

## Выписка

из протокола № 2 от «29» марта 2024 года  
секции Учёного Совета ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»  
по физико-химическим измерениям

Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. МЕНДЕЛЕЕВА» (ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»).

### ПРИСУТСТВОВАЛИ

**члены секции Учёного совета по физико-химическим измерениям:** Конопелько Л.А., д.т.н., профессор, Кустиков Ю.А., к.т.н., Иванникова Н.В., к.т.н., Крылов А.И., д.х.н., Колобова А.В., к.т.н., Чубченко Я.К., к.т.н., Михеева А.Ю., к.х.н., Осипова Л.В., к.т.н., Вонский М.С., к.б.н., Беднова М.В.

**Приглашённые:** Окрепилов М.В., Лопушанская Е.М., Сясько В.А., Пинчук О.А.

Диссертация «Метрологическое обеспечение измерений содержания приоритетных ксенобиотиков (фталатов) в товарах народного потребления» выполнена в научно-исследовательском отделе Госэталонов в области органического и неорганического анализа (НИО 243) ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии (РОССТАНДАРТ).

В период подготовки диссертации соискатель, Будко Александра Германовна, во ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» работала в должности научного сотрудника отдела государственных эталонов в области органического и неорганического анализа (НИО 243).

В 2005 году окончила Санкт-Петербургский государственный университет по специальности «Химия».

Окончила аспирантуру ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» в 2016 году по направлению 05.11.15 – Метрология и метрологическое обеспечение.

Будко А. Г. сданы кандидатские экзамены по следующим дисциплинам:

- История и философия науки, оценка – «отлично»;
- Иностранный язык (английский), оценка – «отлично»;
- Метрология и метрологическое обеспечение, оценка - «отлично».

**СЛУШАЛИ:** доклад соискателя Будко Александры Германовны по теме диссертации «Метрологическое обеспечение измерений содержания приоритетных ксенобиотиков (фталатов) в товарах народного потребления», представленной на соискание учёной степени кандидата технических наук по научной специальности 2.2.10 «Метрология и метрологическое обеспечение».

Научный руководитель: Крылов Анатолий Иванович, доктор химических наук, руководитель отдела государственных эталонов в области органического и неорганического анализа, ученый-хранитель ГЭТ 208

### ВОПРОСЫ ЗАДАЛИ:

1. Чубченко Ян Константинович просил уточнить вклады в бюджет неопределённости. Почему вклады от неоднородности и стабильности имеют большие значения. Будко А.Г. ответила на этот вопрос.
2. Колобова А.В. обратила внимание на используемые термины и просила уточнить термин «Методические рекомендации». Будко А.Г. дала исчерпывающий ответ на этот вопрос.

3 Иванникова Н.В. просила пояснить различие в характеристиках неопределённости методики определения фталатов, использованной при разработке стандартного образца и установлении метрологических характеристик стандартного образца. Ответ Будко А.Г. не в полном объёме удовлетворил Иванникову Н.В. Развернулась дискуссия, в рамках которой соискатель и научный руководитель изложили свою позицию по данному вопросу, сославшись на ряд нормативных документов.

Вопросы задавали также Осипова Л.В. и Кустиков Ю.А. Конопелько Л.А.

### **ВЫСТУПИЛИ:**

В выступлении Конопелько Л.А. отметил актуальность и практическую значимость работы и рекомендовал более точно представить бюджет неопределённости для стандартного образца, чтобы в дальнейшем не возникали вопросы.

### **Заключение**

#### *Личное участие соискателя учёной степени в получении результатов, изложенных в диссертации*

Автором выполнен комплексный анализ состояния метрологического обеспечения методов анализа фталатов, включающий в себя:

– анализ метрологического обеспечения и нормативной документации на применяемые средства, методики и способы измерений содержания фталатов в химической промышленности, экологических и других исследованиях;

– анализ средств, методик и способов измерений содержания фталатов.

Автором предложен, обоснован и экспериментально подтвержден алгоритм определения содержания примесей в чистых органических веществах, пригодных к очистке методом перегонки (возгонки) при атмосферном и/или пониженном давлении.

Автором проведена характеристика чистых органических веществ – фталатов в качестве первичных эталонных чистых веществ.

Автором разработаны методические рекомендации по измерению массовой доли примесей летучих органических соединений и родственных соединений в чистых органических веществах, пригодных к очистке методом перегонки (возгонки) при атмосферном и/или пониженном давлении - Хд 1.456.497 МР 9-2019.

Автором разработаны методические рекомендации по измерению массовой доли примесей нелетучих соединений в чистых органических веществах, пригодных к очистке методом перегонки (возгонки) при атмосферном и/или пониженном давлении - Хд 1.456.497 МР12-2019.

Автором разработаны и исследованы стандартные образцы состава раствора шести приоритетных фталатов в метаноле – ГСО 11366-2019 – и состава массовой доли фталатов в полимерной матрице на основе поливинилхлорида – ГСО на стадии утверждения, а также референтная методика измерений шести приоритетных фталатов в полимерных матрицах на основе поливинилхлорида методом газовой хроматографии / масс-спектрометрии с изотопным разбавлением - ФР.Р1.31.2019.00004.

#### *Степень достоверности результатов, проведённых соискателем учёной степени исследований*

В диссертационной работе обоснована необходимость и предложен способ метрологического обеспечения измерений содержания фталатов в полимерных матрицах на основе поливинилхлорида, описан алгоритм определения содержания примесей в чистых органических веществах, пригодных к очистке методом перегонки (возгонки) при атмосферном и/или пониженном давлении, позволяющий разработать методические рекомендации по измерению массовой доли примесей летучих органических соединений и родственных соединений и по

измерению массовой доли примесей нелетучих соединений в чистых органических веществах, пригодных к очистке методом перегонки (возгонки) при атмосферном и/или пониженном давлении (Хд 1.456.497 МР 9-2019 и Хд 1.456.497 МР12-2019), вошедшие в комплект документов при совершенствовании ГЭТ 208. В работе приведены результаты испытаний разработанных стандартных образцов состава шести приоритетных фталатов в метаноле (ГСО 11366-2019) и состава массовой доли фталатов в полимерной матрице на основе поливинилхлорида (ГСО на стадии утверждения).

Разработанная автором процедура выполнения измерений содержания фталатов в полимерной матрице на основе поливинилхлорида легла в основу референтной методики измерений массовой доли шести приоритетных фталатов (диметилфталата, диэтилфталата, ди(н-бутил)фталата, бензилбутилфталата, ди(2-этилгексил)фталата и ди(н-октил)фталата) в объектах на основе поливинилхлорида методом газовой хроматографии / масс-спектрометрии с изотопным разбавлением (ФР.Р1.31.2019.00004). Эквивалентность разработанной референтной методики измерений, аналогичным методикам измерений других государств была продемонстрировано на примере успешного участия ВНИИМ в международных ключевых сличениях ССQM-K133/P170 «Phthalate esters in Polyvinyl Chloride (PVC)» («Эфиры фталевой кислоты в поливинилхлориде (ПВХ)»), которые были организованы с целью демонстрации измерительных и калибровочных возможностей национальных метрологических институтов в данной области измерений.

Кроме того, основные положения диссертационной работы и её отдельные результаты были представлены, обсуждены и одобрены на 2 международных и всероссийских конференциях.

#### ***Новизна и практическая значимость результатов, проведённых соискателем учёной степени исследований***

1. предложен и обоснован унифицированный подход к определению чистоты органических веществ, пригодных к очистке методом дистилляции (возгонки) при атмосферном и/или пониженном давлении на основе принципов массового баланса, на примере фталатов, посредством учета качественного и количественного состава примесных соединений;

2. установлены основные метрологические характеристики процедуры приготовления, достигаемой однородности и стабильности раствора шести приоритетных фталатов в метаноле, что позволяет получить относительную расширенную неопределенность разработанного СО не более 2 %, сопоставимую с относительной расширенной неопределенностью стандартных образцов, выпускаемых Национальными метрологическими институтами других государств;

3. оптимизированы методические подходы к определению содержания фталатов в полимерной матрице на основе поливинилхлорида: обоснованы и подобраны условия и растворители для подготовки проб, метод анализа и др., позволяющие уменьшить относительную расширенную неопределенность в 2...4 раза, по сравнению с рутинными методиками (методами) измерений;

4. исследован состав типовых образцов промышленной продукции из полимерных материалов и разработана технология изготовления стандартного образца состава массовой доли фталатов в поливинилхлориде, что позволило создать образец с относительной расширенной неопределенностью 10 %, сопоставимой с относительной расширенной неопределенностью стандартных образцов Национальных метрологических институтов других государств.

***Практическая значимость*** диссертационной работы заключается в следующем:

1. Разработаны:

а) методические рекомендации по измерению массовой доли примесей летучих органических соединений и родственных соединений в чистых органических веществах, пригодных к очистке методом перегонки (возгонки) при атмосферном и/или пониженном давлении (Хд 1.456.497 МР 9-2019);

б) методические рекомендации по измерению примесей нелетучих соединений в чистых органических веществах, пригодных к очистке методом перегонки (возгонки) при атмосферном и/или пониженном давлении (Хд 1.456.497 МР12-2019);

2. Разработанные методические рекомендации являются методической базой при воспроизведении единицы массовой доли основного компонента веществ, пригодных к очистке методом перегонки (возгонки) при атмосферном и/или пониженном давлении с целью перевода их в статус стандартных образцов утвержденного типа (ГСО);

3. Разработан и аттестован стандартный образец состава раствора шести приоритетных фталатов в метаноле, с установленной прослеживаемостью к ГЭТ 208 (ГСО 11366-2019);

4. Разработана и аттестована референтная методика измерений массовой доли шести приоритетных фталатов (диметилфталата, диэтилфталата, ди(н-бутил)фталата, бензилбутилфталата, ди(2-этилгексил)фталата и ди(н-октил)фталата) в объектах на основе поливинилхлорида методом газовой хроматографии / масс-спектрометрии с изотопным разбавлением (ФР.Р1.31.2019.00004);

5. Разработан стандартный образец состава массовой доли фталатов (ди(н-бутил)фталата и ди(2-этилгексил)фталата) в полимерных матрицах на основе поливинилхлорида.

### ***Ценность научных работ соискателя учёной степени***

Решение поставленных в работе задач позволяет разработать систему метрологического обеспечения измерений содержания фталатов в веществах и материалах и удовлетворить перспективные требования науки и промышленности в метрологическом обеспечении средств измерений состава веществ и материалов.

### ***Научная специальность, которой соответствует диссертация***

Диссертация полностью соответствует специальности 2.2.10 «Метрология и метрологическое обеспечение».

### ***Полнота изложения материалов диссертации в работах, опубликованных соискателей учёной степени***

Содержание диссертации достаточно полно представлено в опубликованных автором работах. По результатам диссертационных исследований опубликовано 8 научных работ, в том числе, 5 в рецензируемых научных изданиях, 2 в сборниках тезисов докладов, утвержден 1 нормативный документ (ФР.Р1.31.2019.00004). Автореферат в полной мере соответствует основному содержанию работы.

### ***Публикации в изданиях, включённых в перечень научных журналов ВАК***

1. Будко А.Г. Метрологическое обеспечение измерений содержания фталатов: стандартный образец состава раствора шести приоритетных фталатов в метаноле. / Крылов А.И., Михеева А.Ю., Ткаченко И.Ю. // Эталоны. Стандартные образцы, 2021. Т. 17. № 3. С. 5–19.

2. Будко А. Г. Алгоритм определения чистоты органических веществ, пригодных к выделению или очистке методом перегонки. / Михеева А. Ю., Крылов А. И. // Эталоны. Стандартные образцы, 2022. Т. 18, № 2. С. 4–18.

3. Будко А.Г. Алгоритм определения чистоты чистых органических веществ фталатов косвенным методом массового баланса. / Михеева А.Ю., Крылов А.И. // Эталоны. Стандартные образцы, 2022. – Т. 18, № 3. – С. 41–55.

4. Будко А. Г. Референтная методика измерений содержания фталатов в полимерных матрицах: аналитические и метрологические подходы. / Крылов А. И., Михеева А. Ю., Ткаченко И. Ю., Нежиховский Г. Р. // Измерительная техника, 2022. – № 10. – С. 64–72.

5. Будко А. Г. Стандартный образец состава фталатов в полимерной матрице на основе поливинилхлорида // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 5. С. 83–94. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2023-19-5-83-94>

#### **Публикации в остальных изданиях**

1. Будко А.Г. Метрологическое обеспечение измерений содержания фталатов. Стандартный образец состава раствора шести приоритетных фталатов в метаноле. / Михеева А.Ю., Ткаченко И.Ю., Крылов А.И. // Тезисы докладов IV Международной научной конференции «Стандартные образцы в измерениях и технологиях», СПб, 2020. – С. 26-27.

2. Будко А.Г. Референтные методики измерений как инструмент повышения качества химического анализа / Михеева А.Ю., Ткаченко И.Ю., Беляков М.В., Смирнов В.В., Крылов А.И. // Тезисы докладов IV Съезд аналитиков России, М.: ГЕОХИ РАН, 2022. – С. 90.

#### **Разработанные нормативные документы**

3. 8. ФР.Р1.31.2019.00004 «Референтная методика измерений массовой доли шести приоритетных фталатов (диметилфталата, диэтилфталата, ди(н-бутил)фталата, бензилбутилфталата, ди(2-этилгексил)фталата и ди(н-октил)фталата) в объектах на основе поливинилхлорида методом газовой хроматографии / масс-спектрометрии с изотопным разбавлением».

Диссертация «Метрологическое обеспечение измерений содержания приоритетных ксенобиотиков (фталатов) в продуктах народного потребления» Будко Александры Германовны рекомендуется к защите на Совете по защите диссертаций на соискание учёной степени кандидата наук, на соискание учёной степени доктора наук 32.1.001.01 на базе ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Заключение принято на заседании секции Учёного Совета «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» по физико-химическим измерениям от «29» марта 2024 года.

Присутствовало на заседании 14 человек, из них с правом решающего голоса – 10 человек. Результаты голосования: «за» – 10 человек, «против» – 0 человек, «воздержавшихся» - 0 человек, протокол № 2 от «29» марта 2024 года.

Зам. председателя секции Учёного Совета  
по физико-химическим измерениям

Кустиков Ю.А.

И.о. секретаря, к.т.н., доцент

Пинчук О.А.

