

ОТЗЫВ

официального оппонента

о диссертации МИГАЛЬ Павла Вячеславовича на тему: «Разработка и исследования эталонов сравнения в виде чистых металлов (V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Cd) для повышения точности характеристики стандартных образцов растворов химических элементов», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.11.15 - «Метрология и метрологическое обеспечение»

1. Актуальность темы

Создание и усовершенствование современной эталонной базы России является приоритетным направлением работ метрологических организаций, которая обеспечивает конкурентоспособность и развитие науки, техники и экономики нашей страны.

В частности, назрела настоятельная необходимость разработки проблемы создания смесей и растворов метрологического назначения для оценивания чистоты органических и твердых неорганических веществ, для проведения сличений в области базовых измерительных возможностей и использования их непосредственно для передачи единиц величин, характеризующих химический состав, для аттестации эталонов, в работах по поверке и калибровке средств измерений, контролю точности методик измерений. При этом до настоящего времени не производилась унификация методических подходов к оцениванию неопределенности чистоты содержания основных компонентов при их измерении на основе микросодержаний примесных компонентов. Отдельные работы проводились в метрологических институтах США, Германии, России (Нижний Новгород, Москва) и в рамках МКМВ. Однако системного анализа и разработки подходящих способов и средств оценивания чистоты органических и неорганических веществ,



обеспечения их

прослеживаемости до Международной системы единиц физических величин (SI) и измерений химического состава веществ, не осуществлялось.

Поэтому тема диссертационной работы Мигаль П.В., посвященная разработке и исследованию эталонов сравнения в виде чистых металлов девяти элементов для повышения точности характеристики стандартных образцов растворов этих химических элементов, весьма своевременна и важна.

Ее актуальность подтверждается также практической востребованностью. А именно, создание этой метрологической аппаратуры выполнено в рамках научно-исследовательской темы под шифром «Чистота» (2015-2016г.г.) и опытно-конструкторской работы под шифром «Чистота-2б» (2017-2019г.г.)

Разработаны оригинальные эталоны сравнения, которые представляют собой твердые чистые неорганические вещества для 9 элементов с установленным значением массовой доли основного компонента с наивысшей точностью или с точностью, достаточной для передачи единицы величины от Государственного первичного эталона следующим звеньям поверочной схемы. Таким звеном предложены стандартные образцы, аттестация которых с помощью эталонов сравнения, позволяет использовать их для калибровки аналитических средств измерения содержания химических элементов с повышенной точностью.

2. Научная новизна и достоверность основных положений диссертации

Научная новизна работы в целом состоит в решении важной научной проблемы – повышение точности результатов измерений химического состава неорганических веществ и материалов с помощью разработанных эталонов сравнения в виде чистых веществ и создания на их базе новых

высокоточных стандартных образцов растворов химических элементов для калибровки аналитических измерительных устройств.

Для решения этой проблемы автор впервые разработал следующие научные положения.

1. Установлены метрологические характеристики эталонов сравнения с использованием оценки неопределенностей их измерений на основе косвенного подхода по схеме «100% минус сумма примесей».
2. Разработан и опробован способ оценки неопределенностей от неоднородности массовой доли основного компонента для чистых веществ на базе анализа примесного состава, что позволило оценить метрологические характеристики с наивысшей точностью для девяти металлов.
3. Выполнены и внедрены методические подходы для оценки метрологических характеристик эталонов сравнения в документе МИ 3560-2016. «Рекомендация. ГСИ. Оценка неопределенности измерений массовой доли основного компонента в неорганических веществах».
4. Создано «Положение о Базе данных «Эталонные сравнения в виде высокочистых веществ», в котором представлены общие требования к эталонам сравнения, их разработке, назначению и применению.
5. На порядок повышена точность при характеристике стандартных растворов элементов за счет применения калибровки растворов эталонами сравнения в виде чистых веществ и использования метода компаративных измерений с внутренним стандартом. Проанализирована оценка вкладов от различных источников неопределенностей.

6. Получены новые типы стандартных образцов химических элементов с аттестованными значениями массовой доли $(10-10000)\text{млн}^{-1}$ и массовой концентрации $(10-10000)\text{мг/дм}^3$, имеющие метрологические характеристики в виде относительной расширенной неопределенности $(0,2-0,4)\%$ и $(0,3-0,6)\%$ соответственно.
7. Впервые представлены стандартные образцы моноэлементных растворов (9 элементов) утвержденного типа с характеристиками точности $U (K=2, P=0,95) = (0,2-0,4)\%$, что в 2-5 раз точнее многих имеющихся аналогов.
8. Предложен способ контроля основного источника неопределенности при выпуске стандартных образцов одноэлементных и многоэлементных растворов элементов, связанного с их нестабильностью. Это позволило создать стандартный образец мультиэлементного раствора (9 элементов) с характеристиками неопределенности порядка $U (K=2, P=0,95) = (0,3-0,7)\%$, предназначенных для калибровки аналитических средств измерения нескольких элементов.
9. Проведенные с участием автора международные сличения при измерении содержания как основного, так и примесных компонентов с применением разработанных эталонов сравнения и стандартных образцов подтвердило оценки их неопределенностей.

Достоверность и обоснованность основных положений, выводов и результатов диссертации подтверждается:

-полнотой и системностью проведенных исследований эталонов сравнения и стандартных образцов с целью повышения их точности путем оценки источников неопределенности на всех этапах лабораторных испытаний и международных сличений;

- признанием метрологическим сообществом эталонов сравнения и стандартных образцов с повышенной точностью, а так же стандартного образца в виде мультиэлементного раствора, предназначенного для калибровки аналитических средств измерения одновременно нескольких элементов;

- широкой и положительной апробацией и внедрением результатов и выводов работы в нормативных документах, печати, научно-технических кворумах, включая международные, и в международных сличениях.

3. Ценность для науки и практики

Научная значимость диссертационной работы заключается в том, что впервые разработаны и опробованы на международных сличениях и внедрены эталоны сравнения и стандартные образцы повышенной точности для обеспечения прослеживаемости в области измерений химического состава до Международной системы единиц физических величин (SI).

Практическая ценность работы состоит в

- унификации методов оценки массовой доли основного компонента и расширенной неопределенности для эталонов сравнения в виде чистых веществ;

- созданием нормативного документа МИ 3560-2016 «Рекомендация. ГСИ. Оценка неопределенности измерений массовой доли основного компонента в неорганических веществах»;

-разработанном «Положении о Базе данных «Эталонные сравнения в виде высокочистых веществ»;

-проведением международных сличений, практически подтвердивших основные результаты работы.

4. Общая оценка диссертации

В целом в работе решена востребованная, своевременная и важная проблема: создание эталонной базы России для Государственного регулирования обеспечения единства измерений в области измерений химического состава неорганических веществ, имеющее существенное значение для метрологического совершенствования контроля аналитическими приборами.

Диссертация логично структурирована, сопровождается многочисленными результатами экспериментальных исследований (на 53 таблицах и 37 рисунках), современными метрологическими оценками качества измерений и разработанных средств измерений (стандартной и расширенной неопределенностью), в том числе в виде разработанных алгоритмов, и достаточно широко иллюстрирована.

Представлены убедительные материалы по внедрению и 20 публикациям автора.

Автореферат диссертации весьма полно отражает основные этапы исследования, результаты и выводы работы.

5. Замечания по работе

1. Представляется, что когда обсуждается массовая концентрация металла в растворе стандартного образца, следует рассматривать содержание элемента в растворе или ионы металла в растворе (с. 13).

2. При разработке эталонов сравнения недостаточно представлена процедура оценки их чистоты, в том числе следовало бы найти корреляцию между определением чистоты эталона сравнения и трудозатратами на это определение, ввиду большого значения соразмерности этих характеристик для практики и может быть совершенствования этой процедуры.

3. При обсуждении обеспечения прослеживаемости при определении чистоты эталона сравнения автор подчеркивает необходимость оценки содержания 91 примеси, т. е. необходимости измерять содержание каждой примеси отдельно, однако не ясно как это реализуется на практике.

4. В бюджете неопределенности измерений массовой доли меди в материале стандартного образца (табл. 39, с.109) имеются отрицательные значения некоторых вкладов в графе «с». Во-первых, следовало бы дать подробные пояснения об этих вкладах, а, во-вторых, какой смысл носит их отрицательный размер.

5. В разделе 4.4 подробно анализируются этапы разработки стандартного образца многоэлементного раствора. При этом вопрос о возможном содержании аналитов в холостом растворе, которым производится разбавление стандартного образца, не рассматривается и не оценивается их возможное влияние на качество многоэлементного раствора.

6. Автором утверждается, что предварительные сличения в области химических растворов демонстрируют положительные результаты использования экспериментально-расчетной процедуры по гравиметрическому приготовлению растворов для эталонов сравнения, однако результаты этого предварительного сличения не приведены и не обсуждаются.

7. В тексте диссертации имеются неточности, например, на с. 38, формула (73) требует пояснения, и опечатки: с.5, 6, 37 и др.

6. Заключение по работе

Приведенные замечания носят частный характер и безусловно не снижают научной и практической значимости работы.

Диссертация Мигаль П.В. является научно-квалификационным трудом, представляющим завершённую самостоятельную научно-исследовательскую работу на избранную тему.

Совокупность, приведенных в диссертации Мигаль П.В. материалов следует характеризовать как решение проблемы, имеющей существенное значение для обеспечения единства измерений в России в области измерений химического состава неорганических веществ на основе созданных эталонов сравнения и стандартных образцов повышенной точности.

Научно-квалификационный уровень работы соответствует требованиям, предъявляемым «Положением о присуждении ученых степеней», (постановление Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 года № 842), а её автор, Мигаль Павел Вячеславович, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.11.15 «Метрология и метрологическое обеспечение».

Официальный оппонент,
заслуженный работник Высшей школы
действительный член Метрологической академии
доктор технических наук, профессор



Г.А.Кондрашкова
заверяю

Т.Р. Шишигина

Санкт-Петербургский государственный
Технологический университет
промышленных технологий и дизайна,
Высшая школа технологий и энергетики,
кафедра информационно-измерительных технологий
и систем управления (ИИТСУ)
198095, г. Санкт-Петербург, ул. Ивана Черных, 4
Тел. (812)786-57-44, факс. (812) 786-86-00
mail@gturp.spb.ruwww.gturp.spb.ru
Профессор кафедры ИИТСУ
тел. 8-911-288-04-42
kiitsu512@gmail.com