

«УТВЕРЖДАЮ»

Проректор по научной работе  
ФГБОУ ВПО «Санкт-Петербургский  
государственный университет»



С.П. Туник

«14» ноября 2014 г.

### ОТЗЫВ

ведущей организации на диссертационную работу МЕДВЕДЕВСКИХ Марии Юрьевны по теме: «Высокоточные методики анализа и стандартные образцы в области влагометрии твёрдых веществ», представленной на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности: 02.00.02 – аналитическая химия

**Актуальность работы.** Разработка новых стандартных образцов состава веществ и материалов и высокоточных методик количественного химического анализа различных объектов всегда относились к категории актуальных задач аналитической химии. Учитывая многообразие и неоднородность объектов анализа, особенно востребованы новые методические решения в области влагометрии, поскольку содержание воды — один из наиболее распространенных показателей качества продукции, используемый при технологическом, приемо-сдаточном, таможенном и других видах контроля готовой продукции и полуфабрикатов.

Несмотря на достигнутый прогресс в области влагометрии и наличия нескольких альтернативных инструментальных методов определения воды в твердофазных образцах, до настоящего времени практически отсутствовали работы по оценке характеристик точности различных методов влагометрии. Погрешность определения влаги далеко не всегда удовлетворяла растущим требованиям потребителей, прежде всего, из-за отсутствия стандартных высокоточных образцов содержания влаги в ряде мелкодисперсных материалов (зерно, сухое молоко, минеральные удобрения), для которых это содержание является наиболее критичным.

Другой важнейшей нерешенной проблемой в области влагометрии является реализация принципов прослеживаемости измерений, обеспечивающих передачу

единицы измеряемой величины от эталона к рабочим средствам измерений. Для обеспечения этого принципа необходима как разработка самих первичных эталонов, так и высокоточных референтных методик измерений. Диссертационная работа Медведских М.Ю. направлена на решение всего комплекса указанных выше проблем влагометрии, что подтверждает **её актуальность**.

Представленная на отзыв работа Медведских М.Ю. состоит из введения, обзора литературы, главы, содержащей описание оборудования, реактивов и объектов исследования, трех глав с обсуждением результатов, выводов и списка цитируемой литературы (177 источников). Диссертация написана ясным литературным языком, оформлена в соответствии с принятыми требованиями. Критический обзор литературы дает представление о существующих проблемах в методическом и метрологическом обеспечении в области влагометрии твердофазных материалов и содержит обоснование постановки запланированных исследований. Все главы диссертации, содержащие обсуждение полученных экспериментальных результатов, оканчиваются аргументированными и подтвержденными экспериментальными данными выводами. Диссертанткой использованы современные средства измерений, все исследования выполнены на высоком техническом уровне с использованием общепринятых методов хемометрики. Таким образом, **достоверность полученных и представленных к защите результатов в диссертации Медведских М.Ю. не вызывает сомнений**.

**Научная новизна работы.** В работе впервые проведена оценка аналитических возможностей основных методов прямого определения влаги в твердофазных образцах и определены области их преимущественного применения с использованием аналитического оборудования последнего поколения. С единых позиций в рамках концепции неопределённости предложена и опробована на широком круге материалов модель для количественного выражения величины неопределённости результатов определения влаги прямыми методами. При этом в предложенной модели учтены не только уравнения связи результатов анализа с измеряемыми величинами, но и влияние различных факторов на эти результаты измерения.

Важнейшим элементом научной новизны представленной работы можно назвать установленный в работе минимум неопределённости результатов определения влаги в твердофазных образцах в зависимости от их гранулометрического состава.

ва. На основании выявленных закономерностей поглощения водяного пара разработаны научные основы создания высокоточных стандартных образцов содержания влаги в сыпучих материалах (зерно, сухое молоко, минеральные удобрения).

**Практическая значимость работы.** Разработаны и внесены в Федеральный информационный фонд высокоточные образцы состава различных веществ и материалов, предназначенных для поверки, калибровки и градуировки современных влагомеров. Разработан комплекс высокоточных методик определения влажности в твердофазных продуктах, которые по точности не уступают лучшим зарубежным аналогам и положены в основу Государственного первичного эталона содержания влаги. Высокая практическая значимость результатов работы подтверждают результаты международных сличений по определению влажности зерна ячменя.

#### **Замечания**

- В работе допущен ряд неточностей технического и стилистического содержания. На стр. 66 атомная масса водорода и кислорода выражена в г/моль. Однако как известно, в этих единицах выражается не молекулярная, а молярная масса. А атомная и молекулярная массы выражаются в у.а.е. – условных атомных единицах или Дальтонах (Да).
- При описании закономерностей сорбции паров воды на различных материалах допущены опечатки, искажающие смысл. Так на стр. 42 используется словосочетание «Изотерма сорбции магнезии»; на стр. 45 – «Изотермы сорбции активного угля» и т. д. Правильно было бы писать «Изотермы сорбции на магнезии и на активном угле», поскольку эти материалы являются не сорбатами, которые сорбируются, а сорбентами, которые сорбируют.
- Литературная ссылка под номером [165] на стр. 103 на самом деле относится к ссылке под номером [166] в списке литературы.

Эти замечания носят технический характер и не умаляют высокой научной значимости рассматриваемой работы. Автореферат полностью адекватен диссертации, основное содержание которой представлено в 11 статьях в реферируемых научных изданиях. Диссертационная работа Медведевских М.Ю. – научная квалификационная работа, удовлетворяющая всем критериям, предъявляемым к кандидатским диссертациям в соответствии с п. 9 «Положения о порядке присуждения степеней»

Правительства РФ № 842 от 24.09.2013 г., а ее автор заслуживает присуждения искомой ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия.

Отзыв на диссертацию обсужден на заседании кафедры аналитической химии Института химии СПбГУ 11 ноября 2014 г., протокол № 91.08/1–04–23

Директор Института химии СПбГУ, д.х.н.

Заведующий кафедрой аналитической химии

Института химии СПбГУ, д.х.н.

Профессор кафедры аналитической химии

Института химии СПбГУ, д.х.н.

И.А. Балова

Л.Н. Москвин

О.В. Родинков