

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 308.004.01 на базе
«Всероссийского научно-исследовательского института метрологии им. Д.И.
Менделеева» ПО ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ
КАНДИДАТА НАУК

аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета от 15.12.2014 г. № 2

О присуждении С о б и н а Алене Вячеславовне
ученой степени кандидата технических наук

Диссертация «СОЗДАНИЕ ГОСУДАРСТВЕННОГО ПЕРВИЧНОГО ЭТАЛОНА ЕДИНИЦ ВЕЛИЧИН, ХАРАКТЕРИЗУЮЩИХ СОДЕРЖАНИЕ КОМПОНЕНТА В ЖИДКИХ И ТВЕРДЫХ ВЕЩЕСТВАХ И МАТЕРИАЛАХ НА ОСНОВЕ КУЛОНОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ» по специальности 05.11.15 «Метрология и метрологическое обеспечение» принята к защите 7 октября 2014 г., протокол № 1, диссертационным советом Д 308.004.01 при «Всероссийском научно-исследовательском институте метрологии им. Д.И. Менделеева».

Соискатель С о б и н а Алена Вячеславовна, 1981 года рождения. В 2003 году соискатель окончила Уральский государственный университет им. А.М. Горького и работает во ФГУП «Уральский научно - исследовательский институт метрологии».

Диссертация выполнена во ФГУП «Уральский научно - исследовательский институт метрологии» в лаборатории физических и химических методов аттестации стандартных образцов и на кафедре физико-химических методов анализа ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина».

Научный руководитель – доктор химических наук, профессор Ребрин Олег Иринархович, заведующий кафедрой физико-химических методов анализа ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина».

Официальные оппоненты:

Куручкин Владимир Ефимович, доктор технических наук, профессор, ФГБУН «Институт аналитического приборостроения Российской академии наук», директор,

Кондрашкова Галина Анатольевна, доктор технических наук, профессор, ФГБОУ ВПО «Санкт-Петербургский государственный технологический университет растительных полимеров», заведующая кафедрой информационно-измерительных технологий и систем управления, дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы» Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии, Москва, в своем положительном заключении, подписанным заместителем директора ВНИИМС д.т.н., профессором Л.К. Исаевым, указала, что «Диссертация представляет собой законченную научно - исследовательскую работу на актуальную тему. Новые научные результаты, полученные диссертантом, имеют существенное значение для обеспечения единства аналитических измерений и повышения их точности. Предложены методические и практические решения, имеющие существенное значение для науки и метрологической практики в области измерения состава веществ. Выводы и рекомендации достаточно обоснованы. Внедрение результатов работы в практическую деятельность подтверждены соответствующими документами».

Соискатель имеет 24 опубликованных работ по теме диссертации, из них 3 работы. опубликованы в рецензируемых научных изданиях из списка ВАК.

Наиболее значимые научные работы по теме диссертации:

1. **Скутина, А. В.** (Собина А.В.) Государственный первичный эталон единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонента в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрического титрования / А. В. Скутина (Собина А.В.), Г. И. Терентьев // Измерительная техника. – 2011. – № 9. – С. 4-8.

2 .Coulometric determination of amount content of potassium dichromate for comparability assessment through a bilateral comparison/ P.P. Borges, W.B. Silva Junior, F.B. Gonzaga, **A. Sobina** and etc. // XX IMEKO World Congress Metrology for Green Growth: book of abstracts. – Busan, 2012. – 3 p.

3. **Скутина, А.В.** (Собина А.В.) Установка высшей точности кулонометрического титрования ФГУП «УНИИМ» - реализация одного из первичных, высокоточных методов измерений состава химических веществ высокой чистоты / А.В. Скутина (Собина А.В.), Г.И. Терентьев, // Главный метролог. – 2009. – № 4. – С. 40-44.

На диссертацию и автореферат поступили 8 отзывов:

к.х.н. Л.А. Карпюк, директор метрологического отделения ВНИИМ им. А.А.

Бочвара,

к.т.н. Г.В. Шувалов, и.о. директора ФГУП "СНИИМ",

к.х.н. К.К. Булатицкий, главный метролог ФГУП "ИРЕА",

к.х.н. А.Н. Атанов, генеральный директор ООО "ЦСОВВ",

к.т.н. С.В. Прокунин, начальник лаборатории ФГУП "ВНИИФТРИ",

к.х.н. доцент Г.К. Зиятдинова, д.х.н. профессор Г.К. Будников, кафедра анали-

тической химии Казанского (Приволжского) федерального университета,

Заслуженный метролог РФ, докт. техн. наук профессор В.А. Грановский,

главный научный сотрудник ОАО "Концерн "ЦНИИ Электроприбор",

канд. техн. наук А. Клеопин, начальник отдела Главного научного метрологического центра Минобороны РФ,

канд. техн. наук В.В. Степановских, директор ЗАО "Институт стандартных образцов".

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается тем, что они являются наиболее известными и общепризнанными в России специалистами в области, которая исследуется в диссертации.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований **разработаны:**

- государственный первичный эталон единиц ГЭТ 176-2010, обеспечивающий воспроизведение и передачу единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонента в жидких и твердых веществах и материалах на основе метода кулонометрического титрования с наивысшей точностью в стране и на уровне мировых аналогов, с диапазоном измерений массовой доли основного компонента – от 99,000 до 100,000 % с относительной расширенной неопределенностью от 0,011 % до 0,030 % при вероятности $P=0,95$;

- государственная поверочная схема в ранге национального стандарта ГОСТ Р 8.375.1-2011, предусматривающая передачу единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонента в жидких и твердых веществах и материалах рабочим средствам измерений с помощью стандартных образцов и высокоточных измерительных установок, что позволит обеспечить более эффективную систему передачи единиц при создании достаточного количества измерительных установок в различных регионах России;

- стандартные образцы состава твердых веществ этилендиаминтетрауксусной кислоты и хлорида калия с аттестованными значениями массовой доли основного компонента и раствора соляной кислоты с аттестованным значением молярной концентрации ионов водорода, имеющие наивысшие метрологические характеристики в России (границы относительной погрешности аттестованных значений от $\pm 0,02$ до $\pm 0,05$ %);

- усовершенствованная методика измерений на ГПЭ массовой доли основного компонента в чистых веществах и их растворах: бифталате калия, дихромате калия, соляной кислоте и ЭДТУ. В процедуру измерений добавлена стадия предварительного титрования, что позволяет устранить влияние электроактивных примесей и исключить аддитивные смещения, обусловленные несовпадением точки эквивалентности с точкой конца титрования. В стадии предварительного и заключительного титрования внедрена процедура перемешивания электролита: после каждого пропускания тока вытесняют

электролит из промежуточной камеры в рабочую, чтобы выровнять концентрацию определяемого компонента в обеих камерах и зафиксировать равновесное значение индикаторного сигнала в зависимости от времени пропускания тока.

Теоретическая значимость исследований обоснована тем, что впервые:

- доказана роль и проведена оценка вкладов различных источников неопределенности воспроизведения единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации компонента с помощью ГПЭ и показано, что наибольший вклад вносят: повторяемость измерений, измерения плотности раствора (для жидких проб), массы навески, напряжения генераторного тока при основном титровании, сопротивления катушки, молярной массы, а также диффузия определяемого компонента в промежуточную и вспомогательную камеры, содержание в электролите CO_2 для кислотно-основных реакций или O_2 для окислительно-восстановительных реакций;

- предложена уточненная математическая модель процесса измерений методом кулонометрического титрования, позволяющая учитывать влияния различных химических факторов на результаты измерений.

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

- разработана и внедрена в практику работы ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» кулонометрическая ячейка новой конструкции с меньшим объемом рабочей, промежуточной и вспомогательной камер, с возможностью продувки их аргоном и вытеснения электролита из промежуточной камеры в рабочую, с использованием барботера в виде стеклянной трубки с крупнопористой фриттой на конце, что позволило увеличить чувствительность индикаторной системы и, как следствие, уменьшить в 1,5-2 раза неопределенность измерений, связанную с фиксацией конечной точки титрования;

- создана база для метрологического обеспечения выпуска химических реактивов и веществ особой чистоты с погрешностью установления массовой доли основного компонента от 0,05 % до 0,5 % (до проведения этой работы погрешность составляла от 0,1 % до 1,0 %);

- проведенные международные сличения по измерению содержания бифталата калия, хлороводородной (соляной) кислоты и дихромата калия под эгидой МБМВ позволили ФГУП «УНИИМ» получить признание своих измерительных и калибровочных возможностей на международном уровне.

Оценка достоверности результатов исследования выявила отсутствие в данной работе плагиата. Результаты получены на сертифицированном оборудовании. Используются современные методики сбора и обработки исходной информации. Достоверность подтверждается, также, утверждением созданного государственного первичного эталона, а также результатами международных сличений под эгидой МБМВ.

Личный вклад соискателя состоит в том, что все основные научные результаты, изложенные в диссертации, получены ею самостоятельно; в научных трудах, опубликованных в соавторстве, соискатель участвовала в равной доле с остальными. Соискателем непосредственно проведены экспериментальные исследования (измерения массовой доли основного компонента в СО состава бифталата калия, дихромата калия, трилона Б, молярной концентрации хлороводородной кислоты), по результатам которых установлены метрологические характеристики разработанного эталона. В полном объеме лично соискателем выполнены работы по созданию двух новых типов стандартных образцов (ГСО 9654-2010, ГСО 9655-2010).

На заседании 15.12.2014 г. диссертационный совет принял решение присудить **Собина А.В.** ученую степень кандидата технических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 16 человек, из них 6 докторов наук (*по специальности рассматриваемой диссертации*), участвовавших в заседании, проголосовали: за 16, против нет, недействительных бюллетеней нет.

Председатель диссертационного совета

В.А. Слаев

Ученый секретарь диссертационного совета

Г.П. Телитченко