

УТВЕРЖДАЮ
Директор
ФГУП "Всероссийский научно-исследовательский
институт метрологической службы",
д.т.н., профессор
Кузин Александр Юрьевич
06» ноября 2019 г.



ОТЗЫВ

ведущей организации на диссертационную работу

Мигаля Павла Вячеславовича

«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», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.11.15 – Метрология и метрологическое обеспечение

Актуальность для науки и практики

Основные направления работы касаются разработки эталонов сравнения в виде чистых металлов и стандартных образцов растворов этих металлов для метрологического обеспечения количественного химического анализа. Актуальность работы в этих направлениях связана в первую очередь с необходимостью обеспечения прослеживаемости результатов количественного химического анализа на современном метрологическом уровне. Кроме того, разработка эталонов сравнения, которые представляют собой чистые металлы с установленным значением массовой доли основного компонента с высокой точностью, согласуется с международным опытом в рамках Консультативного комитета по количеству вещества Международного Комитета Мер и Весов. Основная цель работы заключается в повышении точности результатов измерений химического состава веществ и материалов путем разработки стандартных образцов (СО) повышенной точности.

Существующие на сегодняшний день стандартные образцы обременены значительными недостатками, такими например, как: содержание основного компонента



выражается в единицах массовой концентрации, что не позволяет использование весового метода разбавления этих стандартных образцов; относительно невысокая точность аттестованного значения – не менее 1 %; материал СО имеет небольшое количество примесей, что затрудняет приготовление мультиэлементных калибровочных растворов из материала СО. Таким образом, разработка эталонов сравнения, представляющих собой чистые металлы, с относительной расширенной неопределенностью не более 0,04 %, является актуальной метрологической задачей.

Новизна основных научных результатов и их значимость для науки и производства

В диссертации представлен анализ различных способов оценки чистоты материалов косвенным способом, среди них: методы измерений содержания неорганических примесей, газообразующих примесей, алгоритмы оценки чистоты по неполному и полному примесному составу, методы интервальной оценки.

Среди указанных подходов к оценке чистоты автор выбрал наиболее подходящий для разработки эталонов сравнения в виде чистых металлов – метод «GUM», дополнив его алгоритмом оценки неопределенности от неоднородности. При непосредственном участии автора разработан документ (МИ 3590) в котором унифицированы основные подходы к оценке чистоты материалов в зависимости от целевой неопределенности измерений массовой доли основного компонента. Разработанные эталоны сравнения позволили повысить точность характеристики стандартных образцов растворов химических элементов в (2-5) раз при внедрении методики компаративных измерений на ГВЭТ 196-1.

Разработаны новые типы стандартных образцов растворов химических элементов (в том числе и мультиэлементный) повышенной точности, которые с учетом стоимости производства могут стать основой для импортозамещения в этой области метрологического обеспечения.

Значимость результатов для науки

Разработанные эталоны сравнения и стандартные образцы, и результаты проведенных теоретических и практических исследований позволяют их использовать для калибровки аналитической аппаратуры, принимать участие в международных сличениях калибровочных и измерительных возможностей национальных метрологических институтов. Так, результаты работы были внедрены при участии в следующих международных сличениях:

– ССQM-P149 «Пилотные сличения по определению чистоты цинка, используемого в качестве первичного эталона для определения содержания цинка»;

– KOOMET 645-RU-14 «Пилотные сличения в области измерения массовой доли меди и примесей в бескислородной медной катанке марки КМб М0016 для определения чистоты меди»;

– KOOMET 672-RU-15 «Пилотные сличения в области измерения массовой доли железа в чистом железе»;

❖ в области растворов химических элементов:

– ССQM-K143 «Ключевые сличения калибровочных растворов меди, приготовленных НМИ»;

❖ в области матричных веществ:

– KOOMET 562-RU-12/650-RU-14 «Пилотные сличения в области измерения массовой доли металлов в металлургическом шлаке»;

– KOOMET 618-RU-13 «Пилотные сличения в области элементного анализа состава сплавов на основе Ni».

Практическое значение результатов работы

Полученные при выполнении работы результаты позволили:

- унифицировать подходы по оценке массовой доли основного компонента и связанной расширенной неопределенности для эталонов сравнения в виде чистых веществ; разработать МИ 3560-2016 «Рекомендация. ГСИ. Оценка неопределенности измерений массовой доли основного компонента в неорганических веществах», в которой изложены основные принципы оценки метрологических характеристик эталонов сравнения в зависимости от целевой неопределенности; разработать «Положение о Базе данных «Эталон сравнения в виде высокочистых веществ», в котором установлены общие требования к эталонам сравнения, к их разработке, назначению и применению;

- разработать стандартные образцы растворов 9 химических элементов (V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Cd), с установленной прослеживаемостью к ГЭТ 176 посредством применения эталонов сравнения при измерениях на ГВЭТ 196-1;

- подтвердить прослеживаемость результатов химического анализа в рутинных измерениях путем применения стандартных образцов растворов химических элементов (V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Cd), разработанных на основе применения эталонов сравнения в виде чистых металлов;

- повысить точность, обеспечить импортозамещение и снижение стоимости калибровки аналитического оборудования путем применения стандартных образцов

растворов химических элементов повышенной точности и уменьшение временных затрат на проведение калибровки и контроля точности аналитического оборудования при применении стандартного образца мультиэлементного раствора с аттестованными значениями массовой доли и массовой концентрации химических элементов (V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Cd).

Полнота опубликованных результатов работ

По материалам диссертационной работы опубликовано 20 работ, в том числе: 5 статей в ведущих рецензируемых научных журналах, рекомендованных ВАК для публикации основных научных результатов; 2 статьи в сборниках трудов международных конференций; 2 тезиса докладов на российских и 10 тезисов докладов на международных конференциях, а так же 1 документ по стандартизации (МИ 3560). Все публикации в полной степени отражают наиболее существенные положения и выводы диссертации.

Рекомендации по использованию результатов и выводов диссертации

Результаты диссертационной работы Мигалья Павла Вячеславовича рекомендованы для использования в ФГУП «УНИИМ», ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» при дальнейшем совершенствовании системы метрологического обеспечения количественного химического анализа при измерении массовой доли основного компонента чистых веществ (не менее 99,9 % - для эталонов сравнения (Mn - не менее 99,7 %), не менее 98 % - для стандартных образцов), а также в региональных центрах стандартизации и метрологии РФ и ведущих производственных предприятиях при работах, связанных с измерениями, поверкой и калибровкой аналитического оборудования.

Считаем целесообразным дальнейшее развитие направления работы, связанного с расширением номенклатуры разрабатываемых эталонов сравнения чистых веществ, улучшением характеристик будущих разрабатываемых стандартных образцов растворов других востребованных химических элементов.

Личное участие автора в получении результатов диссертации

Автор корректно обосновал необходимость создания эталонов сравнения в виде чистых металлов и стандартных образцов растворов этих металлов для метрологического обеспечения количественного химического анализа, необходимость повышения точности измерений, а также необходимость метрологической прослеживаемости результатов измерений в данной области.

Автором лично проанализированы шесть алгоритмов обработки измерительной информации для оценки массовой доли основного компонента по схеме 100 % минус сумма примесей и выбран наилучший.

На основании теоретических и экспериментальных исследований автор рассчитал неопределённость от неоднородности массовой доли основного компонента по результатам измерений примесей.

Автор провел экспериментальные исследования эталонов сравнения методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой, в том числе при разработке и испытаниях стандартных образцов растворов девяти химических элементов.

Автор лично спланировал эксперименты и обработал измерительную информацию, полученную методами масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой и высокотемпературной экстракции в несущем газе для оценки массовой доли основного компонента в эталонах сравнения в виде чистых веществ, их однородности и характеристик точности.

Автор непосредственно участвовал в измерениях примесей азота, кислорода, водорода, углерода и серы в материале эталонов сравнения в виде чистых веществ методами восстановительного и окислительного плавления. В работах, опубликованных в соавторстве, личный вклад автора в равных долях с соавторами.

Представленные в работе исследования достоверны, выводы и рекомендации обоснованы.

Общие замечания

Среди основных замечаний по результатам рассмотрения диссертации можно выделить следующие:

1. Не показано, чем обусловлен выбор значений температуры исследования стабильности стандартных образцов растворов ионов металлов – 35 °С (в течение 800 дней) и 60 °С (для экспресс-исследования стабильности в течение 5 дней).

2. Следует избегать неоправданных обобщений, например, раздел 3.2.1 называется «Сведения о стабильности чистых веществ», при этом он содержит информацию о стабильности только чистых металлов и в основном раскрывает вопрос окисления металлов.

3. Число значащих цифр в таблице 52 для значений относительных отклонений результатов, полученных методом Монте–Карло и по ISO Guide 35:2017, составляет от 5 до 8, что выглядит избыточным. Отсутствует расшифровка и формулы для вычисления δW и δU .

Несмотря на отмеченные в отзыве замечания, работа в целом является законченным научным трудом, выполненным автором самостоятельно, содержит научную новизну и большую практическую значимость.

Заключение

Диссертационная работа Мигалья Павла Вячеславовича «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» является законченной научно-квалификационной работой. Диссертационная работа выполнена на высоком научном уровне и позволяет решить актуальную научно-техническую задачу повышения точности результатов измерений химического состава веществ и материалов путем разработки эталонов сравнения в виде чистых веществ и создания на их основе новых типов высокоточных стандартных образцов растворов химических элементов для калибровки аналитической аппаратуры. Диссертационная работа соответствует требованиям п. 9-11, 13, 14 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор Мигаль Павел Вячеславович заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.11.15 – Метрология и метрологическое обеспечение.

Доклад Мигалья Павла Вячеславовича, отзыв на диссертацию и автореферат были заслушаны и обсуждены на заседании секции НТС № 2 ФГУП «ВНИИМС» «Законодательная метрология и региональные проблемы» 14.10.2019 г., протокол № 20.

Председатель Секции № 2
НТС ФГУП «ВНИИМС», д.т.н., проф.
(05.11.15 «Метрология и метрологическое
обеспечение»)



Лев Константинович Исаев

Ученый секретарь Секции № 2, к.т.н.



Н.А. Табачникова

Адрес: 119361, г. Москва, ул. Озерная, д.46.

Тел.: 8 (495) 4379910

E-mail: isaev-vm@vniims.ru

Выписка из протокола № 20

Секции 2 НТС ФГУП «ВНИИМС» «Законодательная метрология и региональные проблемы»

от 14 октября 2019 г.

Присутствовали:

Председатель Секции, д.т.н., проф. Исаев Л.К.; секретарь Секции, к.т.н. Табачникова Н.А. – зам. нач. отд. 203; Еловицкая М.И., Мамонов Ю.В. – отдел ГСССД; Игнатов А.А. – начальник отд. 207; Иполитов Б.А. – нач. отд. 208; Вихрова С.В. – начальник отдела 205; к.т.н. Лукашов Ю.Е. – гл. специалист отд. 103; к.т.н. Кулябина Е.В. – начальник лаб. 009; к.ф.-м.н. Калинин М.И. – отдел 101; к.т.н. Вересков А.И. – отдел 208; к.т.н. Паньков А.Н. – с.н.с. лаб. 009.

Заслушали:

МИГАЛЬ Павел Вячеславович выступил с докладом по теме диссертации на соискание ученой степени кандидата технических наук «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».

После обсуждения решили:

Заслушав выступление соискателя ученой степени кандидата технических наук МИГАЛЯ Павла Вячеславовича, Секция постановила:

1. Работа, изложенная в диссертации на соискание ученой степени кандидата технических наук по теме «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», выполнена на высоком научно-техническом уровне и диссертация полностью соответствует специальности 05.11.15 – «Метрология и метрологическое обеспечение», согласно паспорту специальности относится к области исследования «Разработка и внедрение новых государственных эталонов единиц физических величин, позволяющих существенно повысить единство и точность измерений».

2. Автор - МИГАЛЬ Павел Вячеславович продемонстрировал глубокое знание предмета исследования и достоин присуждения ему степени кандидата технических наук по специальности 05.11.15 «Метрология и метрологическое обеспечение».

Проголосовали: единогласно.

Председатель Секции № 2
НТС ФГУП «ВНИИМС», д.т.н., проф.
(05.11.15 «Метрология и метрологическое
обеспечение»)

 Лев Константинович Исаев

Ученый секретарь Секции № 2, к.т.н.

 Н.А. Табачникова