«УТВЕРЖДАЮ»

Директор Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской академии наук доктор химических наук, член-корреспондент РАН В.К. Иванов

«03» сентября 2025 г.

ПРОТОКОЛ № 14
заседания секции «Аналитическая химия» Ученого совета ИОНХ РАН

Присутствовали: - члены секции - председатель Секции академик РАН Ю.А. Золотов, ученый секретарь к.х.н. И.Н. Киселева, д.х.н. А.С. Алиханян, д.х.н. В.Б. Барановская, к.т.н. Г.Е. Марьина, к.т.н. Е.В. Фатюшина, д.ф.-м.н. М.Н. Филиппов;

- участники заседания – к.х.н. Архипенко А.А., к.х.н. Баранчиков А.Е., Бутенков Д.А., Ваймугин Л.А., д.х.н. Вашурин А.С., Егорова А.А, к.т.н. Доронина М.С, к.х.н. Короткова Н.А., Ксенофонтова Т.Д., к.х.н. Мокрушин А.С., д.х.н. Симоненко Е.П. (ИОНХ РАН); д.т.н. Вострикова Н.Л. (ФНЦПС), к.х.н. Михеев И.В., Ратова Д.-М. В., д.х.н. Родин И. А., д.х.н. Статкус М.А. (МГУ), к.х.н. Филичкина В.А.(МИСИС), Аствацатуров Д.А. (ФИЦ ХФ РАН).

Общее число присутствовавших: 25 человек.

СЛУШАЛИ: доклад соискателя Медведевских Марии Юрьевны на тему «Комплекс референтных методов определения воды в веществах и материалах» в связи с предстоящей защитой диссертации на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.2 Аналитическая химия (химические науки).

Научный консультант – д.ф.-м.н, профессор Филиппов Михаил Николаевич (Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт общей и неорганической химии Российской академии наук).

По докладу заданы следующие вопросы:

Бутенков Д.А.:

Почему в своей работе Вы больше сосредоточились на термогравиметрических методах и отказались от такого метода, как ИК-Фурье спектроскопия?

д.х.н. Родин И.А.:

1. В случае фармсубстанции предлагаемый вами подход и методология может гарантированно применяться только для разработки фармакопейных стандартных образцов, но она плохо подходит для того, чтобы разработать методику рутинного контроля самой фармсубстанции?
2. Как применять Вашу методологию в случаях ступенчатого отделения воды?

академик Золотов Ю.А.:

1. Относительно органических веществ и термогравиметрии. В угле тоже, есть какие-то компоненты, помимо воды, которые могут улетать? Какая максимальная температура при термогравиметрии угля?
2. Разработанные Вами подходы касаются химически связанной воды. Но ведь в образцах может быть не связанная? В итоге содержание воды будет меняться?
3. Есть ли в Вашей методологии наработки, которые бы позволили, разделить случаи выделения воды без изменения структуры вещества (если это органическое вещество) и в результате химической трансформации?

д.х.н. Барановская В.Б.:

Как осуществляется связь между референтной методикой и рабочей методикой?

к.х.н. Мокрушин А.С.:

Можно ли адаптировать Вашу методику для определения типа воды (в составе кристаллогидрата, сорбированная, находящаяся в дефектах)?

к.х.н. Ахметжанов Т.Ф.:

Что оказывает решающее влияние мономодальное распределение частиц или чтобы средний размер частиц был меньше, чем заданный размер?

к.х.н. Шаранов П.Ю.:

Не могли бы вы поподробнее рассказать о процедуре мокрого измельчения? Я правильно понимаю, что вы непосредственно перед измельчением вносите внутренний стандарт, потом у вас происходит измельчение и вы получаете готовую суспензию?

д.х.н. Алиханян А.С.:

При анализе солей лантанидов термогравиметрическим методом идет гидролиз. Как этот процесс учитывался Вами?

Во время дискуссии выступили: **д.ф.-м.н. Филиппов М.Н., д.т.н. Вострикова Н.Л., академик Золотов Ю.А., д.х.н. Барановская В.Б.** Отмечено, что работа может быть рекомендована к защите.

По итогам обсуждения подготовлено **ЗАКЛЮЧЕНИЕ.**

Основной акцент в заключении сделан на следующих пунктах:

Цель работы заключалась разработка методологического подхода к созданию новых референтных методов определения воды и стандартных образцов состава с аттестованным значением массовой доли воды для обеспечения метрологической прослеживаемости при проведении анализа чистых неорганических веществ и материалов, фармацевтических препаратов, пищевых продуктов и твердого минерального топлива. Для достижения поставленной цели необходимо решение следующих задач:

1. Разработать методологический подход к достижению наивысших показателей точности при определении воды в чистых неорганических веществах и материалах, фармацевтических препаратах, пищевых продуктах и твердом минеральном топливе, как основу создания референтных методов.

2. Исследовать и оценить потенциальные возможности и ограничения методов определения воды, пригодных для достижения наивысших показателей точности при анализе чистых неорганических веществ и материалов, фармацевтических препаратов, пищевых продуктов и твердого минерального топлива, предложить их рациональное комбинирование.

3. Разработать обобщенную модель оценки неопределенности результата определения воды в твердых веществах и материалах для различных вариантов кулонометрического и гравиметрического методов анализа.

4. Разработать комплекс референтных методов определения воды в чистых неорганических веществах и материалах, фармацевтических препаратах, пищевых продуктах, твердом минеральном топливе в диапазоне значений массовой доли воды от 0,05 % до 85 %, обеспечивающий абсолютную расширенную неопределенность не более 0,02 %.

5. Создать стандартные образцы высокочистых веществ – кристаллогидратов в диапазоне значений массовой доли воды от 5 % до 15 % с абсолютной расширенной неопределенностью аттестованного значения от 0,05 % до 0,2 %, а также СО пищевых продуктов в диапазоне значений массовой доли воды от 0,2 % до 10 % с абсолютной расширенной неопределенностью аттестованного значения от 0,08 % до 0,2 %.

Научная новизна

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 к подготовке однородного влажного материала. Созданы и охарактеризованы стандартные образцы содержания воды в чистых веществах, фармацевтических субстанциях и пищевых продуктах сублимационной сушки.

Теоретическая и практическая значимость

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 содержания 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».

Специальность, которой соответствует диссертация. Диссертационная работа Медведевских Марии Юрьевны соответствует паспорту научной специальности 1.4.2. Аналитическая химия.

Полнота изложения материалов диссертации в работах, опубликованных соискателем. Основные результаты изложены в 25 статьях в рецензируемых научных изданиях и изложены в 10 тезисах докладов на российских и международных конференциях, а также получено 1 свидетельство о регистрации программы для ЭВМ.

Диссертационная работа Медведевских Марии Юрьевны «Комплекс референтных методов определения воды в веществах и материалах» соответствует требованиям пп. 9-14 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного Постановлением правительства РФ от

24.09.2013 г. № 842 (в актуальной редакции) и пп. 2.1-2.5 Положения о присуждении ученых степеней в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институте общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской академии наук (ИОНХ РАН) от 29.03.2024 г., предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук.

ПОСТАНОВИЛИ:

1. Утвердить положительное ЗАКЛЮЧЕНИЕ секции «Аналитическая химия» по диссертации Медведевских Марии Юрьевны на соискание ученой степени кандидата химических наук «Комплекс референтных методов определения воды в веществах и материалах».
2. Рекомендовать диссертацию «Комплекс референтных методов определения воды в веществах и материалах» к защите по специальности 1.4.2. Аналитическая химия (Химические науки) после доработки по замечаниям членов секции.

Решение принято единогласно.

Председатель секции «Аналитическая химия» Ученого совета, заведующий лабораторией аналитической химии и методов разделения Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской академии наук,

академик РАН Ю.А. Золотов

Секретарь секции «Аналитическая химия» Ученого совета
н.с., к.х.н И.Н. Киселева