

## ОТЗЫВ НАУЧНОГО РУКОВОДИТЕЛЯ

на диссертацию Будко Александры Германовны, выполненную на тему  
«Метрологическое обеспечение измерений содержания приоритетных  
ксенобиотиков (фталатов) в природных и промышленных объектах»

В диссертационной работе Будко Александры Германовны представлены результаты разработки и исследования методов и средств измерений, обеспечивающих прослеживаемость результатов измерений рутинных методик к Государственному первичному эталону ГЭТ 208.

В диссертации решена задача, имеющая целью обеспечение единства измерений содержания фталатов в природных и промышленных объектах путем обеспечения прослеживаемости результатов измерений, полученных при использовании рутинных методик, к Государственному первичному эталону 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.

В рамках решения поставленной задачи Будко А.Г. проведен комплексный анализ состояния измерений содержания фталатов, включающий в себя:

- анализ применяемых методик измерений содержания фталатов в природных и промышленных объектах, а также применяющихся в них инструментальных методов;
- анализ применяемых стандартных образцов отечественного и зарубежного производства, обеспеченных метрологической прослеживаемостью.

Научная новизна диссертационной работы Будко А.Г. заключается в том, что в ней:

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, с учетом специфики их синтеза, позволяющий провести исчерпывающее 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 (диметилфталата, диэтилфталата, ди(н-бутил)фталата, бензилбутилфталата, ди(2-этилгексил)фталата и ди(н-октил)фталата) 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 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 %, что соответствует характеристикам стандартных образцов, выпускаемых Национальными метрологическими институтами других государств.

Достоверность научных результатов, полученных Будко А.Г, в диссертационной работе, подтверждается адекватностью примененного алгоритма оценки чистоты веществ, корректной 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, а также обсуждением основных полученных результатов исследований на научно-практических конференциях, публикациями результатов исследований в рецензируемых научных журналах.



По материалам диссертации опубликовано 8 научных работ, в том числе, 5 статей в рекомендованных ВАК рецензируемых научных изданиях, 1 из которых без участия соавторов.

Применение на практике результатов исследования позволяет усовершенствовать и развить систему метрологического обеспечения измерений содержания фталатов в природных и промышленных объектах и удовлетворить перспективные требования науки и промышленности в метрологическом обеспечении методов и средств измерений состава веществ и материалов.


При подготовке диссертационной работы Будко А.Г. проявила себя как сформировавшийся самостоятельный научный работник, способный к планированию научной деятельности, разработке и оптимизации методических подходов для выполнения поставленных задач и обработке результатов экспериментов, а также обладающей значительным практическим опытом в области метрологического обеспечения физико-химических методов анализа. Будко А.Г. обладает такими важными качествами, присущими научному работнику, как аналитический склад ума, трудолюбие, ответственность, целеустремлённость, способность чётко и ясно формулировать цели и задачи исследования, а также планировать и организовывать экспериментальные работы.

Согласно достигнутой цели, решённым актуальным задачам и результатам проведённых исследований диссертационная работа Будко А.Г. соответствует профилю научной специальности 2.2.10 – «Метрология и метрологическое обеспечение».

Считаю, что диссертационная работа Будко А.Г. на тему «Метрологическое обеспечение измерений содержания приоритетных ксенобиотиков (фталатов) в природных и промышленных объектах» является выполненным самостоятельно и законченным научным исследованием, содержащим решение научно-технической задачи обеспечения единства измерений содержания фталатов в Российской Федерации.

На основании вышеизложенного считаю, что Будко А.Г. в полной мере заслуживает присуждения ей учёной степени кандидата технических наук по специальности 2.2.10 - «Метрология и метрологическое обеспечение».

Научный руководитель,  
доктор химических наук,  
руководитель отдела 243 НИО  
государственных эталонов в области  
органического и неорганического анализа

  
Своей работой Будко А.Г. заслуживает присуждения ей учёной степени кандидата технических наук по специальности 2.2.10 - «Метрология и метрологическое обеспечение».



Крылов А.И.

### Сведения о научном руководителе

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	Крылов
Имя	Анатолий
Отчество	Иванович
Дата рождения	12 сентября 1953 г.
Гражданство	Российское
Ученая степень	доктор химических наук
Ученое звание	
Шифр и наименование специальности по которой защищена диссертация (для доктора наук – на соискание учёной степени доктора наук)	02.00.02 «Аналитическая химия»
Полное наименование организации, которая является основным местом работы	Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»
Организационно-правовая форма	Федеральное государственное унитарное предприятие
Ведомственная принадлежность	Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)
Должность	Руководитель отдела
Структурное подразделение	243 НИО государственных эталонов в области органического и неорганического анализа
Адрес организации (с указанием индекса)	190005, Россия, Санкт-Петербург Московский пр., 19
Телефон рабочий	8(812)323-96-48
Телефон мобильный (при наличии)	+7-921-904-41-13
E-mail:	<a href="mailto:a.i.krylov@vniim.ru">a.i.krylov@vniim.ru</a>

### СПИСОК

основных публикаций в рецензируемых научных изданиях по теме диссертации за последние 5 лет

1. Ткаченко И.Ю. Комплекс стандартных образцов для поверки и калибровки универсальных хроматографических приборов / Ткаченко И.Ю., Крылов А.И. и др. // Эталоны. Стандартные образцы. 2024. – Т.20. - №1. – С. 31-46.
2. Михеева, А. Ю. Международные сличения в области органического анализа. Основные итоги и перспективы развития / А. Ю. Михеева, А. И. Крылов // Альманах современной метрологии. – 2023. – № 1(33). – С. 59-66.



3. Крылов А. И. Референтная методика измерений содержания фталатов в полимерных матрицах: аналитические и метрологические подходы / Крылов А. И., Будко А. Г. и др. // Измерительная техника. – 2022. – № 10. – С. 64–72.
4. Михеева А.Ю. Прослеживаемость в органическом анализе. Часть 2. Государственный первичный эталон в области органического анализа ГЭТ 208: границы компетенции и сферы применения / Михеева А.Ю., Ткаченко И.Ю., Крылов А.И. // Эталоны. Стандартные образцы. – 2023. – Т. 19. №5. – С.7-33.
5. Михеева, А. Ю. Эквивалентность измерений в области органического анализа - основа признания результатов измерений на международном уровне / А. Ю. Михеева, А. И. Крылов // Здоровье - основа человеческого потенциала: проблемы и пути их решения. – 2022. – Т. 17, № 3. – С. 1138-1147.

Руководитель отдела 243 НИО  
государственных эталонов в области  
органического и неорганического анализа,  
доктор химических наук



Крылов А.И.

