

ОТЗЫВ

официального оппонента Стахеева Алексея Анатольевича на диссертацию Мигаль Павла Вячеславовича на тему «Разработка и исследования эталонов сравнения в виде чистых металлов (V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Cd) для повышения точности характеристики стандартных образцов растворов химических элементов», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.11.15 – «Метрология и метрологическое обеспечение».

Актуальность темы диссертационной работы обусловлена необходимостью создания метрологической базы для поверки и калибровки средств измерений содержания неорганических компонентов. При этом указанное определяется тем, что ряд метрологических характеристик выпускаемых средств измерений, таких как диапазон измерений и погрешность измерений, определяют потенциальную область применения. К настоящему времени метрологическая база не обеспечивает единых и унифицированных способов оценивания чистоты неорганических веществ, достаточных для обеспечения их прослеживаемости до Международной системы единиц физических величин, что свидетельствует о высокой научной и практической целесообразности темы диссертации.

Для достижения поставленной цели, автором определены и решены следующие задачи:

1. Оценены метрологические характеристики эталонов сравнения с использованием подхода «100 % минус сумма примесей».

2. Впервые разработан и успешно опробован способ оценки неопределенности измерений, обусловленной неоднородностью массовой доли основного компонента для чистых веществ, основывая на анализе примесного состава, что позволило существенно повысить достоверность оценки метрологические характеристик девяти чистых металлов.



3. Разработаны унифицированные подходы для оценки метрологических характеристик эталонов сравнения, изложенные в МИ 3560-2016. «Рекомендация. ГСИ. Оценка неопределенности измерений массовой доли основного компонента в неорганических веществах».

4. Разработанные автором методы характеризации стандартных образцов позволили существенно повысить точность передачи единиц и как следствие на порядок уменьшить погрешность аттестованного значения стандартных образцов. Проведена оценка бюджета неопределенности измерений при характеризации стандартных образцов.

5. Изготовлены и утверждены в качестве государственных стандартных образцов девять стандартных образцов с аттестованными значениями массовой доли и массовой концентрации, имеющие относительную расширенную неопределенность аттестованного значения при коэффициенте охвата 2, не превышающую 0,4 % для массовой доли и 0,6 % массовой концентрации, соответственно, что по крайней мере в два раза точнее имеющихся аналогов.

6. Впервые изготовлен многоэлементный (девять элементов) стандартный образец с относительной расширенной неопределенностью аттестованного значения при коэффициенте охвата 2 от 0,3 % до 0,7 % для градуировки средств измерений неорганических компонентов с использованием разработанного способа контроля основного источника неопределенности измерений аттестованного значения.

Диссертация содержит введение, пять глав, заключение и список литературы из 96 наименований. Общий объем диссертации составляет 133 страницы.

Во введении приведен обзор способов обеспечения прослеживаемости результатов измерений химического состава и охарактеризовано современное состояние проблемы. Здесь справедливо отмечается, что для обеспечения необходимой точности измерений требуется повышение точности

стандартных образцов, которые используются для калибровки современных средств измерений химического состава.

Основное содержание диссертации состоит в следующем. Первая глава посвящена анализу различных подходов оценки чистоты химических веществ. Здесь делается вывод о том, что выбранные методы измерений широко распространены в практике анализа чистых веществ, а также сформулированы основные задачи исследования. Во второй главе приведены результаты сравнительного анализа различных подходов к оценке чистоты. Здесь приводятся данные, подтверждающие что подход, связанный с определением содержания 91 примеси, дает адекватную оценку чистоты и может применяться для разработки эталонов сравнения в виде чистых металлов. Третья глава посвящена разработке эталонов сравнения в виде чистых металлов. Особый интерес здесь представляет разработанный автором алгоритм определения неоднородности материала эталона сравнения на основе данных о примесном составе. В четвертой главе приведены результаты разработки стандартных образцов растворов химических элементов. В этой главе приведены результаты экспериментальных исследований и показаны способы повышения точности при характеристике стандартных образцов. В пятой главе описаны результаты международных сличений, которые подтверждают актуальность работы и адекватность выбранных подходов. В заключении отражены основные результаты диссертации.

Следует особо отметить важность результатов диссертации для метрологического обеспечения средств измерений содержания неорганических компонентов, которая обусловлена повышением точность измерений.

В процессе работы автором получены новые и оригинальные результаты:

1. Унифицированы методы оценки массовой доли основного компонента и расширенной неопределенности измерений при характеристике эталонов сравнения в виде чистых веществ. Разработаны нормативные

документы МИ 3560-2016 «Рекомендация. ГСИ. Оценка неопределенности измерений массовой доли основного компонента в неорганических веществах» и «Положении о Базе данных «Эталоны сравнения в виде высокочистых веществ».

2. Впервые разработаны и прошли успешную апробацию эталоны сравнения и стандартные образцы повышенной точности в рамках международных сличений консультативного комитета по количеству вещества Международного бюро мер и весов.

Методы исследования, применяемые в работе, относятся к методам аналитической химии и свидетельствуют о высокой квалификации автора. Обоснованность и достоверность методов сомнений не вызывает.

Публикации автора полностью раскрывают основное содержание работы. К числу публикаций относятся пять статей в изданиях, утвержденных перечнем ВАК РФ. Результаты диссертации обсуждены на двенадцати научно-технических конференциях.

Практическая значимость результатов исследований заключается в обеспечении единства измерений массовой доли и массовой концентрации неорганических компонентов за счет созданных государственных стандартных образцов. Это обеспечило возможность измерений неорганических компонентов с требуемой точностью.

Личный вклад автора заключается в разработке средств метрологического обеспечения, метода характеристики стандартных образцов и реализации данных результатов в виде утвержденных государственных стандартных образцов. Диссертация содержит большой объем теоретических и экспериментальных исследований, выполненных автором лично. С участием автора разработаны соответствующие нормативные документы МИ 3560-2016 и «Положении о Базе данных «Эталоны сравнения в виде высокочистых веществ».

Следует отметить некоторые возникшие недостатки по тексту диссертации.

1. В тексте диссертации и автореферата автор не корректно использует термин «калибровка» по отношению к средствам измерений, вместо него следует использовать «градуировка» или дать пояснение используемому термину.

2. Исходя из приведенных результатов разработки эталонов сравнения очевидно, что процедура оценки их чистоты является крайне трудо-, время- и ресурсо-затратой. При этом автор не отражает вопроса о применении такого подхода в повседневной практике.

3. В разделе посвященном разработке многоэлементного стандартного образца автор не затрагивает крайне важный вопрос о влиянии содержания целевых элементов в разбавителе.

4. Несомненный интерес представляла бы разработка более практически значимых многоэлементных стандартных образцов, в сравнении с разработанным автором в работе, например, стандартный образец, содержащий все элементы, регламентированные в СанПиН на питьевую воду.

5. Формула (27) на стр. 34 диссертации не соответствует формуле (2) на стр. 11 автореферата. Разночтения в тексте диссертации стр. 105 и подписям к рисунку 34: температура « (22 ± 3) °C» в тексте диссертации и «20 °C» на рисунке, соответственно.

Однако указанные недостатки не следует считать критическими. Недостатки 1, 2, 3 и 4 скорее указывают на интерес к продолжению работ по тематике диссертации, недостатки 5 – редакционного характера.

В целом диссертационная работа Мигаль П.В. является законченным исследованием, в котором решена актуальная научная задача по разработке и исследованию государственных стандартных образцов чистых металлов, имеющих важное значение для метрологического обеспечения средств измерений неорганических компонентов.

Содержание автореферата отражает содержание диссертации. Считаю, что работа на тему «Разработка и исследования эталонов сравнения в виде чистых металлов (V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Cd) для повышения точности

характеризации стандартных образцов растворов химических элементов» по актуальности темы, новизне и важности полученных результатов полностью удовлетворяет требованиям постановления Правительства РФ от 24.09.2013 г. №842 «Положение о порядке присуждения ученой степени кандидата наук» а ее автор, Мигаль Павел Вячеславович заслуживает присвоения ему ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.11.15 – «Метрология и метрологическое обеспечение»

Официальный оппонент

кандидат технических наук, заместитель начальника
лаборатории – ученый-хранитель государственного
эталона ФГУП «ВНИИФТРИ»

(141544, Московская обл., Солнечногорский р-он, д. Брехово, мкр. Школьный,
к. 7, кв. 351)

Дата: 11 ноября 2019 г.

А.А. Стахеев

Подпись руки Стахеева А.А. заверяю
доктор технических наук, профессор
генеральный директор ФГУП «ВНИИФТРИ»



С.И. Донченко