УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

_____ А.Н. Пронин
«22» августа 2025 г.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»

Диссертация «Комплекс референтных методов определения воды в веществах и материалах»

В период подготовки диссертации соискатель Медведевских Мария Юрьевна работала в Уральском научно исследовательском институте метрологии – филиале Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева») (до 21.01.2020 г. ФГУП «УНИИМ») в должности заведующего лабораторией метрологического обеспечения сертификации веществ и материалов, а с 2022 года - заведующего отделом метрологии физико-химически соединений.

Медведевских Мария Юрьевна окончила в 1996 году физико-технический факультет Уральского политехнического института имени С.М. Кирова, специальность «Химическая технология материалов современной энергетики», квалификация «инженер – технолог».

В 2014 г. Медведевских Мария Юрьевна защитила диссертацию на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 02.00.02 «Аналитическая химия» по теме «Высокоточные методики анализа и стандартные образцы в области влагометрии твердых веществ» (диплом КНД № 013315 от 12.11.2015 г.).

По итогам обсуждения принято следующее заключение:

Личное участие соискателя ученой степени в получении результатов, изложенных в диссертации

Все научные положения, выносимые на защиту, и результаты, приведенные в настоящей диссертационной работе, получены автором лично

или при его участии. Автором лично были поставлены цели и задачи исследования, разработаны методики проведения исследований, а также проведены расчеты и анализ всех полученных результатов экспериментов.

Лично автором разработан методологический подход к разработке и применению референтных методов (РМ), экспериментальные исследования при создании РМ определения воды в чистых веществах, фармацевтических субстанциях, твердом минеральном топливе и пищевых продуктах, при создании СО, спланировано и осуществлено внедрение разработанных РМ и СО.

Вклад соискателя является первостепенным во всех главах диссертационной работы.

Степень достоверности результатов проведенных соискателем ученой степени исследований

Степень достоверности подтверждена представленными в работе результатами экспериментов, применением современного лабораторного оборудования и инструментальных методов анализа, реактивов высокой чистоты, хемометрики и общепринятых методов математической статистики.

Результаты проведенных исследований положены в основу национальных стандартов Российской Федерации.

Точность разработанных РМ определения воды подтверждена сличениями наивысшего уровня – сличениями с участием национальных метрологических институтов и ведущих научно-исследовательских институтов зарубежных стран.

Разработанные РМ определения массовой доли воды и методики расчета неопределённости включены в состав документации государственного первичного эталона единиц содержания воды в твердых и жидких веществах и материалах ГЭТ 173.

Типы разработанных стандартных образцов состава с аттестованным значением массовой доли воды утверждены, внесены в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений под номерами ГСО 10911-2017, ГСО 11820-2021, ГСО 11274-2019, ГСО 11275-2019, ГСО 11276-2019, ГСО 11687-2021.

Новизна и практическая значимость результатов проведенных соискателем ученой степени исследований

Научная новизна диссертационной работы заключается в следующем:

1. Предложен методологический подход к разработке референтных методов определения воды в чистых неорганических веществах и материалах, фармацевтических препаратах, пищевых продуктах и твердом минеральном топливе, основанный на использовании априорной информации об объектах и методах анализа, в сочетании с экспериментальными исследованиями,

направленными на выявление, оценку вклада, поиск путей снижения или устранения влияния всех потенциальных источников неопределенности, а также за счет эффективного использования преимуществ (чувствительности и селективности) применяемых методов и их сочетаний.

2. Предложена и разработана модель оценки неопределённости результата определения воды в твердых веществах и материалах с учетом факторов, обусловленных влиянием свойств и состава анализируемого вещества, методических факторов и факторов, связанных с применяемым оборудованием.

3. Разработаны референтные методы определения воды в чистых веществах, фармацевтических субстанциях, пищевых продуктах и твердом минеральном топливе.

4. Созданы научно-методические подходы для подготовки однородного влажного материала. Созданы и охарактеризованы стандартные образцы содержания воды в чистых веществах, фармацевтических субстанциях и пищевых продуктах сублимационной сушки.

Теоретическая и практическая значимость диссертационной работы заключается в следующем:

1. Референтные методы определения воды, обладающие наивысшими показателями точности в Российской Федерации и соответствующие достигнутым в ведущих зарубежных странах, созданные по предложенной в работе методологии, введены в состав Государственного первичного эталона единиц массовой доли, массовой (молярной) концентрации воды в твердых и жидких веществах и материалах ГЭТ 173.

2. Разработанные референтные методы определения воды использованы при установлении метрологических характеристик вновь разрабатываемых стандартизованных методов (ГОСТ 8.649-2015, ГОСТ Р 8.894-2015, ГОСТ Р 70211-2022) и при корректировке параметров анализа ранее действующих (ГОСТ 11014-2001).

3. Разработанные стандартные образцы состава высокочистых веществ (СО массовой доли воды в дигидрате молибдата натрия ГСО 10911-2017, СО состава моногидрата лактозы ГСО 11820-2021) и СО состава пищевых продуктов сублимационной сушки (СО мясных продуктов ГСО 11274-2019, ГСО 11275-2019, ГСО 11276-2019, СО филе минтая ГСО 11687-2021) отвечают современным требованиям по метрологической прослеживаемости и позволяют существенно упростить процедуры контроля результатов анализа, получаемых рутинными методами влагометрии в практике аналитических лабораторий, а также повысить точность и качество калибровки, градуировки экспрессных анализаторов и влагомеров.

4. Разработанные референтные методы и стандартные образцы содержания воды внедрены в лабораторную и метрологическую практику национальных метрологических институтов, научно-исследовательских

учреждений Российской академии наук, Национального исследовательского технологического университета «МИСИС».

Ценность научных работ соискателя ученой степени состоит в разработке единой методологии разработки и применения референтных методов определения воды, обладающих наивысшими показателями точности на основе полной и достоверной информации о химическом составе и качестве исследуемых объектов и методов.

Описанный методологический подход к разработке и применению референтных методов (методик) определения воды внедрен в деятельность по хранению и применению Государственного первичного эталона единиц массовой доли, массовой (молярной) концентрации воды в твердых и жидких веществах и материалах ГЭТ 173. Созданные стандартные образцы серийно выпускаются в УНИИМ – филиале ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» и нашли широкое применение на сотнях предприятий России и ближнего зарубежья при контроле содержания воды в веществах и материалах.

Научная специальность, которой соответствует диссертация

Диссертационная работа соответствует паспорту научной специальности 1.4.2 «Аналитическая химия» в пунктах:

2. Методы химического анализа (химические, физико-химические, атомная и молекулярная спектроскопия, хроматография, рентгеновская спектроскопия, масс-спектрометрия, ядерно-физические методы и др).

4. Методическое обеспечение химического анализа.

6. Метрологическое обеспечение химического анализа.

Полнота изложения материалов диссертации в работах, опубликованных соискателем ученой степени

Содержание диссертации достаточно полно представлено в опубликованных автором работах. По теме диссертации опубликовано 36 научных работ, из них 25 в изданиях, включенных в перечень рецензируемых научных журналов, соответствующих требованиям Положения о присуждении ученых степеней в ФГБУН Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН, результаты изложены в тезисах докладов на российских и международных конференциях, получено 1 свидетельство о регистрации программы для ЭВМ.

Публикации.

Публикации в изданиях, включённых в перечень научных журналов ВАК

1. Шохина О.С., Медведевских М.Ю., Сергеева А.С. Альтернативные способы определения воды и остаточных органических

растворителей в фармацевтических субстанциях // Аналитика. – 2022. – Т.12. – № 5. – С.360-369.

2. Медведевских М.Ю., Сергеева А.С., Карпов Ю.А. Разработка методики определения и стандартного образца массовой доли воды в минеральном масле с использованием ГЭТ 173-2017 // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2021. – Т.87. – № 10. – С.68-74.

3. Медведевских М.Ю., Вострикова Н.Л., Сергеева А.С., Студенок В.В. Применение системы лиофильной сушки для подготовки материала стандартных образцов состава пищевых продуктов // Эталоны. Стандартные образцы. – 2021. – Т.17. – № 1. – С.35-45.

4. Медведевских М.Ю., Крашенинина М.П., Сергеева А.С., Барановская В.Б. Валидация методик химического анализа: практический пример // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2020. – Т.86. – № 8. – С.72-79.

5. Медведевских С.В., Медведевских М.Ю., Крашенинина М.П. Оценка качества подготовки материала стандартных образцов твердых влажных веществ // Стандартные образцы. – 2019. – Т.15. – № 2. – С. 25-38.

6. Медведевских М. Ю., Сергеева А. С., Касилюнас А. В., Шацких Е. В., Кольберг Н.А. Стандартные образцы состава молочных продуктов для поверки ИК-анализаторов молока. // Пищевая промышленность. – 2021. – № 1. – С.16-19.

7. Барановская В.Б., Медведевских М.Ю., Карпов Ю.А. Актуальные проблемы качества химического анализа. // Аналитика и контроль. – 2021. – Т.25. – №4. – С.273-279.

8. Сергеева А.С., Голынец О.С., Кочеткова Е.М., Медведевских М.Ю., С.А. Эпштейн Сопоставление методических подходов к определению органического углерода в отходах добычи, переработки и сжигания углей // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2023. – Т.89. – №5. – С.5-13.

9. Голынец О.С., Медведевских М.Ю., Эпштейн С.А., О.С. Шохина, А.С. Сергеева Расширение области применения и оценка метрологических характеристик методики определения органического углерода в отходах добычи, переработки и сжигания углей // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2024. – Т.90. – №12. – С.16-26

10. Медведевских М.Ю., Крашенинина М.П., Сергеева А.С., Шохина О.С. Эталонная установка на основе термогравиметрического анализа с масс-спектрометрическим детектированием в составе государственного первичного эталона ГЭТ 173 // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2018. – Т.84. – №6. – С.63-69.

11. Медведевских С.В., Медведевских М.Ю., Крашенинина М.П. Оценка качества подготовки материала стандартных образцов твердых влажных веществ // Стандартные образцы. – 2019. – Т.15. – №2. – С.25-38.

12. Медведевских М.Ю., Сергеева А.С., Крашенинина М.П. Стандартные образцы в области влагометрии (обзор) // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2015. – Т.81. – №6. – С. 66-71.

13. Медведевских С.В., Медведевских М.Ю., Сергеева А.С., Карпов Ю.А. Обеспечение метрологической прослеживаемости результатов определения воды в функциональных материалах и чистых веществах // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2015. – Т.81. – №12. – С.13-17.

14. Сергеева А.С., Вострикова Н.Л., Медведевских М.Ю. Разработка комплекса метрологического обеспечения пищевой промышленности // Эталоны. Стандартные образцы. – 2021. – Т.17. – №1. – С.21–33.

15. Голынец О.С., Медведевских М.Ю., Эпштейн С.А., Кочеткова Е.М. Стандартные образцы состава угля и продуктов его добычи и переработки. Часть 1 // Контроль качества продукции. – 2023. – №12. – С.49-54.

16. Голынец О.С., Медведевских М.Ю., Эпштейн С.А., Кочеткова Е.М. Стандартные образцы состава угля и продуктов его добычи и переработки. Часть 2 // Контроль качества продукции. – 2024. – №1. – С. 45-49.

17. Медведевских М.Ю., Сергеева А.С., Шохина О.С., Барановская В.В., Карпов Ю.А. Особенности определения состава высокочистых кристаллогидратов лантаноидов // Журнал аналитической химии. – 2016. – Т.71. – №6. – С.589-596.

18. Медведевских М.Ю., Сергеева А.С., Шохина О.С., Крашенинина М.П. Особенности разработки стандартных образцов фармацевтических субстанций // Измерительная техника. – 2022. – №9. – С.63-70.

19. Медведевских С.В., Собина Е.П., Кремлева О.Н., Медведевских М.Ю., Собина А.В., Тараева Н.С. Метрологическая прослеживаемость стандартных образцов КООМЕТ. часть 1. международная практика по установлению прослеживаемости сертифицированных значений стандартных образцов // Измерительная техника. – 2021. – №8. – С.25-29.

20. Медведевских С.В., Собина Е.П., Кремлева О.Н., Медведевских М.Ю., Собина А.В., Тараева Н.С. Метрологическая прослеживаемость стандартных образцов КООМЕТ. часть 2. характеризация стандартных образцов // Измерительная техника. – 2021. – №8. – С.30-37.

21. Medvedevskikh M.Y., Sergeeva A.S. Problems of ensuring metrological traceability of quality control measurement results for food products and food raw materials // Measurement Techniques. – 2020. – V.63. – №3. – P.242-248.

22. Medvedevskikh M.Y., Sergeeva A.S., Krasheninina M.P., Shokhina O.S. Creating reference standards for the implementation of the state verification scheme for water content measurement // Measurement Techniques. – 2019. – V.62. – №6. – P.475-483.

23. Медведевских С.В., Медведевских М.Ю., Карпов Ю.А. Общие подходы к оценке неопределенности результатов воспроизведения единиц содержания воды в твердых веществах и материалах // Измерительная техника. – 2015. – №8. – С. 65-70.

24. Медведевских М.Ю., Сергеева А.С., Крашенинина М.П. Особенности определения влаги в бурых углях // Химия твердого топлива. – 2014. – №5. – С. 41.

25. Medvedevskikh S.V., Baranovskaya V.B., Medvedevskikh M.Y., Krasheninina M.P., Sergeeva A.S. Reference measurement procedure for the determination of mass fraction of fat content in food. // Accreditation and Quality Assurance. – 2021. – V.26. – P.165-175.

Статьи в прочих изданиях и материалы конференций

26. Медведевских М.Ю., Медведевских С.В., Сергеева А.С., Петухов П.А. Методики идентификации и контроля качества молока и молочных продуктов: особенности разработки и применения в сфере технического регулирования // Законодательная и прикладная метрология. – 2020. – №4 (166). – С.13-16.

27. Сергеева А.С., Медведевских М.Ю., Студенок В.В., Парфенова Е.Г. Применение первичных референтных методик измерений в сфере обеспечения единства измерений // Законодательная и прикладная метрология. – 2020. – №5 (167). – С.5-9.

28. Медведевских М.Ю., Сергеева А.С., Белецкий С.Л., Сёмин А.А. Определение влажности пищевых продуктов с помощью инфракрасных термогравиметрических влагомеров // Товаровед продовольственных товаров. – 2019. – №4. – С.41-47.

29. Medvedevskikh M.Y., Sergeeva A.S., Krasheninina M.P., Vostrikova N.L., Semenova A.A., Kuznetsova O.A. About the development of reference materials of meat and meat product composition // В сборнике: Journal of Physics: Conference Series.4, Let's Speak About Measurement Uncertainty. – 2019. – С.012030.

30. Sergeeva A.S., Kasiliunas A.V., Medvedevskikh M.Y., Medvedevskikh S.V. The choice of material for the creation of reference materials based on crystalline hydrates of alkali and alkaline earth metal salts // В сборнике: Journal of Physics: Conference Series.4, Let's Speak About Measurement Uncertainty. – 2019. – С.012031.

31. Medvedevskikh S.V., Medvedevskikh M.Y., Sergeeva A.S., Baranovskaya V.B. Development of primary reference measurement procedures for food quality control // В сборнике: Journal of Physics: Conference Series.4, Let's Speak About Measurement Uncertainty. – 2019. – С.012006.

32. Kasilyunas A.V., Medvedevskikh M.Y, Krasheninina M.P., Sergeeva A.S. Key development stages of reference material for lactose monohydrate composition // В сборнике: Journal of Physics: Conference Series.5. Сер. V International Scientific and Technical Conference: Metrology of Physical and Chemical Measurements, MPM 2021. – 2022. – P.012020.

33. Голынец О.С., Медведевских М.Ю., Эпштейн С.А., Кочеткова Е.М. Актуальные вопросы методического обеспечения контроля состава отходов переработки и сжигания углей // Тезисы докладов V Международной научной конференции «Стандартные образцы в измерениях и технологиях»:

Сборник трудов. Часть «Ru». Екатеринбург, Россия: ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева». – 2022. – С.47.

34. Шохина О.С., Медведевских М.Ю. «Альтернативные способы определения воды и остаточных органических растворителей в фармацевтических субстанциях» // Тезисы докладов, представленных на IV Съезде аналитиков России. 26-30 сентября 2022 г. г. Москва. М.: ОНТИ ГЕОХИ РАН, 2022 г. С.415.

35. Голынец О.С., Медведевских М.Ю., Эпштейн С.А. Методическое обеспечение контроля состава отходов добычи, переработки и сжигания углей // Метрология 2024. Материалы международной научно-технической конференции. Мн.: БелГИМ, 2024. С. 62-65.

36. ЭТАЛОН Бежков С.В., Медведевских М.Ю. Свидетельство о регистрации программы для ЭВМ RU 2018619661, 09.08.2018. Заявка № 2018616074 от 05.06.2018

Диссертация «Комплекс референтных методов определения воды в веществах и материалах» Медведевских Марии Юрьевны рекомендуется к защите на соискание ученой степени доктора химических наук по специальности 1.4.2 «Аналитическая химия».

Заключение принято на заседании секции Ученого совета УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

На заседании присутствовало 29 человек, из них 2 доктора наук (1 доктор наук, приглашенный, принимал участие посредством видеосвязи), 14 кандидатов наук.

Проголосовали «за» - 29 человек, «против» - 0, «воздержался» - 0.

Решение принято единогласно.

Протокол № 5 от 20 августа 2025 г.

Председатель заседания:
Директор УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им Д.И.Менделеева,
д.т.н Е.П.Собина

Секретарь заседания:
Ученый секретарь УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им Д.И.Менделеева,
к.х.н Н.Л.Аксельрод