

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 308.004.01 НА БАЗЕ
Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский
научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии
Министерства промышленности и торговли Российской Федерации
ПО ДИССЕРТАЦИИ
НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА НАУК

аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета от 14 марта 2016 г. № _____

О присуждении Крашенининой Марии Павловне, гражданке Российской Федерации, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «РАЗРАБОТКА ГОСУДАРСТВЕННОГО ВТОРИЧНОГО ЭТАЛОНА И СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ ПОВЫШЕНИЯ ДОСТОВЕРНОСТИ КОНТРОЛЯ АЗОТА В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ И АКТИВНОГО ХЛОРА В ПИТЬЕВОЙ ВОДЕ» по специальности 05.11.15 – Метрология и метрологическое обеспечение принята к защите 07.12.2015 г., протокол № 2 диссертационным советом Д 308.004.01 на базе Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт) Министерства промышленности и торговли Российской Федерации, адрес, 190005, Россия, Санкт-Петербург, Московский пр., 19, приказ о создании диссертационного совета № 105/нк от 11 апреля 2011 г.

Соискатель, Крашенинина Мария Павловна, 1987 года рождения; в 2010 г. окончила ГОУ ВПО «Уральский государственный университет имени А.М. Горького» по направлению «Химия»; в 2015 г. окончила заочную аспирантуру ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина» по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия, сдала кандидатский экзамен по специальности 05.11.15 - Метрология и метрологическое обеспечение, работает научным сотрудником в Фе-

деральном государственном унитарном предприятии «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» Росстандарта.

Диссертация выполнена на кафедре аналитической химии Института естественных наук ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина» Минобрнауки России и во ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» Росстандарта.

Научный руководитель – кандидат химических наук, доцент Неудачина Людмила Константиновна, ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», Институт естественных наук, кафедра аналитической химии, заведующая кафедрой.

Официальные оппоненты:

Кондрашкова Галина Анатольевна, доктор технических наук, профессор, ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский государственный технологический университет промышленных технологий и дизайна Высшей школы технологий и энергетики», кафедра информационно-измерительных технологий и систем управления, профессор кафедры,

Прокунин Сергей Викторович, кандидат технических наук, ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений», лаборатория электрохимических и электрических измерений, начальник лаборатории, дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация – ФГБОУ ВПО «Омский государственный университет им. Ф.М. Достоевского», г. Омск, в своём положительном заключении, подписанном Вершининым Вячеславом Исааковичем, доктором химических наук, профессором, заведующим кафедрой аналитической химии, указала, что диссертация логично построена, ее структура и содержание соответствует целям исследования и поставленным задачам. По актуальности решаемой проблемы, объёму исследований, уровню их обсуждения, научной и практической значимости диссертация соответствует требованиям п. 9 Положения о присуждении учёных степеней, а её автор заслуживает присуждения

учёной степени кандидата технических наук по специальности 05.11.15 – Метрология и метрологическое обеспечение.

Соискатель имеет 13 опубликованных работ, в том числе по теме диссертации 13 работ, из них 5 работ опубликованы в рецензируемых научных изданиях из перечня ВАК. Другие публикации представлены в виде 8 тезисов докладов на всероссийских и международных конференциях. Общий объём опубликованных по теме диссертации работ – 3,9 п.л., авторский вклад – 2,1 п.л.

Наиболее значительные научные работы по теме диссертации:

1. **Крашенинина М.П.** Оценка точности методов обработки кривых кислотно-основного титрования при потенциометрическом способе фиксации данных / М.П. Крашенинина, М.Ю. Медведевских, Л.К. Неудачина, Е.П. Собина / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2012. – № 12. – С. 68–72. (0,44 п.л./0,13 п.л.).

2. **Крашенинина М.П.** Создание стандартного образца массовой концентрации активного хлора в воде (АХС СО УНИИМ) / М.П. Крашенинина, О.С. Голынец, Л.К. Неудачина, Е.П. Собина // Стандартные образцы. – 2013. – № 2. – С. 5–14 (0,66 п.л./0,22 п.л.).

3. **Крашенинина М.П.** Оценка метрологических характеристик стандартного образца состава молока сухого с использованием первичного и вторичного государственных эталонов / М.П. Крашенинина, М.Ю. Медведевских, С.В. Медведевских, Л.К. Неудачина, Е.П. Собина // Измерительная техника. – 2013. – № 9. – С. 67–71 (0,46 п.л./0,15 п.л.).

4. **Крашенинина М.П.** Создание стандартного образца состава глицина / М.П. Крашенинина, М.Ю. Медведевских, Л.К. Неудачина, А.С. Сергеева, Е.П. Собина // Стандартные образцы. – 2015. – № 1. – С. 23–31 (0,59 п.л./0,20 п.л.).

5. **Krasheninina M.** Development of certified reference material of mass concentration of active chlorine in water and its application for interlaboratory comparison / M. Krasheninina, M. Medvedevskikh, A. Sergeeva, O. Golynets // Accreditation and quality assurance. – 2015. – Vol. 20. – Issue 3. – P. 171–178 (0,68 п.л./0,20 п.л.).

На диссертацию и автореферат поступило 7 положительных отзывов:

1. От научного сотрудника, канд. хим. наук **Игоря Сергеевича Пузырева**, ФГБУН «Институт органического синтеза им. И. Я. Постовского» Уральского отделения Российской академии наук, г. Екатеринбург. В отзыве имеются вопросы:

– Из данных, приведенных в таблице 1, непонятно, исходя из каких соображений назначены коэффициенты чувствительности по таким факторам, как масса катализатора, объем пероксида водорода?

– Почему не учтена неопределенность результата измерения влажности образцов?

2. От директора, канд. техн. наук **Геннадия Владимировича Шувалова**, ФГУП «Сибирский государственный ордена Трудового Красного Знамени научно-исследовательский институт метрологии», г. Новосибирск. Без замечаний.

3. От профессора кафедры аналитической химии химического факультета, д-ра хим. наук, профессора **Станиславы Григорьевны Дмитриенко**, ФГБОУ ВПО «Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова», г. Москва. Без замечаний.

4. От доцента кафедры аналитической химии, канд. хим. наук **Гузель Камилевны Зиятдиновой** и профессора кафедры аналитической химии, д-ра хим. наук **Германа Константиновича Будникова**, ФГАОУ ВО «Казанский (Приволжский) федеральный университет», г. Казань. Без замечаний.

5. От генерального директора, канд. хим. наук, заслуженного химика РФ **Александра Николаевича Атанова**, ООО «Центр стандартных образцов и высокочистых веществ», г. Санкт-Петербург. Без замечаний.

6. От заместителя директора, д-ра техн. наук **Натальи Павловны Муравской**, ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений», г. Москва. В отзыве имеются замечания:

– Вопросы по включению методических источников неопределенности, в части оценки коэффициентов чувствительности перед данными источниками неопределенности.

– Не в полном объеме дано объяснение (табл. 2) в части существенного отличия источников неопределенности типа А для реактива нитрата аммония.

– Не в полном объеме раскрыты физико-химические особенности, которые теоретически объясняют оптимальность применения для определения молярной концентрации титранта серной кислоты с помощью карбоната натрия, именно второго скачка на кривой титрования.

7. От заведующего кафедрой аналитической химии, д-ра хим. наук, профессора **Зауаля Ахлоовича Темердашева** и ст. науч. сотр., канд. хим. наук **Татьяны Николаевны Мусориной** ФГБОУ ВО «Кубанский государственный университет», г. Краснодар. Без замечаний.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их компетентностью в области физико-химических методов анализа, а также в области метрологии и метрологического обеспечения, что подтверждается публикациями в высокорейтинговых научных журналах.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

– **разработана** новая экспериментальная методика на основе объемного титриметрического метода анализа, позволившая повысить точность измерений и обеспечить метрологическую прослеживаемость при контроле содержания азота в пищевых продуктах и свободного хлора в воде;

- **предложен оригинальный подход к повышению точности измерений молярной концентрации титранта в водном растворе, опирающийся на выбор адекватного математического описания кривой титрования и минимизацию составляющей неопределённости измерений, обусловленной установлением конечной точки титрования;**

- **доказана** перспективность централизованного воспроизведения единиц массовой доли и массовой концентрации компонентов для обеспечения достоверной информации о составе жидких и твёрдых веществ.

Теоретические выкладки и трактовка результатов исследования проводились в рамках принятых в науке **понятий и терминов; обработка экспери-**

ментальных данных осуществлялась по стандартным алгоритмам, без их модернизации.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

доказано, что наивысшая точность измерений массовой доли азота (белка) в пищевых продуктах достигается при фотометрическом титровании растворов с помощью смешанного индикатора – метиленового красного и бромкрезолового зеленого при длине волны 520 нм;

- **применительно к проблематике диссертации результативно использован** комплекс современных подходов к математическому моделированию **физико-химических** измерительных процедур, планированию экспериментов и оцениванию неопределенности измерений;

– **изложены** положения, на основе которых осуществлялись выбор, идентификация и подготовка материала стандартных образцов;

– **раскрыты** источники неопределенности измерений, традиционно не учитываемые при расчётах, проводимых при реализации объемного титриметрического метода анализа,

- **изучены** вклады в неопределённость при измерении массовой доли азота в молоке, зерне, глицине и массовой концентрации активного хлора в воде объемным титриметрическим методом.

Результаты исследования были получены на основе существующих алгоритмов обработки данных, без проведения их модернизации.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

– **разработаны**, утверждены в установленном порядке **и внедрены:**

государственный вторичный эталон единиц массовой доли, массовой (молярной) концентрации компонентов в твердых и жидких веществах и материалах на основе объемного титриметрического метода анализа ГВЭТ 176-1-2010 (зарегистрирован в Федеральном информационном фонде под № 2.1.ZZC.0148.2014);

стандартный образец молока сухого (ГСО 9563-2010, МСО 1781:2012),
стандартный образец состава глицина (ГСО 10272-2013),

стандартный образец состава зерна и его переработки (ГСО 9734-2010), стандартный образец массовой концентрации активного хлора в воде (ГСО 9563-2010, МСО 1781:2012);

– **определены** перспективы использования разработанных стандартных образцов для метрологического обслуживания современных анализаторов пищевой продукции и воды;

– **создана** система передачи единицы от ГВЭТ 176-1-2010 стандартным образцам и рабочим средствам измерений, применяемым при контроле содержания азота в пищевой продукции и активного хлора в питьевой воде;

– **представлены** предложения по участию ГВЭТ 176-1-2010 в международных сличениях и организации межлабораторных сличений на основе разработанных стандартных образцов.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

– **для экспериментальных работ:** результаты измерений получены на поверенных (или калиброванных) средствах измерений;

- **теория** согласуется с опубликованными экспериментальными данными о влиянии различных факторов на результаты, полученные при реализации объёмного титриметрического метода анализа;

- **идея базируется** на обобщении опыта централизованного воспроизведения и передачи единиц величин, характеризующих химический состав веществ;

– **использованы** авторские экспериментальные данные о вкладах в неопределённость измерений, согласующиеся с данными, полученными ранее.

- **установлено**, что измерительные возможности разработанного автором ГВЭТ 176-1-2010 подтверждаются результатами пилотных сличений в рамках программы КООМЕТ 502/RU/10 по массовой концентрации азота в сухом молоке.

- **использованы** представительные выборки данных о временных изменениях содержания компонентов в стандартных образцах, позволившие установить сроки их годности.

Личный вклад соискателя состоит в проведении анализа научной литературы; участии в выборе схемных решений государственного вторичного эталона, непосредственном участии в планировании и выполнении исследований; обработке и интерпретации экспериментальных данных; подготовке публикаций по теме диссертации.

На заседании 14 марта 2016 года диссертационный совет принял решение присудить Крашенининой М.П. учёную степень кандидата технических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 16 человек, из них 5 докторов наук по специальности рассматриваемой диссертации, участвовавших в заседании, из 21 человек, входящих в состав совета, проголосовали: за присуждение учёной степени – 16, против присуждения учёной степени – 0, недействительных бюллетеней – 0.

Председатель
диссертационного совета

Слаев Валерий Абдуллович

Учёный секретарь
диссертационного совета

Телитченко Геннадий Петрович

14.03.2016

Место печати