: 15 %-й раствор, к 25 %-му раствору (допустимо: в 5 % растворе).

Ссылки в тексте

Ссылки в тексте на номер рисунка, таблицы, страницы, главы пишут сокращенно и без значка «№» (рис. 3.1, табл. 4.2, с. 46, гл. 3). Если указанные слова не сопровождаются порядковым номером, их следует писать в тексте полностью, без сокращений (например, «из рисунка видно, что ...», «таблица показывает, что ...» и т.д.).

Ссылку в тексте на отдельный раздел работы, не входящий в строй данной фразы, заключают в круглые скобки, помещая впереди сокращение «см.».

Знак ссылки (сноски), если примечание относится к отдельному слову, должен стоять непосредственно у этого слова, если же оно относится к предложению или группе предложений, то – в конце. По отношению к знакам препинания знак сноски ставится перед ними (за исключением вопросительного, восклицательного знаков и многоточия).

Представление иллюстративного материала

Графики, схемы, диаграммы, спектры и другие иллюстрации располагаются непосредственно в тексте работы или размещаются на отдельных листах в порядке их обсуждения в тексте. Все иллюстрации должны иметь название, которое помещается под ними. Используемые на рисунках обозначения должны быть пояснены в подписях. Заимствованные из работ других авторов рисунки и таблицы должны содержать после названия ссылки на источники этой информации.

Иллюстрации обозначаются «Рисунок» и нумеруются последовательно арабскими цифрами в пределах главы. Номер иллюстрации состоит из номера главы и номера иллюстрации, разделенных точкой (например, Рисунок 2.1). При представлении на одном графике нескольких зависимостей они нумеруются или отмечаются каким-либо иным образом.

Примеры оформления рисунков представлены в Приложении 7.

Если в работе только одна иллюстрация, её не нумеруют, слово «Рисунок» под ней не пишут и приводят только название.

Представление табличного материала

Цифровой материал выпускной квалификационной работы оформляют, как правило, в виде таблиц. Таблицу следует располагать непосредственно после текста, в котором она упоминается впервые, или на следующей странице.

На все таблицы должны быть ссылки в тексте. Таблицы следует нумеровать арабскими цифрами сквозной нумерацией в пределах главы аналогично нумерации иллюстраций. Номер следует размещать в правом верхнем углу над заголовком таблицы после слова «Т а б л и ц а» (выделяется разрядкой), например, Т а б л и ц а 3.4.

Если в работе одна таблица, её не нумеруют и слово «Таблица» не пишут.

Каждая таблица должна иметь заголовок, который помещается ниже слова «Таблица». Заголовок выделяется полужирным шрифтом, имеющим размер на 1 пт меньший, чем размер основного текста, и начинается с прописной буквы. Переносы не допускаются.

Заголовок должен быть кратким, точным и полностью отражать содержание таблицы. Заголовки граф и строк таблицы начинаются с прописной буквы, а подзаголовки граф – со строчной буквы, если они составляют одно предложение с заголовком, или с прописной буквы, если имеют самостоятельное значение.

В конце заголовков и подзаголовков таблиц точки не ставятся.

Таблицу следует размещать так, чтобы читать ее без поворота работы; если такое размещение невозможно, таблицу располагают таким образом, чтобы ее можно было читать, поворачивая работу по часовой стрелке.

При переносе таблицы ее головку повторяют, и над ней размещают слова «П р о д о л ж е н и е т а б л.» (с указанием номера). Если головка таблицы велика, допускается повторения не делать. В этом случае следует пронумеровать графы и воспроизвести их нумерацию на следующей странице. Заголовок таблицы повторно не приводят.

Единицы величин присоединяются к предшествующей части заголовка графы после запятой (без предлога и скобок). Например: Температура, °С или T , °С.

Примечания к таблице приводят непосредственно под таблицей на расстоянии абзацного отступа слева: знак сноски, пробел, тире, пробел, затем текст примечания со строчной буквы 11 пт с точкой в конце.

Формы ссылок на таблицы в тексте: «В табл. 5.2» или (табл. 5.2).

Примеры оформления таблиц даны в Приложении 8.

Таблицы каждого Приложения обозначают отдельной сквозной нумерацией арабскими цифрами.

В случае, если таблица объемная, допускается использовать шрифт 11–12 пт и уменьшать межстрочный интервал.

Общие правила представления математических формул и уравнений

Математические формулы и уравнения в работе следует нумеровать порядковой нумерацией в пределах главы арабскими цифрами в круглых скобках в крайнем правом положении напротив формулы.

Пояснение значений, символов и числовых коэффициентов следует приводить непосредственно под формулой в той же последовательности, как и в формуле.

Значение каждого символа и числового коэффициента следует давать с новой строки; первую строку пояснения начинают со слова «где» без двоеточия:

$$\Phi + C = K + 2, \quad (1)$$

где Φ – число фаз,

C – число степеней свободы,

K – компонентность системы.

Уравнения и формулы следует выделять из текста в отдельную строку. Если уравнение не умещается в одну строку, оно должно быть перенесено после знака равенства (=), или после знака плюс (+), или после других математических знаков с их

обязательным повторением в новой строке.

Требования к написанию химических формул и уравнений химических реакций

Символы элементов и все индексы к ним записываются без интервалов: H_2SO_4 , KMnO_4 , $\text{Fe}_2(\text{MoO}_4)_3$.

Между знаками в уравнениях и схемах химических реакций (+ и -, =, \leftrightarrow , \rightarrow , \leftarrow и др.) и формулами оставляют интервалы:



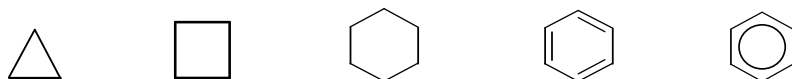
Как правило, переносов на следующую строчку в уравнениях следует избегать. При необходимости допускается перенос на знаках направления реакции (\leftrightarrow , \rightarrow , \leftarrow) или взаимодействия (+, -, =).

Знаки зарядов (+, -, 2+, ...) помещают справа от обозначения элемента на уровне верхних индексов.

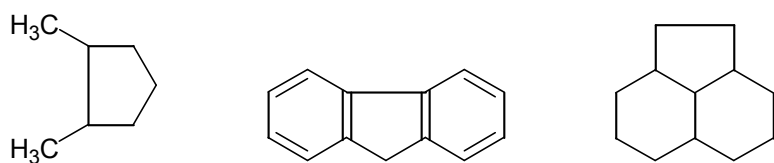
Аббревиатуры или формулы химических соединений, употребляемые как прилагательные, пишутся через дефис: ИК-спектроскопия, ПЭ-пленка, ЖК-состояние, Na^+ -форма, OH-группа, но группа OH.

Знаки химической связи должны вплотную подходить к символам элементов точно посередине символа (без интервалов).

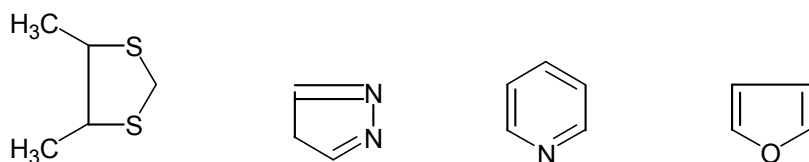
Упрощенные формулы циклических соединений обычно изображают правильными многоугольниками:



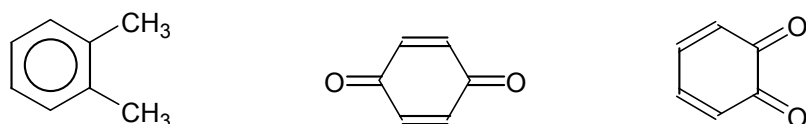
При необходимости можно также использовать прямоугольные многоугольники:



Символы элементов, входящих в циклы, «врезаются» в цикл:



Все связи должны вплотную подходить к циклам:



Оформление Приложений

Приложения оформляются как продолжение выпускной работы, помещаются после списка литературы, отделяются от него отдельной страницей, на которой пишется прописными буквами слово «Приложения» и располагаются в порядке появления ссылок на них в тексте. Каждое приложение должно начинаться с новой страницы, в правом верхнем углу иметь надпись «Приложение» с указанием порядкового номера.

Оформление списка литературы

При выполнении работы используются данные, взятые из различных литературных источников. На каждый источник должна быть сделана ссылка, позволяющая автору документально подтвердить достоверность и точность приводимых в тексте заимствований: цитат, идей, фактов, таблиц, иллюстраций, формул и других документов, на которых строится исследование. Список использованной литературы помещается в конце работы после выводов и показывает глубину и широту изучения темы, демонстрирует эрудицию и культуру исследователя.

Список литературы рекомендуется оформлять в соответствии с ГОСТ 7.–2003 «Библиографическая запись. Библиографическое описание. Общие требования и правила составления».

В целом описание всех типов документов унифицировано, но при составлении записей на отдельные из них используются дополнительные правила (см. Приложение 6).

Для некоторых городов, в которых издается особенно много книг, приняты специальные сокращения в описании: М. (Москва), Л. (Ленинград), СПб. (Санкт-Петербург).

В библиографический список не включаются источники, на которые нет ссылок в тексте работы, а также научно-популярные издания.

ПРЕДСТАВЛЕНИЕ РАБОТЫ К ЗАЩИТЕ

Требования к отзыву научного руководителя

Законченная магистерская диссертация, подписанная на титульном листе студентом, представляется научному руководителю. В своем отзыве руководитель отмечает:

- степень творчества и самостоятельности магистранта;
- прилежание магистранта;
- уровень специальной подготовки магистранта;
- возможность использования полученных результатов на практике.

Руководитель дает общее заключение, в котором указывает на достоинства

и недостатки студента, оценивает его деятельность во время выполнения магистерской диссертации, а также возможность ее представления к защите. Заведующий кафедрой на основании представленных материалов решает вопрос о допуске магистранта к защите, делая об этом соответствующую запись на титульном листе работы. В том случае, если заведующий кафедрой не считает возможным допустить студента к защите работы, данный вопрос рассматривается на заседании кафедры с участием научного руководителя. Магистерская диссертация, допущенная выпускающей кафедрой к защите, направляется на рецензирование.

Требования к отзыву рецензента магистерской диссертации

Рецензирование магистерской диссертации может осуществляться специалистами в данной области (за исключением преподавателей выпускающей кафедры), желательны имеющие степень кандидата или доктора наук.

В случае, если рецензент не имеет возможности присутствовать лично на заседании ГЭК по защите данной работы, письменный экземпляр рецензии должен быть представлен секретарю ГЭК накануне защиты. Если рецензент не является сотрудником химического факультета БГУ, его подпись должна быть заверена печатью в отделе кадров по месту работы.

Рецензия должна содержать объективную оценку выпускной работы и отражать:

- актуальность темы, оригинальность и глубину проработки разделов работы;
- общую грамотность и качество оформления работы.

Рецензия должна заканчиваться выводами о полноте разработки темы, соответствии поставленных и раскрытых вопросов научному заданию, теоретическом и практическом значениях выпускной работы, возможных областях использования ее результатов.

В заключение рецензенту необходимо отметить достоинства и недостатки выполненной работы и рекомендовать ее общую оценку.

Работа должна поступить в ГЭК не менее чем за три дня до назначенного срока защиты.

ПОРЯДОК ЗАЩИТЫ МАГИСТЕРСКОЙ ДИССЕРТАЦИИ

Защита магистерской диссертации магистрантом проводится на открытом заседании ГЭК с участием не менее $\frac{2}{3}$ от ее списочного состава в случае, если представлены:

- два переплетенные экземпляра диссертации;
- реферат магистерской диссертации в объеме одной страницы через 1.5 интервала;

- письменный отзыв научного руководителя с его подписью;
- письменный отзыв рецензента с его подписью, замечаниями по работе и оценкой.

Отсутствие рецензента и руководителя на заседании допускается по уважительным причинам, однако наличие их письменных рецензии и отзыва обязательны.

Для устного изложения основных результатов дипломной работы магистранту предоставляется время, не превышающее 15 минут.

Во время доклада магистрант может использовать материал для компьютерной презентации. При этом к каждому экземпляру аннотации, представляемому секретарю ГЭК, необходимо приложить распечатанные копии основных слайдов.

После доклада членам ГЭК и всем присутствующим на защите предоставляется возможность задать вопросы магистранту. После ответов на заданные вопросы председатель Комиссии знакомит комиссию с отзывом руководителя или дает возможность выступить ему лично. Выступление руководителя должно быть кратким и касаться аспектов отношения магистранта к выполнению работы, его самостоятельности, инициативности и научной зрелости. Далее предоставляется слово рецензенту или зачитывается его письменный отзыв, и магистрант имеет возможность ответить на сделанные замечания. После этого члены ГЭК и всем присутствующие могут выступить с замечаниями, пожеланиями и оценкой заслушанной работы. В заключительном слове магистрант может ответить на замечания, сделанные во время выступлений членов ГЭК и присутствующих.

После завершения всех защит по повестке данного дня комиссия проводит заседание, где принимает решение по итоговой оценке каждой работы. На это заседание могут быть приглашены для участия в обсуждении руководителя и рецензенты работы. Результаты определяются открытым голосованием членов ГЭК. Положительное решение Комиссии является основанием для присвоения выпускнику квалификации «магистр химии» и выдачи ему соответствующего диплома. Магистранты, не защитившие выпускные работы, допускаются к повторной защите в течение пяти лет после окончания университета.

ПРИЛОЖЕНИЯ

Образец оформления титульного листа

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РФ
ФГБОУ ВО «БУРЯТСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Химический факультет

Кафедра неорганической и органической химии

УДК

И

«ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ»

Зав. кафедрой _____

«___» _____ 201... г.

ИВАНОВ АЛЕКСЕЙ ПЕТРОВИЧ

ПОИСК, СИНТЕЗ И СТРОЕНИЕ

НОВЫХ ФАЗ В СИСТЕМАХ $\text{Na}_2\text{ЭO}_4\text{-Rb}_2\text{ЭO}_4\text{-Sc}_2(\text{ЭO}_4)_3$

(Э = Mo, W)

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

Научный руководитель:

Дата защиты «__» _____ 201_г

Оценка _____

Образцы оформления Реферата**Реферат****КОМПЛЕКСООБРАЗОВАНИЕ МЕДИ (II)
С β-ЛАКТАМНЫМИ АНТИБИОТИКАМИ**

Магистерская диссертация изложена на 50 страницах машинописного текста, включая 16 рисунков, 11 таблиц, и состоит из введения, 2 глав, выводов и списка литературы (54 наименования).

Потенциометрическим методом Я. Бьеррума изучено ионное равновесие в растворах β-лактамных антибиотиков ряда пенициллина: бензилпенициллина (Bzp), ампициллина (Amp), амоксициллина (Amx) и их комплексных соединений с ионами Cu^{2+} . Определены константы кислотной диссоциации антибиотиков ($\text{p}K_{\text{Bzp}} = 3.58 \pm 0.04$; $\text{p}K_{1\text{Amp}} = 3.26 \pm 0.12$, $\text{p}K_{2\text{Amp}} = 7.23 \pm 0.06$; $\text{p}K_{1\text{Amx}} = 3.30 \pm 0.17$, $\text{p}K_{2\text{Amx}} = 7.66 \pm 0.08$, $\text{p}K_{3\text{Amx}} = 10.24 \pm 0.04$), найдены ступенчатые и полные константы устойчивости комплексов бензилпенициллина ($\lg\beta_1 = 6.14 \pm 0.14$, $\lg\beta_2 = 13.29 \pm 0.16$), ампициллина ($\lg\beta_1 = 5.12 \pm 0.04$, $\lg\beta_2 = 13.68 \pm 0.06$) и амоксициллина ($\lg\beta_1 = 4.27 \pm 0.09$, $\lg\beta_2 = 12.97 \pm 0.08$) с ионом Cu^{2+} . С использованием полученных экспериментальных данных обсуждены возможные структуры координационных узлов образующихся комплексных соединений.

Установлены оптимальные условия образования окрашенных соединений антибиотиков с ионами Cu^{2+} : $\text{pH}_{\text{opt}} = 10\text{--}11$, $\lambda_{\text{max}} = 350\text{--}360$ нм. Эмпирическими и расчетными методами определен состав исследуемых комплексов: $\text{Me}:R = 1:1$.

В препаратах различных марок спектрофотометрическим методом установлено содержание основного вещества – ампициллина. Статистическая оценка воспроизводимости и правильности показала отсутствие систематической погрешности. Воспроизводимость фотометрического определения характеризуется относительным стандартным отклонением (S_r), равным 0.032.

Назначены нормативы оперативного контроля:

норматив контроля сходимости $d \approx 10\%$ ($0.10 \cdot x$); норматив контроля воспроизводимости $D \approx 15\%$ ($0.15 \cdot x$); нормативы контроля точности $K = 10.80\%$

(внешнелабораторный) и $K = 9.07 \%$ (внутрилабораторный).

Реферат

ПОИСК, СИНТЕЗ И СТРОЕНИЕ

НОВЫХ ФАЗ В СИСТЕМАХ $\text{Na}_2\text{ЭO}_4\text{-Rb}_2\text{ЭO}_4\text{-Sc}_2(\text{ЭO}_4)_3$ ($\text{Э} = \text{Mo, W}$)

Магистерская диссертация изложена на 45 страницах машинописного текста, включая 13 рисунков, 5 таблиц, и состоит из введения, литературного обзора, 3 глав экспериментальной части, обсуждения результатов, выводов, списка литературы (67 наименований) и Приложения.

Впервые рентгенографически изучено фазообразование в системах $\text{Na}_2\text{ЭO}_4\text{-Rb}_2\text{ЭO}_4\text{-Sc}_2(\text{ЭO}_4)_3$ ($\text{Э} = \text{Mo, W}$) и установлено субсолидусное строение молибдатной системы.

Получено пять новых фаз и подтверждено существование двух, ранее описанных в литературе, соединений. По структурной принадлежности эти молибдаты и вольфраматы разделены на четыре группы.

Первая группа представлена соединениями состава $\text{Na}_5\text{Rb}_7\text{Sc}_2(\text{ЭO}_4)_3$, близкими по строению изоформульным цезийсодержащим тройным молибдатам.

Ко второй группе относится $\text{Na}_3\text{Rb}_3\text{Sc}_2(\text{MoO}_4)_6$, данные о существовании которого подтверждены в настоящей работе.

В третью группу входят $\text{Na}_2\text{RbSc}(\text{ЭO}_4)_3$. Подтверждено существование ранее структурно охарактеризованного $\text{Na}_2\text{RbSc}(\text{MoO}_4)_3$, образование вольфрамового аналога зафиксировано впервые.

В области, богатой $\text{Na}_2\text{ЭO}_4$ ($\text{Э} = \text{Mo, W}$), формируются соединения четвертой группы фаз, родственные по строению аллюодиту. Раствор-расплавной кристаллизацией в условиях спонтанного зародышеобразования получены монокристаллы и определена структура первого аллюодитоподобного тройного вольфрамата $\text{Na}_{17.48}\text{Rb}_{4.24}\text{Sc}_{3.22}(\text{WO}_4)_{15}$, состав которого установлен в процессе решения структуры. Особенности строения рассматриваемого вольфрамата позволяют ожидать повышенной ионной проводимости, характерной для многих соединений типа аллюодита.

Образец оформления Оглавления**ОГЛАВЛЕНИЕ**

ВВЕДЕНИЕ	4
ГЛАВА 1. ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР	5
ТРОЙНЫЕ МОЛИБДАТЫ ИНДИЯ С ДВУМЯ РАЗНОВЕЛИКИМИ ОДНОЗАРЯДНЫМИ КАТИОНАМИ	5
ГЛАВА 2. ХАРАКТЕРИСТИКА ИСХОДНЫХ ВЕЩЕСТВ.	
2.1. МЕТОДЫ СИНТЕЗА И ИССЛЕДОВАНИЯ	14
2.2. Синтез образцов	14
2.3. Методы исследования	16
ГЛАВА 3. ФАЗООБРАЗОВАНИЕ В СИСТЕМАХ	
$\text{Na}_2\text{ЭО}_4\text{-Rb}_2\text{ЭО}_4\text{-In}_2(\text{ЭО}_4)_3$ ($\text{Э} = \text{Mo, W}$)	17
3.1. Фазообразование в системе	
$\text{Na}_2\text{MoO}_4\text{-Rb}_2\text{MoO}_4\text{-In}_2(\text{MoO}_4)_3$	17
3.1.1. Характеристика элементов ограничения системы	
$\text{Na}_2\text{MoO}_4\text{-Rb}_2\text{MoO}_4\text{-In}_2(\text{MoO}_4)_3$	17
3.1.2. Система $\text{Na}_2\text{MoO}_4\text{-Rb}_2\text{MoO}_4\text{-In}_2(\text{MoO}_4)_3$	19
3.2. Новые фазы в системе	
$\text{Na}_2\text{MoO}_4\text{-Rb}_2\text{MoO}_4\text{-In}_2(\text{MoO}_4)_3$	23
3.3. Фазообразование в системе	
$\text{Na}_2\text{WO}_4\text{-Rb}_2\text{WO}_4\text{-In}_2(\text{WO}_4)_3$	25
3.3.1. Характеристика элементов ограничения системы	
$\text{Na}_2\text{WO}_4\text{-Rb}_2\text{WO}_4\text{-In}_2(\text{WO}_4)_3$	25
3.3.2. Система $\text{Na}_2\text{WO}_4\text{-Rb}_2\text{WO}_4\text{-In}_2(\text{WO}_4)_3$	27
ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ	29
ВЫВОДЫ	30
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ	36
ПРИЛОЖЕНИЕ	44

Образец оформления перечня основных обозначений, сокращений, символов**Перечень основных обозначений, сокращений, символов**

α -модификация	низкотемпературная модификация, далее, по мере повышения температуры – β , γ , δ
ВПА	визуально-политермический анализ
ДСК	дифференциальная сканирующая калориметрия
ДТА	дифференциальный термический анализ
ИКС	инфракрасные спектры поглощения
КП	координационный полиэдр
КЧ	координационное число
пр. гр.	пространственная группа
РЗЭ	редкоземельный элемент
РСА	рентгеноструктурный анализ
РФА	рентгенофазовый анализ
СКР	спектры комбинационного рассеяния
СТ, стр. тип	структурный тип
ТА	термический анализ
ТГ	термогравиметрия
$T_{пл}$	температура плавления
ЭО, χ	электроотрицательность
□	вакансия

Образец оформления выводов**ВЫВОДЫ**

1. Проведен анализ литературных данных и патентных источников по обезвреживанию и кондиционированию сточных и оборотных вод ЗИФ, содержащих токсичные тиосоединения. Анализ показал, что для очистки указанных стоков наиболее экономически выгодным является железо-пероксидный метод с использованием малых добавок меди, как наиболее соответствующий требованиям экологической безопасности и, кроме того, позволяющий вернуть обратно в производственный цикл дополнительное количество дорогостоящего цианида калия.
2. Изучены основные закономерности процесса окислительной деструкции тиоцианатов и тиосульфатов пероксидом водорода в присутствии ионов Fe^{3+} и Cu^{2+} . Установлены оптимальные условия для проведения эффективного процесса очистки: $\text{pH} = 2.5\text{--}3.0$, молярное соотношение $[\text{H}_2\text{O}_2]:[\text{SCN}^-]:[\text{Fe}^{3+}] = 3:1:0.15$ при соотношении $[\text{Fe}^{3+}]:[\text{Cu}^{2+}] = 1:0.3$ и продолжительности обработки 60 мин.
3. Выявлен синергизм действия Fe^{3+} и Cu^{2+} при каталитической деструкции тиоцианатов и тиосульфатов пероксидом водорода.
4. Предположен механизм окислительной деструкции тиоцианатов и тиосульфатов пероксидом водорода в присутствии соединений Fe^{3+} и Cu^{2+} , согласно которому инициирование процесса диспропорционирования H_2O_2 осуществляется роданидным комплексом Fe^{3+} , а ионы Cu^{2+} катализируют лимитирующие стадии продолжения цепи.
5. Предложенный метод апробирован на реальной производственной воде ЗИФ и может быть использован в качестве доочистки сточных и оборотных вод ЗИФ как альтернатива щелочному хлорированию после AVR-процесса.

Образцы оформления литературных источников**СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ**

1. Ковба, Л.М. Рентгенофазовый анализ / Л. М. Ковба. – М.: Изд-во МГУ, 1976. – 198 с.
2. Захаров, А. М. Диаграммы состояния двойных и тройных систем / А. М. Захаров. – М.: Металлургия, 1978. – 296 с.
3. Перельман, Ф. М. Молибден и вольфрам / Ф. М. Перельман, А. Н. Зворыкин. – М.: Наука, 1968. – 218 с.
4. Третьяков, Ю. Д. Введение в химию твердофазных материалов / Ю. Д. Третьяков, В. И. Путляев. – М.: Изд-во Моск. ун-та, 2006. – 399 с.
5. Moore, P. V. Crystal chemistry of the alluaudite structure type: Contribution to the paragenesis of pegmatite phosphate giant crystals / P. V. Moore // *Am. Mineral.* – 1971. – Vol. 56. – С. 1955–1975.
6. Басович, О. М. Синтез и исследование тройных молибдатов лития, таллия и редкоземельных элементов / О. М. Басович, Е. Г. Хайкина // *Журн. неорганической химии.* – 1994. – Т. 39, № 9. – С. 1419–1420.
7. Лазорьяк, Б. И. О двойных молибдатах $Me_5TR(MoO_4)_4$ / Б. И. Лазорьяк, В. А. Ефремов // *Кристаллография* □ 1987. □ Т. 32, № 2. □ С. 378-384.
8. Abdallah, A. H. The alluaudite-like arsenate $NaCaMg_3(AsO_4)_3$ / A. H. Abdallah, A. Haddad // *Acta Cryst.* – 2008. – Vol. E64 – P. i36–i41.
9. Мохосоев, М. В. Новые тройные молибдаты лития-калия (рубидия) – редкоземельных элементов / М. В. Мохосоев, О. М. Басович, Е. Г. Хайкина // *Докл. АН СССР.* – 1991. – Т. 316, № 1. – С. 137–140.
10. Basovich, O. M. Phase formation in the systems $Li_2MoO_4-K_2MoO_4-Ln_2(MoO_4)_3$ (Ln = La, Nd, Dy, Er) and properties of triple molybdates $LiKLn_2(MoO_4)_4$ / O. M. Basovich, E. G. Khaikina, S. F. Solodovnikov, G. D. Tsyrenova // *J. Solid State Chem.* – 2005. – V. 178, № 5. – P. 1580–1588.
11. ICDD PDF-2 Data Base, Card # 00-012-0773

Примеры представления графической информации

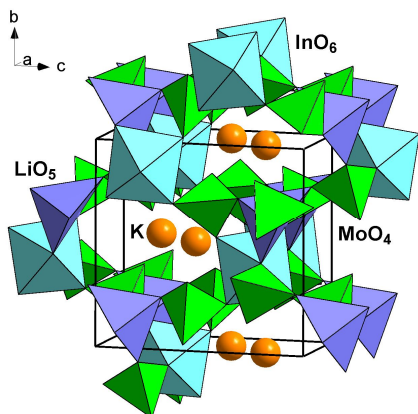


Рисунок 1.11. Общий вид структуры $\text{LiK}_2\text{In}(\text{MoO}_4)_3$ [9, 10, 30].

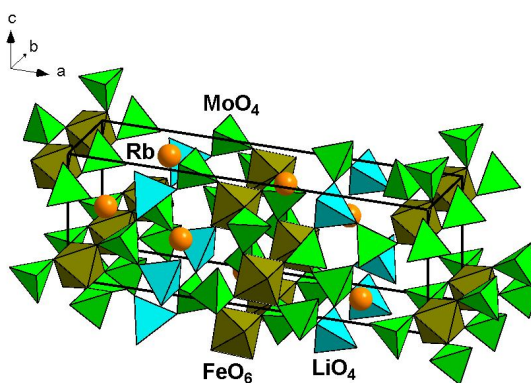


Рисунок 1.12. Общий вид структуры $\text{LiRb}_2\text{Fe}(\text{MoO}_4)_3$ [9, 10, 31].

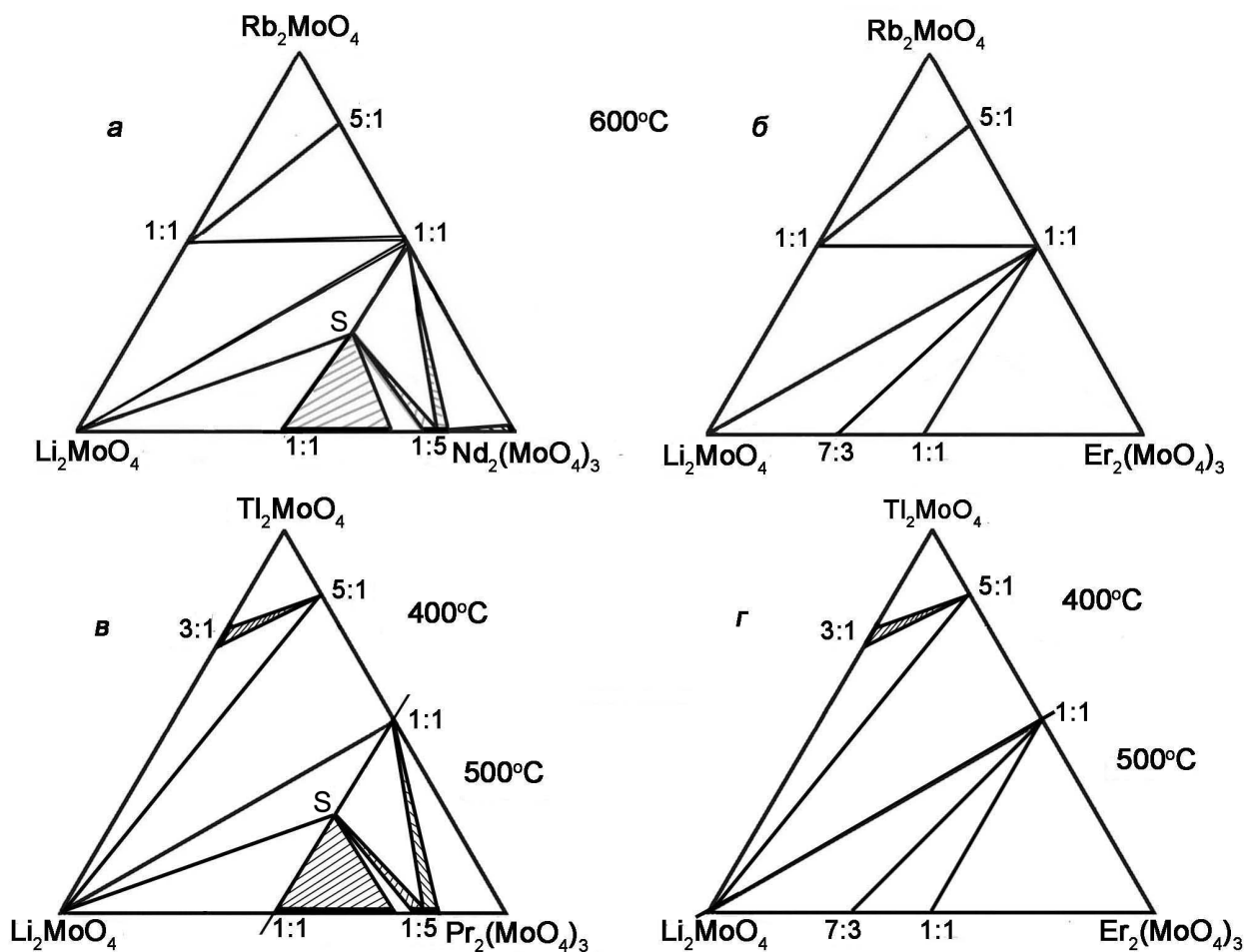
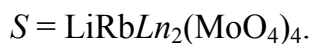


Рисунок 3.7. Схемы фазовых соотношений в субсолидусной области некоторых систем $\text{Li}_2\text{MoO}_4\text{-}M_2\text{MoO}_4\text{-}Ln_2(\text{MoO}_4)_3$ ($M = \text{Rb}, \text{Tl}$).



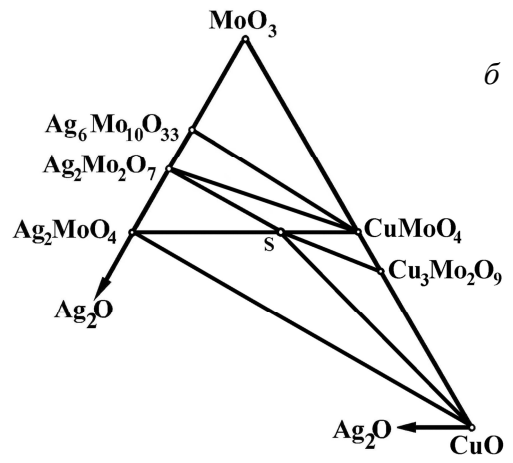
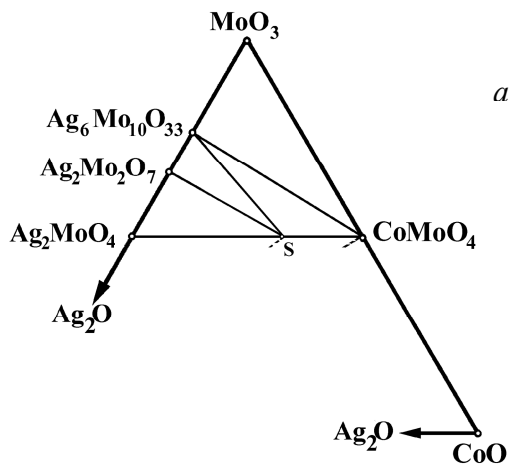


Рисунок 4.2. Субсолидное строение некоторых тройных оксидно-солевых систем $\text{Ag}_2\text{MoO}_4\text{-AO-MoO}_3$.

$A = \text{Co}$ (a , 500°C), Cu (b , 400°C); $S = \text{Ag}_2\text{A}_2(\text{MoO}_4)_3$.

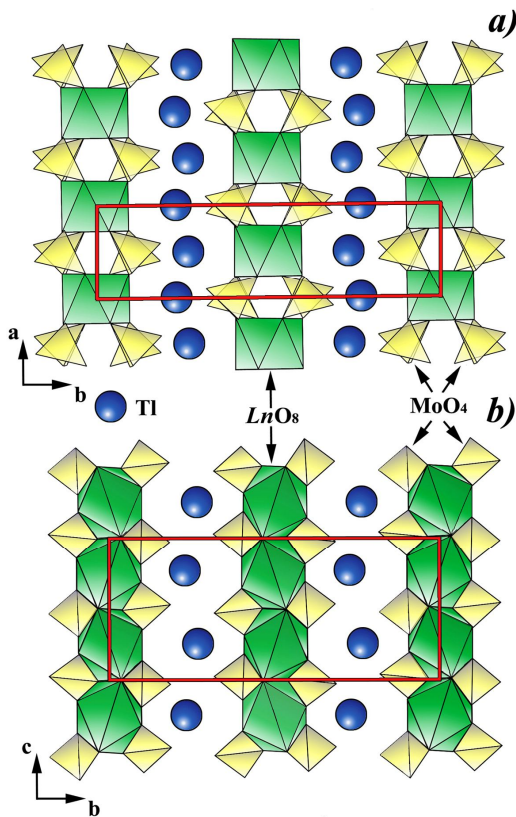


Рисунок 3.20. Проекция кристаллической структуры модификаций $\text{TlLn}(\text{MoO}_4)_2$ типа $\text{KY}(\text{MoO}_4)_2$ на плоскости ab (a) и cb (b). Выделена элементарная ячейка.

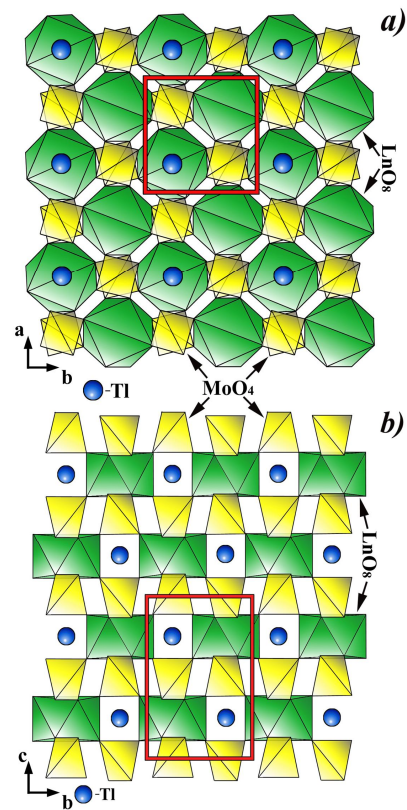


Рисунок 3.21. Проекция кристаллической структуры модификаций $\text{TlLn}(\text{MoO}_4)_2$ типа $\gamma\text{-RbPr}(\text{MoO}_4)_2$ на плоскости ab (a) и cb (b). Выделена элементарная ячейка.

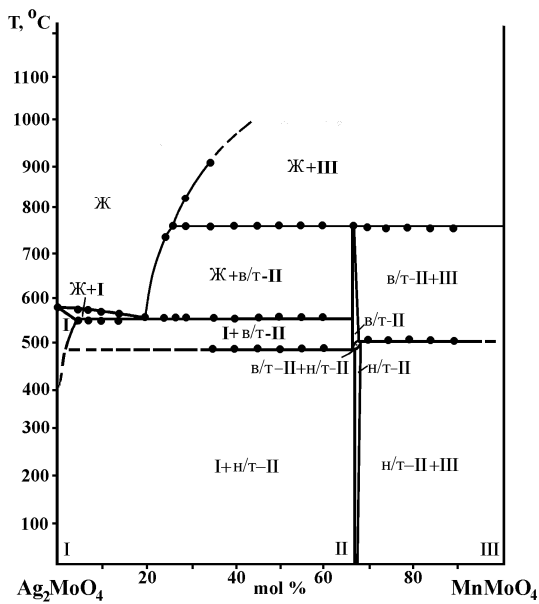


Рисунок 4.5. T - x -диаграмма системы Ag_2MoO_4 - MnMoO_4 :

I – Ag_2MoO_4 , II – $\text{Ag}_2\text{Mn}_2(\text{MoO}_4)_3$
(н/т – низко-, в/т – высокотемпературная модификации), III – MnMoO_4

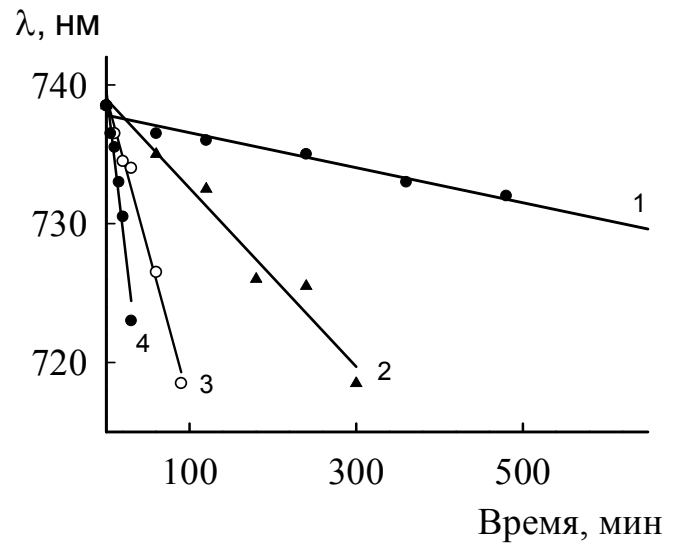


Рисунок 4.7. Изменение длины волны главного максимума поглощения сернокислотных растворов золь-фракций политерфениленфталида после прогрева в инертной среде при 390 (1), 400 (2), 425 (3) и 450°C (4).

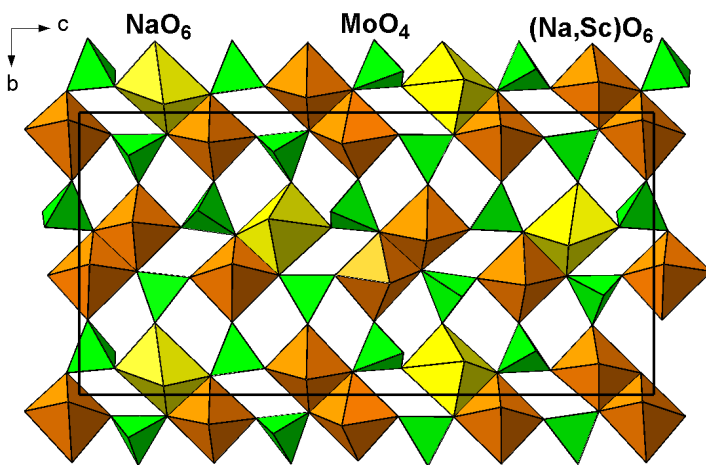


Рисунок 3.3. Полиэдрический фрагмент (слой) структуры $\text{Na}_{25}\text{Cs}_8\text{Sc}_5(\text{MoO}_4)_{24}$ [24].

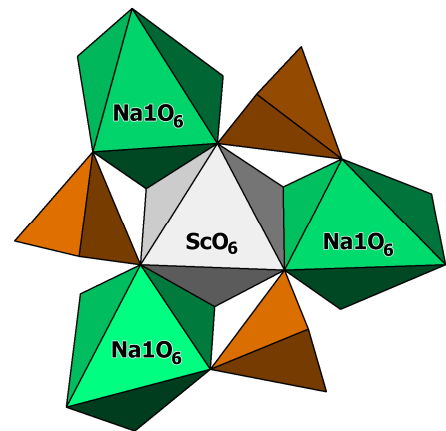


Рисунок 3.6. Кластер, составленный из ScO_6 -октаэдров, трех Na1O_6 -октаэдров и MoO_4 -тетраэдров в структуре $\text{Na}_9\text{Sc}(\text{MoO}_4)_6$ [33].

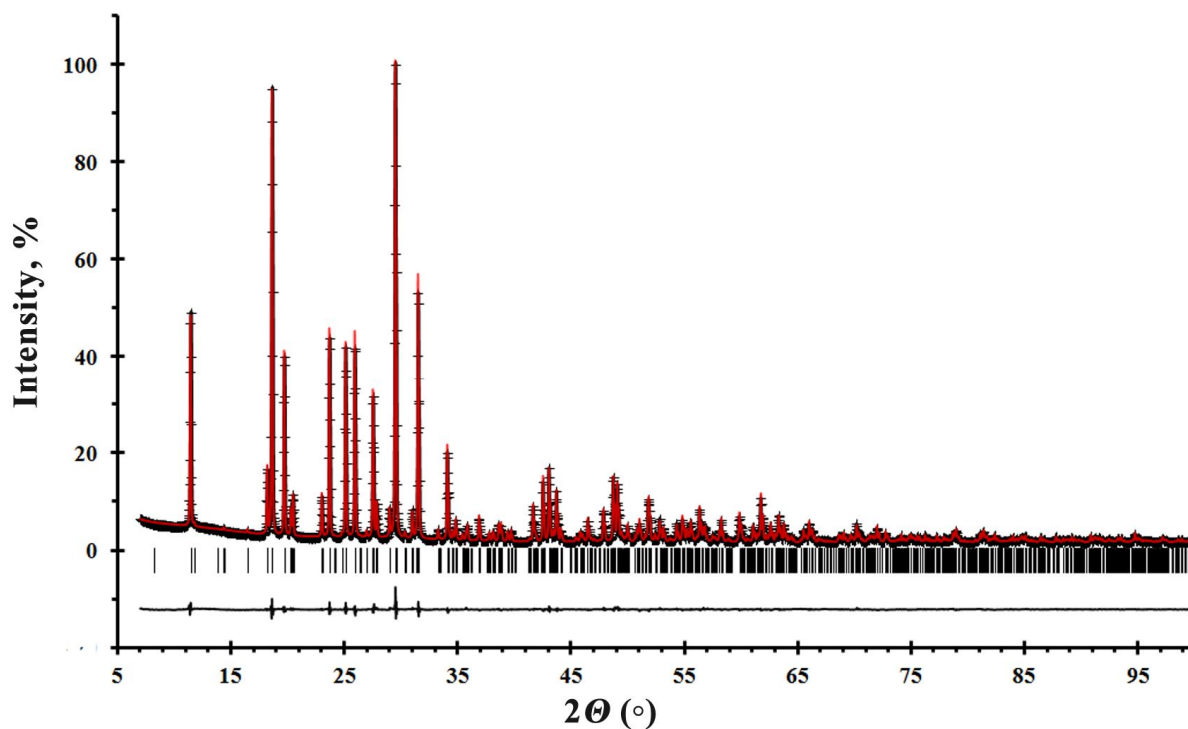


Рисунок 5.4. Фрагменты экспериментальной, вычисленной, разностной и штрихрентгенограмм $\text{Na}_9\text{Sc}(\text{MoO}_4)_6$.

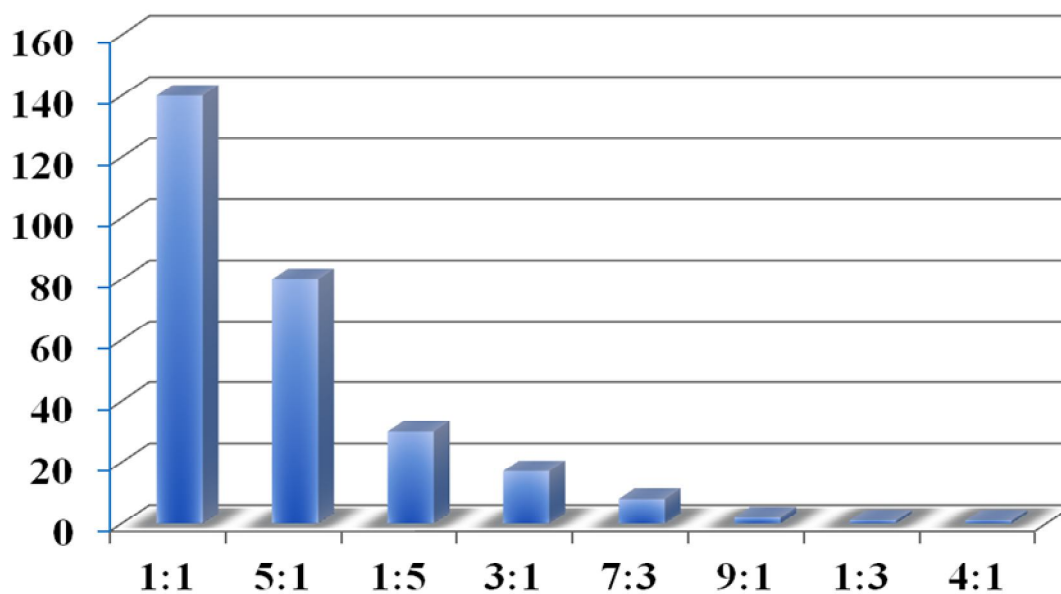


Рисунок 4.4. Гистограмма распределения двойных молибдатов $M_xR_y(\text{MoO}_4)_z$ ($M = \text{Li-Cs, Ag, Tl}$) по стехиометрии [10]

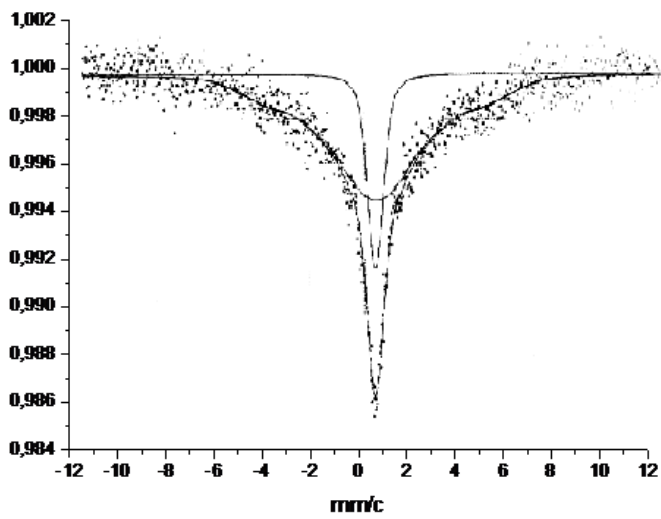


Рисунок 3.1. Мессбауэровский спектр $\text{Na}_9\text{Fe}(\text{MoO}_4)_6$

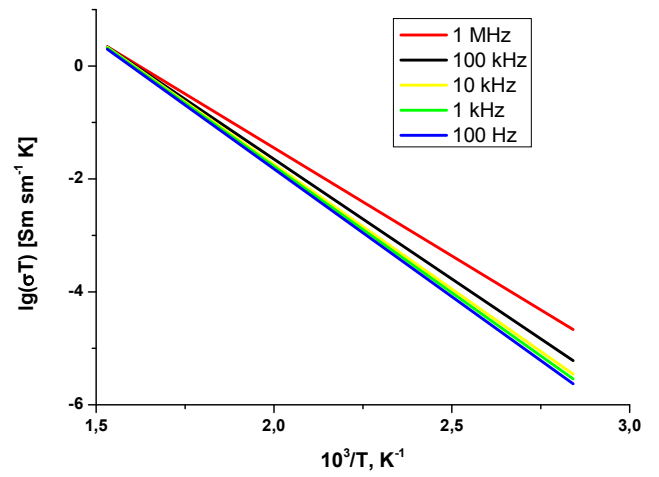


Рисунок 4.4. Температурная зависимость электропроводности $\text{Na}_9\text{Fe}(\text{MoO}_4)_6$.

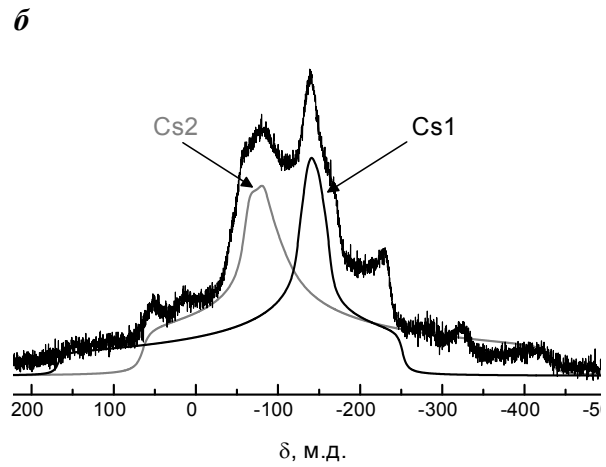
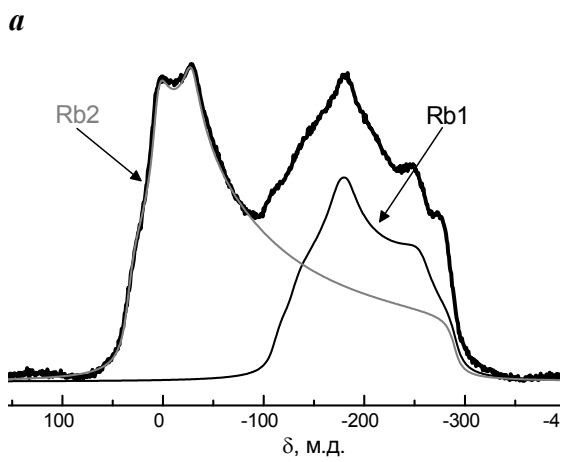


Рисунок 1.3. Статические спектры ЯМР на ядрах ^{87}Rb (*a*) и ^{133}Cs (*б*) в $\text{Li}_2\text{Rb}_3\text{Al}(\text{MoO}_4)_4$ и $\text{Li}_2\text{Cs}_3\text{Al}(\text{MoO}_4)_4$, соответственно [17].

Примеры представления таблиц

Т а б л и ц а 3.1

Результаты индирования рентгенограммы $\text{Li}_2\text{Cs}_3\text{Fe}(\text{MoO}_4)_4$

$2\theta_{\text{эксп.}}^\circ$	I/I_0	$d_{\text{эксп.}}, \text{Å}$	h k l	$\Delta 2\theta_{\text{эксп.}} - \Delta 2\theta_{\text{теор.}}^\circ$
10.241	1	8.64	1 0 1	-0.002
14.526	<1	6.098	2 0 0	-0.001
17.769	3	4.992	1 1 2	+0.003
17.800	4	4.983	2 1 1	+0.003
20.586	3	4.314	2 0 2, 2 2 0	-0.025, +0.011
22.981	10	3.870	1 0 3	+0.006
23.049	27	3.859	3 0 1, 3 1 0	+0.003, +0.011
27.327	100	3.264	2 1 3, 3 1 2, 3 2 1	-0.029, +0.005, +0.026
29.181	3	3.060	0 0 4	+0.005
29.289	1	3.049	4 0 0	+0.001
31.090	7	2.877	3 0 3, 4 1 1	-0.035, +0.014
32.750	8	2.735	2 0 4	-0.004
32.833	8	2.728	4 0 2, 4 2 0	-0.017, +0.006
34.452	8	2.603	3 2 3, 3 3 2	-0.011, +0.017
35.999	2	2.495	2 2 4	-0.009
36.063	3	2.491	4 2 2	-0.008
37.468	1	2.400	1 0 5	+0.006
37.523	1	2.397	3 1 4, 4 1 3	-0.003, +0.034
37.607	5	2.392	4 3 1, 5 1 0	-0.009, -0.004
40.391	4	2.233	2 1 5	-0.003
40.505	9	2.227	5 1 2, 5 2 1	-0.014, +0.000
41.923	<1	2.155	4 4 0	-0.023
43.243	1	2.092	5 0 3, 5 3 0	-0.031, +0.010
44.509	1	2.036	4 2 4	-0.008
44.612	<1	2.031	6 0 0	-0.038
45.705	5	1.9851	1 1 6	-0.001
45.763	2	1.9827	3 2 5	-0.010
45.860	10	1.9787	5 3 2, 6 1 1, 5 2 3	-0.014, -0.001, -0.036
46.972	2	1.9344	2 0 6	-0.002
47.125	4	1.9285	6 0 2, 6 2 0	-0.016, +0.001
48.285	7	1.8849	4 1 5, 5 1 4	-0.028, +0.010
48.368	1	1.8818	5 4 1	-0.009
49.572	<1	1.8389	6 2 2	-0.012
50.622	4	1.8032	3 1 6	+0.000
50.757	6	1.7987	6 1 3, 6 3 1	-0.025, +0.008
51.883	6	1.7623	4 4 4	-0.006

Кристаллографические данные и результаты уточнения структуры



Сингония	Триклинная
Пространственная группа	$P \bar{1}$
Параметры элементарной ячейки	$a = 12.5814(5) \text{ \AA}$, $b = 13.8989(5) \text{ \AA}$, $c = 28.4386(9) \text{ \AA}$ $\alpha = 90.108(2)$ $\beta = 90.064(2)$ $\gamma = 90.020(2)$
Объем ячейки (\AA^3)/ Z	4973.0(3) / 2
$d(\text{выч})$, г/см ³	3.844
$\mu(\text{MoK}\alpha)$, мм ⁻¹	6.729
Размеры кристалла, мм ³	0.07 × 0.07 × 0.06
Дифрактометр, тип сканирования	X8 Apex, $\Delta\varphi = 0.5^\circ$
Пределы углов отражения θ , град	1.43 – 36.40
Пределы индексов Миллера	$-18 \leq h \leq 21$, $-23 \leq k \leq 17$, $-47 \leq l \leq 45$
Число снятых отражений	35193
Число использованных отражений $n [I > 2\sigma(I)]$	26072 [$R(\text{int}) = 0.0267$]
Число уточняемых параметров p	1442
Коэффициент экстинкции	0.00015(1)
Добротность подгонки $S = [\sum w[(F(\text{эксп})^2 - F(\text{выч})^2)^2 / (n - p)]^{1/2}$	0.947
$R(F)$ для $I > 2\sigma(I)$	0.0440
$wR(F^2)$ для $I > 2\sigma(I)$	0.1076
$R(F)$ для всех отражений	0.0793
$wR(F^2)$ для всех отражений	0.1269
Экстремумы $\Delta\rho$, е/ \AA^3	2.278 / – 3.239

Кристаллографические характеристики некоторых тройных молибдатов



<i>M</i>	Кристаллографические характеристики				
	<i>a</i> , Å	<i>b</i> , Å	<i>c</i> , Å	β , °	<i>V</i> , Å ³
<i>R</i> = Bi					
K	5.3012(3)	12.8593(8)	19.457(1)	92.455(5)	1325.17
Tl	5.3022(2)	12.9410(6)	19.5996(8)	92.752(4)	1343.29
Rb	5.3035(4)	12.9847(9)	19.582(1)	92.596(6)	1347.12
<i>R</i> = Nd					
K	5.315(1)	12.857(1)	19.470(5)	92.260(6)	1329.4
Tl	5.312(1)	12.936(1)	19.611(4)	92.659(5)	1346.3
Rb	5.308(1)	12.970(1)	19.604(3)	92.467(4)	1348.4
<i>R</i> = Sm					
K	5.278(1)	12.751(1)	19.440(4)	92.408(5)	1307.2
Tl	5.277(1)	12.838(2)	19.595(5)	92.753(8)	1326.0
Rb	5.276(1)	12.876(2)	19.579(7)	92.657(7)	1328.6
<i>R</i> = Eu					
K	5.262(1)	12.712(1)	19.421(5)	92.471(6)	1297.9
Tl	5.265(2)	12.799(2)	19.595(6)	92.906(6)	1318.7
Rb	5.261(1)	12.839(1)	19.577(7)	92.716(6)	1320.8

Т а б л и ц а 4.1

Составы двойных молибдатов в системах $M_2\text{MoO}_4\text{--}R_2(\text{MoO}_4)_3$

Система	Состав соединений	Литература
$\text{Na}_2\text{MoO}_4\text{--In}_2(\text{MoO}_4)_3$	1 : 1, 3 : 1, 5 : 1, 9 : 1	[87, 88]
$\text{Na}_2\text{MoO}_4\text{--Sc}_2(\text{MoO}_4)_3$	1 : 1, 3 : 1, 5 : 1, 9 : 1	[87, 88]
$\text{Cs}_2\text{MoO}_4\text{--In}_2(\text{MoO}_4)_3$	1 : 1	[87]
	1 : 1, (3 : 1)	[9, 10]
$\text{Cs}_2\text{MoO}_4\text{--Sc}_2(\text{MoO}_4)_3$	1 : 1	[87]
	1 : 1, (3 : 1)	[9, 10]

Разработанные методики ДПТ АЭС анализа природных объектов

Объект анализа	Определяемые элементы	Диапазон определяемых содержаний, мг/кг	S_r	Процедура подготовки пробы к анализу
Природные воды	Al, Ba, Be, Fe, Mg,	0.001–100	0.10–0.25	упаривание на графитовом коллекторе (4 % NaCl)
Снеготалые воды	Mn, Ni, Cr, Cu, Sn, Pb, V, Mo, Zn, P	0.0005–100	0.08–0.20	
Атмосферные аэрозоли	Al, Ca, Fe, Cu, Cr, Mn, N, Zn, As, Si, Pb, Cd, Ni, P, Sn	0.01–10*	0.09–0.35	<ul style="list-style-type: none"> ◆ выщелачивание из материала фильтра (смесь HCl и HNO₃), упаривание; ◆ сухое озоление в присутствии графитового коллектора (450°C, MgO, 2.5 ч)
Почвы	Al, Ba, Be, Fe, Mg, Mn, Ni, Cr, Cu, Sn, Pb, V, Mo, Zn, P, Ca, As	0.10–10	0.12–0.30	сухое озоление (450°C, MgO, 2.5 ч); разбавление пробы графитовым порошком (4 % NaCl)
Донные осадки (отложения)				
Сыворотка крови	Ca, Mg, Fe, Cu, P, Zn	0.03–20	0.11–0.24	<ul style="list-style-type: none"> ◆ упаривание на графитовом коллекторе; ◆ сухое озоление (450°C, 2.5 ч).
Волосы, ткани животных и человека	Ca, Mg, Fe, Cu, P, Zn, Mn, V, Mo, Pb, Ag, Cr, Ni, Sn, As	10–10000	0.09–0.18	<ul style="list-style-type: none"> ◆ минерализация (HNO₃, 80°C) ◆ сухое озоление (450°C, MgO, 2.5 ч; разбавление пробы графитовым порошком (4 % NaCl)

* – результат представлен в мкг/м³.

**Результаты определения аскорбиновой кислоты
методом инверсионной вольтамперометрии**

Форма препарата	Проба без добавки, мг	Проба с добавкой, мг	Введено, мг	Найдено, мг
Драже	1.86	4.00	2.00	2.14
	2.00	4.30	2.00	2.30
	1.86	3.80	2.00	1.94
Ампулы	4.11	6.25	2.00	2.14
	3.93	5.87	2.00	1.94
	3.98	5.96	2.00	1.98

Т а б л и ц а 2.1

Условия регистрации вольтамперограмм витамина С

Параметр	Величина и единицы измерения параметра
Скорость развертки потенциала	15 мВ/с
Начало развертки потенциала	100 мВ
Конец развертки потенциала	1500 мВ
Поляризующее напряжение для электронакопления	-300 мВ
Время накопления	30 с