

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА 32.1.001.01,
созданного на базе Федерального государственного унитарного предприятия
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии
им. Д.И. Менделеева» Федерального агентства по техническому
регулированию и метрологии Министерства промышленности и торговли
Российской Федерации, по диссертации на соискание ученой степени
кандидата наук

аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета от «27» мая 2025 г. № 15

О присуждении Васильеву Александру Сергеевичу, гражданину
Российской Федерации, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Метрологическое обеспечение измерений
поверхностной плотности и массовой доли элементов в многослойных и
многокомпонентных металлических покрытиях с применением метода
рентгенофлуоресцентного анализа»

по специальности 2.2.10. Метрология и метрологическое обеспечение
принята к защите «25» марта 2025 г., протокол заседания
диссертационного совета № 13.2, диссертационным советом 32.1.001.01,
созданным на базе Федерального государственного унитарного предприятия
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии
им. Д.И. Менделеева» Федерального агентства по техническому
регулированию и метрологии Министерства промышленности и торговли
Российской Федерации, 190005, Россия, Санкт-Петербург, Московский пр.,
д. 19, приказ о создании диссертационного совета № 105/нк от «11» апреля
2012 г. (с изменениями, введенными приказами от 22 марта 2018 г. № 304/нк,
от 15 февраля 2019 г. №137/нк, от 19 марта 2020 г. №361/нк, от 15 ноября 2021
г. №1179/нк, от 26 января 2023 г. №94/нк).

Соискатель Васильев Александр Сергеевич, «29» января 1986 года рождения.

В 2009 году окончил ГОУ ВПО «Уральский государственный технический университет — УПИ имени первого президента России Б. Н. Ельцина» с присуждением квалификации «Инженер-физик» по специальности «Физика кинетических явлений», в 2009 году поступил на работу во ФГУП «УНИИМ» в должности инженера 2 категории.

Соискатель Васильев Александр Сергеевич окончил аспирантуру ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в 2024 году по специальности 2.2.10 Метрология и метрологическое обеспечение, в 2024 году сдал кандидатский экзамен по специальной дисциплине 2.2.10 Метрология и метрологическое обеспечение.

Соискатель Васильев Александр Сергеевич в настоящее время работает научным сотрудником в УНИИМ - филиале ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии Министерства промышленности и торговли Российской Федерации.

Диссертация выполнена в лаборатории метрологии термометрии и поверхностной плотности (221) УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии Министерства промышленности и торговли Российской Федерации.

Научный руководитель – кандидат химических наук, Казанцев Вячеслав Васильевич, УНИИМ - филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», лаборатория метрологии термометрии и поверхностной плотности (221), ведущий научный сотрудник – ученый хранитель государственного эталона.

Официальные оппоненты:

Левин Александр Давидович, доктор технических наук, Федеральное государственное бюджетное учреждение «Всероссийский научно-

исследовательский институт оптико-физических измерений», лаборатория аналитической спектроскопии и метрологии наночастиц, ведущий научный сотрудник;

Соломенчук Павел Валентинович, кандидат технических наук, Общество с ограниченной ответственностью «КОНСТАНТА», ведущий специалист;

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация – Общество с ограниченной ответственностью «ИНТРОН ПЛЮС», г. Москва – в своем положительном отзыве, подписанном заместителем генерального директора по научной работе, доктором технических наук, Слесаревым Дмитрием Александровичем и утвержденном генеральным директором Сухоруковым Дмитрием Василевичем, указала, что диссертационная работа Васильева Александра Сергеевича, представленная на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.2.10. Метрология и метрологическое обеспечение, является завершенной работой, удовлетворяет критериям, установленным Положением о порядке присуждения ученых степеней, утвержденном постановлением правительства Российской Федерации № 842 от 24.09.2013, а её автор достоин присуждения ему ученой степени кандидата технических наук.

Соискатель имеет 10 опубликованных работ, в том числе по теме диссертации опубликовано 5 работ, из них в рецензируемых научных изданиях опубликовано 3 работы.

Наиболее значимые научные работы по теме диссертации:

1) Казанцев В. В. Состояние и перспективы развития метрологического обеспечения и стандартизации в области НК покрытий радиационными методами / В. В. Казанцев, А. С. Васильев // В мире неразрушающего контроля. – 2017. – Т. 20, № 1. – С. 30-31. (объем 0,2 п.л./авторский вклад 0,1 п.л.)

Личный вклад автора: сбор литературных данных, подготовка первоначального варианта статьи;

2) Казанцев В.В. Государственный первичный эталон единиц поверхностной плотности и массовой доли элементов в покрытиях ГЭТ 168-2015 / В.В. Казанцев, С.В. Медведевских, А.С. Васильев // Измерительная техника. – 2018. – № 9. – С. 17-19. (объем 0,3 п.л./авторский вклад 0,1 п.л.)

Личный вклад автора: сбор литературных данных, получение и анализ экспериментальных данных, подготовка первоначального варианта статьи;

3) Казанцев В.В. О многопараметрических стандартных образцах для метрологического обеспечения в области контроля параметров покрытий. / В.В. Казанцев, А.С. Васильев // Эталоны. Стандартные образцы. – 2018. – Т. 14, № 3-4. – С. 9-15. (объем 0,7 п.л./авторский вклад 0,4 п.л.)

Личный вклад автора: сбор литературных данных, получение и анализ экспериментальных данных, изготовление СО, подготовка комплекта документов по разработке и испытаниям СО, подготовка первоначального варианта статьи.

4) Васильев А. С. Исследование, разработка и внедрение методик определения поверхностной плотности и массовой доли элементов для многослойных и многокомпонентных покрытий рентгенофлуоресцентным методом / А. С. Васильев // Эталоны. Стандартные образцы. – 2024. – Т. 20, № 2. – С. 99-114. (объем 1,6 п.л.)

На диссертацию и автореферат поступили отзывы из 10 организаций (все отзывы положительные).

В отзывах отмечена актуальность темы, степень проработки вопроса и профессиональный подход к решению поставленных задач, дана положительная оценка проведенных исследований.

1) ФБУ «НИЦ ПМ-Ростест» (подписала начальник отдела метрологического обеспечения измерений геометрических параметров, кандидат технических наук, Бабаджанова Марианна Леоновна).

Замечания:

1. В тексте в основном используется точностная характеристика - «расширенная неопределенность» и практически нет упоминаний о погрешности или по крайней мере о связи между этими характеристиками. Вместе с тем, в приведенной государственной поверочной схеме на стр. 19 для рабочих эталонов и средств измерений приведены точностные характеристики в виде относительной погрешности;

2. На странице 18 приведены предварительные результаты международных пилотных сличений ССОМ-Р229 по измерению молярной доли платины в покрытии сплавом платина-никель на кремнии. В тоже время в тексте и на рисунке 3 представлены результаты сличений по массовой доле платины, и не показана связь между этими величинами.

Общая оценка положительная.

2) АО «Институт физико-технических проблем» (подписал советник директора, кандидат технических наук, академик Российской академии медико-технических наук, Нестеров Валерий Павлович).

Замечания:

Хотелось бы чтобы основные идеи и результаты этой работы использовались в приборах на основе других методов неразрушающего контроля, а также убрать в тексте диссертации некоторые повторы.

Общая оценка положительная.

3) АО «НПО автоматики имени академика Н.А. Семихатова» (подписала главный метролог Дедкова Юлия Николаевна).

Замечания:

1. В автореферате на стр. 20 указано, что с использованием разработанных СО в ФИФ ОЕИ ежегодно проводится поверка более 100 СИ. Вероятно, это поверка проводится только УНИИМ и это следовало указать, поскольку количество средств измерений поверхностной плотности и массовой доли элементов в покрытиях на порядок больше.

Общая оценка положительная.

4) АО «Уральский электромеханический завод» (подписали заместитель генерального директора по качеству Трякшин Сергей Геннадьевич; главный метролог Колясникова Любовь Ивановна).

Замечания:

1. В автореферате отсутствуют сведения, с какой вероятностью оценена расширенная неопределенность, в автореферате и в диссертации отсутствуют сведения об обоснованности выбора коэффициента охвата и закона распределения. Необходимо описать достоинства и недостатки метода, рекомендации по его применению, а также указать, с какой вероятностью оценена расширенная неопределенность, обоснованность выбора коэффициента охвата и закона распределения.

2. Для производства разработанный метод практически не применим, в основном есть потребность в наличии стандартных образцов основных видов сочетаний поверхности с известными характеристиками.

Общая оценка положительная.

5) ПАО «Новолипецкий металлургический комбинат» (подписал начальник центральной метрологической лаборатории Королев Сергей Петрович).

Замечания:

1. В автореферате на стр. 20 указано, что с использованием разработанных СО в ФИФ ОЕИ ежегодно проводится поверка более 100 СИ. Вероятно, это поверка проводится только УНИИМ и это следовало указать, поскольку количество средств измерений поверхностной плотности и массовой доли элементов в покрытиях на порядок больше.

Общая оценка положительная.

6) ООО «НПК «Атом Электроникс» (подписал генеральный директор, доктор технических наук, Игнатьев Олег Валентинович).

Замечания:

1. Вывод, сделанный в диссертации на стр. 100 о том, что разработанная методика измерений поверхностной плотности и массовой доли элементов в

многослойных многокомпонентных покрытиях соответствует требованиям ГПС [1] для многослойных многокомпонентных покрытий следует признать преждевременной, поскольку расширенная неопределенность измерений поверхностной плотности нижнего слоя 5,9 %, которая эквивалентна относительной погрешности $\pm 5,9$ %, выше указанной в ГПС $\pm(2,5-5,0)$ %.

2. Наименование таблиц А.1 - А.3 следует уточнить, указав: «зарубежные стандартные образцы».

Общая оценка положительная.

7) РУП «Белорусский государственный институт метрологии» (подписал ведущий инженер по метрологии научно-исследовательского отдела законодательной и технической метрологии БелГИМ, научно-технических программ, кандидат технических наук, Булатов Олег Владимирович).

Замечаний нет.

Общая оценка положительная.

8) ООО НПО «СПЕКТРОН» (подписал заместитель технического директора по науке, кандидат технических наук, Букин Кирилл Викторович).

Замечаний нет.

Общая оценка положительная.

9) АО «Первоуральский новотрубный завод» (подписали главный метролог Зыков Константин Геннадьевич; директор по качеству Трубар Валерий Петрович).

Замечаний нет.

Общая оценка положительная.

10) ФГАОУ ВО «УрФУ имени первого Президента России Б.Н. Ельцина» (подписала доцент кафедры магнетизма и магнитных наноматериалов, кандидат физико-математических наук, Степанова Елена Александровна).

Замечания:

1. В отзывах от ФГАОУ ВО «УрФУ имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», ФБУ «НИЦ ПМ-Ростест», АО «НПО автоматики имени академика Н.А. Семихатова», ООО «НПК «Атом Электроникс» присутствуют замечания, касающиеся вопроса неполного представления информации в пункте 3 раздела автореферата «Теоретическая и практическая значимость исследования» - не указаны разработанные 17 типов стандартных образцов поверхностной плотности многослойных однокомпонентных покрытий.

2. В отзывах ФГАОУ ВО «УрФУ имени первого Президента России Б.Н. Ельцина» и ПАО «Новолипецкий металлургический комбинат» присутствуют замечания, касающиеся вопроса использования термина «неопределенность» по всему тексту диссертации и отсутствия обоснования перехода к термину «погрешность» в приведенной на странице 19 автореферата государственной поверочной схеме для средств измерений поверхностной плотности и массовой доли элементов.

Общая оценка положительная.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их высокой компетентностью в вопросах по теме диссертационной работы и достижениями в соответствующей отрасли науки, наличием публикаций в соответствующей сфере исследования и способностью определить научную и практическую ценность диссертации.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

разработана научная концепция измерения поверхностной плотности многослойных однокомпонентных металлических покрытий на основе послойного измерения поверхностной плотности каждого слоя покрытия с учетом поправки на ослабление интенсивности излучения верхними слоями покрытия по закону Бугера-Ламберта-Бера, которая обеспечивает воспроизведение и передачу единицы поверхностной плотности покрытия в диапазоне (0,1-60) г/м² с относительной расширенной неопределенностью

(2,5-5,0) % на Государственном первичном эталоне единиц поверхностной плотности и массовой доли элементов в покрытиях ГЭТ 168;

предложен подход к использованию эталонов сравнения, измеренных гравиметрическим методом, который позволяет обеспечить прослеживаемость единицы поверхностной плотности покрытия к государственным первичным эталонам единицы массы и длины, а также использования эталонов сравнения, измеренных на ГВЭТ 196-1, что позволяет обеспечить прослеживаемость единицы массовой доли элементов в покрытии к государственным первичным эталонам единицы массовой доли элементов;

доказана перспективность использования научно-методических подходов на основе послойного определения поверхностной плотности каждого слоя покрытия с учетом поправки на ослабление интенсивности излучения верхними слоями покрытия по закону Бугера-Ламберта-Бера при определении метрологических характеристик методики измерений поверхностной плотности и массовой доли элементов в однослойных многокомпонентных металлических покрытиях, которые обеспечивают воспроизведение и передачу единицы массовой доли элементов в покрытии в диапазоне (1-100) % с относительной расширенной неопределенностью (3-15) % и единицы поверхностной плотности покрытия в диапазоне (0,1-300) г/м² с относительной расширенной неопределенностью (2,5-5,0) %;

введена в практику применения ГЭТ 168 оригинальная методика измерений поверхностной плотности и массовой доли элементов в многослойных многокомпонентных металлических покрытиях (МВ-07-ГЭТ-168-2015 и МРН-10-ГЭТ-168-2015), основанная на использовании разработанных 17 типов стандартных образцов поверхностной плотности двухслойных однокомпонентных металлических покрытий и 5 типов стандартных образцов поверхностной плотности и массовой доли элементов для однослойных многокомпонентных металлических покрытий на основе определения коэффициентов чувствительности с помощью эталонов сравнения.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что

доказана необходимость учета поправки на ослабление интенсивности излучения верхними слоями покрытия по закону Бугера-Ламберта-Бера и учета массовой доли и интенсивности рентгенофлуоресцентного излучения эталонов сравнения для воспроизведения и передачи единиц поверхностной плотности и массовой доли элементов для многослойных многокомпонентных металлических покрытий методом рентгенофлуоресцентного анализа;

применительно к проблематике диссертации эффективно использованы основные физические законы и численные методы анализа, описывающие процессы взаимодействия рентгеновского излучения с веществом многослойных и многокомпонентных покрытиях при исследовании показателей точности основных положений методики измерений;

изложены условия и способы обеспечения единства измерений поверхностной плотности и массовой доли элементов в многослойных и многокомпонентных покрытиях;

раскрыто влияние выявленных факторов, обусловленных процессами изготовления и измерения стандартных образцов и эталонов сравнения, требующих их включения в общий бюджет неопределенности и разработки способов уменьшения их влияния;

изучены методы и средства передачи, а также необходимый уровень точности и временные затраты на передачу единиц величин для создания государственной поверочной схемы средств измерений поверхностной плотности и массовой доли элементов в многокомпонентных и многослойных покрытиях, которая позволила обеспечить испытания 10 типов средств измерений повышенной точности, а также повысить эффективность и качество поверки, калибровки и испытаний средств измерений поверхностной плотности и массовой доли элементов с учетом измерительных потребностей промышленности.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

разработаны и внедрены в деятельность ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» и предприятий промышленности научные, технические и методические составляющие системы обеспечения единства измерений поверхностной плотности и массовой доли элементов в многослойных и многокомпонентных металлических покрытиях, позволившие обеспечить прослеживаемость средств измерений к ГЭТ 168;

определены границы применения методики измерений поверхностной плотности и массовой доли элементов в многослойных и многокомпонентных металлических покрытиях, включая возможность ее использования для определения метрологических характеристик разрабатываемых стандартных образцов;

создана государственная поверочная схема для средств измерений поверхностной плотности и массовой доли элементов в многослойных и многокомпонентных металлических покрытиях, обеспечивающая прослеживаемость к ГЭТ 168;

представлены методические рекомендации по измерению поверхностной плотности и массовой доли элементов в многослойных и многокомпонентных металлических покрытиях, внесенные в состав эталонной документации ГЭТ 168.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

для экспериментальных работ применялись поверенные и калиброванные средства измерений, входящие в состав ГЭТ 168, утвержденные Правила содержания и применения ГЭТ 168 и Руководство по эксплуатации ГЭТ 168, для которых экспериментально доказано, что правильность, повторяемость и воспроизводимость результатов исследования находится в заданных пределах;

теория построена на основе известных и достоверных данных, которые согласуются с рекомендациями международных метрологических организаций и современными тенденциями научных исследований;

идея базируется на анализе передового опыта обеспечения метрологической прослеживаемости измерений поверхностной плотности и массовой доли элементов в многослойных и многокомпонентных металлических покрытиях к Государственному первичному эталону единиц поверхностной плотности и массовой доли элементов в покрытиях ГЭТ 168;

использованы данные, опубликованные ранее по рассматриваемой тематике, в том числе результаты исследований зарубежных метрологических институтов, для сравнения с данными, полученными в диссертационной работе;

установлена корректность результатов исследований и обоснованность метрологических характеристик разработанной методики измерений и стандартных образцов, посредством успешного участия в международных дополнительных сличениях COOMET.L-S16 с признанием новых измерительных возможностей (CMC ID: COOMET-L-RU-00000JQM-1) и международных пилотных сличениях CCQM-P229, а также экспертизой материалов испытаний стандартных образцов;

использованы современные подходы к разработке методик и методы обработки результатов измерений, включая методики расчета расширенной неопределенности аттестованных значений поверхностной плотности и массовой доли элементов в многослойных и многокомпонентных металлических покрытиях стандартных образцов.

Личный вклад соискателя состоит в анализе востребованности методов воспроизведения и средств передачи единиц поверхностной плотности и массовой доли элементов в многослойных многокомпонентных покрытиях; разработке физико-математической модели измерения поверхностной плотности многослойных однокомпонентных металлических

покрытий на основе послойного измерения поверхностной плотности каждого слоя покрытия с учетом поправки на ослабление интенсивности излучения верхними слоями покрытия по закону Бугера-Ламберта-Бера и физико-математической модели процессов измерения поверхностной плотности и массовой доли элементов однослойных многокомпонентных металлических покрытий на основе определения коэффициентов чувствительности с помощью эталонов сравнения; выявлении и количественной оценке факторов, влияющих на неопределенность измерений поверхностной плотности и массовой доли элементов в разработанной методике измерений; разработке и установлении метрологические характеристики 17 типов стандартных образцов поверхностной плотности двухслойных однокомпонентных покрытий и 5 типов стандартных образцов поверхностной плотности и массовой доли элементов для однослойных многокомпонентных покрытий; проведении экспериментальных исследований и обработки результатов при участии в международных пилотных сличениях CCQM-P229 по измерению молярной доли платины в покрытии сплавом платина-никель на кремнии и международных дополнительных сличениях COOMET.L-S16 по измерению толщины никелевого покрытия на стали.

В ходе защиты диссертации были высказаны следующие замечания:

- 1) В неполной мере учтены факторы, обусловленные технологическими процессами изготовления стандартных образцов, с точки зрения их влияния на точность стандартных образцов;
- 2) Недостаточно полно рассмотрена взаимосвязь применяемых производных единиц с основной единицей количества вещества – моль;
- 3) 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.

Соискатель Васильев А.С. ответил на задаваемые ему в ходе заседания вопросы и привел собственную аргументацию.

Диссертационный совет отмечает, что результаты исследования могут быть **использованы** в деятельности по обеспечению единства измерений в Российской Федерации при проведении измерений поверхностной плотности и массовой доли элементов в многослойных многокомпонентных металлических покрытиях путем обеспечения прослеживаемости средств измерений к Государственному первичному эталону единиц поверхностной плотности и массовой доли элементов в покрытиях ГЭТ 168.

Диссертационный совет пришел к выводу о том, что диссертация Васильева Александра Сергеевича является законченной научно-квалификационной работой, соответствующей требованиям п. 9 документа «Положение о присуждении ученых степеней» (Постановление Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 года № 842 «О порядке присуждения ученых степеней» с изменениями на 16 октября 2024 года), предъявляемым к диссертационным работам на соискание ученой степени кандидата наук, в которой решена актуальная научно-техническая задача по обеспечению единства измерений и требуемой точности при проведении измерений поверхностной плотности и массовой доли элементов в многослойных многокомпонентных металлических покрытиях, соответствующей современным и перспективным требованиям науки и промышленности.

На заседании 27 мая 2025 г. диссертационный совет принял решение присудить Васильеву А.С. ученую степень кандидата технических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 15 человек, из них 8 докторов наук по специальности рассматриваемой диссертации (2.2.10), участвовавших в заседании, из 16 человек, входящих в состав совета, проголосовали: за – 13, против – 1, недействительных бюллетеней – 1.

Председатель

диссертационного совета  Конопелько Леонид Алексеевич

Ученый секретарь

диссертационного совета  Чекирда Константин Владимирович

28.05.2025

