

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 308.004.01
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 19.06.2019 г. № 4

О присуждении Смирнову Алексею Михайловичу, гражданину Российской Федерации, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Разработка и исследование эталонной установки для метрологического обеспечения гидрологических зондов» по специальности 05.11.15 – «Метрология и метрологическое обеспечение» принята к защите 16 марта 2019 г., протокол № 3, диссертационным советом Д 308.004.01 на базе «Всероссийского научно-исследовательского института метрологии им. Д.И. Менделеева» Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии Министерства промышленности и торговли Российской Федерации, адрес: 190005, Россия, Санкт-Петербург, Московский пр. 19, приказ о создании диссертационного совета № 158-в от 10 ноября 2000 г. с изменениями по приказу № 137/нк от 15 февраля 2019 г.

Соискатель Смирнов Алексей Михайлович 1989 года рождения.

В 2011 году соискатель окончил «Санкт-Петербургский государственный технологический университет» по специальности «Безопасность технологических процессов и производств». В 2015 году окончил заочную аспирантуру при ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» по специальности 05.11.15 «Метрология и метрологическое обеспечение». Работает научным сотрудником в научно-исследовательском отделе госэталонов и стандартных

образцов в области электрохимических и медицинских измерений «Всероссийского научно-исследовательского института метрологии им. Д.И. Менделеева».

Диссертация выполнена в отделе государственных эталонов и стандартных образцов в области электрохимических и медицинских измерений (НИО 209) ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева».

Научный руководитель – доктор технических наук, профессор Конопелько Леонид Алексеевич, главный научный сотрудник федерального государственного унитарного предприятия «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева».

Официальные оппоненты:

- Первухин Борис Семенович, доктор технических наук, профессор кафедры информационных технологий федерального государственного бюджетного образовательного учреждения «Алтайский государственный технический университет им. И.И.Ползунова», г. Барнаул,
- Собина Алена Вячеславовна, кандидат технических наук, заведующая лабораторией физических и химических методов метрологической аттестации стандартных образцов федерального государственного унитарного предприятия «Уральский научно-исследовательский институт метрологии», г. Екатеринбург, дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация – Акционерное общество «Морские неакустические комплексы и системы», г. Санкт-Петербург, в своем положительном отзыве, подписанном генеральным конструктором по направлению измерительные глубоководные научно-исследовательские комплексы и комплексы экологического мониторинга водных объектов, д.т.н. Д.Л. Гуральником, главным метрологом, к.т.н. А.Е. Назимоком и утвержденным директором по ресурсам С.Ю. Лебаниным указала, что диссертация является законченной научно-квалификационной работой, выполненной на высоком научном уровне и позволяет решить актуальную научно-техническую задачу повышения уровня метрологического обеспечения

гидрологических зондов. Диссертационная работа соответствует требованиям п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней», предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.11.15 – «Метрология и метрологическое обеспечение». В отзыве имеются замечания:

- 1 Представленные в заключении к главе 1 требования к разрабатываемой установке для метрологического обеспечения гидрологических зондов недостаточно обоснованы.
- 2 Не представлены соотношения, с помощью которых получено выражение для величины Z_1 из формулы (17).
- 3 Вместо схемы алгоритма подбора параметров ЭЭСЗ приведен листинг отдельных фрагментов программы расчета, что затрудняет понимание разработанного алгоритма.
- 4 В главе 2 не представлены результаты расчета параметров ЭЭСЗ по разработанному алгоритму и результаты их сравнения с экспериментальными данными.
- 5 Не описан метод получения аналитического выражения для зависимости полного сопротивления ячейки от параметров ЭЭСЗ (соотношение (35)).
- 6 Не представлены выводы по результатам сличения эталонной установки с первичными растворами УЭП (рисунки 55, 56).
- 7 В диссертационной работе присутствуют опечатки и стилистические неточности (например, на стр. 3,4, 27,28, 34, 35, 46,95 и др.).

В отзыве указано, что автором работы предлагается решение ряда научно-технических задач, среди которых отмечены:

- разработаны 4x-электродные кондуктометрические ячейки, конструктивно реализующие принцип «цилиндр в цилиндре», что позволило минимизировать влияние электрохимических и термодинамических процессов на результат измерения УЭП жидкостей;
- разработана и исследована новая высокоточная установка на основе переменнотоковой кондуктометрии с 4x-электродными ячейками;

- разработана государственная поверочная схема, в которой предусмотрена передача единицы УЭП жидкостей для нового поколения средств измерений – гидрологическим зондам.

Также указано, что в диссертации рассмотрено практическое применение разработанной установки для задачи метрологического обеспечения гидрологических зондов.

Соискатель имеет 8 опубликованных работ по основным результатам диссертации, из них 3 работы опубликованы в рецензируемых научных изданиях из перечня ВАК. Общий объем опубликованных по теме диссертации работ – 3,4 печатных листа; авторский вклад – 65 % (2,2 печатных листа). Результаты диссертации изложены на 4 научных конференциях и семинарах. Наиболее значительные научные работы по диссертации:

1. A. Zalatarevich, S. Olga, A.R. Lopez, J.L. Sanchez, P.T. Jakobsen, J. Avnskjold, H.D. Jensen, W. Kozlowski, J. Dumańska-Kulpa, F.B. Gonzaga, I.C.S. Fraga, J.C. Lopes, W.B. Silva Jr., E. Kardash, F. Durbiano, E. Orrù, Z.N. Szilágyi, D. Király, T. Asakai, I. Maksimov, T. Suzuki, S. Seitz, P. Spitzer, L. Vyskočil, T. Zacher R. Pyykkö, B. Magnusson, V. Gavrilkin, L. Prokopenko, O. Stennik, Y. Ovchinnikov, L.A. Konopelko, **А.М. Смирнов**, V.I. Suvorov, Final report of key comparison CCQM-K105 «Electrolytic conductivity at $5.3 \text{ S}\cdot\text{m}^{-1}$ », – Metrologia, Volume 51, Technical Supplement, 2014.
2. **Смирнов А.М.** «Состояние метрологического обеспечения стандартных образцов удельной электрической проводимости жидкостей». //Законодательная и прикладная метрология. – 2017.- 3й выпуск. - С. 31-33
3. Конопелько Л.А., Кривобоков Д.Е., Кувандыков Р.Э., **Смирнов А.М.** «Разработка и исследование конструкции 4х-электродного первичного измерительного преобразователя эталона единицы удельной электрической проводимости жидкостей ГЭТ 132-99». //Законодательная и прикладная метрология – 2017. - 5й выпуск. - С. 3-6

4. Смирнов А.М., Суворов В.И. «Пути совершенствования государственного первичного эталона единицы удельной электрической проводимости жидкостей ГЭТ 132-99». //Альманах современной метрологии. – 2017. - 14й выпуск. - С. 35-37.

5. Смирнов А.М., Суворов В.И., Черников И.Г. «Совершенствование Государственного первичного эталона единицы удельной электрической проводимости жидкостей ГЭТ 132-99». // Измерительная техника. - 2018. - 9й выпуск. - С. 13-16

На диссертацию и автореферат поступило **10 положительных отзывов с замечаниями:**

От Первухина Бориса Семеновича, д.т.н., профессора кафедры информационных технологий федерального государственного бюджетного образовательного учреждения «Алтайский государственный технический университет им. И.И.Ползунова», г. Барнаул. В отзыве имеются замечания:

1 После описания контактных и бесконтактных кондуктометрических датчиков, применяемых в гидрологических зондах, не комментируется, почему в эталонной установке конструкция контактного датчика предпочтается конструкции бесконтактного;

2 Нет обоснования причин введения нелинейных элементов в эквивалентную схему экспериментального образца ячейки и их влияния на результат измерения УЭП;

3 При выборе измерительной схемы недостаточно подробно раскрыто преимущество новой измерительной схемы (с применением мультиметров и генератора сигналов), над предыдущей (с применением измерителя иммитанса).

От Собины Алены Вячеславовны, к.т.н., заведующей лаборатории физических и химических методов метрологической аттестации стандартных образцов федерального государственного унитарного предприятия «Уральский научно-исследовательский институт метрологии», г. Екатеринбург. В отзыве имеются замечания:

1 Из текста диссертации и автореферата не понятно, разработанная эталонная установка включена в состав государственного первичного эталона единицы удельной электрической проводимости жидкостей ГЭТ 132-2018 взамен или в дополнение к существовавшей установке для воспроизведения единиц УЭП. Описано моделирование и определение постоянной для одной кондуктометрической ячейки, при этом в выводах упоминаются 4х-электродные ячейки во множественном числе;

2 В главе 3 недостаточно подробно изложено, каким образом получены зависимости распределения электрического поля от влияющих факторов (расстояния между заливными горловинами и потенциальными электродами (рисунок 44), несоосности центрального стержня ячейки (рисунок 46), отклонения одного из электродов от вертикального положения (рисунок 48)). Графики не содержат точек построения, в тексте не представлены исходные данные в табличном виде. Также не проведен анализ влияния толщины потенциальных электродов на разность напряжения на участке между электродами;

3 Неоднократно по тексту диссертации отмечается наличие сведений, не снабженных ни приводящими к ним выкладками, ни ссылками на использованные источники. Это не позволяет оценить степень причастности автора к излагаемому материалу. Например, на странице 60 приведены значения температурных коэффициентов для различных электролитов без ссылки на литературный источник. Здесь же для раствора хлорида калия указан температурный коэффициент, значение которого могло быть как взято из литературных источников, так и определено автором, но из текста диссертации это непонятно. То же замечание для рисунка 38 и ряда формул (11, 12, 22, 45 и др.), для которых отсутствуют ссылки на источник;

4 Целесообразно было бы представить бюджет неопределенности в одной таблице с указанием вкладов от всех оцененных источников в единицах удельной электрической проводимости или в относительном виде, провести

анализ наиболее значимых вкладов и дать оценку возможности их минимизации;

5. В разработанной государственной поверочной схеме для средств измерения единицы удельной электрической проводимости жидкости метрологические характеристики гидрологических зондов представлены в виде безразмерной величины относительной электрической проводимости и в единицах солености (ПЕС). В работе следовало описать взаимосвязь величины УЭП жидкостей (См/м) с величинами, приведенными в поверочной схеме;

6 В качестве перспективного направления развития метрологического обеспечения гидрологических зондов, предназначенных для измерений УЭП морской воды непосредственно в море, предлагается исследование точностные характеристики результатов измерений УЭП гидрологическими зондами не только в стационарных условиях, но и в динамических условиях при движении потока исследуемой жидкости.

7 Как большая и сложная работа диссертация не лишена опечаток и стилистических неточностей, присутствуют отступления от правил оформления ссылок и списка литературы.

От генерального директора, к.т.н., член-корреспондента РМА Мирончука Алексея Филипповича, ООО «НПП «НАВИ-ДАЛС-ЮГ», г. Севастополь. Без замечаний.

От технического директора, к.т.н. Переверзева Дмитрия Дмитриевича, ООО «ИНЭКОТЕХ», г. Санкт-Петербург. Без замечаний.

От ведущего научного сотрудника, к.т.н. Ярославцева Николая Андреевича, НИПИ Океангеофизика АО «Южморгеология», г. Геленджик. Без замечаний.

От заведующего кафедрой «Инжениринг и менеджмент качества», д.т.н., профессора Маркова Андрея Валентиновича, ФГБОУ ВО «Балтийский государственный университет «ВОЕНМЕХ» им. Д.Ф.Устинова», г. Санкт-Петербург. В отзыве имеются замечания:

- на странице 11 корректнее было уточнить, что емкостное сопротивление обусловлено емкостью двойного электрического слоя и поляризационной емкостью.
- структурная схема, представленная на рис. 3 (страница 13) требует дополнительных пояснений. Из текста автореферата не ясно, как поступает питание на кондуктометрические ячейки и чем оно контролируется.

От главного инженера, к.т.н., доцента Виноградова Александра Леонидовича и ведущего программиста Благодарова Андрей Витальевич АО «Моринформсистема-Агат-КИП», г.Рязань. В отзыве имеются замечания:

1. Не выделена явным образом цель исследования;
2. Не указано, какие из работ опубликованы в изданиях, рекомендованных ВАК;
3. Имеются синтаксические и орфографические ошибки, а также неточности в оформлении текста автореферата (с. 4, 6, 7, 9, 13–15, 20, 23).

От начальника лаборатории, ученого-хранителя государственных эталонов рН и рХ, НИО-6 ФГУП «ВНИИФТРИ», Московская обл., г.п. Менделеево. В отзыве имеются замечания:

В автореферате отсутствует уравнение для математической модели до ее уточнения. В формуле (2) на странице 18 автореферата не описаны некоторые обозначения величин (χCO_2) и коэффициентов, входящих в уравнение.

От начальника отдела 205 ФГУП «ВНИИМС» С.В. Вихрова, г. Москва. Без замечаний.

От начальника Управления Метрологии Росстандарта, к.т.н. г. Москва. Д.В. Гоголева. В отзыве имеются замечания:

1. Ряд синтаксических, орфографических и грамматических ошибок и опечаток, а также неточности в оформлении текста автореферата;
2. Рисунок 1 один слишком сжат и поэтому не информативен.

Во всех отзывах указывается, что автор заслуживает присвоения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.11.15 – «Метрология и метрологическое обеспечение».

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их авторитетностью и компетентностью, широкой известностью своими достижениями в области метрологии и метрологического обеспечения физико-химических величин, что подтверждается их публикациями в высокорейтинговых научных журналах.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

- разработано новое конструктивное решение в виде 4x-электродной кондуктометрической ячейки по принципу «цилиндр в цилиндре», что позволило минимизировать влияние электрохимических и термодинамических процессов, протекающих, как внутри ячейки, так и в окружающем ее значимом пространстве.
- предложена и обоснована новая математическая модель ячейки для расчетного подтверждения ее постоянной, которая построена на анализе электрохимических процессов, протекающих внутри ячейки.
- разработана и исследована новая высокоточная установка на основе переменнотоковой кондуктометрии с 4x-электродными ячейками. Включение в состав ГПЭ единицы УЭП ГЭТ 132-2018 данной установки позволило улучшить метрологические характеристики первичного эталона в 2-2,5 раза, а также расширить его функциональные возможности.
- разработана государственная поверочная схема, в которую введены новые пути передачи единицы удельной электрической проводимости жидкостей, добавлены рабочие эталоны, заимствованные из других ГПС, и предусмотрена передача единицы УЭП жидкостей для нового поколения средств измерений – гидрологическим зондам.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

доказана методика определения кондуктивной постоянной 4x-электродной ячейки на основе анализа электрохимических процессов, протекающих внутри ячейки

применительно к проблематике диссертации результативно (эффективно, то есть с получением обладающих новизной результатов) использован метод импедансной спектроскопии для проверки постоянной ячейки во всем диапазоне измерения и метод конечных элементов для моделирования распределения электрического поля в кондуктометрической ячейке с целью проверки теоретических расчётов конструкции.

изложены элементы теории построения электрических эквивалентных схем замещения на анализе электрохимические процессы, протекающие внутри кондуктометрической ячейки и в окружающем ее значащем пространстве, возникающие в результате прохождения переменного электрического тока.

Значение полученных соискателем результатов для практики подтверждается тем, что:

- **создана** новая эталонная установка на основе переменнотоковой кондуктометрии с 4x-электродными ячейками. Установка введена в состав ГЭТ 132-2018, что повысило точность воспроизведения единицы УЭП в 2-2,5 раза. Приказ «Об утверждении государственного первичного эталона единицы удельной электрической проводимости жидкостей» № 596 от 02.04.2018
- **представлена** и обоснована математическая модель кондуктометрической ячейки, построенная на анализе электрохимических процессов, протекающих внутри ячейки, для определения кондуктивной постоянной.
- **представлена** новая государственная поверочная схема для средств измерений удельной электрической проводимости жидкостей охватывает весь парк анализаторов кондуктометрического типа и предусматривает улучшение метрологических характеристик разрядных рабочих эталонов. Приказ «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений удельной электрической проводимости жидкостей» № 2771 от 27.12.2018 г.

Оценка достоверности результатов исследований выявила:

- **теоретические положения диссертации** согласуются в рамках неопределенности измерений и теоретических расчетов с опубликованными

экспериментальными данными о влиянии различных факторов на результат измерений удельной электрической проводимости жидкостей;

- **идея определения кондуктивной постоянной ячейки** базируется на анализе процессов, протекающие внутри кондуктометрической ячейки и в окружающем ее значащем пространстве, и разработке электрической эквивалентной схемы, характеризующей эти процессы.

Личный вклад соискателя состоит в проведении анализа состояния метрологического обеспечения в области гидрологических зондов, разработке новых 4x-электродных ячеек, реализующих конструктивный принцип «цилиндр в цилиндре», разработке структуры и состава эталонной установки для метрологического обеспечения гидрологических зондов; проведении экспериментальных исследований для определения фактических метрологических характеристик созданной установки; исследовании факторов, формирующих неопределенность измерений УЭП жидкостей с использованием установки, а также поиске и реализации путей минимизации этих факторов; разработке государственной поверочной схемы для средств измерений удельной электрической проводимости жидкостей.

Диссертация посвящена решению актуальной научной задачи, соответствует критерию внутреннего единства, что подтверждается наличием последовательного плана исследования, соответствующего структуре диссертации, глубиной проработки и взаимосвязью теоретических положений и практических решений. Диссертация представляет собой законченную научно-квалификационную работу, которая соответствует критериям, установленным Положением о присуждении ученых степеней, утвержденным постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842 (в редакции постановления Правительства Российской Федерации от 01 октября 2018 г.).

На заседании 19 июня 2019 года диссертационный совет принял решение присудить Смирнову А.М. ученую степень кандидата технических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 16 человек (списочный состав диссертационного совета 21 человек), из них 11 докторов наук (по специальности рассматриваемой диссертации), участвовавших в заседании, проголосовали: за присуждение ученой степени – 15, против присуждения ученой степени – 0, недействительных бюллетеней – 1.

Заместитель Председателя

диссертационного совета

Д 308.004.01

доктор технических наук

Окрепилов Михаил Владимирович

Ученый секретарь

диссертационного совета

Д 308.004.01

кандидат технических наук

Чекирда Константин Владимирович

20.06.2019

Место печати

