

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 308.004.01,
созданного 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 «26» ноября 2019 г. № ____
о присуждении Мигаль Павлу Вячеславовичу, гражданину Российской
Федерации, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «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» **по специальности 05.11.15 – «Метрология и метрологическое обеспечение» принята к защите «24» сентября 2019 г., протокол № 4.2, диссертационным советом Д 308.004.01 созданным 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, 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 Мигаль Павел Вячеславович 1984 года рождения, в 2010 г. окончил Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н.Ельцина по специальности «Металлургия цветных металлов», работает заместителем заведующего лабораторией в федеральном государственном унитарном предприятии «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» Федерального агентства по

техническому регулированию и метрологии Министерства промышленности и торговли Российской Федерации.

Диссертация выполнена в лаборатории метрологического обеспечения наноиндустрии, спектральных методов анализа и стандартных образцов (251) федерального государственного унитарного предприятия «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии Министерства промышленности и торговли Российской Федерации.

Научный руководитель

Конопелько Леонид Алексеевич, доктор технических наук, профессор, ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева».

Официальные оппоненты:

Кондрашкова Галина Анатольевна, доктор технических наук, профессор, ФГБОУ ВО «СПбГУПТД»;

Стахеев Алексей Анатольевич, кандидат технических наук, ФГУП «ВНИИФТРИ»,

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация – Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС»), г. Москва – в своем положительном заключении, подписанном Исаевым Львом Константиновичем, доктором технических наук, профессором, председателем секции № 2 НТС и утвержденным Кузиным Александром Юрьевичем, доктором технических наук, профессором, директором, указала, что автор продемонстрировал глубокое знание предмета исследования и достоин присуждения ему степени кандидата технических наук по специальности 05.11.15 «Метрология и метрологическое обеспечение», а диссертация соответствует требованиям п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней». В отзыве указано, что автором рассмотрены и проанализированы известные достижения и теоретические положения других авторов по

исследуемой проблеме. Исследования проведены на высоком научном уровне, с применением современных методов, использованием современного оборудования. Основные результаты подтверждены в международных сличениях в рамках Консультативного комитета по количеству вещества Международного Комитета Мер и Весов и КОOMET. Так же указано, что 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, а 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.

Соискателем опубликовано 20 работ по теме диссертации по теме диссертации, из них в рецензируемых научных изданиях опубликовано 5 работ. Общий объем 18,14 п.л. (4,42 п.л. соискателя).

Наиболее **значимые научные работы** по теме диссертации:

1. Горбунова Е.М., Горяева Л.И., Медведевских С.В., Мигаль П.В., Панева В.И., Собина Е.П., Степанов А.С., Табатчикова Т.Н., Шишова И.В. Государственный вторичный эталон единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации металлов в жидких и твердых веществах и материалах. // Измерительная техника. 2013. №7. С. 11-13. (объем 1,86 п.л. /авторский вклад 0,21 п.л.).

Личный вклад: проведена оценка метрологических характеристик ГВЭТ 196-1, определены основные направления работ на ГВЭТ 196-1.

2. Мигаль П.В., Горбунова Е.М., Собина Е.П., Табатчикова Т.Н. Разработка и испытания стандартного образца массовой доли никеля (II) в растворе // Стандартные образцы. 2013. №3. С.39-44. (объем 2,33 п.л. /авторский вклад 0,47 п.л.).

Личный вклад соискателя: проведен анализ существующей номенклатуры стандартных образцов растворов химических элементов, проведены испытания стандартного образца в целях утверждения типа.

3. Медведевских С.В., Собина Е.П., Мигаль П.В., Горяева Л.И., Горбунова Е.М., Табатчикова Т.Н., Собина А.В., Фирсанов В.А., Медведевских М.Ю., Крашенинина М.П. К вопросу о применении чистых неорганических веществ в метрологии аналитических измерений. // Стандартные образцы. 2014. №3. С.58-67. (объем 3,72 п.л. /авторский вклад 1,24 п.л.).

Личный вклад соискателя: проведен анализ существующих подходов по оценке чистоты чистых неорганических веществ, определены граничные условия применимости косвенного способа оценки чистоты.

4. Мигаль П.В., Медведевских С.В., Фирсанов В.А. Способ оценки неопределенности аттестованного значения многокомпонентного стандартного образца // Стандартные образцы, 2019. № 1. С.5-13. (объем 4,65 п.л. /авторский вклад 1,55 п.л.).

Личный вклад соискателя: произведена разработка многокомпонентного стандартного образца, произведено математическое моделирование неопределенностей аттестованных значений стандартного образца для подтверждения правильности применяемых алгоритмов.

5. Конопелько Л.А., Мигаль П.В., Собина Е.П. Разработка эталонов сравнения в виде металлов высокой чистоты // Стандартные образцы. 2019. № 2. С.15-24. (объем 4,65 п.л. /авторский вклад 1,55 п.л.).

Личный вклад соискателя: произведена разработка эталонов сравнения в виде чистых неорганических веществ, оценены метрологические характеристики эталонов сравнения.

В диссертации Мигаль П.В. отсутствуют недостоверные сведения об опубликованных работах соискателя, в которых изложены основные научные результаты диссертации.

На автореферат диссертации поступили **отзывы из шести организаций (все отзывы положительные)** в отзывах отмечена актуальность темы, степень проработки вопроса и профессиональный подход к решению поставленных задач, дана положительная оценка проведенных исследований:

1. ФГАОУ ДПО «Академия стандартизации, метрологии и сертификации (учебная)» (подписал заведующий кафедрой «Физико-технические и радиотехнические измерения», к.т.н., доцент, профессор Яковлев Ю.Н.).

Замечания:

не все обозначения по тексту имеют расшифровки;

не совсем ясно чем руководствовался автор при выборе способа обработки измерительной информации для установления аттестованного значения эталонов сравнения;

применялись ли разные способы оценки чистоты для эталонов сравнения.

2. ФГУП «Сибирский государственный ордена Трудового Красного Знамени научно-исследовательский институт метрологии» (подписал заместитель директора по научной работе, к.т.н. Гаврилов А.Б.).

Замечания:

автор употребляет фразу «измерение 91 примеси» хотя по смыслу должно быть «измерение содержания 91 примеси»;

на некоторых графиках приведены обозначения не всех структурных элементов.

3. ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина» (подписали заведующая кафедрой аналитической химии и химии окружающей среды института естественных наук и математики, к.х.н., доцент Неудачина Л.К. и доцент кафедры аналитической химии и химии окружающей среды института естественных наук и математики, к.х.н. Петрова Ю.С.).

Замечание:

не совпадают времена испарения кислотного раствора при температуре 60 °С, указанные на страницах 2 и 20 автореферата

4. ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений» (подписала ведущий научный сотрудник, к.ф.-м.н. Чугунова М.М.).

Замечания:

не даны ссылки на содержание существующей нормативной базы, касающейся предмета исследования (в частности, ГОСТ 8.315-97 «ГСП. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения», ГОСТ 34100.3-2017/ISO/IEC Guide 98-3:2008 «Неопределенность измерения», РМГ 55-2002 «ГСИ. Стандартные образцы состава чистых органических веществ. Методы аттестации. Основные положения» и т.д.), отсутствует анализ их недостатков;

согласно разработанной МИ 3560-2016 «Рекомендация. ГСИ. Оценка неопределенности измерений массовой доли основного компонента в неорганических веществах» для достижения наименьших неопределенностей измерений ($0,0010\% < U < 0,010\%$) целесообразно сначала воспроизводить единицы массовой доли примесей, а затем вычислять содержание основного компонента. Для этого могут использоваться атомно-абсорбционная спектрометрия, атомно-эмиссионная спектрометрия, спектрофотометрия и другие спектральные методы. Однако, указанные методы аттестации основаны на предварительной градуировке по стандартным образцам, которые, соответственно, должны быть заранее аттестованы. Т.е. для проведения высокоточных измерений нового ГСО нужны достоверные сведения о составе существующих ГСО для градуировки с не меньшей точностью. В тексте автореферата не раскрыто, каким образом преодолевается указанное противоречие;

в автореферате не раскрыто происхождение исходных эталонов сравнения в виде чистых металлов, хотя они являются ключевой фигурой всего проведенного исследования;

нигде в тексте диссертации не указано на проведение аналогичных работ по созданию эталонов сравнения в виде высокочистых металлов (Ni, Ti, Mg,

А1) во ФГУП «ВНИИОФИ», хотя они являются компонентами единой научно-исследовательской работы;

не ясно, почему на рисунках 2,3 для Интервальной оценки 2 доверительные границы полученного значения массовой доли несимметричны;

в тексте автореферата присутствуют стилистические и орфографические ошибки, при первом упоминании сокращений не всегда приведена их расшифровка (в частности, ГЭТ 176, ГВЭТ 196-1, ЭС, МХ СО и т. д.), вертикальная ось на рисунке 3 имеет дублированные численные значения;

5. ФБУ «Государственный региональный центр стандартизации, метрологии и испытаний в г. Москве и Московской области» (подписал первый заместитель генерального директора, к.т.н. Морина Е.В.).

Замечания:

в автореферате не указаны рекомендации для дальнейшего применения полученных результатов организациями, проводящими поверку, калибровку средств измерений, аттестацию методик измерений, организацию межлабораторных сравнительных испытаний, при этом отмечаю, что полученные результаты интересны и имеют практическую ценность для ФБУ ЦСМ;

неоднозначно отражен практический вывод по применимости конкретных алгоритмов при проведении международных сличений и дальнейшее применение моделей расчета при организации сличений;

6. ФГБУН «Институт общей и неорганической химии им. Н.С.Курнакова Российской академии наук» (подписала заведующая центром коллективного пользования физическими методами исследований, ведущий научный сотрудник, д.х.н. Барановской В.Б.).

Замечания:

отсутствует ясность изложения по вопросу, каким образом оценивалось содержание примесей в выбранных чистых веществах, какими аналитическими методами это было реализовано. Ведь для построения

градуировки в большом количестве методов также необходимо использование стандартных образцов. И какие же были использованы стандартные образцы, какими метрологическими характеристиками они обладали;

нетипичным при изложении автореферата является отсутствие информации об оборудовании, примененном в исследовании;

на рисунке 3 дублируются значения по вертикальной шкале, и одна из точек имеет асимметричность отклонения, что никак автором не прокомментировано.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их авторитетностью и компетентностью в области метрологии и метрологического обеспечения механических величин, что подтверждается их публикациями в высокорейтинговых научных журналах и способностью определить научную и практическую ценность диссертации.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований

разработана методология оценки неоднородности материала эталона сравнения по примесному составу, которая позволяет оценивать неопределенность массовой доли основного компонента применительно к партии материала;

предложены альтернативные способы оценки чистоты материала эталона сравнения по полному примесному составу для случаев, когда материал эталона сравнения исследован недостаточно полно или для наглядной демонстрации возможных смещений значения массовой доли основного компонента при уточнении ряда пределов обнаружений;

доказано что наилучшим способом оценки чистоты металлов является метод массового баланса (по схеме 100 % минус сумма примесей);

разработаны новые типы эталонов сравнения в виде чистых металлов: V ($99,9377 \pm 0,0084$) %, Cr ($99,9875 \pm 0,0076$) %, Mn ($99,7686 \pm 0,0422$) %, Fe ($99,9636 \pm 0,0094$) %, Co ($99,9823 \pm 0,0033$) %, Ni ($99,9779 \pm 0,0061$) %, Cu ($99,9919 \pm 0,0016$) %, Zn ($99,9921 \pm 0,0013$) %, Cd ($99,9956 \pm 0,0053$) %,

метрологические характеристики которых установлены с наивысшей точностью, а так же новые типы стандартных образцов моноэлементных растворов (9 шт.) с характеристиками точности на уровне $U(k=2, P=0,95)=(0,2-0,4) \%$, что в (2-5) раз точнее многих имеющихся аналогов;

усовершенствован ГВЭТ 196-1 путем улучшения метрологических характеристик за счет внедрения методики передачи единицы массовой доли от эталонов сравнения стандартным образцам.

Теоретическая значимость исследований обоснована тем, что

доказана принципиальная возможность повышения точности характеристики стандартных образцов растворов химических элементов за счет применения для калибровки растворов эталонов сравнения в виде чистых веществ и реализации метода компаративных измерений с внутренним стандартом;

изучены вклады источников неопределённости измерений на всех этапах цепочки прослеживаемости от единиц Международной системы до конечного продукта – стандартного образца. При этом на каждом этапе передачи единицы массовой доли элемента предложены способы повышения точности и достоверности результатов измерений;

доказана возможность определения и обеспечения требуемой стабильности стандартных образцов на основе технологии экспрессного контроля транспирации кислотных растворов сквозь стенки полимерной тары;

результативно использован и опробован применительно к проблематике диссертации способ оценки неопределенности от неоднородности массовой доли основного компонента для чистых веществ на основе анализа примесного состава.

Значение полученных соискателем результатов исследований для практики подтверждается тем, что:

представлены унифицированные методы оценки массовой доли основного компонента и расширенной неопределенности для эталонов сравнения в виде чистых веществ путем разработки рекомендаций в виде

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

определены основные требования к эталонам сравнения в виде чистых веществ в разработанном «Положении о Базе данных «Эталонные сравнения в виде высокочистых веществ», которое согласованно с Росстандартом;

создан способ контроля основного источника неопределенности при выпуске стандартных образцов одноэлементных и многоэлементных растворов элементов, связанный с их нестабильностью.

Оценка достоверности результатов исследования выявила, что

обоснованность применяемых методик измерений подтверждается тем, что прецизионность и воспроизводимость получаемых результатов находятся в заданных пределах, а для экспериментальных работ применялось поверенное и калиброванное оборудование из состава первичного и вторичного эталонов;

теория построена на известных принципах, которые согласуются с международными тенденциями в этом направлении исследований;

установлено, что корректность результатов исследований и установления метрологических характеристик эталонов сравнения и стандартных образцов подтверждаются успешным участием в восьми международных сличениях с положительным результатом, что подтверждает эквивалентность участвовавших эталонов;

использованы современные подходы к обработке измерительной информации для оценки неопределенности результатов измерений, в том числе с применением метода численного моделирования – Монте-Карло.

Личный вклад соискателя состоит в проведении исследований и интерпретация результатов при разработке и испытаниях стандартных образцов растворов девяти химических элементов; **оптимальном планировании** экспериментов и обработке измерительной информации, полученной 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; **непосредственном участии** в подготовке, проведении и достижении высокой сходимости измерений примесей азота, кислорода, водорода, углерода и серы в материале эталонов сравнения в виде чистых металлов методами восстановительного и окислительного плавления; **разработке** новых типов эталонов сравнения в виде чистых металлов и стандартных образцов растворов химических элементов с улучшенными метрологическими характеристиками, которые не имеют аналогов в Российской Федерации и не уступают по характеристикам зарубежным аналогам; **разработке** новых подходов связанных с оценкой метрологических характеристики эталонов сравнения в части исследований неоднородности.

Диссертационный совет отмечает, что результаты исследований могут быть использованы при проведении испытаний средств измерений и стандартных образцов в целях утверждения типа, при разработке и аттестации методик измерений количественного химического анализа, при разработке методик калибровки средств измерений и при поверке и калибровке средств измерений. Методики оценки неопределенности разработанных стандартных образцов могут быть включены в программу учебного процесса на семинарах с производителями стандартных образцов и с представителями центров метрологии и стандартизации.

Диссертационный совет пришёл к выводу о том, что диссертация Мигаль Павла Вячеславовича является законченной научно-квалификационной работой, соответствующей требованиям п.9 «Положения о присуждении ученых степеней» (в редакции Постановлений Правительства Российской Федерации от 21.04.2016 № 335, от 02.08.2016 № 748, от 29.05.2017 № 650, от 28.08.2017 № 1024, от 01.10.2018 № 1168), предъявляемым к диссертационным работам на соискание ученой степени кандидата наук, в которой решена актуальная научно-техническая задача разработки эталонов сравнения в виде

чистых металлов для повышения точности характеристики стандартных образцов.

На заседании «26» ноября 2019 г. диссертационный совет принял решение присудить Мигаль П.В. ученую степень кандидата технических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 16 человек, из них 9 докторов наук по специальности рассматриваемой диссертации, участвовавших в заседании, из 21 человека, входящего в состав совета, проголосовали: за 16, против 0, недействительных бюллетеней нет.

Председатель
диссертационного совета



Конопелько Леонид Алексеевич

Ученый секретарь
диссертационного совета



Чекирда Константин Владимирович

