

ОТЗЫВ официального оппонента

о диссертации КРАШЕНИНИНОЙ Марии Павловны на тему: «Разработка государственного вторичного эталона и стандартных образцов для повышения достоверности контроля азота в пищевых продуктах и активного хлора в питьевой воде», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.11.15 - «Метрология и метрологическое обеспечение»

1. Актуальность темы

Развитие метрологического обеспечения контроля качества продуктов является приоритетной задачей метрологических, научных и технологических исследований.

В первую очередь это касается обеспечения поверочной схемы для средств измерения содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах комплексом государственных эталонов единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, стандартных методик и образцов для системы передачи единиц от этого комплекса к рабочим средствам измерений.

Существующее положение по метрологическому обеспечению контроля качества продуктов не удовлетворяет современным требованиям ни по качеству измерений, ни по централизации и стандартизации методического сопровождения, ни по метрологической прослеживаемости результатов измерений.

Поэтому тема диссертационной работы М.П. Крошенининой, посвященная созданию государственного вторичного эталона и стандартных образцов для повышения достоверности контроля азота в пищевых продуктах и активного хлора в питьевой воде, безусловно, важна и своевременна.

Актуальность выполненной работы подтверждается так же ее практической востребованностью по обеспечению единства физико-химических измерений в нашей стране и необходимостью гармонизации Российской системы единства измерений с международным метрологическим сообществом.

2. Научная новизна и достоверность основных положений диссертации.

Научная новизна работы в целом – это создание комплекса в виде государственного вторичного эталона и стандартных образцов для совершенствования метрологического обеспечения измерений азота в пищевых продуктах и активного хлора в питьевой воде.

Впервые автором проведены теоретические, экспериментальные и прикладные исследования метрологических задач, а именно:

- проанализированы и оценены источники неопределенностей в измерительных процедурах, сопутствующих использованию титрометрического метода анализа содержания веществ, с целью уменьшения их влияния на результаты измерений;

- разработан и прошел международные сличения государственный вторичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в твердых и жидких веществах и материалах на основе объемного титрометрического метода анализа;

- выполнены четыре новых типа матричных стандартных образцов: состава молока сухого, глицина, зерна и продуктов его переработки, массовой концентрации хлора, позволяющие уменьшить неопределенности измерений азота и хлора в 1,5 – 2 раза.

Обоснованность и достоверность основных положений диссертации подтверждается:

- полнотой и системностью экспериментальных исследований метрологических характеристик – расширенных неопределенностей, на всех

этапах испытаний – межлабораторных сравнительных испытаний, пилотных сличений и международных сличений, для всех источников неопределенностей;

- признанием совершенства вторичного эталона и новых стандартных образцов по сравнению с существующими аналогами;

- широкой и положительно апробацией результатов и выводов работы в нормативных документах, печати и на научно-технических кворумах, включая международный уровень.

3. Ценность для науки и практики

Научная значимость работы заключается в методологическом подходе к минимизации источников неопределенностей для титрометрического метода анализа концентрации веществ: вариации конечной точки титрования, измерения объема вещества, диффузности установления концентрации титранта.

Выполненные научные исследования имеет безусловную значимость для совершенствования обеспечения единства измерений в стране и гармонизации достижений Российской метрологической науки и практики с международным метрологическим сообществом.

Практическая ценность работы состоит в:

- разработанном государственным вторичном эталоне единицы мольной доли, массовой (молярной) концентрации компонентов в твердых и жидких веществах и материалах;

- предложенных и выполненных четырех новых стандартных образцах, которые применяются для поверки, калибровки, испытаний и аттестации методик измерения, а так же поверки и калибровки рабочих средств измерений для определения концентрации компонентов в твердых и жидких веществах и материалах.

4. Общая оценка диссертации.

В целом в диссертационной работе решена важная научно-прикладная задача обеспечения единства физико-химических измерений, имеющая существенное значение для метрологического совершенствования контроля качества продукции.

Диссертация логично структурирована, сопровождается убедительными результатами экспериментальных исследований и современными метрологическими оценками качества измерений, достаточно иллюстрирована, а приведенные приложения документально подтверждают внедрения разработанных устройств в практику метрологических операций.

5. Замечания по работе.

1. Представляется, что выбор титрометрического метода анализа для создания стандартных образцов определения концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах нуждается в более углубленном обосновании на основе сравнительных характеристик методов кулонометрии, гравиметрии атомной абсорбции, масс-спектрометрии, жидкостной хроматографии по метрологическим возможностям.
2. По-видимому, требует объяснения тот факт, что второй скачок на кривой титрования карбоната натрия раствором хлороводородной кислоты для определения конечной точки титрования (гл. 2, рис.2.8.) лучше идентифицирует смещение объема от действительного значения и точнее описывается математическими функциями.
3. В развитии этого вопроса следует также объяснить, почему при принятом способе описание кривой титрования с помощью кубического сплайна и оценки его неопределенности, которую он вносит, в интегральной неопределенности этот вклад не учитывался.

4. Из текста диссертации не ясно, проводилось ли исследование по влиянию влажности материалов на аттестованные характеристики.
5. Особенности технологии пробоподготовки материалов при аналитических измерениях вызывают значительные трудности, имеются ли у автора особые исследования этого аспекта при работах с эталоном и стандартными образцами.
6. Какое измерительное (в виде комплекта датчиков в блок-схеме ГВЭТ 176-1-2010) и программно-алгоритмическое обеспечение использовалось в работах на установках и каковы их метрологические характеристики.
7. Личный вклад автора не вызывает сомнений, однако следовало бы в тексте диссертации дать более конкретные сведения.

6. Заключение по работе

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

Диссертация М.П. Крашенининой является научно-квалификационным трудом, представляющим законченную самостоятельную научно-исследовательскую работу на избранную тему.

Совокупность представленных в диссертации М.П. Крашенининой материалов следует характеризовать как решение задачи, имеющей важное значение для совершенствования единства измерений в стране и на международном уровне на основе создания государственного вторичного эталона и четырех стандартных образцов для измерения концентрации веществ и материалов в жидких и твердых телах, развитие эталонной базы, внедрение которой вносит значительный вклад в экономику страны.

Научно-квалификационный уровень работы соответствует требованиям ВАК РФ, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор, Крашенинина Мария Павловна, заслуживает присуждения ученой степени

кандидата технических наук по специальности 05.11.15 «Метрология и метрологическое обеспечение».

Официальный оппонент,
профессор кафедры
Информационно-измерительных технологий
и систем управления
ФГБОУ ВО
Санкт-Петербургского государственного
технологического университета
промышленных технологий и дизайна
Высшей школы технологии и энергетики,
доктор технических наук

 Г.А.Кондрашкова

Подпись

заверяю


Начальник
Т.Р. Шщегалева

