

ОТЗЫВ

официального оппонента доктора технических наук Кондрашковой Галины Анатольевны на диссертационную работу Чубченко Яна Константиновича на тему: «Разработка методов и средств метрологического обеспечения инфракрасных анализаторов для измерений отношения изотопов $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ диоксида углерода в газовых смесях», представленную в диссертационный совет Д 308.004.01 ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.11.15 – «Метрология и метрологическое обеспечение»

Актуальность темы диссертации

Необходимость совершенствования метрологической базы нашей страны диктуется развитием современных технологий и международной торговли, требованиями для достижения конкурентоспособности отечественных товаров и услуг.

В настоящее время становится очень важным улучшение метрологического обеспечения измерения отношения изотопов $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ диоксида углерода в газовых смесях с помощью инфракрасных анализаторов внутрирезонаторного затухания. Действительно, изотопный анализ, который широко используется в различных областях науки и техники: энергетики, геохимии, фармацевтики, экологии, медицины, пищевой промышленности и др., нуждается в создании метрологической прослеживаемости с высокой достоверностью результатов измерений при проведении этого анализа.

Поэтому тема диссертационной работы Я.К. Чубченко, посвященная созданию способов, методов и средств метрологического обеспечения измерений отношения изотопов $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ диоксида углерода в газовых смесях, весьма своевременна и важна.

Актуальность темы диссертации подтверждается также практической востребованностью результатов работы в научном и прикладном направлениях, о чем свидетельствует включение эталонной установки для определения изотопного состава углерода в газовых смесях диоксида углерода в комплекс аппаратуры государственного первичного эталона единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева».

Результаты исследования и создание высокоточной эталонной установки позволили принимать участие ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в международных сличениях и обеспечить средства поверки и калибровки стандартными образцами изотопного состава углерода для аналитического



приборостроения при определении изотопного состава углерода в газовых смесях диоксида углерода.

Новизна исследований и полученных результатов

Научная новизна работы автора в целом состоит в разработке научно обоснованной и практически подтвержденной методологии создания высокоточной эталонной установки для определения изотопного состава углерода в газовых смесях диоксида углерода, которая позволяет улучшить метрологическую прослеживаемость таких измерений на базе тщательного анализа неопределенностей для достижения наивысшей точности и передачи соответствующих единиц значения соотношения парку аналитических приборов.

Новизна выводов и положений работы заключается в следующем.

1. Обоснована предлагаемая цепь метрологической прослеживаемости измерений изотопного состава углерода на основе изотопного инфракрасного анализатора с использованием стандартных образцов изотопного состава углерода в газовых смесях в баллонах под давлением.
2. Впервые предложена структура, схема и техническая реализация эталонной установки для определения изотопного состава углерода в газовых смесях диоксида углерода, высокоточные метрологические характеристики которой подтверждены в результате международных сличений.
3. Выполнено тщательное и аргументированное экспериментальное исследование источников (бюджета) неопределенностей измерения отношения изотопов $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ диоксида углерода в газовых смесях: нелинейность функциональной зависимости, временной дрейф показаний, пробоподготовка стандартных образцов, особенности памяти, связанные с сорбцией диоксида углерода, зависимости расчетного значения отношения интенсивностей спектральных линий $^{12}\text{CO}_2$ и $^{13}\text{CO}_2$ от газа-разбавителя (воздух, азот, аргон) и молярной доли CO_2 . Предложенное введение поправок на систематические неопределенности (группа В) позволили автору минимизировать или полностью устранить их влияние на расширенную неопределенность измерений до $0,19\text{‰}$.
4. Созданы средства поверки и калибровки - стандартные образцы изотопного состава углерода в баллонах под давлением, необходимые для обслуживания аналитических приборов определения изотопного состава углеродов в газовых смесях диоксида углерода.
5. Разработан проект методики измерений отношения изотопов $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ с целью метрологической аттестации газовых смесей диоксида углерода в баллонах под давлением.

Степень обоснованности и достоверности основных положений диссертации

Достоверность и обоснованность основных положений и выводов диссертационной работы подтверждается:

- теоретической разработкой и практической реализацией высокоточной эталонной установки для определения изотопного состава углерода в газовых смесях диоксида углерода на основе инфракрасного анализатора внутрирезонаторного затухания, с улучшенными в 10 раз метрологическими характеристиками, позволяющей усовершенствовать комплекс аппаратуры Государственного первичного эталона единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»;

- полным и системным теоретическим и экспериментальным исследованием основных источников неопределенностей измерений с целью минимизации расширенной неопределенности при определении изотопного состава углерода в газовых смесях диоксида углерода до 0,19 ‰;

- положительными результатами экспериментальных исследований цепи метрологической прослеживаемости измерения отношений изотопов $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ и измерений изотопного состава углерода, позволяющими обеспечивать поверку и калибровку аналитических измерительных средств с помощью стандартных образцов углерода в газовых смесях в баллонах под давлением, приготавливаемых оптимальным гравиметрическим способом;

- широкой и положительной апробацией выводов работы в печати и на отечественных и зарубежных конгрессах.

Значимость результатов диссертационной работы для науки и практики

Научная значимость основных положений диссертации заключается в создании средств и способов обеспечения единства измерений отношений изотопов $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ диоксида углерода в газовых смесях.

Проведенное автором научное изучение всех факторов, определяющих метрологические свойства эталонной установки для определения изотопного состава углерода в газовых смесях двуоксида углерода обеспечило уменьшение неопределенностей измерений в 10 раз, что помогло реализовать положительные результаты метрологического сличения отечественного комплекса при международных испытаниях.

Результаты теоретических и экспериментальных исследований легли в основу создания стандартных образцов изотопного состава углерода в баллонах под давлением, что позволяет обеспечить метрологическую прослеживаемость от эталонной установки до аналитических приборов.

Безусловную практическую значимость имеют:

- выполненная оригинальная эталонная установка для определения изотопного состава углерода в газовых смесях диоксида углерода,

включенная в комплекс аппаратуры Государственного первичного эталона единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2016;

- разработанные и внедренные стандартные образцы изотопного состава углерода, необходимые для развития отечественного парка аналитических средств измерений, при определении изотопного состава углерода в газовых смесях диоксида углерода;

- проект методики измерения отношений изотопов $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ для метрологической аттестации газовых смесей диоксида углерода в баллонах под давлением;

- проведение международных сличений ССQM Р175 «Дельта-величина отношения стабильных изотопов углерода в меде» и ССQM К120 «Диоксид углерода в воздухе».

Общая оценка диссертационной работы

Диссертация Я.К. Чубченко выполнена на очень важную и своевременную тему, посвященную повышению качества эталонной базы страны и обеспечению независимости метрологических поверочных схем для измерения физических величин с требуемой точностью результатов.

Диссертационная работа логично структурирована, математически и метрологически аргументирована и достаточно иллюстрирована. Она изложена грамотным и ясным техническим языком и надлежащим образом оформлена.

Автореферат и научные публикации весьма полно отражают работу по существу, а также представлены 9 научными работами, из них 3 статьи - в журналах, рекомендованных ВАК Минобрнауки России.

Замечания по диссертационной работе

1. Представляется, что очень важная информация о расширении возможностей Государственного первичного эталона единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» и проводимых международных сличениях ССQM К120 «Диоксид углерода в воздухе» не нашла должного внимания в тексте диссертации.

2. Обсуждение результатов сличений ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» следовало бы дать в сравнительном варианте с результатами других участников сличений (гл. 5, с. 81, рис. 31).

3. В диссертации не дано пояснений о программном обеспечении, которое использовалось при выполнении измерений - встроенное программное обеспечение газоанализатора или программное обеспечение, написанное в среде LabView, блок-схема которого приведена на с. 48 (рис. 22).

4. По-видимому, процедуру введения поправок, представленную в п. 4.5 (с. 68), следовало бы изложить в виде блок-схемы для наглядности ввиду их

4. По-видимому, процедуру введения поправок, представленную в п. 4.5 (с. 68), следовало бы изложить в виде блок-схемы для наглядности ввиду их большого количества. При этом нет ясного вывода о влиянии таких важных факторов на результаты измерений как температура, влажность и давление.

5. Оптимальным вариантом для представления методики измерений отношения изотопов $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ является ее алгоритмическое изложение, что подчеркнуло бы научную значимость предлагаемого варианта.

6. Реализация разработанной автором эталонной установки в дальнейшем будет усовершенствоваться. Хотелось бы, чтобы рекомендации по этому вопросу были изложены в представленной работе.

7. Как в каждой большой работе в диссертации имеется ряд неточностей (например, «величина» вместо «значения») и опечаток (например, с. 52, 74, 116), что не влияет на понимание изложенного материала.

Заключение по диссертационной работе

Приведенные замечания не снижают значимости проделанной автором работы и носят частный характер, отчасти связанный с дальнейшей работой в избранном направлении.

Диссертация Я.К. Чубченко представляет завершённую, самостоятельную научно-исследовательскую работу в рамках поставленных целей.

Совокупность приведенных в диссертации материалов Я.К. Чубченко следует характеризовать как научно-квалифицированный труд, в котором содержатся решения задач совершенствования эталонной базы России, имеющие существенное значение для обеспечения суверенитета и безопасности страны.

Работа в целом соответствует требованиям ВАК, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор, Ян Константинович Чубченко, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.11.15 - «Метрология и метрологическое обеспечение» (п.9 «Положения о присуждении ученых степеней»).

Официальный оппонент,
д.т.н., профессор,
профессор Высшей школы технологии
и энергетики «Санкт-Петербургский
государственный университет
промышленных технологий и дизайна»

31 мая 2018 г.

 Кондрашкова Г.А.
Подпись _____

Высшая школа технологии и энергетики СПбГУПТД,
кафедра «Информационно-измерительные технологии и системы управления»,
198095, Санкт-Петербург, ул. Ивана Черных, 4
http://gturp.spb.ru/?page_id=366

Тел.: (812) 786-86-10

89112880442

E-mail: kiitsu512@gmail.com

