

## ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертацию СОБИНЫ ЕГОРА ПАВЛОВИЧА, на тему «Совершенствование системы метрологического обеспечения средств измерений пористости и проницаемости твердых веществ и материалов», представленную на соискание ученой степени доктора технических наук по специальности 05.11.15 - Метрология и метрологическое обеспечение.

На отзыв представлена диссертация на 411 листах (401 лист основного текста) и автореферат на 50 страницах. Диссертация состоит из введения, шести глав, выводов, списка литературы на 340 ссылок и одного приложения.

**Актуальность темы диссертации** определяется широчайшим использованием пористых и дисперсных материалов в современной промышленности при отсутствии в России централизованного метрологического обеспечения таких величин, как удельная сорбция и поверхность, пористость и проницаемость. Во-первых, отсутствие широкого спектра ГСО для обсуждаемых величин создает серьезные трудности как в текущей работе лабораторий, так и при проведении межлабораторных сравнений. Во-вторых, вышеупомянутые величины являются по своему физическому смыслу переменными, то есть зависящими от условий и способа измерений. Это приводит к необходимости унификации условий измерений и также самих измерительных устройств. Естественно, что такие рекомендации должны быть обоснованы с научной, инструментальной и метрологической точек зрения. Кроме того, они должны быть практичными, иначе им никто не будет следовать.

Таким образом, поставленная автором цель создания централизованной системы метрологического обеспечения измерений удельной поверхности, удельного объема и размера пор, а также коэффициента газопроницаемости является **актуальной**.

### Общая характеристика работы

Во введении обоснована актуальность темы, ее практическое значение и сформулирована цель работы. В первой главе проведен анализ существующих методов измерения пористости и проницаемости твердых веществ, а также состояния их метрологического обеспечения. Вторая глава посвящена вопросам оптимизации измерений, выбору физико-химических моделей и веществ для создания ГСО. Там же предложен набор уравнений для расчета вышеперечисленных величин и перечень условий, для осуществления воспроизводимых измерений. Третья глава посвящена технологическим подходам к изготовлению ГСО и эталонов сравнения. Здесь рассмотрены последовательности операций по изготовлению воспроизводимых ЭС и критерии выбора этих операций. В качестве методов аналитического контроля использованы классические методы электронной микроскопии, дифференциальной сканирующей термогравиметрии, калориметрии с масс-



спектрометрическим детектированием, а также методов рентгеновской дифракции и флуоресценции. В четвертой главе рассмотрено создание государственной поверочной системы. В пятой главе представлены результаты международных сличений разработанного автором эталона с аналогичными эталонами других стран и продемонстрирован хороший уровень согласования результатов измерений. Несколько выделяются данные по измерению удельной адсорбции, выполненные в Китае (NIM). В последней главе описаны результаты внедрения разработанного эталона в практику измерений. Представленные данные свидетельствуют о большой практической важности выполненной работы. Выводы по диссертации в основном представляют собой перечисление полученных результатов.

**Научная задача**, решаемая в диссертационной работе, определена автором как разработка и внедрение научно-методических и технологических принципов изготовления эталонов пористых веществ, а также унифицированных методов их воспроизводимого их измерения и передачи конечным пользователям.

**Научная новизна** работы заключается в разработке физико-математических моделей воспроизведения единиц удельной поверхности, пористости и газопроницаемости, разработке алгоритмов расчета неопределенности этих измерений, разработке научно-методических и технологических принципов изготовления соответствующих эталонов и решении проблемы передачи величины удельной поверхности на нижнем пределе диапазона.

**Практическая значимость** работы заключается в том, что впервые разработан государственный первичный стандарт единиц измерения величины удельной поверхности, пористости и газопроницаемости в широком диапазоне определяемых величин. Также разработаны 16 видов СО, успешно прошедших испытания. Автором выполнен огромный объем работ по проверке воспроизводимости, международному сличению и регистрации полученных методик и стандартов. Показано, что ГЭТ-210 эквивалентен зарубежным аналогам и позволяет обеспечить международное признание результатов измерений. С использованием оборудования, входящего в состав ГЭТ-210 проведена метрологическая аттестация 9 методик измерений, характеризующих пористость и газопроницаемость.

**Научные результаты**, полученные в диссертации, являются новыми и оригинальными, обоснованными и достоверными. Это обеспечивается корректным применением апробированных методов теоретического и экспериментального исследования. Диссертация изложена аккуратно, корректным научным языком, материал логически структурирован. Автореферат соответствует содержанию диссертации и раскрывает ее

сущность. Основные положения диссертации изложены в 54 научных публикациях в изданиях, включенных в список ВАК.

**По содержанию диссертации возникли следующие вопросы и замечания:**

1. Почему в качестве метода, характеризующего химический состав сорбентов, (общая схема разработки ЭС и СО, стр. 23 автореферата и стр. 216 диссертации) использован энергодисперсионный анализ? Во-первых, непонятно, чем хуже волновая рентгеновская флуоресценция? Во-вторых, такие важные элементы как литий и бор практически не определяются этим видом анализа, но сильно влияют на пористость материала даже в малых количествах, особенно после термообработки. Кстати, использование энергодисперсионного зонда рентгеновской флуоресценции, не является таким уж надежным способом полного количественного химического анализа.
2. Чем кроме прилегания слоев автор может объяснить разницу между геометрической и измеренной площадями поверхности алюминиевой фольги (таблица 3.6, стр. 225 диссертации). По измерениям получается  $50 \text{ см}^2/\text{г}$ , а по геометрии 75. Хотелось бы увидеть простую характеристику воспроизводимости измерений удельной поверхности алюминиевой фольги.
3. В разделе 3.2.2. представлены результаты ТГА-ДСК-МС измерений материалов, предназначенных для изготовления стандартов. По этим данным автор выбирает условия дегазации и термодесорбции. Было бы логично провести аналогичные измерения с уже готовыми образцами, прошедшими тренировку термодесорбцией. Однако таких данных нет. И как убедиться, что посторонние примеси полностью удалены с поверхности материала?
4. По рентгенограмме материала керамической мембраны, представленной на рис. 3.56 есть два вопроса. Чему все-таки соответствуют лишние рефлексы на рентгенограмме? Это точно не кварц, а примесь любого оксида железа плохо видна на длине волны  $1.54 \text{ \AA}$ , при которой велась съемка. Уж во всяком случае они точно не дали бы половину интенсивности от высоты максимального пика. Да и образец имел бы в этом случае заметную желтую или темную окраску. Кстати, почему не вычислены размеры областей когерентности по основным осям элементарной ячейки, как это было сделано чуть ранее, для гранулированного оксида алюминия на рис. 3.55?
5. В заключение хотелось бы задать автору диссертации вопрос о так называемых фрактало-подобных структурах. Под последними я понимаю твердые рентгено-аморфные фазы, полученные осаждением из растворов соединений с крайне низким произведением растворимости. Например, такие, как сульфид меди (II). Из природных материалов к таковым относятся железомарганцевые конкреции. Эти материалы также широко применяются в промышленности в качестве наполнителей и покрытий, а при измерении удельной поверхности ведут себя весьма капризно. Чем вызвано отсутствие этого класса материалов в диссертации?

**Выводы:**

Диссертация **Собины Егора Павловича** представляет собой фундаментальное, законченное и добросовестное исследование в котором поставлена и решена актуальная научно-техническая проблема создания единой системы стандартов, а также средств измерений и передачи геометрических характеристик пористых веществ. Совокупность новых научных положений и результатов диссертации свидетельствует о большом личном вкладе автора в метрологию.

По научному содержанию, глубине и полноте выполненных исследований диссертация Е.П.Собины соответствует критериям "Положения о присуждении ученых степеней", утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842, которым должна отвечать диссертация, представленная на соискание ученой степени доктора технических наук, а ее автор **СОБИНА ЕГОР ПАВЛОВИЧ**, **заслуживает** присуждения ему **ученой степени доктора технических наук** по специальности 05.11.15- Метрология и метрологическое обеспечение.

Официальный оппонент:

ведущий научный сотрудник

Центра коллективного пользования

Санкт-Петербургского

горного университета

199106, Санкт-Петербург, Васильевский остров, 21 линия д.2;

тел. (812)-328-82-00

rovarov\_vg@pers.spmi.ru

доктор химических наук



Поваров Владимир Глебович

12 мая 2020 г.

Подпись официального оппонента, ведущего научного сотрудника Центра коллективного пользования высокотехнологичным оборудованием федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования "Санкт-Петербургский горный университет" министерства науки и высшего образования Российской Федерации, Поварова Владимира Глебовича удостоверяю

*Начальник  
отдела кадров  
12.05.2020*



*К. И. Крашенин*