

## **ОТЗЫВ**

**на автореферат диссертационной работы**

**Шимолина Александра Юрьевича**

**на тему «Метрологическое обеспечение измерений содержания окислителей и восстановителей в высокочистых веществах и их растворах методом кулонометрического титрования электрогенерированным йодом»,**

**представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.2.10 – Метрология и метрологическое обеспечение**

Автореферат диссертационной работы Шимолина А.Ю., состоящий из трех основных частей, озаглавленных как «Общая характеристика работы», «Основное содержание работы» и «Заключение», полностью соответствует требованиям ВАК.

Для достижения цели диссертации ее автор выбрал метод кулонометрического титрования, официально признанный МБМВ в качестве прямого первичного метода. Оригинальность предложенного автором решения состоит в реализации выбранного метода посредством прямого и обратного титрования с использованием в качестве титранта электрогенерированного йода. Автор создал специальную кулонометрическую ячейку для реализации разработанных им способа «совместного приливания» и методик воспроизведения единиц молярной концентрации тиосульфата натрия, а также массовой доли и массовой (молярной) концентрации йодата калия указанным методом на Государственном первичном эталоне ГЭТ 176-2019. К существенным достижениям автора следует отнести то, что применение способа «совместного приливания» позволило сократить скорость диффузии реагентов во вспомогательную камеру ячейки в 120 раз, сведя при этом к минимуму факторы, существенно затруднявшие работу исследователей национальных метрологических институтов других стран (этими факторами являются миграция реагентов в указанную камеру, потеря избытка молекулярного йода в результате массопереноса в токе инертного газа и разложение избытка тиосульфата натрия).

Автор диссертации внес существенный научный вклад в развитие давно известного первичного метода высокоточного кулонометрического титрования окислителей и восстановителей, на основе которого в ФГУП «УНИИМ» создан Государственный первичный эталон ГЭТ 176-2019. Авторский вклад состоит в первую очередь в разработке усовершенствованной методики прямого кулонометрического определения



йодата калия на ГЭТ 176, применение которой позволило десятикратно уменьшить расширенную относительную неопределенность передачи единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации йода от указанного эталона потребителям. Также автор:

- научно обосновал возможность уменьшения расширенной относительной неопределенности аттестованных значений двух вышеуказанных величин в стандартных образцах при условии практического применения способа «совместного приливания» и двухстадийного процесса определения содержания йодата калия;

- усовершенствовал математическую модель и разработал методику измерений содержания окислителей и восстановителей на ГЭТ 176 методом кулонометрического титрования электрогенерированным йодом;

- обосновал принципы построения реализующей способ «совместного приливания» кулонометрической ячейки, позволившей подтвердить правильность авторских теории, модели и методики измерений.

Наиболее значимый практический вклад автора состоит в разработке, испытании и внедрении новых стандартных образцов состава йодата калия и кофеина, имеющих прослеживаемость до государственных первичных эталонов и обеспечивающих передачу единицы массовой доли компонента потребителям с расширенной неопределенностью не более 0,03 % при  $k = 2$  и  $P = 0,95$ .

Новизна диссертационной работы Шимолина А.Ю. состоит:

- в усовершенствовании вышеуказанной математической модели, позволяющей достичь абсолютной стандартной неопределенности типа В не более 0,008 % при измерении массовой доли йодата калия в стандартном образце йодата калия высокой чистоты;

- в формулировании и обосновании принципов построения кулонометрической ячейки, реализующей авторский способ «совместного приливания»;

- в разработке методики количественного определения содержания окислителей и восстановителей на ГЭТ 176 методом кулонометрического титрования электрогенерированным йодом с расширенной неопределенностью не более 0,03 % при  $k = 2$  и  $P = 0,95$ ;

- в практическом подтверждении (валидации) эквивалентности ГЭТ 176, реализующего разработанную автором методику, национальным эталонам других государств.

Валидация предложенных автором подходов, процедур и алгоритмов оценивания неопределенностей результатов определения доли йодата калия и концентрации тиосульфата натрия на ГЭТ 176 произведена посредством международных ключевых сличений ССQM-K152 (координатор сличений ФГУП «УНИИМ»), в которых приняло участие восемь метрологических институтов, при этом пять из них используют метод кулонометрического титрования. В итоге семь институтов (исключая только аргентинский INTI) получили положительные результаты сличений. Участниками рабочей группы по электрохимическому анализу, заседавшей в апреле 2019 года в штаб-



квартире МБМВ, была подтверждена правильность предложенного автором способа «совместного приливания».

Наиболее существенными достижениями автора диссертации являются.

- новые научно обоснованные способы «совместного приливания» и двухстадийного определения содержания йодата калия, а также принципы построения и расчетов параметров кулонометрической ячейки для реализации способа «совместного приливания»;

- усовершенствованная математическая модель измерений содержания окислителей и восстановителей на ГЭТ 176 методом кулонометрического титрования электрогенерированным йодом;

- уменьшение расширенной относительной неопределенности передачи единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации йода от ГЭТ 176 потребителям от прежних 0,5 % до обеспеченных автором 0,03 %;

- подтверждение эквивалентности ГЭТ 176 целому ряду национальных эталонов других государств при проведении международных ключевых сличений ССQM-K152 под эгидой МБМВ;

- создание, испытание и широкое внедрение стандартных образцов состава йодата калия ГСО 11713-2021 и кофеина ГСО 11872-2022, имеющих прослеживаемость до государственных первичных эталонов.

Результаты диссертационной работы Шимолина А.Ю. наиболее востребованы организациями, изготавливающими или использующими в своей практике стандартные образцы очищенных веществ (йодата калия, кофеина и других), а также их растворы. Указанные результаты могут быть полезны предприятиям фармацевтической, нефтехимической, газовой отраслей промышленности, различным исследовательским, испытательным и калибровочным/поверочным лабораториям (и т. д.).

К сожалению, в содержании автореферата встречаются недочеты оформительского характера, приведенные ниже в качестве замечаний.

1. На стр. 3 автореферата сверху можно было бы вставить заголовок «Актуальность темы исследования», как это сделано в самой диссертации.

2. На стр. 5 следовало бы вместо «Цели работы» написать «Цель работы», так как автором диссертационной работы заявлена только одна цель.

3. В общей характеристике работы на стр. 10 автором ошибочно указано число страниц диссертации (22 вместо 136).

4. В части «Основное содержание работы» на стр. 10 вместо выражения «При анализе приведена оценена области применения...» следовало бы написать «При анализе оценена область применения...».

5. В обеих формулах на стр. 13 и 14 пропущена величина  $\delta_{\text{герм}}$ .

6. В работах по метрологии следует избегать применения термина «ошибка измерений» вместо термина «погрешность измерений» или «неопределенность измерений», что имеет место на стр. 13 и 14.

7. На стр. 14 достаточно было бы указать сокращенное наименование первичного эталона (т. е. просто «ГЭТ 176»), как это сделано автором в других местах текста автореферата).



8. На стр. 18 в первом предложении вместо словосочетания «массовой до йодата калия» следовало бы употребить «массовой доли йодата калия».

Однако все приведенные выше замечания несколько не умаляют ценности диссертационной работы, научное содержание которой представлено в 16 авторских публикациях в различных изданиях (в том числе в официально признанных ВАК).

В целом содержание автореферата свидетельствует о достаточно высоком научном уровне диссертационной работы Шимолина А.Ю., достойно завершившейся широкомасштабным внедрением разработанных им уникальных по своим характеристикам стандартных образцов состава йодата калия ГСО 11713-2021 и кофеина ГСО 11872-2022.

Исходя из содержания автореферата, можно заключить следующее:

- диссертация представляет собой логически завершенную научную работу, соответствующую требованиям постановления Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 № 842 «О порядке присуждения ученых степеней» (в том числе требованиям «Положения о присуждении ученых степеней») и требованиям ВАК, предъявляемым к диссертационным работам на соискание ученой степени кандидата технических наук;

- Шимолин Александр Юрьевич как автор диссертации заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.2.10 – Метрология и метрологическое обеспечение.

Ведущий инженер по метрологии  
сектора законодательной метрологии  
НИОЗТМ, НТП БелГИМ,  
канд. техн. наук (спец. 05.02.11 – Методы  
контроля и диагностика в машиностроении)

О.В. Булатов

Республиканское унитарное предприятие  
«Белорусский государственный институт метрологии»  
220053, Республика Беларусь, г. Минск, Старовиленский тракт, 93  
<https://belgim.by>  
Тел. +375 17 3377799, факс +375 17 2449938  
e-mail: [info@belgim.by](mailto:info@belgim.by)

