



**МИНОБРНАУКИ РОССИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ
УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ОРДЕНА
ТРУДОВОГО КРАСНОГО ЗНАМЕНИ
НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
ХИМИЧЕСКИХ РЕАКТИВОВ
И ОСОБО ЧИСТЫХ ХИМИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ»
(ФГУП «ИРЕА»)**

ул. Богородский вал, д. 3, г. Москва, 107076
Тел.: 8 (495) 963-70-70 Факс: 8 (495) 963-70-71
www.irea.org.ru E-mail: office@irea.org.ru

05.11.2014 № 1306/АИЦ

На № _____ от _____

*Телитченко Г.П.
12.11.14*

**ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»
Ученому секретарю Совета по защите
диссертаций к.т.н., доценту Телитченко Г.П.
Россия, 190005, г. Санкт-Петербург,
Московский пр., 19**

Уважаемый Геннадий Петрович!

Направляю отзыв на автореферат диссертации Собина А.В. «Разработка государственного первичного эталона единиц массовой доли и массовой концентрации компонента в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрического титрования».

Приложение: Отзыв на 3-х листах.

С уважением,

Гл. метролог ФГУП «ИРЕА», к.х.н.

Ктул

К.К. Булатицкий



Отзыв
на автореферат диссертации
Собина Алены Вячеславовны «Разработка государственного первичного эталона единиц массовой доли и массовой концентрации компонента в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрического титрования»

Диссертационная работа Собина А.В. посвящена решению метрологических, технических и химико-аналитических проблем, связанных с разработкой государственного первичного эталона единиц массовой доли и массовой концентрации компонента в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрического титрования для обеспечения единства аналитических измерений и повышения их точности по отношению к возможностям по точности, которые достигались при использовании разработанной ранее установки высшей точности УВТ 14-А-81.

Автором проведено исследование по выявлению и количественной оценке вклада каждого из многочисленных факторов, привносящих дополнительную вариативность в процесс измерений при кулонометрическом титровании, и уточнена его математическая модель с дополнением влияния химических факторов на результат титрования для отдельных компонентов. С учетом полученных результатов и вытекающих из них следствий автором разработана новая конструкция кулонометрической ячейки с рабочей, промежуточной и вспомогательной камерами, увеличена чувствительность индикаторной системы, повышена точность измерений благодаря более четкой регистрации точки эквивалентности на кривой титрования за счет отдельного выполнения предварительного и заключительного титрований.

На основе полученных результатов с участием автора разработан и введен в действие с начала 2013 года национальный стандарт ГОСТ Р 8.735.1.-2011 «Передача единиц от государственного первичного эталона на основе кулонометрического титрования», ставший составной частью комплекса стандартов на государственную поверочную систему для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и

материалах. Состав эталонов сравнения для передачи единиц от государственного первичного эталона автором дополнен двумя разработанными им новыми стандартными образцами состава: этилендиаминтетрауксусной кислоты и хлорида калия.

Разработанный государственный первичный эталон на основе метода кулонометрического титрования внесен в Реестр Государственных эталонов РФ под номером ГЭТ 176-2010. В совокупности со стандартными образцами и новой поверочной схемой он обеспечивает прослеживаемость измерений содержания компонентов к единицам СИ и за счет повышенной точности воспроизведения содержания основного компонента (по сравнению с предшествовавшей установкой высшей точности УВТ 14-А-81) делает пригодными сертификаты калибровки и измерений для их признания другими странами. Измерительные возможности нового государственного первичного эталона были подтверждены успешным участием в трех международных сличениях. Аттестованные с помощью разработанного эталона стандартные образцы обеспечат возможность получения более точных рабочих эталонов для контроля массовой доли основного вещества в химреактивах.

При рассмотрении автореферата выявлены также отдельные недостатки. Так, в формуле (2) автореферата не нашлось места символу «М», который по экспликации к этой формуле означает «молярную массу определяемого компонента (вещества), г/моль», что может быть принято как опечатка. Поиск этой формулы в тексте самой диссертации (на сайте ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева») не привел к успеху – там этой формулы нет. На странице 62 диссертации на рис. 2.13 дана инфографика зависимости значений относительной стандартной неопределенности типа В определения количества электричества $U_B(Q)$ от значений генераторного тока (I) и интервалов времени (t) при пропускании заданного количества электричества $Q=94$ Кл. По тексту диссертации на основании представленных данных следует вывод о том, что наименьшая неопределенность $U_B(Q)$ составляет

1,67 % для режима пропускания тока 70 мА. Совершенно непонятно, как такая огромная величина неопределенности $U_B(Q)$ на этапе основного титрования согласуется с итоговой высокой точностью измерений, если все измерения, включая и измерения при международных сличениях, проводились при режиме пропускания тока 70 мА. Вызывает сомнение формула (2.11) в тексте диссертации, так как физический смысл величины времени титрования с отрицательным знаком не поддается истолкованию.

Высказанные замечания носят частный характер и не снижают общей оценки представленной работы. Собина А.В. выполнено ценное исследование, которое по объему, уровню и практической значимости соответствует требованиям к кандидатской диссертации. Соискатель заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.11.15 – метрология и метрологическое обеспечение.

Старший научный сотрудник, кандидат химических наук, главный метролог Федерального государственного унитарного предприятия «Государственный ордена Трудового Красного Знамени научно-исследовательский институт химических реактивов и особо чистых химических веществ» (ФГУП «ИРЕА»), руководитель испытательной лаборатории ИЛ «Реактив» ФГУП «ИРЕА»

Ктс

Булатицкий Константин Константинович

Почтовый адрес: Российская Федерация, 107076, г. Москва, Богородский вал, д.3.

Тел.: (495)963-75-62.

E-mail: metrologb@yandex.ru

Подпись к.х.н. Булатицкого К.К.

Начальник отдела кадров ФГУП «ИРЕА»



Е.Н. Иванова