

Ученому секретарю диссертационного совета
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
190005, Россия, Санкт-Петербург,
Московский пр., д. 19
К.В. Чекирде

ОТЗЫВ

официального оппонента

доктора химических наук, Поварова Владимира Глебовича на диссертацию Будко Александры Германовны «Метрологическое обеспечение измерений содержания приоритетных ксенобиотиков (фталатов) в природных и промышленных объектах», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности

2.2.10 - Метрология и метрологическое обеспечение

Диссертационная работа Будко А. Г. на тему «Метрологическое обеспечение измерений содержания приоритетных ксенобиотиков (фталатов) в природных и промышленных объектах» посвящена решению актуальной проблемы определения содержания фталатов в различных объектах окружающей среды. Актуальность работы не вызывает сомнений, ввиду крупнотоннажного производства фталатов и их применения в различных отраслях промышленности в России и за рубежом.

Поскольку фталаты легко мигрируют из полимера в окружающую среду, то их содержание в материалах строго нормируется. Для повышения достоверности результатов измерений содержания фталатов в различных объектах необходимо использовать стандартные образцы, использование которых обеспечит единство измерений.

Диссертация состоит из введения, 5 глав, заключения, списка используемых литературных источников (148 наименований). Текст диссертации изложен на 165 страницах, включая 107 таблиц и 19 рисунков.



Текст диссертации соответствует требованиям, предъявляемым к оформлению диссертационной работы. Диссертация написана понятным языком, с четкими выводами в конце каждой главы.

Во введении обоснована актуальность темы диссертационной работы, сформулированы цель, задачи и проблемы исследования, научная новизна работы, научные положения, выносимые на защиту, обоснована практическая значимость результатов.

В первой главе приведен обзор литературных данных и нормативных документов, относящихся к области измерений содержания фталатов в природных и промышленных объектах, который подтверждает необходимость разработки стандартных образцов отечественного производства и референтных методик измерений.

Во второй главе описан алгоритм определения чистоты органических веществ, пригодных к очистке методом перегонки (возгонки) при атмосферном и/или пониженном давлении, который лег в основу разработанных методических рекомендаций. Также описан процесс определения чистоты шести фталатов с использованием данного алгоритма.

Третья глава посвящена изготовлению и определению метрологических характеристик стандартного образца состава раствора шести фталатов в метаноле, с учетом инструментальной составляющей при оценивании неопределенности от неоднородности материала и нестабильности стандартного образца.

В четвертой главе приводятся результаты исследований по разработке референтной методики измерений массовой доли шести приоритетных фталатов в полимерной матрице на основе поливинилхлорида. В процессе разработки установлены оптимальные подходы и методы для уменьшения расширенной неопределенности измерений разрабатываемой референтной методики. В результате экспериментальных исследований составлен бюджет неопределенности, и определены метрологические характеристики референтной методики измерений.

Пятая глава посвящена разработке стандартного образца массовой доли фталатов в поливинилхлориде, методу его изготовления и исследованию метрологических характеристик.

В заключении сформулированы основные выводы и результаты диссертационной работы.

Обоснованность и достоверность полученных результатов и выводов, сформулированных в диссертации, подтверждается экспериментальной проверкой результатов исследований с последующей обработкой данных методами математической статистики.

Научной новизной обладают следующие результаты диссертационной работы:

1. Обоснован, разработан и внедрен в виде методических рекомендаций, вошедших в состав эталонной документации ГЭТ 208, алгоритм определения чистоты органических веществ, пригодных к очистке методом перегонки (возгонки) при атмосферном и/или пониженном давлении, унифицирующий процедуру аттестации данной группы веществ в качестве первичных эталонных чистых веществ и/или эталонов сравнения, адаптированный для группы фталатов, позволяющий провести исследование содержания примесных соединений за счет комбинирования аналитических методов при обеспечении расширенной неопределенности измерений массовой доли фталатов не более 0,20 %.

2. Обоснованы и установлены метрологические характеристики стандартного образца состава раствора шести приоритетных фталатов в метаноле с учетом инструментальных источников неопределенности при исследовании неоднородности и нестабильности стандартного образца, обеспечивающие относительную расширенную неопределенность аттестованного значения массовой доли (концентрации) не более 2 %, сопоставимую с относительной расширенной неопределенностью стандартных образцов, выпускаемых Национальными метрологическими институтами других государств.

3. Оптимизированы методические подходы при определении содержания шести приоритетных фталатов в полимерной матрице на основе поливинилхлорида, позволяющие обосновать и подобрать условия подготовки проб, а также метода газохроматографического анализа с масс-селективным детектированием и изотопным разбавлением, обеспечивающие уменьшение относительной расширенной неопределенности результатов измерений в диапазоне от 10 до 5000 мг/кг до 8 %, что в 1,7...4,8 раз меньше, по сравнению с рутинными методиками (методами) измерений.

4. Обоснована и реализована процедура изготовления стандартных образцов состава массовой доли фталатов и/или аналогичных аналитов в полимерных матрицах, включающая многократно повторяющийся цикл охлаждение-измельчение-фракционирование, с целью получения гранул размером 0,5-1,0 мм и последующей гомогенизации материала, обеспечивающая относительную расширенную неопределенность аттестованных значений не более 11 %, что соответствует характеристикам стандартных образцов, выпускаемых Национальными метрологическими институтами других государств.

Теоретическая ценность и практическая значимость диссертации заключается в следующих результатах, полученных при участии автора:

- разработаны нормативные документы, внесенные в состав эталонной документации при совершенствовании ГЭТ 208, которые являются методической базой при воспроизведении единицы массовой доли основного компонента веществ, пригодных к очистке методом перегонки (возгонки) при атмосферном и/или пониженном давлении.

- разработан и аттестован стандартный образец состава раствора шести приоритетных фталатов в метаноле, позволяющий обеспечивать прослеживаемость результатов методик измерений, посредством калибровки (градуировки) оборудования, к ГЭТ 208 (ГСО 11366-2019); - разработана и аттестована референтная методика измерений массовой доли шести приоритетных фталатов в объектах на основе поливинилхлорида методом

газовой хроматографии / масс-спектрометрии с изотопным разбавлением (ФР.Р1.31.2019.00004); -внесены в базу данных Международного Бюро Мер и Весов измерительные возможности ВНИИМ в области определения содержания аналитов с низкой полярностью в пластике (эфиров фталевой кислоты в поливинилхлориде) в диапазоне от 10 до 5000 мг/кг с относительной расширенной неопределенностью ($P=0,95$, $k=2$) 10 % (дата утверждения 24.06.2021 г); - разработан стандартный образец состава массовой доли фталатов в поливинилхлориде (ГСО 12592-2024).

Основные результаты теоретических и экспериментальных исследований, в достаточной мере отражены в 8 научных работах, среди которых 5 в изданиях, включенных в перечень рецензируемых журналов, рекомендованных ВАК.

Автореферат полностью соответствует диссертации и отражает основные положения, результаты и выводы работы, включая список опубликованных автором работ.

По содержанию диссертационной работы возникли следующие замечания:

1. В первой и второй главах недостаточно освещены особенности получения и хранения фталатов, способные привести к появлению в них летучих органических примесей. Также почему-то не обсуждается проблема изомерной чистоты применяемых препаратов и определяемых аналитов.

2.Почему в перечне установок, предназначенных для определения примесей в веществе и включенных в состав ГЭТ 208–2024, нет установки для определения примесей по методу снижения температуры плавления?

3. Не маловато ли значение в 75% при идентификации летучих примесей методом ГХ-МС?

4. Непонятно, почему в диссертации представлена только одна хроматограмма (метанола) причем приведена она с целью демонстрации чистоты препарата и не содержит по этой причине ни одного пика.

5. Имел ли место частичный захват определяемых фталатов при осаждении полимерной матрицы ПВХ метанолом?

Указанные недостатки не влияют на общую положительную оценку работы.

Диссертационная работа Будко Александры Германовны «Метрологическое обеспечение измерений содержания приоритетных ксенобиотиков (фталатов) в природных и промышленных объектах», представленная на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.2.10 «Метрология и метрологическое обеспечение» является завершённой работой, удовлетворяет критериям, установленным Положением по порядку присуждения ученых степеней, утвержденном постановлением правительства Российской Федерации №842 от 24.09.2013, а её автор заслуживает присуждения ей ученой степени кандидата технических наук.

Официальный оппонент,
доктор химических наук,
научный руководитель проекта
аппарата управления НЦ
«Оценка техногенной трансформации экосистем»
Федерального государственного бюджетного
образовательного учреждения высшего образования
Санкт-Петербургский горный университет
императрицы Екатерины II

«3» октября 2024 года

Поваров Владимир Глебович

Почтовый адрес: 199106, Санкт-Петербург, Васильевский остров, 21 линия д.2

телефон: +7-921-795-94-91, электронная почта: Povarovvg@rambler.ru

Подпись Поварова Владимира Глебовича удостоверяю



руководитель управления
производства и
делами документооборота
Е.Р. Яновицкая
03 ОКТ 2024

Сведения об официальном оппоненте

по диссертации Будко Александры Германовны на тему «Метрологическое обеспечение измерений содержания приоритетных ксенобиотиков (фталатов) в природных и промышленных объектах», подготовленной по специальности 2.2.10. – Метрология и метрологическое обеспечение на соискание ученой степени кандидата технических наук

Фамилия	Поваров
Имя	Владимир
Отчество	Глебович
Дата рождения	
Гражданство	Россия
Ученая степень	Доктор химических наук
Ученое звание	Нет
Шифр и наименование специальности по которой защищена диссертация (для доктора наук – на соискание учёной степени доктора наук)	02.00.04- физическая химия
Полное наименование организации, которая является основным местом работы	Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет императрицы Екатерины II»
Организационно-правовая форма	75103 федеральные государственные бюджетные учреждения
Ведомственная принадлежность	Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Должность	Научный руководитель проекта
Структурное подразделение	Аппарат управления научного центра «Оценка техногенной трансформации экосистем»
Адрес организации (с указанием индекса)	199106, г. Санкт-Петербург, 21 линия Васильевского острова, д.2
Телефон рабочий	
Телефон мобильный (при наличии)	+7(921)795-94-91
E-mail:	Povarov_vg@pers.spmi.ru

СПИСОК

основных публикаций в рецензируемых научных изданиях по теме диссертации за последние 5 лет (не более 5 публикаций)

1. Povarov, V. G. Equilibrium compositions in gas phase systems / V. G. Povarov, A. A. Keresten // Journal of Theoretical and Computational Chemistry. – 2020. – Vol. 19, No. 7. – P. 2050024.

