

ОТЗЫВ

на автореферат диссертации Алены Вячеславовны Собиной
«Разработка государственного первичного эталона единиц массовой доли и массовой концентрации компонента в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрического титрования»,
представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.11.15 – Метрология и метрологическое обеспечение

Экономически обоснованная необходимость подтверждения измерительных возможностей России в области аналитических измерений, требует достойного участия в круговых сличениях соответствующих национальных эталонов. Для этого, в частности, нужно поддерживать на мировом уровне национальные единицы массовой доли и массовой концентрации компонента в физико-химической системе, воспроизводимые первичным эталоном. В этой связи диссертационная работа А. В. Собиной, направленная на создание, взамен морально устаревшей установки УВТ 14-А-81, государственного первичного эталона единиц массовой доли и массовой концентрации компонента в жидких и твердых веществах и материалах, представляется актуальной.

В основу создаваемого эталона положен метод кулонометрического титрования, рекомендованный в качестве первичного метода измерений Консультативным комитетом по количеству вещества: метрология в химии МБМВ. В ходе исследований метод развит и конкретизирован в части математической модели процесса титрования, учета влияния химических факторов, оценивания вкладов различных источников неопределенности измерений (повторяемости, плотности раствора – для жидких проб, массы навески, напряжения генераторного тока и сопротивления образцового резистора, молярной массы, диффузии, содержания в электролите CO_2 или O_2). На этой основе разработана новая конструкция кулонометрической ячейки, отличающаяся меньшими размерами камер и наличием механизма вытеснения электролита в рабочую камеру, что привело к снижению порога реагирования системы определения конечной точки титрования (КТТ) и, как следствие, снижению соответствующей составляющей неопределенности измерений. Установлены оптимальные режимы титрования с целью повышения точности измерений количества электричества, а также средства и порядок передачи размеров единиц в соответствии с государственной схемой прослеживаемости. Указанные результаты определяют научную новизну диссертационного исследования.

Практическая значимость работы состоит в создании государственного первичного эталона единиц массовой (молярной) доли и массовой концентрации компонента в жидких и твердых веществах ГЭТ 176-2010 с улучшенными, в среднем вдвое, по сравнению с УВТ 14-А-81 точностными характеристиками, разработке государственного стандарта ГОСТ Р 8.375.1-2011 "ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания компонентов в жидких и твердых веществах и материалах. Передача единиц от государственного первичного эталона на основе кулонометрического титрования", создании комплекса стандартных образцов для использования в качестве эталонов сравнения при передаче размеров единиц от первичного эталона.

Положения, выносимые на защиту, в целом соответствуют важнейшим научным результатам, полученным в ходе выполнения диссертационной работы. Не вызывают со-

мнения уровень внедрения результатов работы, решающий личный вклад автора, апробация работы и ее представление в публикациях.

Диссертация в целом оставляет впечатление чрезвычайно добротной метрологической работы эталонного уровня, объединяющей теоретические и экспериментальные исследования, которые приводят в итоге к повышению точности воспроизведения и передачи размеров единиц в национальной системе обеспечения единства измерений.

Автореферат диссертации вызывает ряд следующих замечаний:

1 Отсутствует обоснование того, что точность определения КТТ при сравнении старой и новой ячеек характеризуется стандартной неопределенностью типа В. То же относится к точности измерений количества электричества (зависимость на рис. 4).

2 В выражении (2) отсутствует молярная масса M , указанная в подформульной расшифровке, и, напротив, имеется не указанное сопротивление R .

3 Для монотонной зависимости, приведенной на рис. 4, вывод о том, что оптимальными силой тока и временным интервалом служат минимальные величины, представляется тривиальным и не требующим привлечения понятия «оптимальный».


4 Термин «неопределенность» используется временами несколько небрежно. Так, на стр. 13 говорится о «стандартной неопределенности фактора».

Указанные замечания не снижают общую положительную оценку работы.

Автореферат диссертации А. В. Собиной, опубликованные работы, включая статьи в рецензируемых изданиях, свидетельствуют о том, что представленная работа отвечает требованиям Положения ВАК РФ о порядке присуждения ученых степеней, а ее автор заслуживает присуждения степени кандидата технических наук по специальности 05.11.15 – Метрология и метрологическое обеспечение.

Главный научный сотрудник,
Заслуженный метролог РФ,
докт. техн. наук, профессор

ОАО «Концерн «ЦНИИ «Электроприбор»
197046, СПб, Малая Посадская, 30
+7(812) 499 8167 vgranovsky@eprib.ru

 В. А. Грановский

Подпись Валерия Анатольевича Грановского заверяю:

Ученый секретарь ЦНИИ, д. т. н.



Ю. А. Литманович