

исх. № 48-7/233-22 04.2025 г.



Ученому секретарю диссертационного совета
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»
190005, Россия, Санкт-Петербург, Московский пр.,
д.19
К.В. Чекирде

О Т З Ы В

официального оппонента
ведущего научного сотрудника ФГБУ «ВНИИОФИ»,
доктора технических наук

Левина Александра Давидовича

на диссертационную работу **Васильева Александра Сергеевича**
«Метрологическое обеспечение измерений поверхностной плотности и массовой доли
элементов в многослойных и многокомпонентных металлических покрытиях с
применением метода рентгенофлуоресцентного анализа», представленной на соискание
ученой степени

кандидата технических наук по специальности
2.2.10 «Метрология и метрологическое обеспечение»

Представленная диссертационная работа Васильева Александра Сергеевича на тему «Метрологическое обеспечение измерений поверхностной плотности и массовой доли элементов в многослойных и многокомпонентных металлических покрытиях с применением метода рентгенофлуоресцентного анализа» посвящена совершенствованию системы метрологического обеспечения измерений поверхностной плотности и массовой доли элементов в многослойных и многокомпонентных металлических покрытиях. Данная тематика является безусловно актуальной в связи со все более широким использованием и совершенствованием металлических покрытий в различных отраслях промышленности.

Основная задача исследования состояла в разработке средств метрологического обеспечения, поддерживающих единство измерений методом рентгенофлуоресцентного анализа поверхностной плотности и массовой доли элементов в различных металлических покрытиях, в том и числе многослойных и многокомпонентных

Основная практическая значимость работы состоит в разработке и внедрении в практику 22 типов стандартных образцов (СО) для воспроизведения и передачи единиц поверхностной плотности и массовой доли элементов для однослойных многокомпонентных покрытий с наивысшей в стране точностью для оценки соответствия и испытания средств измерений в целях утверждения типа. Кроме того, актуализирована государственная поверочная схема для средств измерений поверхностной плотности и массовой доли элементов в покрытиях в части многослойных и многокомпонентных покрытий. На основе полученных диссертантом результатов подтверждены измерительные и калибровочные возможности ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» на уровне Международного комитета мер и весов и Региональной метрологической организации KOOMET посредством проведения международных пилотных сличений CCQM-P229 по измерению молярной доли платины в покрытии сплавом платина-никель на кремнии и дополнительных сличений COOMET.L-S16 по измерению толщины никелевого покрытия на стали.

В первой главе диссертации проведен подробный анализ современного состояния метрологического обеспечения измерений поверхностной плотности и массовой доли элементов в металлических покрытиях, в том числе многослойных и многокомпонентных. Дано описание основных видов и областей применения металлических покрытий, кратко рассмотрены различные способы измерения их поверхностной плотности и элементного состава. Рентгенофлуоресцентный анализ описан очень подробно, рассмотрена теория этого метода и проанализированы существующие методы обработки первичной измерительной информации, получаемой при его реализации. Проанализировано современное состояние и номенклатуры стандартных образцов для рассматриваемых в диссертации видов измерений, приводятся результаты изучения патентной и нормативной документации по этой проблематике.

Вторая глава посвящена разработке обоснованию методических и технических решений по измерению поверхностной плотности и массовой доли элементов в металлических покрытиях методами рентгенофлуоресцентного анализа. В ней описаны разработанные диссертантом физико-математические модели, эталоны сравнения и основные положения методики измерений.

В третьей главе подробно изложены результаты, полученные при экспериментальной отработке этой методики и исследовании ее метрологических характеристик. Приводятся результаты международных пилотных и дополнительных сличений, подтверждающие согласованность данных, получаемых с помощью разработанной методики и на государственном специальном эталоне единицы поверхностной плотности покрытий ГЭТ 168-2015. Описана Государственная поверочная схема для средств измерений поверхностной плотности и массовой доли элементов в покрытиях, разработанная на основе результатов, изложенных в главе.

В четвертой главе приведены результаты разработки, испытаний в целях утверждения типа и внедрения в практику стандартных образцов поверхностной плотности и массовой доли элементов в металлических покрытиях.

Положения, выносимые на защиту, соответствуют основным научным результатам, полученным в ходе диссертационной работы. Не вызывают сомнений теоретическая и практическая значимость работы, личный вклад автора, апробация работы и её представление в публикациях. В плане научной новизны следует отметить:

- предложенный и реализованный диссертантом метод послойного измерения поверхностной плотности каждого слоя многослойного покрытия с учетом поправки на ослабление интенсивности излучения верхними слоями по закону Бугера-Ламберта-Бера и определения коэффициентов чувствительности с помощью эталонов сравнения;

- разработанные физико-математические модели, обосновывающие использование эталонов сравнения.

Обоснованность выводов диссертации подтверждается экспериментальными данными, подробно приведенными в диссертации, и грамотным использованием методов математической статистики при их обработке, в частности, критерия Фишера для

проверки гипотезы об экспоненциальной зависимости поверхностной плотности покрытия от интенсивности рентгенофлуоресцентного излучения.

По диссертационной работе и автореферату имеются некоторые замечания.

1 Имеются неточности в обосновании формулы для интенсивности рентгенофлуоресцентного пика в покрытии, на основании которой строятся физико-математические модели поверхностной плотности покрытий (формула (38) диссертации и (1) в автореферате.)

Утверждается, что «предложено заменить массовый коэффициент поглощения первичного и вторичного рентгеновского излучения на линейный коэффициент поглощения для перехода от толщины к поверхностной плотности покрытия» (стр. 54 в диссертации и стр.14 в автореферате). В то же время в расшифровке обозначений к этой формуле данному коэффициенту правильно приписана размерность $\text{м}^2/\text{кг}$, что характерно именно для массового, а не для линейного коэффициента поглощения. Прослеживание вывода этой формулы показывает, что переход к поверхностной плотности покрытия осуществлен путем замены в формуле (19), приведенной в главе 1, произведения γT (объемная плотности покрытия умноженная на его толщину) на поверхностную плотность покрытия ρ . Имеются и другие неточности, связанные с обсуждаемой формулой. В расшифровке обозначений массовой доле i -го элемента x_i приписана размерность %. В то же время в формулах 1 главы диссертации, из которых выведена обсуждаемая формула, указано, что массовая доля элемента безразмерная (см. расшифровку обозначений к формуле (17) на стр.34).

2 При введении поправки на ослабление излучения верхними слоями покрытия по закону Бугера-Ламберта-Бера не уточняется, ослабление какого излучения рассматривается – первичного, возбуждающего флуоресценцию, или рентгенофлуоресцентного. Следовало бы рассмотреть ослабление обоих излучений.

3 В диссертации и автореферате нет оценки точности построенных физико-математических моделей и сделанных при их построении допущений (в т.ч. замены экспоненциальных зависимостей линейными).

4 При изложении материала в диссертации допущен ряд неточностей.

4.1 На стр. 27 переход от формулы (5) к формуле (6) обосновывается использованием формулы (13). Из изложения следует, что имеется в виду формула (3).

4.2 На стр.30 указано, что «общий поток фотонов от атомов i -го элемента для перехода $L_3 \rightarrow K$ можно описать формулой (15)». Не поясняется, что представляют собой уровни L_3 и K , то ли это произвольно выбранные уровни, то ли уровни, выбранные по определенным критериям.

4.3 Один и тот же абзац, посвященный гравитметрическому методу измерения массы эталонов сравнения, повторен в диссертации дважды – в конце стр.53 и в начале стр.54.

4.4 На стр. 31 диссертации текст перед формулой (16) утверждает, что «Массовый коэффициент поглощения μ_i учитывает три эффекта...».

По терминологии, принятой в диссертации, и исходя из формулы (16) видно, что имеется в виду коэффициент ослабления, учитывающий, наряду с поглощением, также когерентное и некогерентное рассеяние.

4.5 Перед формулой (28) на стр. 34 написано «В случае немонохроматического излучения формула (35) примет вид...». По ходу изложения видно, что в действительности имеется в виду формула (25).

4.6 На той же стр. 34 предпоследний абзац начинается словами «Уравнение (15), в котором суммируются выражения (19), (22) и (26), дает систему интегральных уравнений...». По ходу изложения видно, что в действительности имеется в виду уравнение (28).

Указанные замечания не оказывают существенного влияния на общую положительную оценку диссертации, которая является законченной научно-исследовательской работой по актуальной тематике. Работа содержит новые и обоснованные научные результаты, представляющие интерес для практического использования и частично уже внедренные в промышленность.

Диссертация соответствует требованиям «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842, а её автор, Александр Сергеевич Васильев, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.2.10 «Метрология и метрологическое обеспечение».

Официальный оппонент,

ведущий научный сотрудник ФГБУ «ВНИИОФИ», д.т.н.

 А.Д. Левин

« 23 » апреля 2025 г.

Почтовый адрес: 119361, г. Москва, Озёрная ул., 46.

Тел. +7 (495) 437 56 33, E-mail: levin-ad@vniiofi.ru

Подпись ведущего научного сотрудника ФГБУ «ВНИИОФИ», д.т.н. Левина Александра Давидовича заверяю

Ученый секретарь совета учреждения

 Ус Е.А.

« 22 » апреля 2025 г.



Сведения об официальном оппоненте

на диссертацию Васильева Александра Сергеевича
на тему «Метрологическое обеспечение измерений поверхностной плотности и массовой доли элементов в многослойных и многокомпонентных металлических покрытиях с применением метода рентгенофлуоресцентного анализа»,
подготовленной по специальности 2.2.10 «Метрология и метрологическое обеспечение»
на соискание ученой степени кандидата технических наук

Фамилия	Левин
Имя	Александр
Отчество	Давидович
Дата рождения	
Гражданство	Российская Федерация
Ученая степень	Доктор технических наук
Ученое звание	
Шифр и наименование специальности, по которой защищена диссертация (для доктора наук – на соискание учёной степени доктора наук)	05.11.16 — «Информационно – измерительные и управляющие системы»
Полное наименование организации, которая является основным местом работы	Федеральное государственное бюджетное учреждение «Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений» (ФГБУ «ВНИИОФИ»)
Должность	ведущий научный сотрудник
Структурное подразделение	лаборатория аналитической спектроскопии и метрологии наночастиц
Адрес организации (с указанием индекса)	119361, г. Москва, Озёрная ул., 46
Телефон рабочий	+7 (495) 781-24-55
Телефон мобильный (при наличии)	
E-mail:	levin-ad@vniiofi.ru

Список основных публикаций в рецензируемых научных изданиях по теме диссертации за последние 5 лет (не более 15 публикаций)

- 1 Levin A.D., Alenichev M.K., Drozhzhennikova E.B., Ringaci A., Shevchenko K.G., Cherkasov V.R., Nikitin M.P., Nikitin P.I. Dynamic light scattering biosensing based on analyte-induced inhibition of nanoparticle aggregation // Analytical and Bioanalytical Chemistry. 2020. T. 412. № 14. С. 3423-3431.
- 2 А.Ю. Садагов, Т.А. Гойдина, В.А. Асеев, Н.В. Никоноров, Ю.К. Федоров, М.М. Чугунова, А.Д. Левин Меры на основе стекол, активированных ионами редкоземельных элементов, для калибровки флуоресцентных и рамановских спектрометров // Оптика и спектроскопия, 2020, том 128, вып. 10, стр. 1535-1543
- 3 Ю.М. Садагов, А.Д. Левин, И.В. Бирюкова, Функции преобразования в электротермической атомно-абсорбционной спектрометрии //Измерительная техника, 2021, №4, стр. 63-67.
- 4 M.K. Alenichev, A.D. Levin, A.A. Yushina et al Nano-biosensor based on the combined use of the dynamic and static light scattering for *Aspergillus galactomannan* analysis. Sensing and Bio-Sensing Research 2022, v.35, 100475, p.p.1-10

- 5 А.А. Саакян, А.А. Юшина, А.Д. Левин Классификация бренди и коньячной продукции по географическому происхождению и сроку выдержки с использованием спектроскопии комбинационного рассеяния и машинного обучения// Измерительная техника, 2023, № 3, стр.33-39
- 6 А.А. Юшина, В.А. Асеев, А.Д. Левин Разработка мер для метрологического обеспечения спектроскопии комбинационного рассеяния света // Эталоны. Стандартные образцы. 2023. Т. 19, № 1. С. 51–64
- 7 А.В. Саакян, А.Д. Левин Программное обеспечение для обработки спектральных данных методами хемометрики и машинного обучения.// Аналитика, 2024, Т. 14, № 2, С.154-160.
- 8 А.А. Юшина, М.К. Аленичев, А.В. Саакян, А.Д. Левин Мера волновых чисел рамановских сдвигов и возможности ее применения для количественного анализа // Эталоны.Стандартные образцы. 2025, Т. 21, №1, С.22-37.

Доктор технических наук



Левин А.Д.

Подпись ведущего научного сотрудника ФГБУ «ВНИИОФИ», д.т.н. Левина
Александра Давидовича заверяю

Ученый секретарь совета учреждения



Ус Е.А.

