

ОТЗЫВ

официального оппонента

доктора технических наук, заместителя начальника НИО-6 по научной работе – учёного – хранителя государственного эталона Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений»

Прокунина Сергея Викторовича

на диссертацию Колобовой Анны Викторовны

«Развитие системы метрологического обеспечения промышленного производства больших объемов стандартных образцов состава газовых смесей», представленную на соискание ученой степени доктора технических наук по специальности

2.2.10 - Метрология и метрологическое обеспечение

Актуальность темы диссертации. Измерение состава газовых и газоконденсатных сред относится к одной из важнейших измерительных задач в различных областях науки и техники, в том числе при проведении фундаментальных исследований, в промышленном производстве химических веществ и материалов, в экологии, медицине, контроле воздуха рабочей зоны, промышленных выбросов и пр.

От точности результатов измерения содержания компонентов в технологических газах и газовых смесях, применяемых при производстве различных видов промышленной продукции, напрямую зависит качество конечного продукта. С другой стороны, точность результатов измерений содержания вредных загрязняющих веществ в атмосферном воздухе, в промышленных выбросах и в воздухе рабочей зоны определяет соответствие экологическим и санитарным нормам, от точности и достоверности результатов измерений концентрации взрыво- и пожароопасных веществ



зависит безопасность трудовой деятельности персонала и эксплуатации зданий и технических сооружений и т.д.

Одним из главных условий достижения достоверности результатов измерений состава газовых и газоконденсатных сред является система метрологического обеспечения, создающая возможность получения результатов измерений, прослеживаемых к первичному эталону, путем передачи единиц содержания компонентов рабочим эталонам и средствам измерений с помощью стандартных образцов состава газовых смесей в баллонах под давлением.

После преодоления последствий сокращения промышленного производства, в Российской Федерации с начала 2000-ных годов начался промышленный рост, который, среди прочего, обусловил увеличение количества предприятий и организаций, для которых газоаналитические измерения играют важную роль. В этих условиях возросла потребность в средствах измерений состава газовых сред, предназначенных для решения широкого круга газоаналитических задач и соответствующих средств их метрологического обеспечения.

В то же время, существующая эталонная база физически не могла обеспечить метрологический контроль быстро растущего количества средств газоаналитических измерений в полном объеме и настоятельно требовала дальнейшего развития в части метрологического обеспечения выпускаемых стандартных образцов, объем выпуска которых предприятиями-изготовителями в последние два десятилетия также значительно вырос. При этом современный этап социально-экономического развития страны обусловил потребность в новых типах стандартных образцов состава газовых смесей, характеризующихся сложным, многокомпонентным составом аналитической матрицы и охватывающих большую номенклатуру определяемых веществ, что соответствовало новым измерительным задачам при контроле газовых сред.

Это потребовало глубокой модернизации системы метрологического обеспечения газоаналитических измерений в стране, начиная с ее первичного звена – Государственного первичного эталона единиц молярной доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах.

В связи с изложенным, цель и основные задачи представленной диссертационной работы Колобовой Анны Викторовны, посвященной важной **государственной научно-технической проблеме** – устранению несоответствия системы метрологического обеспечения промышленного производства больших объемов стандартных образцов состава газовых смесей требованиям современного этапа социально-экономического развития Российской Федерации, несомненно **являются актуальными в научном плане и, безусловно, востребованными с практической точки зрения.**

Общая характеристика работы. Текст диссертации соответствует требованиям, предъявляемым к оформлению диссертационной работы, и имеет достаточное количество поясняющих рисунков и таблиц. Научные положения выносимые на защиту, изложенные в работе, имеют четкую и ясную формулировку.

Диссертация состоит из введения, 4 глав, заключения, списка используемых литературных источников (344 наименований). Текст диссертации изложен на 335 страницах, включая 33 рисунка, 52 таблицы и 4 приложения.

Во введении обоснована актуальность темы диссертационной работы, сформулированы цель, задачи, научная новизна работы, научные положения выносимые на защиту, практическая значимость результатов.

В первой главе представлен обзор литературных данных, где проведен анализ состояния системы метрологического обеспечения в области газоаналитических измерений в Российской Федерации в текущих условиях и с учетом тенденций развития газоаналитических измерений, как в стране, так и на международном уровне. Анализ позволил диссертанту подтвердить

необходимость совершенствования всех уровней системы метрологического обеспечения газоаналитических измерений в стране, начиная с Государственного первичного эталона содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах. В заключении главы представлены выводы из проведенного литературного обзора, которые позволили поставить цель и задачи диссертационной работы.

Во второй главе рассмотрены вопросы создания Государственного первичного эталона единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах (ГЭТ 154) нового поколения. С учетом особенности измерений состава веществ, при которых важную роль играют чистые вещества, определяющие крайние точки шкалы значений содержания определяемого компонента, автором описан и научно обоснован алгоритм оценки чистоты вещества в газовой фазе на аналитической аппаратуре с последующим расчетом содержания основного компонента по измеренным значениям молярной доли примесей с применением метода массового баланса.

Для реализации высокоточных методов анализа содержания примесей, которые обладают различными физико-химическими свойствами, разработаны требования к измерительной аппаратуре, удовлетворяющей требованиям по определению примесей с учетом предела обнаружения, чувствительности и селективности, на базе которых сформирован итоговый комплекс аппаратуры по определению чистоты веществ в газовой фазе.

Диссертантом разработана структурно-операционная схема воспроизведения единиц содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, для различных классов газообразных веществ. Проведены экспериментальные исследования по оценке неопределенности единиц содержания определяемых компонентов в гравиметрических газовых смесях в зависимости от физико-химических свойств газовых сред, в частности степени чистоты исходных веществ, а также от технологических

параметров процесса приготовления гравиметрических стандартных образцов газовых смесей.

Диссертантом разработана и подробно описана методика приготовления гравиметрических газовых смесей.

Для оценки стабильности воспроизведения единиц содержания компонентов был разработан и применен алгоритм комплексной верификации гравиметрических газовых смесей, реализованный в специализированном программном обеспечении.

Результаты этих теоретических и экспериментальных исследований использованы в процессе создания Государственного первичного эталона единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах нового поколения.

В качестве основных средств передачи единиц молярной доли компонентов в газовых и газоконденсатных средах были разработаны и внедрены в практику стандартные образцы утвержденного типа – эталоны сравнения, что подтверждается актом внедрения.

По завершению работ совершенствования ГЭТ 154 была пересмотрена Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, устанавливающая порядок передачи единиц от ГЭТ 154 вторичным эталонам, рабочим эталонам и средствам измерений.

В третьей главе представлены результаты по совершенствованию методов и средств передачи единиц содержания компонентов от государственного первичного эталона.

Описаны проблемы создания эталонов сравнения – стандартных образцов газовых смесей, связанные с их изготовлением и верификацией. Приведены основные виды примесей в газовых смесях и их предел обнаружения. Подробно описана газосмесительная аппаратура и алгоритмы воспроизведения единицы молярной доли компонентов в стандартных образцах газовых смесей.

Приведены результаты разработки метода по аттестации вторичных эталонов на основе ИК-Фурье спектрометра с применением цифровой спектральной модели эталонных смесей – стандартных образцов газовых смесей для выпуска стандартных образцов 1 и 2-го разрядов.

Подробно приведен бюджет источников неопределенности связанных и несвязанных с параметрами ИК-Фурье спектрометров.

Представлен поэлементный метод аттестации рабочих эталонов на основе динамической газосмесительной установки, который является самым традиционным и простым в аппаратном оформлении.

В заключении главы представлен детальный расчет бюджета неопределенности аттестованных характеристик стандартных образцов и раздел, описывающий контроль метрологических характеристик выпускаемых стандартных образцов.

В четвертой главе приводятся результаты международных ключевых сличений.

Приведено формирование механизма установления эквивалентности эталонов в рамках международного Соглашения о взаимном признании, обеспечивающее взаимное признание национальных эталонов и сертификатов калибровки и измерений, выдаваемых национальными метрологическими институтами (НМИ).

В работе описаны обобщенные подходы для выбора направлений и порядок проведения ключевых сличений.

Приведен полный список международных сличений за период 2010 – 2025 гг. с иллюстративными материалами, где представлены положительные результаты полученные диссертантом.

В заключении сформулированы основные выводы и результаты диссертационной работы.

Степень обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации, их достоверность и новизна. Исследования проводились на основе применения теоретических основ метрологии определения состава веществ, с использованием общепризнанных методов построения физико-математических моделей, статистической обработкой экспериментальных данных. Данный выбор является обоснованным и методически правильным.

В процессе исследований автором были получены следующие результаты:

1. На основании анализа актуальных и перспективных измерительных газоаналитических задач определены недостатки существующей системы их метрологического обеспечения в Российской Федерации, что позволило сформулировать цель и задачи исследований.

2. Усовершенствована физико-математическая модель воспроизведения единиц содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах, которая использована при создании ГПЭ нового поколения.

3. Разработан метод комплексной верификации для контроля стабильности воспроизведения единиц содержания компонентов ГПЭ.

4. Разработана физико-математическая модель передачи единицы молярной доли компонентов от ГПЭ к вторичным эталонам (ВЭТ) нового поколения, внедрение которой обеспечило возможность рационализации процедуры передачи единиц молярной доли путем уменьшения количества транспортируемых эталонов сравнения.

5. Разработаны предложения по дополнению Государственной поверочной схемы новой линией передачи от эталонов сравнения чистых газов.

6. Разработан и внедрен метод удаленной аттестации с применения цифровых спектральных моделей эталонных установок (ЭУ) предприятий-изготовителей для получения стандартных образцов газовых смесей 1-го и 2-го разрядов.

7. Разработан новый метод выходного контроля метрологических характеристик (МХ) каждого производимого стандартного образца газовых смесей с применением разработанных двух специализированных многокомпонентных газовых смесей.

8. Разработана процедура определения состояния готовности предприятий-изготовителей к расширению номенклатуры и количества выпускаемых стандартных образцов газовых смесей. Проведен анализ существующих предприятий и дана количественная оценка уровня их готовности.

9. Обеспечено участие ГЭТ 154 в международных сличениях под эгидой Консультативного Комитета Количества Вещества (КККВ) Международного бюро мер и весов (МБМВ) по измерительной категории «Газы», Доказана эквивалентность ГЭТ национальным эталонам национальных метрологических институтов (НМИ) развитых стран.

Обоснованность и достоверность полученных результатов и выводов подтверждается корректной формулировкой цели и задач исследования, использованием для достижения цели методов, базирующихся на использовании высокоточных аналитических методов анализа и статистических методах обработки полученных результатов. Кроме того, обоснованность и достоверность полученных результатов и выводов подтверждены положительными результатами ключевых международных сличений, в которых принимал участие усовершенствованный первичный эталон нового поколения и в которых была установлена его эквивалентность относительно эталонов, эксплуатируемых в других странах, на основании чего в Международную базу калибровочных и измерительных возможностей (KCDB BIPM) от Российской Федерации было внесено более 300 строк.

Научной новизной обладают следующие результаты диссертационной работы:

– усовершенствованы процедуры воспроизведения и передачи единиц содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах на основе

оригинальных физико-математических моделей, включающие алгоритмы расчета неопределенности, комплексную верификацию эталонных газовых смесей на каждой эталонной установке ГЭТ 154;

- впервые обоснована, разработана и внедрена принципиально новая физико-математическая модель передачи единицы молярной доли компонентов от ГЭТ 154 к эталонным установкам предприятий - изготовителей на основе воспроизведения единицы молярной доли компонентов в чистых газах и газовых смесях вторичными эталонами;

- впервые разработан метод удалённой аттестации эталонных установок для получения стандартных образцов газовых смесей 1-го и 2-го разрядов, содержащих определяемые компоненты, имеющие спектр поглощения в инфракрасной области, с использованием цифровых спектральных моделей без применения транспортируемых стандартных образцов.

Теоретическая ценность научных результатов диссертации.

1. На основании выявленных тенденций и направлений развития газоаналитических измерений диссертантом сформулированы основные принципы совершенствования системы их метрологического обеспечения, как на уровне первичного эталона, так и на уровне предприятий-изготовителей стандартных образцов газовых смесей в баллонах под давлением. При этом разработанная автором методология обладает потенциалом для обучения при подготовке новых кадров специалистов-метрологов, предлагая пример анализа таких сложных систем как метрологическое обеспечение измерений путем использования структурированного подхода к выбору и обработке информации, выявления причинно-следственных связей, оценки и ранжирования влияющих факторов на состояние системы, что в итоге определило превращение набора разрозненных сведений в инструмент достижения цели исследования.

2. Разработанные диссертантом модели воспроизведения и передачи единиц содержания целевых компонентов газовых смесей с использованием

эталонов сравнения—чистых газов с нормированным содержанием примесных компонентов вносят вклад в развитие теоретических основ и совершенствование измерений состава сложных, многокомпонентных газовых сред с широкой номенклатурой целевых определяемых веществ.

3. Разработанный автором и впервые апробированный на практике метод удаленной аттестации вторичных эталонов на основе сравнения цифровых спектральных моделей разрядных стандартных образцов газовых смесей закладывает основу принципиально нового направления метрологии состава веществ – цифровизации процедур удаленного контроля эталонного оборудования предприятий-изготовителей стандартных образцов.

Практическая значимость диссертации заключается в следующих результатах, полученных при участии автора:

- создан ГПЭ нового поколения, как комплекс многофункциональных установок, обеспечивающий воспроизведение единиц содержания компонентов, охватывающих все основные группы газовых сред, соответствующих текущим и среднесрочным перспективным потребностям в газоаналитических измерениях;

- обеспечено проведение менее трудоемкого контроля стабильности воспроизведения единиц содержания компонентов ГЭТ 154 при помощи метода комплексной верификации;

- разработаны методики первичной и периодической аттестации более 30 эталонов, функционирующих на предприятиях–изготовителях стандартных образцов газовых смесей;

- разработана МИ 3690-2025 «Рекомендация. Государственная система обеспечения единства измерений. Вторичные эталоны – многофункциональные эталонные установки, обеспечивающие выпуск стандартных образцов состава газовых смесей 0-го разряда. Типовые требования к составу», которая значительно уменьшила трудоемкость при создании стандартных образцов газовых смесей;

– разработаны и внедрены на 3-х предприятиях–изготовителях стандартных образцов газовых смесей вторичные эталоны (ВЭТ) содержания компонентов в газовых смесях нового поколения, что позволило уменьшить выпуск эталонов сравнения газовых смесей в 3 раза за счет их замены на стандартные образцы 0-го разряда и оптимизировать логистические расходы предприятий на транспортируемые эталоны газовых смесей и сократить нагрузку на эталонное оборудование ГПЭ;

– внедрена и функционирует на практике Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в газовых и газоконденсатных средах.

Полнота опубликования основных результатов работы в научной печати и соответствие автореферата диссертации. Основные результаты теоретических и экспериментальных исследований, в достаточной мере отражены в 40 научных работах, среди которых 14 в изданиях, включенных в перечень рецензируемых журналов, рекомендованных ВАК, 22 в изданиях, индексируемых в международной библиографической базе Scopus, количество монографий – 4, получен 1 патент, получено 1 свидетельство о регистрации программы для ЭВМ.

Автореферат полностью соответствует диссертации и отражает основные положения, результаты и выводы работы, включая список опубликованных автором работ.

Замечания по содержанию диссертационной работы. По содержанию диссертации возникли следующие вопросы/замечания:

1. В диссертации не представлены варианты поддержания внесенных в базу данных МБМВ по измерительной категории «Газы» калибровочных и измерительных возможностей России в условиях санкционного давления.

2. Учитывая перспективность метода удаленной аттестации с использованием цифровых моделей, рассматривалась ли автором

возможность расширения этого подхода с использованием других спектральных или иных методов измерений?

3. В диссертации отсутствуют материалы по обоснованию номенклатуры и количества эталонов сравнения чистых газов (ЭС ЧГ) для обеспечения передачи единицы от ГПЭ к ВЭТ.

4. В работе отсутствуют сравнительные данные по использованию отечественных баллонов и баллонов зарубежного производства, применяемых для хранения эталонных газовых смесей

5. Автора прошу пояснить, по каким причинам приведенный в диссертационной работе поэлементный метод аттестации рабочего эталона на основе динамической газосмесительной установки не отражен в автореферате. Считаю, данный метод аттестации является перспективным и позволяет уменьшить трудозатраты изготовления ЭС на ГПЭ.

Указанные недостатки не критичны в представленной диссертации и не влияют на общую положительную оценку работы.

Общее заключение по диссертационной работе. Основные результаты диссертации в достаточной степени отражены в отечественных и зарубежных научных изданиях и успешно апробированы на международных и всероссийских конференциях, а также при участии в международных ключевых сличениях проводимых Международным Бюро Мер и Весов.

Диссертация Колобовой Анны Викторовны, на соискание ученой степени доктора технических наук является завершенным научным трудом, в котором решена крупная научно-техническая проблема, имеющая важное значение для страны, обеспечивающая получение достоверных результатов измерений состава газовых сред широкого назначения и подтверждающая высокий международный метрологический статус Российской Федерации на мировом уровне в области газового анализа.

Считаю, что диссертационная работа выполнена на высоком научном уровне и соответствует требованиям, предъявляемым к докторским диссертациям п.9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. N 842 и паспорту специальности 2.2.10 - Метрология и метрологическое обеспечение, а её автор Колобова Анна Викторовна заслуживает присуждения ей ученой степени доктора технических наук по специальности 2.2.10 - «Метрология и метрологическое обеспечение».

Официальный оппонент,
доктор технических наук,
заместитель начальника НИО-6 по научной работе – учёный – хранитель
государственного эталона Федерального государственного унитарного
предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт физико-
технических и радиотехнических измерений»



Прокунин Сергей Викторович

«23» 10 2025 года

Почтовый адрес: 141570, Московская область, г. Солнечногорск,
пгт. Менделеево (промзона ВНИИФТРИ)

телефон: +7(495)526-63-21, электронная почта: prokunin@vniiftri.ru

Подпись Прокунина Сергея Викторовича удостоверяю.

Начальник отдела кадров



О.А. Лобова



Приложение

Сведения об официальном оппоненте

по диссертации Колобовой Анны Викторовны на тему: «Развитие системы метрологического обеспечения промышленного производства больших объемов стандартных образцов состава газовых смесей», подготовленной по специальности 2.2.10 «Метрология и метрологическое обеспечение» на соискание учёной степени доктора технических наук

Фамилия, имя, отчество	Прокунин Сергей Викторович
Дата рождения	
Учёная степень	Доктор технических наук
Учёное звание	нет
Академическое звание	нет
Шифр и наименование специальности, по которой защищена диссертация	2.2.10 - «Метрология и метрологическое обеспечение»
Полное название организации, которая является основным местом работы	Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений»
Организационно – правовая форма	Федеральное государственное унитарное предприятие
Ведомственная принадлежность	Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)
Наименование структурного подразделения	Научно–исследовательское отделение физико-химических и электрических измерений (НИО–6)
Должность	Заместитель начальника НИО-6 по научной работе – учёный – хранитель государственного эталона ФГУП «ВНИИФТРИ»
Адрес организации	141570, Московская область, г. Солнечногорск, рабочий посёлок Менделеево, промзона ФГУП «ВНИИФТРИ», корпус 11.
Телефон (оппонента)	+79060297461
Адрес электронной почты	prokunin@vniiftri.ru

Список основных публикаций в рецензируемых научных изданиях по теме диссертации:

1. CCQM-K170 - Electrolytic conductivity at 0.5 S M⁻¹ and 20 S M⁻¹ - Final report Wang H., Wang M., Song X., Seitz S., Máriássy M., Nagy D., Godínez J.U., Aparicio J.L.O., Vičarová M., Quino J.L.G., Quispe J.P.T., Vásquez Arellán Ja., Rosas Ch.U., Quezada H.T., Torres G., Suaza B., Gonzaga F.B., Cunha K.Da.C., Galli L.A., Puelles L.M., Prokunin S.V. et al. Metrologia. 2025. T. 62. № 1A. C. 08002.
2. CCQM-K91.2022 Key comparison on pH of an unknown phthalate buffer Gonzaga F.B., Pardellas L.Da.S., Nagy D., Nagyné Szilágyi Z., Dimitrova L., Hindayani A., Montero-Ruiz Ja., Ortiz-Aparicio J.L., Roziková M., Torrez J., Gamboa M., Galli A., Rinaldi A., Berón C., Berta Yu., Gelabert V., Fajardo S., Hongyu X., Bing Wu., Xinyang He., Prokunin S.V. et al. Metrologia. 2024. T. 61. № 1A. C. 08014.
3. CCQM-K161 "Anions in seawater" Jingbo Ch., Liandi Ma., Naijie Sh., Yunqiao Li., Yan Ch., Lijie D., Yuanjing Zh., Grinberg P., Mester Z., Pagliano E., Quezada H.T., Gamba J.P.A., Tahoun I.F., Rienitz O., Towara J., Pape C., Schulz U., Roethke A., Fung W.H., Lau Ja.Po.K., Prokunin S.V. et al. Metrologia. 2024. T. 61. № 1A. C. 08016.
4. Пути уменьшения суммарной стандартной неопределённости измерений рН на государственном первичном эталоне Прокунин С.В., Веньгина Д.А., Добровольский В.И., Щипунов А.Н. Альманах современной метрологии. 2024. № 2 (38). С. 78-88.
5. Методика приготовления образцов для международных и межлабораторных сличений в области измерения водородного показателя боратного буферного раствора Прокунин С.В., Веньгина Д.А., Добровольский В.И., Оганян Н.Г., Щипунов А.Н. Альманах современной метрологии. 2023. № 1 (33). С. 36-41.
6. Разработка технологии изготовления рабочего эталона активности ионов кальция для поверки ионоселективных электродов Прокунин С.В., Добровольский В.И., Галкина Л.В., Веньгина Д.А. Альманах современной метрологии. 2020. № 1 (21). С. 197-202.
7. The research of the possibility to apply the ionchromatographic method to the monitoring metrological characteristics of the working standards of ion activity Prokunin S., Galkina L., Dobrovolskiy V., Oganyan N. В сборнике: Journal of Physics: Conference Series. 4, Let's Speak About Measurement Uncertainty. 2019. С. 012009.
8. Metrological support of ion-selective electrodes Prokunin S., Dobrovolskiy V., Galkina L., Vengina D. В сборнике: Journal of Physics: Conference Series. 4, Let's Speak About Measurement Uncertainty. 2019. С. 012019.

9. Метрологическое обеспечение ионометрических измерений. государственный первичный эталон рН Добровольский В.И., Прокунин С.В. Альманах современной метрологии. 2019. № 1 (17). С. 72-78.
10. Влияние чистоты химических веществ, используемых при изготовлении рабочих эталонов рН на метрологические характеристики при определении водородного показателя Прокунин С.В., Фролов Д.Д., Глаздов А.А. Альманах современной метрологии. 2016. № 6. С. 66-71.

Заместитель начальника НИО-6 по научной
работе – учёный – хранитель государственного
эталона ФГУП «ВНИИФТРИ»

Прокунин С.В.

М.п.

Подпись Прокунина С.В. удостоверяю.

Начальник отдела кадров ФГУП «ВНИИФТРИ»



Лобова О.А.