

УТВЕРЖДАЮ

Проректор по науке Уральского
федерального университета имени
первого

Президента России Б.Н. Ельцина
Кружаев Владимир Венедиктович

«»  2015 г.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Федерального государственного автономного образовательного учреждения
высшего профессионального образования «Уральский федеральный
университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»,
Министерство образования и науки Российской Федерации

Диссертация «Разработка государственного вторичного эталона и
стандартных образцов для повышения достоверности контроля азота в пищевых
продуктах и активного хлора в питьевой воде» выполнена в Федеральном
государственном унитарном предприятии «Уральский научно-
исследовательский институт метрологии» и на кафедре аналитической химии
Института естественных наук ФГАОУ ВПО «УрФУ имени первого Президента
России Б.Н. Ельцина».

В период подготовки диссертации соискатель Крашенинина Мария
Павловна работала в ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт
метрологии» в должностях младшего научного сотрудника с 2010 по 2013 гг.,
научного сотрудника с 2013 г. по настоящее время; проходила обучение
в заочной аспирантуре ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет

имени первого Президента России Б.Н. Ельцина» с 10.2011 г. по настоящее время.

В 2010 г. окончила ГОУ ВПО «Уральский государственный университет им. А.М. Горького» по направлению «Химия».

Удостоверение о сдаче кандидатских экзаменов по английскому языку и по истории и философии науки выдано в 2015 г. ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина». Удостоверение о сдаче кандидатского экзамена по специальности 05.11.15 «Метрология и метрологическое обеспечение» выдано в 2015 г. Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева», г. Санкт-Петербург.

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

Выписка из протокола № 72

объединенного научного семинара кафедр департамента «Химический факультет» Института естественных наук Уральского федерального университета от 30.06.2015 г.

ПРИСУТСТВОВАЛИ:

Зав. кафедрой аналитической химии Неудачина Л.К., канд. хим. наук, доцент;
Зуев А.Ю., д-р хим. наук, доцент, профессор кафедры физической химии;
Анимица И.Е., д-р хим. наук, ст. науч. сотр., профессор кафедры неорганической химии;
Суворова А.И., д-р хим. наук, ст. науч. сотр., профессор кафедры химии высокомолекулярных соединений;
Буянова Е.С., канд. хим. наук, доцент, доцент кафедры аналитической химии;
Подкорытов А.Л., канд. хим. наук, доцент, доцент кафедры аналитической химии;
Штин С.А., канд.

хим. наук, доцент, доцент кафедры аналитической химии; Кочетова Н.А., канд. хим. наук, доцент, доцент кафедры неорганической химии; Петрова Ю.С., канд. хим. наук, ассистент-исследователь кафедры аналитической химии; Лебедева Е.Л., канд. хим. наук, инженер кафедры аналитической химии; Балдина Л.И., канд. хим. наук, доцент, доцент кафедры неорганической химии; Лакиза Н.В., канд. хим. наук, доцент, доцент кафедры аналитической химии; Емельянова Ю.В., канд. хим. наук, доцент, доцент кафедры аналитической химии; Великанова Т.В., канд. хим. наук, ст. науч. сотр., доцент кафедры аналитической химии; Волкова Н.Е., канд. хим. наук, ассистент-исследователь кафедры физической химии; Голуб А.Я., ассистент кафедры аналитической химии; Осинцева Е.В., канд. хим. наук, доцент кафедры аналитической химии; аспиранты: Тиссен О.И., Холмогорова А.С., Кремлева О.Н.

Приглашены: Собина А.В., вед. инж. ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»; Собина Е.П., канд. хим. наук, зав. лабораторией метрологического обеспечения nanoиндустрии, спектральных методов анализа и стандартных образцов ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии».

Вопросы:

1. Д-р хим. наук, профессор Суворова А.И.: Сформулируйте, в связи с чем была выбрана тема исследования? Чем обусловлен выбор объектов исследования? Где были опубликованы результаты работы? Где была проведена апробация? Что нового было получено?

2. Канд. хим. наук, доцент Великанова Т.В.: Какова устойчивость стандартных образцов? Как хранится стандартный образец массовой концентрации активного хлора в воде? Учитывались ли побочные реакции в йодометрии?

3. Канд. хим. наук, доцент Подкорытов А.Л.: Поясните запись на слайде 17? Почему аммиак поглощается борной кислотой? Что означает число

степеней свободы "бесконечность"? Почему неопределенность от объема холостой пробы равна нулю? Что вносит наибольший вклад в неопределенность? Что означает неопределенность типа А, неопределенность типа В? Какой из созданных стандартных образцов наиболее надежный?

4. Д-р хим. наук, ст. науч. сотр. Анимица И.Е.: С чем связан разброс в значениях относительного среднеквадратического отклонения результатов измерений массовой доли азота на 18 слайде, рис. 10? Значимы ли эти расхождения?

5. Д-р хим. наук, профессор Суворова А.И.: С какой точностью ранее проводили измерения массовой доли азота в пищевых продуктах? Как Ваши исследования повлияли на точность измерений?

6. Д-р физ.-мат. наук, доцент Зуев А.Ю.: Входят ли журналы, в которых опубликованы Ваши работы, в список ВАК?

7. Д-р хим. наук, профессор Суворова А.И.: Какова точность измерений метода Кьельдаля? Занимаются ли современные испытательные лаборатории таким видом измерений?

8. Канд. хим. наук, доцент Великанова Т.В.: Как влияет значение рН на аттестованное значение стандартного образца массовой концентрации активного хлора?

9. Д-р хим. наук, профессор Суворова А.И.: В чем заключается смысл изохронного эксперимента?

С положительной оценкой диссертационной работы выступили рецензенты канд. хим. наук, доцент Анатолий Леонидович Подкорытов и д-р физ.-мат. наук, профессор Андрей Юрьевич Зуев. В последующей дискуссии с положительным отзывом выступила д-р хим. наук, профессор Анна Исаковна Суворова.

По результатам рассмотрения диссертации «Разработка государственного вторичного эталона и стандартных образцов для повышения достоверности

контроля азота в пищевых продуктах и активного хлора в питьевой воде» принято следующее **заключение:**

Работа выполнена на высоком научном уровне с привлечением современных методов исследования. Разработан Государственный вторичный эталон единиц массовой доли, массовой (молярной) концентрации компонентов в твердых и жидких веществах и материалах на основе объемного титриметрического метода анализа. Выявлены и оценены источники неопределенности, характерные для титриметрического метода анализа. Разработаны стандартные образцы состава молока сухого, зерна и продуктов его переработки с аттестованными значениями массовой доли азота (белка), стандартный образец состава глицина с аттестованными значениями массовой доли азота и массовой доли основного вещества, а также стандартный образец массовой концентрации активного хлора в воде. Диссертация Крашенининой Марии Павловны является самостоятельной завершенной научно-квалификационной работой, содержащей оригинальные результаты.

Личный вклад Крашенининой Марии Павловны заключается в анализе научной литературы по тематике диссертационной работы, планировании и выполнении исследований в ходе разработки государственного вторичного эталона ГВЭТ 176-1-2010; исследовании источников неопределенности, характерных для объемного титриметрического метода анализа, выявлении основных источников неопределенности и проведении их оценки. В полном объеме выполнены работы по созданию четырех новых типов стандартных образцов (ГСО 9563-2010, ГСО 9734-2010, ГСО 10138-2012, ГСО 10272-2013)

Достоверность результатов

Достоверность результатов по установлению метрологических характеристик эталона и адекватность использованных алгоритмов по оценке неопределенности измерений подтверждается путем участия в международных пилотных сличениях под эгидой КОOMET по определению массовой доли азота в молоке сухом цельном. Проведенные исследования позволили автору

зарегистрировать тему по проведению ключевых сличений по эгидой Консультативного комитета по количеству вещества Международного бюро мер и весов в области измерений массовой доли азота в глицине и молоке сухом цельном.

Новизна и практическая значимость полученных результатов заключается в следующем:

1. Разработан 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 (далее ГВЭТ 176-1-2010), который по своим метрологическим характеристикам соответствует полю вторичных эталонов по ГОСТ Р 8.735.1–2014 «ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах. Передача размера единиц от государственного первичного эталона на основе кулонометрии».

2. Разработанные новые типы стандартных образцов утвержденных типов применяются для поверки, калибровки, испытаний и аттестации методик измерений массовой доли азота (белка) и массовой концентрации активного хлора в воде.

3. Разработанный стандартный образец массовой концентрации активного хлора применяется для метрологического обеспечения средств измерений, работающих на основе методов фотометрии, спектрофотометрии, спектрофлуориметрии и титриметрии.

4. Созданный государственный вторичный эталон в совокупности с разработанными стандартными образцами участвует в обеспечении прослеживаемости измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах к единицам системы СИ, что отвечает международным требованиям к сертификатам калибровки и измерений, выдаваемым

национальными метрологическими институтами, для их признания другими странами.

5. Подтверждены измерительные возможности разработанного государственного вторичного эталона путем участия в международных пилотных сличениях под эгидой КОOMET по определению массовой доли азота в молоке сухом цельном.

Ценность научных работ соискателя заключается в том, что тщательное исследование источников неопределенности, характерных для титриметрического метода анализа, позволило предложить пути повышения точности и создать Государственный вторичный эталон ГВЭТ 176-1-2010. Созданный ГВЭТ 176-1-2010 в совокупности с разработанными стандартными образцами позволили повысить достоверность контроля содержания азота (белка) в пищевых продуктах и активного хлора в питьевой воде, а также позволили получать результаты измерений, прослеживаемые к единицам СИ, что отвечает международным требованиям к сертификатам калибровки и измерений, выдаваемых национальными метрологическими институтами, для их признания другими странами.

Диссертация полностью соответствует специальности 05.11.15 – метрология и метрологическое обеспечение, согласно Паспорту специальности относится к следующим областям исследования: создание новых научных, технических и нормативно-методических решений, обеспечивающих повышение качества продукции; совершенствование научно-методических, технико-экономических и других основ метрологического обеспечения для повышения эффективного управления народным хозяйством; проведение фундаментальных научных исследований по изысканию и использованию новых физических эффектов с целью создания новых и совершенствования существующих методов и средств измерений высшей точности; совершенствование системы обеспечения единства измерений в стране;

разработка и внедрение новых государственных эталонов единиц физических величин, позволяющих существенно повысить единство и точность измерений.

Материалы диссертации полно представлены в работах, опубликованных соискателем.

Статьи, опубликованные в рецензируемых научных журналах и изданиях, определенных ВАК:

1. **Крашенинина, М.П.** Медведевских М.Ю., Неудачина Л.К., Собина Е.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. – Т. 78, №12. – С. 68–72.

2. **Крашенинина, М.П.** Создание стандартного образца массовой концентрации активного хлора в воде (АХССОУНИИМ) / М.П. Крашенинина, О.С. Голынец, Л.К. Неудачина, Е.П. Собина // Стандартные образцы. – 2013. – №2. – С. 5–14.

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.

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.

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.

Другие публикации

6. **Крашенинина, М.П.** Разработка стандартных образцов состава молока сухого с аттестованным значением массовой доли азота / М.П. Крашенинина, М.Ю. Медведевских, Е.П. Собина // Сборник тезисов докладов III Всероссийской научно-технической конференции с международным участием «Стандартные образцы в измерениях и технологиях». Пермь, 2011. – С. 98–100.

7. **Крашенинина, М.П.** Разработка эталона на основе титриметрического метода анализа и выпускаемые СО / М.П. Крашенинина, М.Ю. Медведевских, Л.К. Неудачина, Е.П. Собина // Сборник тезисов докладов 4 всероссийской конференции «Аналитические приборы – 2012». Санкт-Петербург, 2012. – С. 140–141.

8. **Крашенинина, М.П.** Разработка стандартного образца состава воды питьевой, содержащей активный хлор / М.П. Крашенинина, М.Ю. Медведевских, Л.К. Неудачина, Е.П. Собина // Сборник тезисов докладов Международной научно-практической конференции «Измерения: состояние, перспективы развития. Челябинск, 2012. – С. 131.

9. **Крашенинина, М.П.** Разработка государственного вторичного эталона единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в твердых и жидких веществах и материалах на основе объемного титриметрического метода анализа / М.П. Крашенинина, М.Ю. Медведевских, Е.П. Собина // Сборник тезисов докладов Научно-практической конференции «Измерения. Качество. Безопасность. Екатеринбург, 2012. – С. 54–55.

10. **Krasheninina, M.P.** Creation of certified reference material of active chlorine mass concentration in water / M.P. Krasheninina // Сборник научных трудов 5-ого международного конкурса «Лучший молодой метролог КОOMET-2013». Брауншвейг, Германия, 2013. – С. 86–90.

11. **Крашенинина, М.П.** Роль стандартных образцов при проведении сличений / М.П. Крашенинина, М.Ю. Медведевских, Л.К. Неудачина, Е.П. Собина // Сборник тезисов докладов Первой международной конференции «Стандартные образцы в измерениях и технологиях». Екатеринбург, 2013. – С. 141–143.

12. **Крашенинина, М.П.** Совершенствование титриметрического метода с целью создания средств воспроизведения, хранения и передачи единиц содержания компонентов в твердых и жидких веществах и материалах / **М.П. Крашенинина** // Сборник тезисов докладов Первой конференции молодых специалистов национальных метрологических институтов. Москва, 2015. – С. 30–37.

13. **Крашенинина, М.П.** Разработка стандартного образца состава глицина / **М.П. Крашенинина, Л.К. Неудачина, А.С. Сергеева** // Разработка стандартного образца состава глицина // Сборник тезисов докладов IV международной конференции «Техническая химия. От теории к практике», посвященной 80-летию со дня рождения чл. корр. РАН Ю.С. Клочкина. Пермь, 2014. – С. 125.

Диссертация «Разработка государственного вторичного эталона и стандартных образцов для повышения достоверности контроля азота в пищевых продуктах и активного хлора в питьевой воде» Крашенининой Марии Павловны рекомендуется к защите на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.11.15 – Метрология и метрологическое обеспечение.

В голосовании приняли участие 16 человек. Результаты голосования: за – 16 чел., против – нет, воздержалось – нет.

Председатель научного семинара
Зуев Андрей Юрьевич, д-р хим. наук, доцент,
профессор кафедры физической химии
департамента «Химический факультет»
ИЕН УрФУ

