

Отзыв

официального оппонента о диссертации Собины Егора Павловича на тему "Совершенствование системы метрологического обеспечения средств измерений пористости и проницаемости твёрдых веществ и материалов, представленной на соискание учёной степени доктора технических наук по специальности 05.11.15 - метрология и метрологическое обеспечение.

1. Актуальность темы.

Актуальность темы, представленной в работе автора, не вызывает сомнения, поскольку в ней рассматриваются проблемы совершенствования метрологического обеспечения измерений важнейших параметров пористых и дисперсных материалов и веществ, а именно, удельная поверхность, удельный объём пор, размер пор, открытая пористость и коэффициент проницаемости. От перечисленных величин веществ и материалов, которые классифицируются по размеру пор на три группы: микропористые (размер пор менее 2 нм), мезопористые (размер пор от 2 до 50 нм) и макропористые (размер пор более 50 нм), зависят области их применения и востребованность в различных устройствах промышленного, транспортного, химического производства, сельского хозяйства, медицины и других сферах человеческой деятельности.

К началу работы автора по обсуждаемой проблеме, более 10 лет тому назад, практически отсутствовало централизованное метрологическое обеспечение измерения этих характеристик веществ и материалов, а существенное развитие материаловедения для новых технологий, включая нанотехнологии, настоятельно требовало создания государственного первичного эталона, государственной поверочной схемы, стандартных образцов (рабочих эталонов) для



метрологического обеспечения рабочих средств измерений в этой области.

Для этого автором был проведён значительный объём анализа существующих методов измерений удельной адсорбции газов, удельной проницаемости, удельного объёма пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твёрдых веществ и материалов, что позволило обосновать их оптимальный выбор для метрологического обеспечения измерений перечисленных величин твёрдых веществ и материалов как с точки зрения минимизации неопределённости результатов измерений, так и технологической и технической их реализации в метрологической аппаратуре.

Поэтому тема работы Собины Е.П., посвящённая исследованию, разработке и опробованию всего метрологического ряда средств измерения, на основе различных методов измерения и анализа неопределённости результатов измерений пористости и проницаемости твёрдых веществ и материалов, весьма своевременна и важна.

Актуальность темы диссертации Собины Е.П. подтверждается также практической востребованностью полученных результатов, подтверждённых положительной государственной и международной апробацией.

2. Научная новизна и достоверность основных положений диссертации.

Научная новизна работы в целом состоит из решения важной научной и государственной проблемы — создание централизованной государственной системы передач единиц измерения удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объёма пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твёрдых веществ и материалов, апробированной и одобренной на государственном и международном уровне.

Для решения этой проблемы автором впервые проведены теоретические,

метрологические, технологические и структурные исследования и получены следующие научные решения.

1. Изучены и обоснованы для применения разнообразные физико-математические модели воспроизведения единиц величин, характеризующих свойства пористости и проницаемости и других параметров твёрдых материалов и веществ, различными методами в зависимости от размера пор (микро-, мезо- и макро), с использованием значительного количества методов измерения требуемых характеристик, а именно, газоадсорбционная, ртутная порометрия, гидростатическое взвешивание, гелиевая пикнометрия в атмосферных и пластовых условиях, стационарная фильтрация и др.

Это позволило обеспечить селекцию, восприятие и собственно первичное преобразование в информационный измерительный сигнал целого ряда физико-химических величин твёрдых веществ и материалов. Поэтому автор проделал большую теоретическую и исследовательскую работу по анализу и изучению факторов, влияющих на точность перечисленных измерительных процедур и созданию дополнительных способов их учёта.

2. Проведено тщательное изучение влияющих факторов для проведения измерений параметров твёрдых материалов и веществ: время дегазации, температура дегазации, давление дегазации, масса навески, влияющие на результаты измерения сорбционных свойств, температуры и время сушки при пробоподготовке на результаты измерения сорбционных свойств и т. д. В результате разработаны 5 методик воспроизведения пробоподготовки материалов и веществ, которые входят в состав эксплуатационной документации для ГЭТ 210.

3. Созданы и исследованы алгоритмы расчёта неопределённости результатов измерений удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объёма пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости

твёрдых веществ и материалов, учитывающих источники неопределённости случайного и нескомпенсированного систематического типа для всех величин, входящих в модели измерений. В каждом алгоритме расчёта неопределённости результатов измерения величин различными методами учитывались их особенности применения и специфичные источники влияния на суммарную неопределённость (несовершенство моделей измеряемых величин, методические и инструментальные факторы и др.).

В ряде случаев даны рекомендации по математическому совершенствованию алгоритмических расчётов неопределённости результатов измерений для обоснованного сокращения вычислений, которые включены в 5 методик, входящих в состав эксплуатационной документации для ГЭТ 210.

4. Создан ГЭТ 210 — государственный первичный эталон единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объёма, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твёрдых веществ и материалов на основе методов: газоадсорбционной ртутной порометрии, гидростатического взвешивания, стационарной фильтрации и гелиевой пикнометрии при атмосферных и пластовых условиях, который имеет лучшие метрологические характеристики по сравнению с серийно выпускаемыми средствами измерения перечисленных величин от 3 до 15 раз.

5. Разработаны научные, методические и технологические основы для изготовления эталонов сравнения и стандартных образцов (рабочих эталонов) для реализации поверочной схемы при передаче единиц величин рабочим средствам измерения обсуждаемых характеристик, которые не уступают по метрологическим свойствам наилучшим зарубежным аналогам.

6. Созданные 9 типов стандартных образцов закрывают потребности метрологического обеспечения приборов, измеряющих газоадсорбционные

свойства микро-, мезо- и макропористых твёрдых веществ и материалов, для которых впервые возможно проводить расчёт действительных значений сорбционных свойств без проведения дополнительных экспериментальных исследований и применять их при мониторинге стабильности калибровки.

7. Разработана государственная поверочная схема, обеспечивающая с помощью созданных 16 типовых стандартных образцов утверждённого типа государственную централизованную систему передачи единиц величин, характеризующих пористость и проницаемость твёрдых материалов и веществ, от ГЭТ 210 рабочим средствам измерений.

8. Проведение с участием автора 6 успешных международных сличений ГЭТ 210 подтвердили адекватность выбора оптимальных вариантов моделей, алгоритмов расчёта метрологических свойств определения единиц величин. По результатам сличений в базе МБМВ размещены калибровочные и измерительные возможности для удельной адсорбции, удельной поверхности, удельного объёма и размера пор нанопористых оксидов титана, кремния, алюминия и нанопористого углерода. Метрологические характеристики ГЭТ 210 превосходят зарубежные аналоги.

Достоверность и обоснованность положений, выводов и результатов подтверждается:

- полнотой охвата рассматриваемой проблемы, системностью проведённых научных поисков и сопутствующих исследований как государственного первичного эталона, поверочной схемы, так и стандартных образцов на основе изучения значительного объёма научных данных для оптимального выбора моделей измерения, анализа и расчёта их неопределённостей;

- успешными проведениями государственных испытаний и международных сличений метрологической аппаратуры, благодаря чему усовершенствована

эталонная база страны, которая в рассматриваемом варианте превосходит зарубежные аналоги;

- широкой и положительной апробацией работы в печати, научно-технических кворумах, включая международные, а также созданием руководства по эксплуатации ГЭТ 210 и нормативных документов, позволяющих получать исчерпывающую информацию для дальнейшего совершенствования подобных измерений.

3. Ценность для науки и практики.

Научная значимость проделанной работы состоит в создании государственного первичного эталона, государственной поверочной схемы и ряда стандартных образцов (рабочих эталонов) повышенной точности, признанная международным метрологическим сообществом, в сфере определения единиц величин: удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объёма, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твёрдых веществ и материалов, позволяющие обеспечить прослеживаемость в этой области измерений до международной системы единиц физических величин (SI).

Практическая ценность работы заключается в целом ряде положений.

1. Создание подробной методики воспроизведения сорбционных свойств ряда материалов, а так же методики расчёта неопределённости результатов измерений, которые включены в состав руководства по эксплуатации ГЭТ 210.

2. Проведено испытание 16 типов стандартных образцов с целью утверждения типа средств измерения сорбционных свойств, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости при поверке и калибровке газоадсорбционных анализаторов, ртутных порозиметров, анализаторов пористости и газопроницаемости, что подтвердило объявленные метрологические свойства

разработанных стандартных образцов.

3. Практически апробированы и международно признаны измерительные и калибровочные возможности Российского первичного эталона ГЭТ 210, не уступающего зарубежным аналогам, позволяющие снизить барьеры в торговых отношениях с его использованием.

4. Ежегодное участие ГЭТ 210 в поверке квалификации более 50 испытательных лабораторий в области измерений сорбционных свойств нанопористых оксида алюминия, углерода, цеолита, отрытой пористости и газопроницаемости горных пород.

5. Внедрена и функционирует на практике, Приказ № 2341 от 9.11.18 Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии, созданная Государственная поверочная схема, обеспечивающая прослеживаемость обсуждаемых измерений до Международной системы единиц физических величин (SI).

6. Ежегодно изготавливаются стандартные образцы (рабочие эталоны), применяемые при проведении поверки и калибровки значительного количества рабочих средств измерений.

7. Проведена значительная работа по метрологической аттестации 9 методик измерений величин, характеризующих пористость и проницаемость твёрдых материалов и веществ.

Следует отметить серьёзную проработку возможности дальнейшего совершенствования метрологической аппаратуры и методической работы с ней, изложенных в работе.

4. Общая оценка диссертации.

Представленный научный труд весьма разнообразен по количеству измеряемых физических величин, и, следовательно, по использованным моделям и методам их измерений.

Поэтому автору пришлось практически, технологически и методически совершенствовать целый комплекс метрологической аппаратуры и особенности её использования.

Диссертация построена в соответствии с решением научных задач и логично структурирована. Материал диссертации насыщен математическими формулами, таблицами, в том числе результатов проведённых экспериментов и сличений. Достаточно подробно рассмотрены источники неопределённости результатов измерений и алгоритмы их расчёта, а также прикладные результаты работы с рабочими средствами измерения.

Материалы по внедрению и апробации убедительно представлены в тексте и приложениях.

Автореферат диссертации весьма подробно отражает основные этапы исследований, положения и выводы, полученные в работе.

5. Замечания по работе.

1. По видимому в диссертации следовало обсудить особенности селекции, восприятия и собственно первичного преобразования при использовании встроенных датчиков температуры, поскольку модель измерения температуры, как известно, не соответствует действительности, что приводит при их использовании к значимому увеличению неопределённости результатов, особенно в метрологических задачах.

Это направление дополнительных исследований, возможно, позволит

улучшить метрологические свойства рассматриваемой аппаратуры.

2. К этому вопросу примыкает следующее положение. Известно, что при достижении некоторого высокого давления процесс внедрения ртути в образец начинается сопровождаться его нагреванием, следовательно, тепловым расширением и увеличением давления. Учитывается ли это явление при оценке неопределённости результатов измерения.

3. Для исследования результата измерения нестабильности стандартного образца на основе цеолита, углерода, окисла кремния в виде силикагелей его выдерживали при повышенной температуре, которая рассчитывалась по эмпирическому правилу Вант-Гоффа, позволяющему приблизительно оценить влияние температуры на скорость химической реакции в небольшом интервале температур. Не ясно, о какой скорости химической реакции идёт речь.

4. Средний диаметр пор определялся, исходя из идеального предположения об одинаковой форме пор в виде цилиндра, что, очевидно, не соблюдается в реальных объектах. Учитывался ли этот вклад в неопределённость результатов измерений.

5. На основе каких данных были получены размеры площади, занимаемой одной молекулой газа (азота, криптона).

6. Что подразумевает автор под терминами «ошибка измерений» при исследовании метрологических свойств встроенных датчиков температуры (с. 43) и давления (с. 46).

7. Не ясно, в каких случаях автор ограничивается размером «стандартной неопределённости», а в каких использует суммарную и расширенную неопределённость результатов измерений. При этом автор использует термин «неопределённость измерений» вместо «неопределённость результатов

измерений».

8. Требуются пояснения к таблицам 2.2 (с. 45), 2.19 (с. 103), 2.25 (с. 107), 2.66 (с. 157).

9. В диссертации имеются ряд мелких редакционных замечаний (с. 42, 63, 94, 99, 100, 101, 173 и др.), а также опечаток (например, табл. 2.66, с. 157).

6. Заключение по работе.

Приведённые замечания безусловно не снижают научной и практической значимости работы, скорее нацелены на её продолжение.

Диссертация Собины Егора Павловича является научно-квалификационной работой, в которой на основании выполненных автором исследований решена научная проблема, имеющая важное политическое и хозяйственное значение, а именно, совершенствование эталонного парка страны и внедрение его в России и на международном уровне, что вносит значительный вклад в развитие страны.

Научно-квалификационный уровень работы соответствует требованиям, предъявляемым «Положением о присуждении учёных степеней» (постановление Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 года № 842), а её автор, Собина Егор Павлович, заслуживает присуждения учёной степени доктора технических наук по специальности 05.11.15 «Метрология и метрологическое обеспечение».

Официальный оппонент,
заслуженный работник Высшей школы,
действительный член Метрологической академии,
доктор технических наук, профессор

Г.А. Кондрашкова

Санкт-Петербургский государственный
Технологический университет
промышленных технологий и дизайна,
Высшая школа технологий и энергетики,



10
Академик
Заведующий кафедрой
проф. Г.А. Кондрашова
И.В. Лукацкий
первый проректор

кафедра информационно-измерительных технологий
и систем управления (ИИТСУ)

198095, г. Санкт-Петербург, ул. Ивана Черных, 4

Тел. (812)786-57-44, факс (812) 786-86-00

mail@gturp.spb.ru www.gturp.spb.ru

Профессор кафедры ИИТСУ

тел. 8-911-288-04-42

kiitsu512@gmail.com

