



ИАП РАН

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ НАУКИ  
**ИНСТИТУТ АНАЛИТИЧЕСКОГО ПРИБОРОСТРОЕНИЯ**  
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

ул. Ивана Черных, 31-33, лит А, Санкт-Петербург, 198095, а/я 140,  
тел.: (812) 363-07-19 факс: (812) 363-07-20  
e-mail: iap@ianin.spb.su www.iairas.ru  
ОКПО 04699534 ОГРН 1027810289980  
ИНН 7809003600 КПП 780501001

“УТВЕРЖДАЮ”

Директор Федерального  
государственного бюджетного  
учреждения науки Институт  
аналитического приборостроения  
Российской академии наук (ИАП РАН)

д.т.н. А.А. Евстапов  
«08» октября 2024 г.



08.10.2024 № 10341-346/101

На № \_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_

### ОТЗЫВ

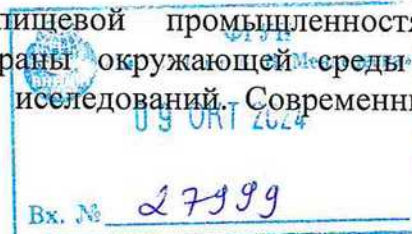
ведущей организации на диссертацию Будко Александры Германовны  
«Метрологическое обеспечение измерений содержания приоритетных ксенобиотиков  
(фталатов) в природных и промышленных объектах», представленной на соискание  
учёной степени кандидата технических наук по специальности

2.2.10. Метрология и метрологическое обеспечение

На основании поступившей диссертации и автореферата диссертации, а также  
доклада, сделанного Будко А Г на заседании семинара Института аналитического  
приборостроения РАН (Протокол №7 от 17.09.2024г.), сделаны следующие  
заключения и выводы.

#### **Актуальность для науки и практики**

Диссертационная работа посвящена обеспечению единства измерений  
содержания фталатов в природных и промышленных объектах путем обеспечения  
прослеживаемости результатов измерений, полученных при использовании рутинных  
методик, к ГЭТ 208. Для этого разработан и внедрен алгоритм аттестации первичных  
эталонных чистых органических веществ фталатов, разработаны новые стандартные  
образцы состава раствора сложных эфиров ортофталевой кислоты (фталатов) в  
метаноле и массовой доли фталатов в поливинилхлориде и разработана референтная  
методика измерений массовой доли шести приоритетных фталатов в объектах на  
основе поливинилхлорида методом газовой хроматографии/масс-спектрометрии с  
изотопным разбавлением. Актуальность избранной диссертантом темы не вызывает  
сомнений. Работа обусловлена нарастающей потребностью в наличии основы для  
измерений содержания фталатов в различных объектах окружающей среды, и в  
полимерной продукции, в частности, разработки нового поколения методик  
измерений для нужд химической, легкой и пищевой промышленности, и  
промышленности строительных материалов, для охраны окружающей среды и  
проведения научных фундаментальных и прикладных исследований. Современный





взгляд на воспроизведение и передачу единиц массовой доли и массовой концентрации фталатов от Государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации органических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе жидкостной и газовой хромато-масс-спектрометрии с изотопным разбавлением и гравиметрии ГЭТ 208-2024, несомненно, вызывает интерес специалистов в данной области науки. Разработанный автором алгоритм определения чистоты веществ позволяет учесть специфику их производства и провести исчерпывающее исследование содержания примесных соединений. Применение разработанного стандартного образца состава раствора фталатов в метаноле позволило автору существенно снизить расширенную неопределённость при разработке референтной методики измерений шести приоритетных фталатов в полимерных материалах на основе поливинилхлорида и последующей разработке стандартного образца массовой доли фталатов в поливинилхлориде. Таким образом, результаты исследований, полученные Будко А.Г., создают существенный потенциал для развития методической базы в области определения содержания фталатов, востребованной в химической, легкой и пищевой промышленности, промышленности строительных материалов, охраны окружающей среды и научных исследованиях.

#### **Оценка структуры и содержания работы**

Диссертация состоит из пяти глав, введения, заключения, списка литературы, включающего 148 источников. Общий объём работы составляет 165 страниц и включает 107 таблиц и 19 рисунков. Представленные материалы в полной мере характеризуют результаты исследования. Порядок изложения материала логичен и последователен, применяемая терминология, в основном, соответствует общепринятой. Объём рассмотренных литературных источников демонстрирует необходимую глубину анализа рассматриваемой научной проблемы. При использовании результатов работ других авторов в тексте диссертации приведены соответствующие ссылки и цитирования. Автореферат диссертации соответствует содержанию исследования, его теоретической и экспериментальной составляющей по основным научным положениям.

#### **Степень обоснованности и достоверности научных результатов**

Обоснованность научных положений и выводов, а также достоверность результатов исследования, подтверждается корректным применением алгоритма оценки чистоты веществ, реализации используемых инструментальных методов и подходов при разработке и определении метрологических характеристик стандартных образцов и референтной методики измерений, а также подтверждением степени эквивалентности Государственного первичного эталона ГЭТ-208 эталонам национальных метрологических институтов других государств в рамках международных ключевых сличений, положительным заключением экспертизы разработанных стандартных образцов и референтной методики измерений, публикациями результатов измерений в ведущих научных рецензируемых изданиях и их апробации на международных научных конференциях.

#### **Новизна основных научных результатов и их значимость для науки и производства**

Основные результаты, полученные автором:

- 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;

- 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 %;

- 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 %;

- обоснована и реализована процедура изготовления стандартных образцов состава массовой доли фталатов и/или аналогичных аналитов в полимерных матрицах, включающая многократно повторяющийся цикл охлаждения-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 %;

- доказана эквивалентность ГЭТ 208 национальным эталонам НМИ других государств посредством участия в международных ключевых сличениях в области определения содержания фталатов в поливинилхлориде.

Научные результаты и выводы, сформулированные в диссертационной работе, внедрены в деятельность ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева».

#### **Рекомендации по использованию результатов и выводов диссертационного исследования**

Полученные результаты и выводы могут быть рекомендованы к внедрению и использованию при испытаниях и метрологической аттестации других типов стандартных образцов, выпускаемых на ГЭТ 208 и при разработке новых методик измерений содержания фталатов в природных и промышленных объектах в таких государственных научных метрологических институтах, как УНИИМ и ФГБУ «ВНИИМС». А также в организациях и лабораториях, имеющих аккредитацию по ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2019, в том числе ООО "Центр экоаналитических услуг «ОПЫТ», Лаборатория инженерно-экологического контроля ООО «Регионлаб», ФГБУ «ЦЛАТИ по СЗФО», «ПРОММАШ ТЕСТ Экология», ГПБУ «Мосэкомониторинг» и другие.

#### **Соответствие содержания диссертации паспорту специальности**

По поставленным целям, задачам и содержанию исследований, а также полученным результатам, диссертационная работа Будко А.Г. соответствует паспорту специальности «2.2.10. Метрология и метрологическое обеспечение» по направлению 5 - Совершенствование системы обеспечения единства измерений и метрологической инфраструктуры страны.

#### **Полнота опубликованных результатов работ**

Материалы диссертационного исследования опубликованы в 8 работах, в т.ч. 5 статей в рекомендованных ВАК ведущих рецензируемых журналах, 2 в сборниках трудов международных и российских конференций.



### **Личное участие автора в получении результатов диссертации**

Автором самостоятельно проведен анализ документов по стандартизации, методик измерений, методических указаний и др. с целью выбора оптимальных методических подходов при определении содержания фталатов в природных и промышленных объектах; разработан алгоритм определения чистоты веществ, пригодных к очистке методом перегонки (возгонки) при атмосферном и/или пониженном давлении, проведена адаптация данного алгоритма для определения чистоты фталатов в результате чего выполнены исследования по аттестации первичных эталонных чистых веществ шести фталатов; проведена разработка и установлены метрологические характеристики стандартного образца состава раствора шести приоритетных фталатов в метаноле, учитывающая неопределенности от инструментальных составляющих газовой хроматографии/масс-спектрометрии при исследовании однородности и стабильности; выполнена экспериментальная часть и обработка результатов измерений международных сличений CCQM-K133/P170 «Аналиты с низкой полярностью в пластике «Эфиры фталевой кислоты в поливинилхлориде (ПВХ)», проводимых под эгидой Консультативного комитета по количеству вещества Международного Бюро Мер и Весов; разработана методическая часть референтной методики измерений шести приоритетных фталатов в объектах из поливинилхлорида, определены вклады в относительную суммарную стандартную неопределенность; разработана технология изготовления стандартного образца состава массовой доли фталатов в поливинилхлориде, проведены исследования по определению его метрологических характеристик. Автором разработаны и исследованы стандартные образцы состава раствора фталатов в метаноле, ГСО 11366-2019, и состава массовой доли фталатов в поливинилхлориде, ГСО 12592-2024, а также 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). Представленные в работе исследования достоверны, выводы и рекомендации обоснованы.

### **Общие замечания и рекомендации**

1. На стр. 8 в разделе «Практическая значимость результатов исследования» отсутствует п.3, но п.5 указан дважды.

2. На стр. 11 в разделе «Структура и объем диссертации» утверждается, что в состав работы входят приложения, однако ни одного раздела «Приложение» в тексте диссертации нет.

3. При количественном определении нелетучих примесей, которые невозможно проанализировать методами ГХ-МС и ВЭЖК-УФ, автор не учла, что ряд неорганических солей, которые достаточно часто присутствуют в различных образцах в качестве примесей, например, бикарбонат аммония, при упаривании в вакууме способны возгоняться или разлагаться с образованием летучих соединений. И этот факт может значительно исказить результаты анализа, если примесь оценивается по общей массе сухого остатка.

4. Возможно, автору следовало масштабные таблицы, включающие результаты экспериментальных определений, вынести в приложение, а в тексте диссертации оставить только основные значимые результаты, так как такое количество таблиц затрудняет общее восприятие текста.

### Заключение

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 достойна присуждения ученой степени кандидата технических наук.

Ведущий научный сотрудник  
Лаборатории биомедицинской масс-спектрометрии  
д.т.н.



Е.П.Подольская

Подпись Е.П.Подольской заверяю

*Гар-к*







МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ НАУКИ  
**ИНСТИТУТ АНАЛИТИЧЕСКОГО ПРИБОРОСТРОЕНИЯ**  
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

ул. Ивана Черных, 31-33, лит. А, Санкт-Петербург, 198095, а/я 140, тел.: (812) 363-07-19, факс: (812) 363-07-20  
ОКПО 04699534, ОГРН 1027810289980, ИНН 7809003600, КПП 780501001, e-mail: iap@ianin.spb.su, www.iairas.ru

08.10.2024 № 10341-345/101

На № \_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_

**Сведения о ведущей организации**

Полное наименование организации в соответствии с уставом	Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт аналитического приборостроения Российской академии наук.
Сокращенное наименование организации в соответствии с уставом	ИАП РАН
Организационно-правовая форма	Статус государственного предприятия
Ведомственная принадлежность	Российская академия наук
Почтовый индекс, адрес организации	198095, Санкт-Петербург, ул. Ивана Черных, 31-33, лит. А.
Веб-сайт	<a href="https://www.iairas.ru/">https://www.iairas.ru/</a>
Телефон	(812) 363-0719
Адрес электронной почты	iap@ianin.spb.su

**Список основных публикаций сотрудников организации по теме диссертации за последние 5 лет**

1.	Podolskaya E.P, Gladchuk A.S., Keltsieva O.A., Dubakova P.S., Silyavka E.S., Lukasheva E., Zhukov V., Lapina N., Makhmadalievа M.R., Gzgzyan A.M., Sukhodolov N.G., Krasnov K.A., Selyutin A.A., Frolov A. Thin film chemical deposition techniques as a tool for fingerprinting of free fatty acids by matrix-assisted laser desorption/ionization time-of-flight mass spectrometry // Analytical Chemistry. 2019. V. 91. № 2. P. 1636-1643
2.	Кузьмин Д. Н., Галль Л. Н., Малеев А. Б., Сапрыгин А. В. Разработка масс-спектрометра мти-350тм – пример создания современного научно-технологического оборудования // Научное приборостроение. 2019. Т. 29. № 1. С. 5-10.
3.	В.В. Манойлов, А.Г. Бородинов, И.В.Заруцкий, А.И. Петров, В.Е. Курочкин. Алгоритмы обработки сигналов флуоресценции массового параллельного секвенирования нуклеиновых кислот // Труды СПИИРАН. 2019. Т. 18 № 4 с 1010-1033.
4.	Протасов А. В., Бубляев Р. А., Миргородская О. А. Количественная масс-спектрометрия в диагностике гриппа и контроле действия лекарственного препарата триазамирин // Научное приборостроение. 2020. Т. 30. № 1. С. 55-61.
5.	В.В. Манойлов, А.Г. Бородинов, А.С. Сараев, А.И. Петров, И.В. Заруцкий, В.Е. Курочкин. Алгоритмы обработки изображений в секвенаторе ДНК "Нанофор СПС" // Журнал технической физики, 2022, том 92, вып. 7 с 985-992



6.	Губина Е. В., Кузьмин А. Г., Титов Ю. А., Чередникова А. А., Гузенко М. М., Зайцева А. Ю. Исследование возможности интеллектуального контроля качества ферментированной молочной продукции с применением газового квадрупольномасс-спектрометра // Научное приборостроение. 2022. Т. 32. № 4. С. 49-57.
7.	Babakov V.N., Gorbunov A.Y., Gladchuk A.S., Kalninya Y.K., Shilovskikh V.V., Tomilin N.V., Sukhodolov N.G., Radilov A.S., Podolskaya E.P. Identification of phosphonylated peptides using a MALDI target functionalized with lanthanum stearate // Extreme Medicine. 2023. V. 1. P. 11-19.
8.	Сибирцев В. С., Кузьмин А. Г., Титов Ю. А., Заневская М. Ю., Зайцева А. Ю. Возможности масс-спектрометрического контроля качества молочной продукции на примере промышленных йогуртов с различными добавками // Научное приборостроение. 2023. Т. 33. № 4. С. 101-110.
9.	А.А. Ганеев, А.Р. Губаль, Д.В. Кравцов, В.А. Чучина, В.О. Сидельников, Е.М. Яковлева, А.А. Строганов. Времяпролетная масс-спектрометрия с импульсным тлеющим разрядом для прямого определения летучих органических соединений в воздухе, азоте и аргоне. Процессы ионизации летучих органических соединений // Аналитика и контроль. – 2023. Т. 27, № 4. С. 208-218.
10.	Л.М. Кузнецов, А.Ю. Шмыков, А.А. Янковская. Природопользование и экологическая безопасность // Москва: Общество с ограниченной ответственностью "Издательство "КноРус", 2023. 276 с.
11.	Y.K. Kalnina, M.A. Viskov, A.S. Gladchuk, A.A. Afanasyeva, O.A. Keltsieva, M.A. Slyusarenko, A.S. Frolov, K.A. Krasnov, N.G. Sukhodolov, V.I. Reinyuk, E.P. Podolskaya. MALDI target functionalization with deposited thin films of lanthanum stearate – An efficient tool for in situ enrichment of human globin adducts of chlorinated organic compounds // Microchemical Journal, Volume 205, 2024, P. 111300
12.	М.А. Кузнецов, Т.А. Корнилова, Е.П. Подольская, А.С. Гладчук, А.К. Буряк, И.В. Миненкова, А.С. Панькова, В.Г. Макаров, А.Л. Загорский, И.Г. Зенкевич. Масс-спектрометрическая характеристика олигомерных продуктов окисления гидрохинона пероксидом водорода как аналитическая задача особой сложности // Масс-спектрометрия. 2024. Т. 21, № 1. С. 35-47.
13.	A.G. Kuzmin, Yu.A. Titov, G.V. Mitina. Mass Spectrometric Gas Release Composition Studies of Living Organisms // Technical Physics. 2024. Vol. 69, No. 4. P. 922-925.
14.	В.С. Сибирцев, А.Г. Кузьмин, Ю.А. Титов, А.Ю. Зайцева, В. В. Шерстнёв. Газовый масс-спектрометрический анализ промышленных йогуртов // Техника и технология пищевых производств. 2024. Т. 54, № 2. С. 285-297.
15.	В.В. Манойлов, А.Г. Бородинов, И.В. Заруцкий, А.И. Петров, А.С. Сараев, В.Е. Курочкин. Алгоритмы первичного анализа локальных объектов флуоресценции в секвенаторе ДНК «Нанофор СПС» // Информатика и автоматизация. 2024. Т. 23 № 4. С 572 – 599

Директор  
д.т.н



А.А.Евстрапов