

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИИ им. Д.И. МЕНДЕЛЕЕВА»

Стенографический отчет

ЗАСЕДАНИЕ СОВЕТА Д 308.004.01
ПО ЗАЩИТЕ ДОКТОРСКИХ И КАНДИДАТСКИХ
ДИССЕРТАЦИЙ
28 июня 2018 года

Повестка дня

Защита диссертации на соискание ученой степени кандидата технических наук **Чубченко Яном Константиновичем** 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».**

Специальность 05.11.15 – Метрология и метрологическое обеспечение

Научный руководитель:
доктор технических наук, профессор Л.А. Конопелько

Официальные оппоненты:
доктор технических наук, профессор В.В. Алексеев
доктор технических наук, профессор Г.А. Кондрашкова

Ведущая организация:
ФГБУ «Главная геофизическая обсерватория
имени А.И. Воейкова»

О г л а в л е н и е

Стр.

Список присутствующих членов совета	3
Открытие заседания совета	4
Доклад диссертанта	5
Вопросы и ответы	17
Обзор отзывов на диссертацию и автореферат	37
Ответ диссертанта на замечания в отзывах	41
Ответ диссертанта на замечания в отзывах официальных оппонентов	47
Избрание счетной комиссии	52
Общая дискуссия	53
Результаты тайного голосования	61
Заключение диссертационного совета по диссертации	62

ЗАСЕДАНИЕ СОВЕТА Д 308.004.01
ПО ЗАЩИТЕ ДОКТОРСКИХ И КАНДИДАТСКИХ
ДИССЕРТАЦИЙ
28 июня 2018 года

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ СОВЕТА – доктор технических наук, профессор
В.А. СЛАЕВ

УЧЕНЫЙ СЕКРЕТАРЬ СОВЕТА – кандидат технических наук
К.В. ЧЕКИРДА

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Доброе утро, уважаемые коллеги!

Наш совет утвержден в количестве 21 человека, на заседании присутствуют 15 членов совета, из них 9 докторов наук по профилю рассматриваемой диссертации:

1. Слаев В.А.	Доктор техн. наук, профессор	05.11.15
2. Чекирда К.В.	Кандидат техн. наук	05.11.15
3. Катков А.С.	Доктор техн. наук, доцент	05.11.15
4. Компан Т.А.	Доктор техн. наук, с.н.с.	05.11.15
5. Конопелько Л.А.	Доктор техн. наук, профессор	05.11.15
6. Кравченко С.А.	Доктор техн. наук, с.н.с.	05.11.01
7. Крылов А.И.	Доктор хим. наук	05.11.01
8. Литвинов Б.Я.	Доктор техн. наук, доцент	05.11.15
9. Неронов Ю.И.	Доктор ф.-м. наук, профессор	05.11.01
10. Окрепилов М.В.	Доктор техн. наук, доцент	05.11.15
11. Походун А.И.	Доктор техн. наук, профессор	05.11.01

12. Соколов Н.А.	Доктор техн. наук	05.11.15
13. Сясько В.А.	Доктор техн. наук, профессор	05.11.15
15. Шифрин В.Я.	Доктор техн. наук, профессор	05.11.01
16. Шелюто В.А.	Доктор ф.-м. наук	05.11.15

Кворум имеется (нам достаточно 14 членов совета и 3-х докторов наук по специальности для кандидатской защиты). Проект заключения и информационный материал роздан членам совета. Мы правомочны начать заседание совета.

Нет возражений у членов совета? Нет.

На повестке дня – защита диссертации на соискание ученой степени кандидата технических наук Чубченко Яном Константиновичем 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» по специальности 05.11.15 – Метрология и метрологическое обеспечение.

Работа выполнена в Федеральном государственном унитарном предприятии «Всероссийский научно-исследовательский институт метрология имени Д.И. Менделеева».

Научный руководитель – доктор технических наук, профессор Конопелько Леонид Алексеевич.

Официальные оппоненты:

Алексеев Владимир Васильевич, доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой информационно-измерительных систем и технологий Санкт-Петербургского государственного электротехнического университета ЛЭТИ имени В.И. Ульянова (Ленина)),

Кондрашкова Галина Анатольевна, доктор технических наук, профессор кафедры информационно-измерительных технологий и систем

управления Санкт-Петербургского государственного университета промышленных технологий и дизайна.

Ведущая организация – Федеральное государственное бюджетное учреждение «Главная геофизическая обсерватория имени А.И. Воейкова».

Слово предоставляется ученому секретарю Константину Владимировичу Чекирде для оглашения материалов личного дела соискателя.

УЧЕНЫЙ СЕКРЕТАРЬ

(Оглашает материалы личного дела соискателя.)

Все представленные документы и материалы предварительной экспертизы соответствуют требованиям Положения «О порядке присуждения ученых степеней».

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Есть вопросы к ученому секретарю? Нет. Спасибо.

Тогда, Ян Константинович, пожалуйста, вам предоставляется слово для защиты диссертации. Желательно уложиться в 20–25 минут.

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Уважаемые председатель и члены диссертационного совета, коллеги и гости!

(Слайд) Предлагаю вашему вниманию диссертацию 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».

(Слайд) В последние десятилетия изотопный анализ углерода стал активно использоваться в области экологии, медицины, энергетики, криминалистики, фармацевтики, геохимии и пищевой промышленности.

(Слайд) Для определения изотопного состава углерода в настоящее время используются изотопные масс-спектрометры и изотопные инфракрасные анализаторы.

Благодаря компактности, невысокой стоимости, широкому рабочему температурному диапазону, высокой точности, возможности выполнения измерений вне лаборатории и без участия оператора изотопные инфракрасные анализаторы являются предпочтительными для решения ряда актуальных задач, например изотопного анализа углерода в диоксиде углерода атмосферного воздуха.

Для утверждения типа и последующей поверки существует потребность в стандартных образцах изотопного состава углерода в газовых смесях диоксида углерода, которые можно использовать без дополнительной пробоподготовки.

(Слайд) Целью данной работы является разработка методов и средств метрологического обеспечения инфракрасных анализаторов для измерений отношения изотопов $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ диоксида углерода в газовых смесях

Для достижения поставленной цели были определены следующие задачи:

Разработка цепи метрологической прослеживаемости измерений отношения изотопов $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ диоксида углерода в газовых смесях

Разработка технологии изготовления и способов аттестации стандартных образцов изотопного состава углерода – газовых смесей диоксида углерода в баллонах под давлением

Разработка высокоточной эталонной установки для определения изотопного состава углерода в газовых смесях диоксида углерода на базе инфракрасного анализатора внутрирезонаторного затухания

Исследование метрологических характеристик эталонной установки

Подтверждение метрологических характеристик эталонной установки в международных сличениях

Изготовление и экспериментальные исследования характеристик стандартных образцов изотопного состава углерода – газовых смесей диоксида углерода в баллонах под давлением

Разработка методики измерений отношения изотопов $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ с целью аттестации газовых смесей диоксида углерода в баллонах под давлением

(Слайд) Научная новизна работы заключается в следующем:

1. Предложена и обоснована цепь метрологической прослеживаемости измерений изотопного состава углерода, которая позволяет осуществить процесс калибровки и поверки изотопных инфракрасных анализаторов с помощью стандартных образцов изотопного состава углерода – газовых смесей в баллонах под давлением, приготавливаемых из чистых газов $^{12}\text{CO}_2$, $^{13}\text{CO}_2$ и N_2 гравиметрическим методом без использования твердых и жидких стандартных образцов.

2. Разработаны схемные решения построения высокоточной эталонной установки для определения изотопного состава углерода в газовых смесях диоксида углерода на основе инфракрасного анализатора внутрирезонаторного затухания, позволившие уменьшить неопределённость измерений в 10 раз за счет использования газовых смесей для контроля стабильности анализатора, исследования зависимости расчетной величины отношения интенсивностей спектральных линий $^{12}\text{CO}_2$ и $^{13}\text{CO}_2$ от молярной доли CO_2 и газа-разбавителя, выбора

оптимального интервала усреднения показаний, автоматизации процесса измерений.

3. Предложен и экспериментально подтвержден способ аттестации стандартных образцов изотопного состава углерода – газовых смесей диоксида углерода в баллонах под давлением по твердым и жидким стандартным образцам изотопного состава углерода.

4. Определены и исследованы основные факторы, формирующие бюджет неопределенности измерений отношения изотопов $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ диоксида углерода в газовых смесях: нелинейность градуировочной характеристики, дрейф показаний, пробоподготовка стандартных образцов, эффекты памяти, связанные с сорбцией диоксида углерода на внутренней поверхности газовой схемы, зависимость расчетной величины отношения интенсивностей спектральных линий $^{12}\text{CO}_2$ и $^{13}\text{CO}_2$ от газаразбавителя и молярной доли CO_2 . Введение поправок позволяет минимизировать или полностью устранить влияние указанных выше факторов.

(Слайд) Практическая ценность работы заключается в следующем:

Создание эталонной установки для определения изотопного состава углерода в газовых смесях диоксида углерода, которая включена в комплекс аппаратуры Государственного первичного эталона единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2016 ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева».

Разработанная высокоточная эталонная установка позволила расширить измерительные возможности ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» и принять участие в международных сличениях ССQM P175 «Дельта-величина отношения стабильных изотопов углерода в меде», а также ССQM K120 «Диоксид углерода в воздухе».

Результаты исследований позволили создать средства поверки и калибровки – стандартные образцы изотопного состава углерода, представляющие собой газовые смеси диоксида углерода в баллонах под давлением, которые необходимы для развития отечественного парка аналитических приборов определения изотопного состава углерода в газовых смесях диоксида углерода.

(Слайд) Положения, выносимые на защиту:

1. Существенное упрощение процесса калибровки и поверки изотопных инфракрасных анализаторов достигается за счет использования стандартных образцов изотопного состава углерода – газовых смесей в баллонах под давлением, приготавливаемых из чистых газов $^{12}\text{CO}_2$, $^{13}\text{CO}_2$ и N_2 гравиметрическим методом.

2. На порядок повысить точность измерений отношения изотопов $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ диоксида углерода в газовых смесях методом изотопной инфракрасной спектроскопии позволяет использование:

- газовых смесей для контроля стабильности изотопного инфракрасного анализатора,
- зависимости расчетной величины отношения интенсивностей спектральных линий $^{12}\text{CO}_2$, $^{13}\text{CO}_2$ от молярной доли CO_2 и газаразбавителя,
- оптимального интервала усреднения показаний,
- системы автоматической подачи газовых смесей.

3. Результаты экспериментальных исследований метрологических характеристик эталонной установки для определения изотопного состава углерода в газовых смесях диоксида углерода на основе инфракрасного анализатора внутрирезонаторного затухания подтверждают возможность минимизации и устранения основных факторов, формирующих неопределенность измерений и достижения расширенной

неопределенности измерений отношения изотопов $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ диоксида углерода в газовых смесях на уровне 0,19 %.

(Слайд) Положение № 1. На данном слайде представлена формулировка и схема защиты положения № 1.

(Слайд) В середине XX века в качестве первичного эталона был принят образец белемнита формации Pee Dee. В 80-е годы образец был полностью израсходован и разработана международная эталонная шкала VPDB, реализуемая посредством двух стандартных образцов NBS 19 (известняк) и LSVEC (карбонат лития).

Рекомендуемой IUPAC характеристикой изотопного состава является величина $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$, которая представляет из себя относительное отклонение величины отношения изотопов от нуля шкалы VPDB.

(Слайд) Для поверки и калибровки средств измерений используются вторичные эталоны – стандартные образцы, рекомендуемые IUPAC. Это в основном твердые и жидкие стандартные образцы.

(Слайд) Основными недостатками являются: необходимость выполнения пробоподготовки, высокая стоимость образцов, большой расход образцов, отсутствие в реестре СО РФ.

Пробоподготовка, в свою очередь, связана с высокими трудозатратами и необходимостью покупки дополнительного оборудования и реактивов.

Ниже представлены схемы пробоподготовки стандартных образцов разных классов. Органические стандартные образцы могут быть переведены в диоксид углерода посредством сжигания. Получается смесь диоксида углерода и продуктов сгорания. Далее следует очистка и разбавление азотом/воздухом. Только после этого смесь подается на анализатор. Для сжигания стандартных образцов требуется дополнительное оборудование. Кроме того, сжигание сопровождается

фракционированием изотопов, что ведет к уменьшению точности измерений.

Неорганические образцы могут быть переведены в диоксид углерода за счет взаимодействия с кислотами. В результате получаем смесь CO_2 и продуктов реакции. После очистки и разбавления полученную смесь подают на анализатор. В данном случае фракционирование еще более сильно выражено и оборудование еще более дорогостоящее.

Существует 2 стандартных образца, представляющие собой чистый диоксид углерода. Однако после разбавления объем смеси недостаточен для выполнения градуировки.

(Слайд) Поэтому нами были разработаны стандартные образцы изотопного состава углерода в газовых смесях диоксида углерода, которые могут непосредственно подаваться на анализатор.

Для изготовления был использован гравиметрический метод с двукратным разбавлением – на первом этапе приготавливаются промежуточные газовые смеси состава $^{12}\text{CO}_2$ в азоте и $^{13}\text{CO}_2$ в азоте, на втором – целевые смеси. Для достижения стабильности стандартных образцов использованы специализированные баллоны с покрытием.

(Слайд) Выполнена верификация приготовленных стандартных образцов. Результаты верификации – положительные. Для целевых смесей относительное отклонение во всех случаях меньше относительной расширенной неопределенности верификации.

(Слайд) Выполнены исследования стабильности разработанных стандартных образцов. Результаты исследований – положительные. Результаты измерений, полученные с апреля 16-го по февраль 17-го года, представлены в таблице. Кроме того, были проведены испытания и утвержден тип разработанных стандартных образцов.

(Слайд) Положение 2. На порядок повысить точность измерений отношения изотопов $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ диоксида углерода в газовых смесях методом изотопной инфракрасной спектроскопии позволяет использование указанных ниже технических и методических решений: газовых смесей для контроля стабильности изотопного инфракрасного анализатора, зависимости расчетной величины отношения интенсивностей спектральных линий $^{12}\text{CO}_2$ и $^{13}\text{CO}_2$ от молярной доли CO_2 и газа-разбавителя, оптимального интервала усреднения показаний, системы автоматической подачи газовых смесей.. Далее я расскажу подробно об этих решениях.

(Слайд) Во-первых, использование газовых смесей для контроля стабильности анализатора позволяет устранить инструментальный дрейф, который, как показано в таблице, составляет 0,92 %.

(Слайд) Во-вторых, внесение поправки на влияние молярной доли диоксида углерода позволяет устранить зависимость, представленную на графике. Как видно, показания могут отличаться на 4,4 % при подаче смесей с разным содержанием диоксида углерода.

(Слайд) Сама процедура внесения поправки представлена на данной блок-схеме. В случае если разность молярной доли АГС и РГС больше некоторого значения кси, представленного в таблице, в результат измерений вносится поправка, вычисляемая по указанной формуле. В противном случае поправку вносить не требуется.

(Слайд) Еще одним решением является внесение поправки на влияние газа разбавителя. Дело в том, что форма контура линий поглощения в спектре зависит от газа-разбавителя. Предварительно выполнен теоретический расчет, который заключался в моделировании спектральных линий функцией Лоренца, формула которой представлена на слайде.

(Слайд) Значения интенсивности в максимуме линий поглощения позволили определить поправочный коэффициент.

(Слайд) После этого выполнены экспериментальные исследования. Диоксид углерода разбавлялся на генераторе газовых смесей аргоном, азотом и воздухом и подавался на анализатор. Результаты расчета и измерений представлены в таблице. Результаты совместимы в пределах расширенной неопределенности результатов расчета. Процедура внесения поправки представлена в блок-схеме. Величина поправки зависит от молярной доли кислорода и аргона в газе-разбавителе и, к примеру, для пары азот-воздух составляет 5,3 ‰.

(Слайд) Анализ дисперсии Аллана позволяет выбрать оптимальный интервал усреднения показаний, который соответствует минимальному значению среднеквадратического отклонения.

(Слайд) Поскольку время установления показаний составляет порядка двух часов, разработана схема подачи смесей, которая позволяет значительно уменьшить затраты времени и повысить точность. Для удобства обработки результатов измерений разработано программное обеспечение, которое позволяет выбрать интервал усреднения показаний, рассчитать средние значения и среднеквадратическое отклонение нескольких серий измерений.

(Слайд) Использование указанных выше технических решений привело к формированию представленной схемы эталонной установки. Аттестуемый стандартный образец поступает на анализатор посредством системы автоматической подачи газовых смесей. Для контроля стабильности эталонной установки используются газовые смеси в баллонах под давлением. Для градуировки эталонной установки используются стандартные образцы, рекомендуемые IUPAC. Для перевода

стандартного образца в диоксид углерода используется модуль сжигания. В результате получаем аттестованное значение стандартного образца.

(Слайд) Под номером 1 приведен общий вид основного элемента эталонной установки – анализатора внутрирезонаторного затухания. Метод заключается в измерении времени затухания излучения в оптическом резонаторе, который заполняется анализируемой пробой газовой смеси. Под номером 2 – стандартные образцы, используемые для градуировки, – полиэтилен и кальцит. Под номером 3 – часть разработанного модуля сжигания. Основным элементом – кварцевый окислительный реактор. 4 – система автоматической подачи газовых смесей на основе электромагнитных клапанов. 5 – газовые смеси для контроля стабильности эталонной установки.

(Слайд) Положение 3. Результаты экспериментальных исследований метрологических характеристик эталонной установки для определения изотопного состава углерода в газовых смесях диоксида углерода на основе инфракрасного анализатора внутрирезонаторного затухания подтверждают возможность минимизации и устранения основных факторов, формирующих неопределенность измерений и достижения расширенной неопределенности измерений отношения изотопов $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ диоксида углерода в газовых смесях на уровне 0,19 ‰. Здесь же представлена схема защиты положения № 3.

(Слайд) На результат измерений оказывают влияние: нелинейность градуировочной характеристики, эффекты памяти, связанные с сорбцией CO_2 на стенках кюветы и подводящих трубок, газ-разбавитель, молярная доля CO_2 анализируемой смеси, повторяемость, температура, давление и влажность.

Здесь же представлено уравнение измерений.

(Слайд) Далее представлен бюджет неопределенности измерений, который подтверждает возможность достижения расширенной неопределенности на уровне 0,19 %.

(Слайд) Участие в международных сличениях ССQM P175 «Дельта величина стабильных изотопов углерода в меде» подтвердило правильность результатов измерений, получаемых на разработанной эталонной установке.

(Слайд) По теме диссертации опубликовано 9 научных работ, из них 3 – в журналах, входящих в перечень ВАК. Основные результаты докладывались, обсуждались и были одобрены на 9 международных и российских конференциях. Проведены международные сличения разработанной эталонной установки. Результаты работы внедрены в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева». Утвержден тип разработанных стандартных образцов.

(Слайд) Все выносимые на защиту результаты и положения диссертационной работы получены соискателем лично либо при его непосредственном участии.

(Слайд) Выполнен анализ существующих методов измерений отношения изотопов $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ диоксида углерода в газовых смесях, который показал, что метод изотопной инфракрасной спектроскопии является предпочтительным для решения ряда актуальных задач изотопного анализа углерода.

В ходе анализа существующей цепи метрологической прослеживаемости измерений отношения изотопов $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ были определены пути ее совершенствования и разработана цепь метрологической прослеживаемости измерений изотопного состава углерода, которая позволяет осуществить процесс калибровки (поверки) изотопных инфракрасных анализаторов с помощью стандартных образцов

изотопного состава углерода – газовых смесей в баллонах под давлением, приготавливаемых из чистых газов $^{12}\text{CO}_2$, $^{13}\text{CO}_2$ и N_2 гравиметрическим методом без использования твердых и жидких стандартных образцов, требующих дополнительной пробоподготовки.

(Слайд) Создана эталонная установка для определения изотопного состава углерода диоксида углерода в газовых смесях на основе высокоточного инфракрасного анализатора внутрирезонаторного затухания, позволившая в 10 раз уменьшить расширенную неопределённость измерений за счет использования газовых смесей для контроля стабильности анализатора, исследования зависимости расчетной величины отношения интенсивностей спектральных линий $^{12}\text{CO}_2$ и $^{13}\text{CO}_2$ от молярной доли CO_2 и газа-разбавителя, выбора оптимального интервала усреднения показаний, автоматизации процесса измерений.

Метрологические характеристики эталонной установки исследованы и подтверждены в международных сличениях CCQM-P175 «Дельта-величина отношения стабильных изотопов углерода в меде».

(Слайд) Разработан проект методики измерений отношения изотопов $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ с целью аттестации газовых смесей диоксида углерода в баллонах под давлением.

Результаты работы реализованы в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» – эталонная установка включена в комплекс аппаратуры Государственного первичного эталона единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2016.

Результаты исследований позволили создать средства поверки и калибровки – стандартные образцы изотопного состава углерода, представляющие собой газовые смеси диоксида углерода в баллонах под давлением, которые необходимы для развития отечественного парка

аналитических приборов определения изотопного состава углерода в газовых смесях диоксида углерода.

Спасибо за внимание.

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Спасибо. Пожалуйста, вопросы членов совета. Профессор Крылов.

Д.х.н. А.И. КРЫЛОВ, член совета

Возвращаемся к первому слайду, на котором нарисованы все проблемы, связанные с актуальностью.

(Слайд) Можно видеть, что бóльшая часть задач связана с определением изотопных отношений углерода для, в основном, твердых либо жидких образцов. И одновременно вы говорите о том, что образцы, которые используются в качестве стандартных образцов, когда стандартные образцы эталонные – твердые или жидкие, минеральные или органические, – требуют специальных установок. По сути дела, те же самые установки вам нужны будут и для проведения подавляющего большинства измерений углерода в реальных образцах. То есть, как недостаток использование стандартных образцов, твердых или жидких, с включением дополнительных установок вряд ли, наверное, здесь целесообразно приводить, потому что всё зависит от того, какие задачи вы решаете. Если вы решаете задачи определения изотопов углерода в газовых средах, в том же атмосферном воздухе, то, наверное, да, все ваши позиции будут обоснованы. Но когда возвращаемся к большей части задач, связанных с этими анализами, можно ли считать недостатком, что такого рода анализы используются в качестве необходимых условий использования тех калибраторов, которые существуют?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Ну в данном случае, в рамках данной работы, мы решаем задачу определения изотопного состава углерода именно в газовых средах.

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

И название автореферата подтверждает это. Пожалуйста, доктор Кравченко.

Д.т.н., с. н. с. С.А. КРАВЧЕНКО, член совета

У меня такой вопрос: что в стране изменилось после вашей работы? В какой области это будет сказываться в положительном смысле?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Это будет необходимо для измерения отношения изотопов углерода в диоксиде углерода воздуха. Была высказана заинтересованность при представлении моего доклада в ведущей организации – ГГО имени Воейкова, высказан интерес в данных измерениях и в использовании стандартных образцов в рамках данной работы.

Д.т.н., с. н. с. С.А. КРАВЧЕНКО

Это чистая химия, а на что по жизни-то применяется?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Глобальные изменения климата – раз, в области медицины – это изотопный дыхательный тест, два; для выявления инфицированности хеликобактер пилори для определения язвы желудка и двенадцатиперстной кишки.

Д.т.н., с. н. с. С.А. КРАВЧЕНКО

То есть, для медицины это надо?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Медицина, пищевая промышленность. В пищевой промышленности существует несколько ГОСТов по определению изотопного состава углерода, в том числе в диоксиде углерода шампанских вин, алкогольных напитков, соков, соковой продукции, что позволяет идентифицировать и говорить о качестве данной продукции.

Д.т.н., с. н. с. С.А. КРАВЧЕНКО

Спасибо.

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Пожалуйста, еще вопросы. Доктор Компан.

Д.т.н., с.н.с. С.А. КОМПАНИ, член совета

Для анализа среднего временного интервала выбрали анализ по дисперсии Аллана. Чем он лучше?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Дело в том, что в работах, которые были посвящены определению оптимального времени усреднения показаний аналогичных приборов внутрирезонаторного затухания для измерения молярной доли CO_2 , метана и паров воды, был использован такой же метод вариаций Аллана. С его помощью мы определяем минимальное значение среднеквадратического отклонения.

Д.т.н., с.н.с. С.А. КОМПАН

И тем самым исключаете дрейфы, которые происходят там от одного измерения к другому?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Нет, дрейф мы исключаем за счет использования газовых смесей для контроля стабильности эталонной установки. В данном случае мы определяем минимальное значение СКО случайной составляющей неопределенности.

Д.т.н., с.н.с. С.А. КОМПАН

Еще один вопрос: сличение этих стандартных образцов по мёду; почему именно по мёду?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Дело в том, что только по мёду проводились сличения в данной области. На 2020 и 23-й год запланированы сличения, организатор ВІРМ, отношений изотопов углерода в газовых смесях, диоксида углерода воздуха и в метане воздуха. И на октябрь запланирована командировка в ВІРМ с целью разработки и исследования данных стандартных образцов, которые будут распространяться в рамках данных сличений.

Д.т.н., с.н.с. С.А. КОМПАН

Спасибо. И последний вопрос. У вас в заключении есть диапазон показаний и диапазон измерений. Ваша установка позволяет что, настолько в более широком диапазоне в принципе измерять?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Да, в принципе измерять, потому что, на самом деле, мы сравниваем интенсивности линий поглощения отдельных изотопологов $^{12}\text{CO}_2$ и $^{13}\text{CO}_2$. И этим обусловлен такой широкий диапазон показаний, а диапазон измерений уже обусловлен наличием стандартных образцов.

Д.т.н., с.н.с. С.А. КОМПАН

Понятно. Спасибо.

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Доктор Окрепилов.

Д.т.н., доцент М.В. ОКРЕПИЛОВ, член совета

Ян Константинович, в продолжение вопроса Татьяны Андреевны по поводу усреднения Аллана; 22-й слайд откройте, пожалуйста.

(Слайд) Как конкретно это происходит, поясните.

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Был получен экспериментальный массив данных – около шести часов измерений, далее была выполнена обработка с помощью программного пакета Origin были построены данные зависимости – корня квадратного из вариаций Аллана, чтобы сразу у нас была величина СКО в промилле, от времени усреднения показаний. Соответственно, зависимость представляет собой следующее: стандартное отклонение уменьшается с увеличением времени усреднения показаний, и мы получаем минимум, минимальное значение среднеквадратического отклонения, чуть большее 0,01 промилле. Далее, из-за систематической ошибки идет увеличение корня из дисперсии Аллана. И за счет

аппроксимации полиномом второй степени мы определяем минимум среднеквадратического отклонения.

Д.т.н., доцент М.В. ОКРЕПИЛОВ

Спасибо. И еще вопрос. Вы в рамках работы в каких сличениях участвовали?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Мы участвовали в сличениях по определению изотопного состава углерода в мёде. Кроме того, результаты использовались в ключевых сличениях по определению молярной доли диоксида углерода в воздухе. Дело в том, что там нужно было корректировать молярную массу диоксида углерода, определять изотопный состав и вносить поправку. И результаты сличений получились очень хорошие.

Д.т.н., доцент М.В. ОКРЕПИЛОВ

А работа по газовым средам?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

По газовым средам – это как раз диоксид углерода в воздухе, там это использовалось. Однако в газовых средах на 20-й год запланированы международные сличения в рамках ВІРМ по отношению изотопов углерода в диоксиде углерода воздуха и на 24-й год – по отношению изотопов углерода в метане, тоже в воздухе. И, как я уже сказал, намечена командировка на октябрь для разработки стандартных образцов, которые будут рассылаться в рамках данных сличений.

Д.т.н., доцент М.В. ОКРЕПИЛОВ

А методика приготовления?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Методика приготовления несколько отличается от той, что представлена в данной работе, но очень похожа.

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Профессор Походун.

Д.т.н., профессор А.И. ПОХОДУН, член совета

У меня замечание, вообще-то, по этому плакату. Я считаю, что в метрологическом институте такое сокращение времени недопустимо («сек» – это можно в школе).

А второе. Каким образом вы 600 секунд определили? Время усреднения как вы определяли?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

За счет определения минимума данной функции.

Д.т.н., профессор А.И. ПОХОДУН

Это эмпирически или за счет расчета?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Это расчет. Этот график получен исходя из экспериментальных данных, то есть суть заключается в том, что экспериментальные данные разбиваются на интервалы усреднения. Считается в каждом интервале среднее значение, и считается среднеквадратическое отклонение.

Строится, допустим, точка первая; дальше, интервал усреднения увеличивается, считается среднее значение по каждому интервалу усреднений и считается среднеквадратическое отклонение – получается вторая точка. Но здесь огромное количество точек, которые построены с помощью программного пакета Origin; это позволяет сократить время.

Д.т.н., профессор А.И. ПОХОДУН

А чем определить увеличение шумов на конце кривой?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Дальше идет систематика.

Д.т.н., профессор А.И. ПОХОДУН

Систематика как шум выглядит?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Да, это дальнейший дрейф, экспериментальный дрейф показаний.

Д.т.н., профессор А.И. ПОХОДУН

Спасибо.

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Пожалуйста, еще вопросы. Доктор Катков.

Д.т.н., доцент А.С. КАТКОВ, член совета

Я бы сказал, что подъем этой функции связан в основном с дрейфом, там особой нет, и эти вещи все изучены конечно. Это первый вопрос.

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Это, пожалуй, утверждение.

Д.т.н., доцент А.С. КАТКОВ

Да, утверждение; это не вопрос, совершенно верно.

А вопрос по 16-му плакату. (Слайд) Здесь идет речь как раз об анализе дрейфа, и дрейф оценивается по трем точкам. Но написано слово «максимальный» дрейф. Тогда что вы понимаете под дрейфом и как рассчитывается максимальный дрейф?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Здесь, на самом деле, действительно, между этими тремя измерениями были еще измерения каждый день. То есть это инструментальный дрейф изменения показаний с течением времени.

Д.т.н., доцент А.С. КАТКОВ

Но судя по табличке, брались просто два измерения и разность между ними. Так или нет?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Да, в принципе так и было.

Д.т.н., доцент А.С. КАТКОВ

То есть по двум точкам определялся максимальный дрейф?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Усреднялся, опять-таки, в течение 600 секунд...

Д.т.н., доцент А.С. КАТКОВ

Нет, я говорю о том, что в табличке данные: один день, второй день, третий день, и есть три результата, и дрейф определяется как просто максимальная разность между двумя днями.

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Здесь нужно отметить, что результат измерений каждый день еще сформирован из четырех измерений – четырех подач на...

Д.т.н., доцент А.С. КАТКОВ

Это может быть, но в табличке у вас только одна цифра.

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Да, в таблице у меня одна цифра.

Д.т.н., доцент А.С. КАТКОВ

Я просто спрашиваю: дрейф определен по этим цифрам?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Дрейф определен по этим значениям.

Д.т.н., доцент А.С. КАТКОВ

То есть просто максимальная разность между днями?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Максимальная разность между этими значениями.

Д.т.н., доцент А.С. КАТКОВ

Понятно. То есть, с моей точки зрения, это не совсем дрейф, это нестабильность просто, потому что один день – в одну сторону – плюс, в другой день – в другую сторону – минус. Дрейф – это, в общем-то, что-то такое монотонное.

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Я понял – нестабильность. Спасибо.

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Пожалуйста, еще вопросы. Доктор наук Соколов.

Д.т.н. Н.А. СОКОЛОВ, член совета

Во втором пункте научной новизны вы заявляете, что разработаны схемные решения построения высокоточной эталонной установки. Новизна схемно-технических решений, как правило, доказывается патентами на способы либо на изобретения. Тем более что у вас получилось очень существенное увеличение точности – в 10 раз. Как доказана новизна разработанных схемно-технических решений построения высокоточной эталонной установки, чем доказывается?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Доказана результатами сличений.

Д.т.н. Н.А. СОКОЛОВ

Нет, чем она отличается от других установок? В этом новизна. То есть, есть какие-то разные установки, а ваши разработанные схемно-технические решения построения – это научная новизна; значит, она

должна отличаться от других схем построения. Вот чем она отличается от других? Как доказано?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Я понял вопрос. У нас схема отличается тем, что кроме изотопного инфракрасного анализатора используются газовые смеси для контроля стабильности установки, стандартные образцы изотопного состава, рекомендуемые IUPAC, разработанный модуль для сжигания.

Д.т.н. Н.А. СОКОЛОВ

Как разработан модуль для сжигания? Это новое устройство опять же или вы просто новый метод использования предложили? Потому что дальше говорится, что неопределенность измерений в 10 раз уменьшена за счет использования газовых смесей. То есть, из того, что вы сейчас говорили, вы как бы использовали новый метод измерений, но сейчас вы говорите еще, что вы разработали какое-то устройство.

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Нет, использование газовых смесей, а дальше по пунктам идут следующие вещи – такие, как внесение поправки на зависимость показаний и так далее. Разработано устройство, я сказал, разработан модуль для сжигания; действительно, был просто создан модуль для сжигания. Здесь нет ничего нового, такого типа модули для сжигания используются для перевода твердых образцов в изотопной масс-спектрометрии. А сама схема создана; то есть, кроме анализатора, используется автоматическая схема подачи газовых смесей; как я сказал, газовые смеси – для контроля стабильности, стандартные образцы.

Д.т.н. Н.А. СОКОЛОВ

То есть ни на схемы, ни на методы заявок на изобретения не подавалось?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

К сожалению, да. Но это в плане.

Д.т.н. Н.А. СОКОЛОВ

Ну хорошо. Есть разные способы объяснения этого обстоятельства.

Дальше. Здесь написано – уменьшена неопределенность измерений 10 раз. Это расчетная неопределенность или неопределенность измерений? Потому что дальше у вас сказано, что расширенная неопределенность результатов измерений на порядок меньше расширенной неопределенности результатов расчетов. То есть вы считаете допустимым, когда результаты расчета и результаты измерений отличаются в 10 раз? И какая из этих составляющих, расчета или неопределенности, была уменьшена в 10 раз (в научной новизне)?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Это результата измерений. Уменьшен результат неопределенности результата измерений. Только в одном пункте, где мы исследуем зависимость расчетной величины отношений интенсивностей $^{12}\text{CO}_2$ и $^{13}\text{CO}_2$ от газа-разбавителя, проводился теоретический расчет.

Д.т.н. Н.А. СОКОЛОВ

Чем вы объясняете, что теоретический расчет отличается от результатов измерений в 10 раз?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Не в 10 раз.

Д.т.н. Н.А. СОКОЛОВ

На порядок! Расширенная неопределенность результатов измерений на порядок меньше расширенной неопределенности результатов расчетов. Это дословно, это автореферат.

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Всё, я понял! Это касается именно зависимости расчетной величины отношений интенсивности от газа-разбавителя. Мы здесь вводим поправку на эту зависимость, и в данном случае, действительно, расширенная неопределенность результатов расчета больше в 10 раз, чем расширенная неопределенность результатов измерений. И связано это с тем, что при моделировании спектра мы используем коэффициенты уширения спектральных линий, которые имеют большую неопределенность. И расчет выполнен предварительно, то есть там не стояла задача получить маленькую расширенную неопределенность расчета.

Д.т.н. Н.А. СОКОЛОВ

То есть здесь предварительный расчет?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Да, предварительный расчет.

Д.т.н. Н.А. СОКОЛОВ

Вот хотелось это слово услышать.

И последнее. Это вы всё сделали в «Научной новизне», но в «Заключении» о новых разработанных схемных решениях ничего не сказано, в «Заключении» у вас как бы потеряна научная новизна.

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Дело в том, что в «Заключении» мы говорим, что разработана эталонная установка, которая позволила уменьшить неопределенность измерений в 10 раз за счет использования представленных технических и методических решений. И как раз туда, в эти технические и методические решения входит сама схема эталонной установки.

Д.т.н. Н.А. СОКОЛОВ

Спасибо.

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Пожалуйста, профессор Неронов.

Д.ф.-м.н., профессор Ю.И. НЕРОНОВ, член совета

Скажите, пожалуйста, осталось впечатление, что такой выигрыш вы получили из-за того, что использовали чистый изотоп $^{13}\text{CO}_2$, где вы его получили? Он ведь дорогой? И оправдывает ли эта дороговизна, если она большая, данную методику?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Я понял вопрос, спасибо за вопрос. На самом деле чистые газы $^{13}\text{CO}_2$ и $^{12}\text{CO}_2$ были получены из лаборатории Кембриджайзотопс, американской лаборатории; стоимость их по сравнению со стоимостью стандартных образцов, которые сейчас повсеместно используются, не высока. Если

стандартный образец – порядка 30 тысяч рублей, то чистый газ – порядка 50 тысяч рублей.

Однако объем этого газа небольшой, то есть его хватает не на большое количество приготавливаемой смеси.

Я ответил на ваш вопрос?

Д.ф.-м.н., профессор Ю.И. НЕРОНОВ

То есть экономически выгоднее использовать все же эти чистые изотопы, да, и за счет этого и поднимается точность? И этот порядок вы заработали на том, что удалось получить эти чистые изотопы, так я понял?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

С помощью этих чистых изотопов приготавливаются газовые смеси, которые просто удобно и экономически выгодно использовать для поверки и калибровки изотопных инфракрасных анализаторов.

Д.ф.-м.н., профессор Ю.И. НЕРОНОВ

Спасибо.

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Пожалуйста, еще вопросы. Профессор Сясько.

Д.т.н., профессор В.А. СЯСЬКО, член совета

Можно слайд 12? (Слайд) Последняя строка у вас там – 0,2 процента и 0,002. Почему у вас такое большое различие, скажем, в представлении информации? И насколько это обосновано?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Я понял. Здесь, действительно, должны быть еще добавлены нули. Я поясню. Здесь 0,2 процента – это молярная доля $^{12}\text{CO}_2$ в целевой газовой смеси. Но это предварительное значение, это целевое значение – 0,2 процента. А для $^{13}\text{CO}_2$ – это значение 0,002236 процента. Соответственно, здесь я хотел показать, что молярная доля $^{12}\text{CO}_2$, она везде одинаковая, а меняется только молярная доля $^{13}\text{CO}_2$, причем в третьем знаке.

Д.т.н., профессор В.А. СЯСЬКО

То есть вы считаете, что первое просто не существенно?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Нет-нет, здесь я повторяюсь, я хотел показать только то, что целевое значение 0,2 процента.

Д.т.н., профессор В.А. СЯСЬКО

То есть, там примерно одинаковое количество знаков после запятой?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Да, да.

Д.т.н., профессор В.А. СЯСЬКО

Спасибо.

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Еще вопросы? Профессор Походун, пожалуйста.

Д.т.н., профессор А.И. ПОХОДУН, член совета

Там у вас 0,002191 – это что, с такой точностью можно что-то определить?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Да, конечно. Мы приготовили стандартные образцы с содержанием $^{13}\text{CO}_2$ на уровне 22 млн⁻¹: 22,36, 21,91, 21,13; то есть 20 ппм – это на уровне таких концентраций были приготовлены стандартные образцы.

Д.т.н., профессор А.И. ПОХОДУН

Спасибо.

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Пожалуйста, еще вопросы членов совета? (Нет вопросов.)
Исчерпаны. У приглашенных появились вопросы к соискателю?
Пожалуйста, Геннадий Петрович.

К.т.н., доцент Г.П. ТЕЛИТЧЕНКО

Вы, в конце концов, говорите о том, что вы сделали аппаратуру для поверки, градуировки. Для поверки, градуировки нужно знать, с какой погрешностью будете поверять. У вас только одни слова – неопределенность, определенность, а какова погрешность? Или какую погрешность вы нормируете у вашей аппаратуры?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

В целом 0,19 %.

К.т.н., доцент Г.П. ТЕЛИТЧЕНКО

Что это за величина? Что это такое? Это пределы допускаемой погрешности или предельная погрешность?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Пределы допускаемой погрешности 0,19 %.

К.т.н., доцент Г.П. ТЕЛИТЧЕНКО

В абсолютной форме, да?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

В абсолютной форме.

К.т.н., доцент Г.П. ТЕЛИТЧЕНКО

Теперь. Все повышения точности у вас основаны на введении поправок, а в этом случае необходимо дать статистику – какова неопределенность, стабильность вашего устройства, вашей меры, вашей установки. А о стабильности нигде ни слова не было сказано.

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Это присутствует в расчете бюджета неопределенности измерений. Я указал там расширенную неопределенность, оцениваемую по типу В.

К.т.н., доцент Г.П. ТЕЛИТЧЕНКО

Хорошо. А нестабильность? Вот ввели поправку 0,7 процентов. Сколько это будет держаться – день, два, три, десять дней? Сутки? Десять лет? Ведь поправку можно ввести тогда, когда мы знаем, с какой

нестабильностью она будет сохраняться и в каких пределах. А ваша поправка в каких пределах?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Опыт измерений в течение года показывает возможность использования данных поправок в течение интервала времени – год.

К.т.н., доцент Г.П. ТЕЛИТЧЕНКО

Это где-то есть?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

В результатах измерений.

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Еще вопросы? (Нет вопросов). Дополнительных вопросов не возникло, Геннадий Петрович?

К.т.н., доцент Г.П. ТЕЛИТЧЕНКО

Ладно, хватит.

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Спасибо. Есть необходимость в объявлении технического перерыва? (Нет). Не нужен. Спасибо.

Тогда продолжим. Слово предоставляется научному руководителю профессору Конопелько.

Д.т.н., профессор Л.А. КОНОПЕЛЬКО

(Зачитывает отзыв.)

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Спасибо. Слово предоставляется ученому секретарю для оглашения заключения организации, где выполнялась работа, то есть ВНИИМа, отзыва ведущей организации, то есть ГГО имени Воейкова, и, думаю, можно ограничиться обзором отзывов на автореферат. Пожалуйста.

УЧЕНЫЙ СЕКРЕТАРЬ

Заключение Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева», где была выполнена работа. (Зачитывает заключение.)

Заключение подписано председателем секции физико-химических измерений ученого совета ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» – главным научным сотрудником, доктором технических, профессором Л.А. Конопелько и секретарем секции – кандидатом физико-математических наук Е.А. Когнивицкой. Заключение утверждено заместителем директора по научной работе Е.П. Кривцовым.

Также был представлен отзыв ведущей организации. Ведущей организации выступала, как уже было сказано, Главная геофизическая обсерватория имени А.И. Воейкова.

(Зачитывает отзыв ведущей организации. Отзыв положительный.)

Замечания:

- Следует отметить, что в рамках Глобальной службы атмосферы Всемирной метеорологической организации (ГСА ВМО) широко используются инфракрасные анализаторы внутрирезонаторного затухания для измерения изотопного состава и выполняются работы по обеспечению сопоставимости получаемых данных, в том числе и с использованием

аттестованных газовых смесей в баллонах под давлением. Было бы уместно отразить в диссертации опыт и результаты таких исследований.

- Глава 4 диссертации носит принципиальный характер, поскольку посвящена исследованию метрологических характеристик эталонной установки. В этой главе следовало бы более четко указать, какие факторы оптимизированы для повышения точности измерений отношения изотопов $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ и более полно проиллюстрировать эту главу графическим материалом.

- В разделе «Заключение» диссертации следовало бы отразить перспективы развития разработанной эталонной установки.

- В оформлении диссертации есть погрешности – так, в содержании диссертации не указаны названия семи приложений, которые являются существенной частью работы, нет нумерации формул, в отдельную главу (глава 7) выделена информация о подготовке проекта методики, которая по существу повторяет один из выводов главы 6 и является излишней.

- В представленном в приложении проекте методики желательно указать необходимый объем пробы для анализа, а также параметры вакуумного насоса (пункт 2 – средства измерений, вспомогательные устройства).

Отзыв подписан главным метрологом Главной геофизической обсерватории, кандидатом физико-математических наук С.С. Чичериным, старшим научным сотрудником, кандидатом физико-математических наук Н.Н. Приваловым и старшим научным сотрудником, кандидатом физико-математических наук Н.Н. Парамоновой. Отзыв утвержден директором ФГБУ «ГГО имени А.И. Воейкова» В.М. Катцовым.

Кроме того, в деле соискателя имеется 6 отзывов на автореферат, полученных от различных организаций, три из которых содержат критические замечания, три из которых – без замечаний. Все отзывы

положительные, во всех говорится о том, что диссертация соответствует требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а соискатель заслуживает присуждения степени кандидата технических наук.

Вначале перечислю отзывы без замечаний. Получены следующие отзывы:

1. От профессора физического факультета Санкт-Петербургского государственного университета, д.ф.-м.н. Н.Н. Филиппова;

2. От директора Федерального государственного унитарного предприятия «Сибирский научно-исследовательский институт метрологии», г. Новосибирск, к.т.н. Г.В. Шувалова;

3. От генерального директора ООО «Центр технического сопровождения «НАУКА», Москва, А.М. Галкина.

Следующие три отзыва содержат замечания, это отзывы:

4. От главного специалиста Федерального бюджетного учреждения «Тест-С.-Петербург», к.т.н. А.Г. Грабаря. В отзыве имеется замечание:

- В автореферате отсутствует информация об утверждении типа разработанных стандартных образцов и о внесении их в Государственный реестр.

5. Отзыв ведущего специалиста ООО «МС-АНАЛИТИКА», Москва, к.т.н. В.С. Файнберга. В отзыве имеются замечания:

- Ограничение области применения стандартных образцов только для утверждения типа инфракрасных анализаторов, хотя стандартные образцы могут использоваться и для утверждения типа масс-спектрометров для анализа стабильных изотопов, а также любых других устройств, позволяющих прецизионно измерять отношения стабильных изотопов. Видимо, сознательное ограничение области применения газовых смесей как стандартные образцы говорит просто о скромности автора.

- Отсутствие информации о долговременной стабильности во времени значения изотопного состава углерода стандартного образца в баллоне, хотя, возможно, она есть в самой работе.

- Отсутствие более четкого заявления о юридическом оформлении первых в России стандартных образцов изотопного состава углерода, представляющих собой газовые смеси диоксида углерода в баллонах под давлением, с указанием номера свидетельства утверждения типа стандартного образца, хотя не исключаю, что эта информация есть в самой работе.

- Ненужное, на мой взгляд, противопоставление в первой главе автореферата твердых, жидких стандартных образцов изотопного состава углерода – стандартным образцам в виде газовых смесей, так как применение стандартных образцов в том или ином агрегатном состоянии зависит от интерфейса ввода пробы в измерительную систему (анализатор, масс-спектрометр) и помогает построить калибровочный график. Другими словами, если измерительная изотопная система работает с газовыми пробами, то и стандартный образец должен быть в виде газа, это же касается систем с интерфейсами для ввода твердых и жидких проб.

- Отсутствие четкого заявления, что разработанная технология в работе, может быть использована для создания стандартных образцов изотопного состава воздушных смесей с другими газами, стандартных образцов чистых газов, а также жидких и твердых стандартных образцов.

б. Отзыв ведущего научного сотрудника акционерного общества «Государственный оптический института им. С.И. Вавилова», Санкт-Петербург, к.ф.-м.н. А.П. Жевлакова. В отзыве имеются замечания:

- Не указана длина волны полупроводникового лазера – источника излучения в эталонной установке.

- Описание седьмой главы дано фрагментарно.

- Имеется ряд опечаток.

Все шесть отзывов зачитаны.

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Прежде чем дать слово соискателю для ответа на замечания, я хотел бы обратить внимание членов совета на то, что у каждого имеется информационный материал, в котором письменно приведены эти замечания, ответы и комментарии. Это сделано, может быть, в первый раз у нас, но преследовало цель – сокращение времени на обсуждение. Прошу вас.

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Во-первых, замечания от ведущей организации – ГГО имени Воейкова.

Ответ на первое замечание.

Действительно, в рамках Глобальной службы атмосферы Всемирной метеорологической организации используются газовые смеси в баллонах под давлением, они называются – «JRAS», для градуировки инфракрасных анализаторов внутрирезонаторного затухания. Однако эти газовые смеси, во-первых, не являются рекомендованными IUPAC стандартными образцами изотопного состава углерода; во-вторых, для них не установлены значения расширенной неопределенности измерений, только стандартная неопределенность измерений, и они не утверждены в Российской Федерации в качестве стандартных образцов.

По второму замечанию, касательно главы № 4.

В качестве ответа на данное замечание в доклад по диссертации была добавлена схема факторов, влияющих на результат измерений

характеристики изотопного состава $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$. В диссертации основные факторы и их описание приведены в соответствующем разделе.

В разделе «Заключение» диссертации следовало бы отразить перспективы развития разработанной эталонной установки.

Согласен. В данном случае предполагается развитие эталонной установки для измерений не только отношений изотопов углерода в диоксиде углерода, но и кислорода в диоксиде углерода и водорода в метане. И также предполагается совершенствование системы пробоподготовки с целью автоматизации процесса сжигания и пиролиза образцов.

С замечанием 3.4 по поводу погрешностей оформления презентации, например, что *не указаны названия семи приложений, которые являются существенной частью работы, нет нумерации формул, в отдельную главу выделена информация о подготовке проекта методики*, полностью согласен.

Следующее замечание касается объема пробы для анализа.

Объем пробы для анализа составляет 2,5 дм³. Вакуумный насос входит в комплект поставки анализатора. Однако в случае необходимости может применяться вакуумный насос со следующими характеристиками: он должен обеспечивать давление в кювете анализатора 18500 Па с расходом 0,1 дм³/мин.

Касательно замечания Анатолия Григорьевича Грабаря, «Тест-С.-Петербург».

Действительно, в автореферате и тексте диссертации данная информация, касающаяся утверждения типа стандартных образцов отсутствует. Это связано с тем, что тип стандартных образцов изотопного состава углерода в газовых смесях диоксида углерода утвержден после написания диссертации. Регистрационный номер ГСО 11037-2018.

Отзыв Александра Павловича Жевлакова (ГОИ им. С.И. Вавилова) содержит замечания:

Касательно длины волны полупроводникового лазера:

- В эталонной установке используется полупроводниковый лазер с перестраиваемой длиной волны. Диапазон перестройки: от 1600 до 1651 нм.

На замечание, касающееся 7-й главы, отвечаю, что в полной мере разработанный проект методики приведен в приложении А диссертации.

С третьим замечанием – по поводу ряда опечаток – согласен.

По замечаниям Владимира Семеновича Файнберга, ООО «МС-АНАЛИТИКА».

Касательно возможности использования данных стандартных образцов не только для изотопных инфракрасных анализаторов, но и изотопных масс-спектрометров.

- Да, действительно, разработанные стандартные образцы могут быть использованы для поверки и калибровки, в том числе, и изотопных масс-спектрометров. Данный факт упоминается в выводах главы 6 диссертации.

Касательно информации о долговременной стабильности во времени.

- Данные исследования выполнены в полном объеме, и результаты приведены в главе 6 диссертации. В автореферате, действительно, информация отсутствует.

Что касается утверждения стандартных образцов, общее содержание замечания аналогично тому, что я уже сказал, что тип стандартных образцов утвержден, и сегодня их регистрационный номер 11037.

Касательно *противопоставления в первой главе автореферата твердых, жидких стандартных образцов изотопного состава углерода - стандартным образцам в виде газовых смесей.*

- Данное противопоставление обусловлено тем, что целью данной работы являлась разработка методов и средств метрологического обеспечения инфракрасных анализаторов именно для измерений отношения изотопов в газовых смесях диоксида углерода. В анализаторах данного типа проба вводится в газовой фазе, что делает невозможным использование твердых и жидких стандартных образцов без вспомогательных устройств.

Насчет разработки *стандартных образцов изотопного состава воздушных смесей с другими газами, стандартных образцов чистых газов, а также жидких и твердых стандартных образцов.*

- В рамках данной работы для приготовления стандартных образцов использовался гравиметрический метод приготовления, который описан в ИСО 6142. Новизна обусловлена использованием в качестве исходных компонентов изотопически чистых газов $^{12}\text{CO}_2$, $^{13}\text{CO}_2$ и азота. Данный подход может быть использован и для приготовления стандартных образцов другого состава, например чистых газов, жидких и твердых образцов, если имеются соответствующие изотопически чистые компоненты.

Спасибо.

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Спасибо. Дополнительные вопросы возникли по ответам соискателя на замечания? Пожалуйста.

Д.т.н., с. н. с. С.А. КРАВЧЕНКО

Почему не подавалась заявка на изобретение? Отказ был бы или как?

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Нет, не знаю, не подавал. Вы имеете в виду на схему эталонной установки?

Д.т.н., с. н. с. С.А. КРАВЧЕНКО

Да.

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Или на стандартные образцы?

Д.т.н., с. н. с. С.А. КРАВЧЕНКО

Ну могли и на способ подать, и на устройство.

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Это предполагается сделать в дальнейшем.

Д.т.н., с. н. с. С.А. КРАВЧЕНКО

Так ведь уже всё опубликовано, теперь уже получите отказ.

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Станислав Анатольевич заменяет ВНИИКП и прочие институты.
(Смеется.).

Мы приступаем к заслушиванию официальных оппонентов. Слово предоставляется официальному оппоненту Владимир Васильевич Алексееву (ваши регалии уже не буду перечислять вторично).

Д.т.н., профессор В.В. АЛЕКСЕЕВ

Они все есть в автореферате.

(Зачитывает отзыв о диссертации. Отзыв положительный.)

Замечания:

1) На стр. 29, п. 2.2. Разработка эффективных средств поверки и калибровки. Не определено, как оценивается эффективность.

2) На стр. 35. Табл. 12 «Предварительный расчет бюджета неопределенности измерений». Не указаны состав бюджета и формулы расчета.

3) На рис. 12, рис.13, не обозначены размерности по осям графиков.

4) На стр. 48, рис. 22 «Блок-схема программы для обработки результатов измерений», не приведены ни алгоритм обработки, ни описание программы.

5) На стр. 53. Выбор оптимального (минимального) времени усреднения требует дополнительных пояснений.

6) На стр. 55, рис. 26, на графике не интервал времени, а время.

7) На стр. 68. В «процедуре внесения поправок» п.3. Определение поправочного коэффициента». Судя по п. 4, определяется сама поправка.

8) На стр. 92, глава 7. «Разработка проекта методики измерений отношения изотопов $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ с целью аттестации газовых смесей диоксида углерода в баллонах под давлением» содержит девять строк, а методика перенесена в приложения. Это неправильно, так как методика является научным результатом и должна быть изложена в основном тексте диссертационной работы.

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Спасибо. Слово для ответа предоставляется соискателю.

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Касательно первого замечания – по оценке эффективности.

- В соответствии с ИСО 9000:2015 эффективность определяется как отношение между достигнутым результатом и использованными ресурсами. В данном случае результат – это поверка изотопного инфракрасного анализатора. Ресурсы, задействованные при выполнении поверки, с помощью разработанных стандартных образцов ниже, чем с помощью твердых и жидких стандартных образцов, так как, во-первых, отсутствует пробоподготовка, которая требует дополнительного оборудования, и, во-вторых, меньше времени требуется для выполнения поверки. И, кроме того, меньше стоимость данных стандартных образцов.

Замечание насчет предварительного расчета бюджета неопределенности измерений.

- В главе 2 бюджет неопределенности измерений составлен предварительно, на основе данных, приведенных в документации производителей анализатора внутрирезонаторного затухания, стандартных образцов, рекомендуемых IUPAC, и систем пробоподготовки, аналогичных применяемой. Формулы расчета приведены в разделе 4 Руководства по выражению неопределенности измерения; действительно, не приводятся в самой главе.

Замечание касательно обозначения размерности по осям графиков.

- Графики в данном случае отражают качественную, а не количественную характеристику регистрируемого сигнала и показателя поглощения. Характерное значение времени затухания – 10^{-6} секунды, длины волны – $1,6 \cdot 10^{-6}$ м, сигнала, регистрируемого приемником – 10^{-3} ампера, показателя поглощения – 10^{-7} м^{-1} .

Что касается блок-схемы программы для обработки результатов измерений.

- Краткое описание программы дано на с. 47 диссертации. Разработанное программное обеспечение позволяет выбирать интервал усреднения показаний, вычислять средние значения и среднеквадратическое отклонение результатов многократных измерений. Для вычислений использованы формулы, приведенные в «РМГ 29-2013».

Касательно выбора оптимального времени усреднения показаний.

- Согласен. Для определения оптимального времени усреднения показаний был найден минимум функции, представленной на графике зависимости вариаций Аллана от интервала усреднения показаний, за счет аппроксимации полиномом второй степени.

На рис. 55, график с интервалом времени, а не с самим временем.

- Дело в том, что на оси абсцисс откладывается интервал времени после начала подачи первой нулевой газовой смеси.

С замечанием, касающимся определения поправки, а не поправочного коэффициента, полностью согласен.

С замечанием по главе 7 по разработке проекта методики измерений полностью согласен.

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Владимир Васильевич, вы согласны?

Д.т.н., профессор В.В. АЛЕКСЕЕВ

Да, полностью согласен.

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Спасибо. Слово предоставляется Галине Анатольевне Кондрашковой, нашему бессменному оппоненту. Прошу вас.

Д.т.н., профессор Г.А. КОНДРАШКОВА

(Зачитывает отзыв о диссертации. Отзыв положительный.)

Замечания:

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 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 совершенствоваться. 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.

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Спасибо. Пожалуйста, вам слово для ответа на замечания.

Я.К. ЧУБЧЕНКО

По первому замечанию, касательно международных сличений ССQM K120 «Диоксид углерода в воздухе».

- Дело в том, что проект отчета сличений (Draft A) на момент написания диссертации отсутствовал. Нами были приготовлены 3 баллона с содержанием диоксида углерода в синтетическом воздухе на уровне 380, 480 и 800 млн^{-1} ; для всех баллонов расширенная неопределенность была меньше, чем $0,2 \text{ млн}^{-1}$, а по результатам отклонение от опорного значения во всех случаях было меньше, чем $0,1 \text{ млн}^{-1}$. Это один из лучших результатов среди 15 участников. Изотопный состав в данных сличениях измерялся с целью внесения поправки в молярную массу используемого для приготовления диоксида углерода и корректировки показаний анализатора при подаче смесей разного изотопного состава. Дело в том, что разница может достигать значения $0,32 \text{ млн}^{-1}$, что больше, чем сама расширенная неопределенность.

По второму замечанию – насчет сравнения с результатами других участников сличений.

- Дело в том, что в сличении «Дельта – величина отношения стабильных изотопов углерода в меде» мы участвовали в пилотной версии, и на с. 81 показаны результаты пилотной версии сличений из отчета (Draft

В). Отклонение от опорного значения сличений составило меньше 0,1 ‰. Для сравнения отклонения от опорного значения участников ключевых сличений составили: -0,1; 0,099; 0,002; 0,062 и -0,05 ‰.

По третьему замечанию – касательно программного обеспечения.

- Для выполнения измерений использовалось встроенное программное обеспечение анализатора. Для обработки результатов измерений использовалось программное обеспечение, написанное в среде LabView. Краткое описание программы дано на с. 47 диссертации.

По четвертому замечанию касательно изложения процедуры введения поправок в виде блок-схемы и факторов, влияющих на результат измерений.

- Согласен, и в качестве ответа на данное замечание в доклад по диссертации была добавлена схема влияющих факторов и блок-схема алгоритма внесения поправок. Температура и давление в измерительной кювете контролируются автоматически и не изменяются больше, чем на 0,005 °С и 20 Па соответственно.

По поводу пятого замечания – о методике измерений.

- Алгоритм, как набор инструкций, описывающих порядок действий исполнителя с целью аттестации стандартных образцов в приложении А, с пункта 7 – подготовка к выполнению измерений, до пункта 12 – оформление результатов измерений.

Касательно замечания 6 – рекомендации по дальнейшему совершенствованию эталонной установки.

- Как я уже отмечал, дальнейшее развитие эталонной установки предполагается в направлении, во-первых, совершенствования системы пробоподготовки и, во-вторых, расширения возможностей эталонной установки с целью измерений отношений изотопов углерода, кислорода в диоксиде углерода и в метане.

С седьмым замечанием полностью согласен.

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Галина Анатольевна, вы удовлетворены ответом?

Д.т.н., профессор Г.А. КОНДРАШКОВА

Да, удовлетворена.

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Спасибо. Прежде чем перейти к дискуссии, нам надо утвердить состав счетной комиссии. Ученый секретарь сейчас предложит нам такой состав.

УЧЕНЫЙ СЕКРЕТАРЬ

В качестве членов счетной комиссии предлагаются следующие кандидатуры:

д.т.н. Т.А. Компан,

д.т.н. М.В. Окрепилов и

д.т.н. Н.А. Соколов.

Кто за данный состав счетной комиссии, прошу голосовать.

Кто против? Нет.

Кто воздержался? Нет.

Счётная комиссия избирается единогласно.

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Теперь мы можем перейти к дискуссии. Но вначале заслушаем заключительное слово соискателя.

Я.К. ЧУБЧЕНКО

Я хотел бы кратко сказать – поблагодарить научного руководителя Леонида Алексеевича за всестороннюю помощь и поддержку, совет – за работу и коллег и приглашенных – за дискуссию и помощь.

Спасибо большое!

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Кто из членов совета хочет принять участие в дискуссии?

Пожалуйста, доктор наук Кравченко.

Д.т.н., с.н.с. С. А. КРАВЧЕНКО, член совета

Я первый задал вопрос и последний задал вопрос.

Первый вопрос был – кому это нужно в стране? Он спокойно ответил, что всё показано на этой картинке, что это нужно и в медицине, и в пищевой промышленности, и для измерения чистоты воздуха – то, что в самом деле необходимо в наше время.

И последний был мой вопрос – почему не было заявок ни на способ, ни на устройство? Он сказал, что в будущем он подаст заявки. Но в будущем, конечно, будет трудно получить положительное решение, когда всё уже опубликовано, всё это видно. Это, конечно, недостаток.

Но я буду голосовать «за», потому что пользу от такой работы будет, и очень большая польза.

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Спасибо. Пожалуйста, доктор наук Соколов.

Д.т.н. Н.А. СОКОЛОВ, член совета

В продолжение замечания я скажу.

С самого начала начнем. Цели и задачи – разработка методов и средств метрологического обеспечения. Опять же, методы – это способы, как бы должны патентоваться, средства должны патентоваться как устройства.

Но здесь в «Целях и задачах» написано, что «разработка цепи метрологической прослеживаемости» – это выполнено. «Разработка технологии изготовления и способов аттестации»; на самом деле технология – это последовательность операций, метод – это последовательность операций, то есть – разработана технология. Поэтому цели и задачи соответствуют наименованию, методы здесь есть.

Дальше, в «Целях и задачах» написано: «Разработка высокоточной эталонной установки», в «Заключении» – она создана.

Дальше: «Исследование метрологических характеристик», «Подтверждение метрологических характеристик», «Изготовление и экспериментальные исследования характеристик», «Разработка методики измерений».

То есть цели и задачи, поставленные в работе, выполнены и соответствуют названию диссертации.

Дальше. Ну очень неудачно сформулирован второй пункт «научной новизны», потому что разработка схемных решений подразумевает какое-то доказательство. Из того, что здесь приведена схема эталонной установки, ну нет здесь такого блока, на которых можно было бы указать и сказать, что здесь новое техническое решение. На самом деле здесь речь идет о чисто метрологическом подходе к созданию этой установки.

Если переформулировать этот пункт, скажем, научная новизна состоит в том, что разработана высокоточная эталонная установка (и это соответствует целям и задачам), в которой достигнуто уменьшение неопределенности измерений в 10 раз за счет использования газовых

смесей для контроля стабильности анализаторов, дальше – чисто метрологические действия – «исследования зависимости расчетной величины отношения интенсивностей спектральных линий от молярной доли CO_2 и газа-разбавителя», и на этом точка. Это соответствует выбранной специальности и представляет собой новизну. Потому что дальше в качестве научной новизны заявляется выбор оптимального интервала усреднения показаний, что, по-моему, здесь как-то не очень хорошо. И автоматизация процесса измерений, потому что в ответе на замечания уважаемых оппонентов вы отвечаете, что здесь, в общем, новизны нет и принято стандартное решение по автоматизации и использованию программы LabView, которая тоже чисто расчетный параметр вносит.

Это просто касается формулировки второго пункта научной новизны. Дальше это всё исправлено в «Заключении», там сформулировано всё нормально и стыкуется с целями и задачами.

Что касается патентования. Патентование, наряду с доказательством научной новизны, имеет и экономическую составляющую. В данном случае таких эталонных установок нужно всего несколько по стране, поэтому ждать экономического эффекта для патентования (что кто-то у нас эту установку возьмет, использует, и мы получим какой-то экономический эффект) не приходится. То есть назначение этой установки – совсем в другом, и это сказано в целях и задачах – мы должны построить единую систему метрологического обеспечения в этой области. Это достигнуто.

Что касается патентования на высоком эталонном уровне. Здесь постоянно мы сравниваем наши установки с зарубежными установками, и, к сожалению, наша отечественная система патентования не позволяет защитить новизну на международном уровне. Эту установку, опять же,

нужно заявлять совсем по другой системе, платить совсем другие деньги. Учитывая, что в мире таких установок тоже нужно немного, здесь доказательством научной новизны являются наши научные работы. И, здесь, в этой установке не должна быть глубоко раскрыта новизна, чем именно, то есть, да, исследованы какие-то процессы и получены результаты, которые доказаны метрологическими характеристиками установки, подтверждением метрологических характеристик на эталонном уровне. Но раскрывать подробности этой установки до такой степени, что любой зарубежный партнер может взять вашу диссертацию и сделать установку один к одному, до этого доходить тоже не нужно.

То есть, да, научная новизна раскрыта, результаты подтверждены, но, чтобы ее сделать где-то за рубежом, этот зарубежный наш партнер должен обратиться к нам. Как раз тогда всё стыкуется в этой работе.

Поэтому я буду голосовать «за». Спасибо.

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Спасибо. Пожалуйста, еще желающие.

Д.х.н. А.И. КРЫЛОВ, член совета

Очень коротко. Дело в том, что мне пришлось эту работу рецензировать, прежде чем она попала в совет, поэтому я ее знаю достаточно хорошо, и ряд предложений, замечаний, которые у меня были во время рассмотрения работы, диссертант учел при оформлении диссертации.

И меня радует то, что, по сути дела, в этой диссертации впервые у нас в стране поставлена на метрологическом уровне работа, связанная с измерением изотопных отношений. Мне кажется, что это направление имеет существенно большее будущее, чем сфера, связанная с анализом

только газовой составляющей, не только изотопных соотношений углерода, но на сегодня достаточно активно развивается направление, связанное с измерением изотопов летучих соединений металлов. Буквально вчера к нам пришла заявка на определение, измерения изотопных отношений гексафторида молибдена.

Поэтому это направление будет актуальным, и радует то, что у нас в институте появилось в том или ином виде. И я надеюсь, что оно будет развиваться, и будет развиваться в направлении не только анализаторов такого типа, но и то, о чем почти мы не говорили, – изотопная масс-спектрометрия. Мне кажется, эту работу мы должны поддержать, не только в контексте работы Яна, но и в контексте всего этого направления.

Я буду голосовать «за».

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Спасибо. Пожалуйста, профессор Конопелько.

Д.т.н., профессор Л.А. КОНОПЕЛЬКО, член совета

Хочу сказать, мне кажется, важную вещь, что у нас есть одна проблема фундаментальная – это появление молодых кадров. И, если не обратили внимание, Яну Чубченко 28 лет! Поэтому хочу поделаться, чтобы он не останавливался, двигался по этому пути и дальше, а всем нам – готовить новых молодых для выхода сюда на сцену.

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Спасибо. Пожалуйста, еще желающие.

Д.т.н., с.н.с. Т. А. КОМПАН, член совета

Могу сказать пару добрых слов о соискателе.

Мне очень понравился автореферат, который я прочитала. Пожалуй, за последнее время это был самый грамотный, логично написанный – приятно было читать. И как соискатель защищал свою работу и владеет материалом, мне тоже очень понравилось. Он безусловно достоин присуждения ему степени, я буду голосовать «за».

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Спасибо. Есть еще желающие выступить из членов совета? (Нет).

Достаточно. Обращаюсь к приглашенным: кто из приглашенных желает выступить?

К.т.н., доцент Г.П. ТЕЛИТЧЕНКО

Можно мне выступить?

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Конечно, пожалуйста.

К.т.н., доцент Г.П. ТЕЛИТЧЕНКО

Я начну с эталонной установки, которая была изготовлена. Во-первых, эта эталонная установка вошла в ГЭТ 154-2016. Когда утверждается ГЭТ, утверждается поверочная схема, и в поверочной схеме все единицы уже занормированы. А здесь эта установка расширила функциональные возможности ГЭТа. Как можно расширить функциональные возможности ГЭТа без утверждения поверочной схемы?

Д.т.н., профессор Л.А. КОНОПЕЛЬКО

Элементарно! Это новые принципы утверждения поверочных схем.

К.т.н., доцент Г.П. ТЕЛИТЧЕНКО

Принципы старые. Мы только что утвердили сейчас ее и прошли эту процедуру. Всё, как есть; значит, нужно заново переутверждать по новому плану, по программе.

Но если ее нет, тогда вопрос такой: что собой представляют эти стандартные образцы? Что это – рабочие эталоны какого-то разряда? Какого? Откуда получаются разряды единиц? Какова погрешность установки? Она же как эталон нормируется, то есть нормируется, что границы – доверительные погрешности при доверительной вероятности такой-то. А нестабильность как нормируется, отдельно или внутри границ?

Д.т.н., профессор Л.А. КОНОПЕЛЬКО

В настоящее время ГЭТ 154 находится в стадии совершенствования.

К.т.н., доцент Г.П. ТЕЛИТЧЕНКО

Нет, я читаю, что написано здесь – включено в комплекс.

Д.т.н., профессор Л.А. КОНОПЕЛЬКО

Формально эта установка включена, ГЭТ находится в стадии подготовки к переутверждению.

К.т.н., доцент Г.П. ТЕЛИТЧЕНКО

Тогда нужно аккуратнее было написать – подготовлены материалы для того-то, того-то...

Д.т.н., профессор Л.А. КОНОПЕЛЬКО

Для краткости – так.

К.т.н., доцент Г.П. ТЕЛИТЧЕНКО

Теперь. Эти рабочие смеси, которые сделаны. Как? Надо было ту поверочную схему вынести сюда.

Д.т.н., профессор Л.А. КОНОПЕЛЬКО

Ну, мы тогда бы здесь до ночи сидели.

К.т.н., доцент Г.П. ТЕЛИТЧЕНКО

Работа как называется? – метрология и метрологическое обеспечение. Я не знаю, диоксиды, не диоксиды – я не понимаю в них ничего; я смотрю с точки зрения метрологии.

Д.т.н., профессор Л.А. КОНОПЕЛЬКО

Это стандартный образец, утвержденного типа. Всё! Значит, на него есть весь комплекс характеристик в соответствии со всеми требованиями.

К.т.н., доцент Г.П. ТЕЛИТЧЕНКО

Он эквивалентен рабочему эталону?

Д.т.н., профессор Л.А. КОНОПЕЛЬКО

Это рабочий эталон первого разряда.

ИЗ ЗАЛА

Я что-то не понял – у нас семинар, что ли?

Д.т.н., профессор Л.А. КОНОПЕЛЬКО

Да, это стоит выяснять в рабочем порядке.

Д.т.н., профессор А.И. ПОХОДУН

Я предлагаю перейти к голосованию.

ИЗ ЗАЛА

Да, достаточно уже разговоров.

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Больше желающих выступить нет? (Нет). Тогда объявляется перерыв для тайного голосования.

(Тайное голосование)

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Слово для оглашения протокола счетной комиссии предоставляется председателю счетной комиссии М.В. Окрепилову.

Д.т.н., доцент М.В. ОКРЕПИЛОВ

(Оглашает протокол счетной комиссии.)

Состав диссертационного совета утвержден в количестве 21 человека, на заседании присутствуют 15 членов совета, из них докторов наук по профилю рассматриваемой диссертации – 9.

Роздано бюллетеней – 15

Осталось неиспользованных бюллетеней – 6

Оказалось в урне бюллетеней – 15.

Результаты голосования по вопросу о присуждении ученой степени кандидата технических наук Чубченко Яну Константиновичу:

за – 15

против – нет

недействительных бюллетеней нет.

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Кто за то, чтобы утвердить протокол счетной комиссии, прошу голосовать. (Голосование.)

Кто против? (Нет).

Кто воздержался? (Нет).

Протокол счетной комиссии утверждается единогласно.
(Аплодисменты.)

От себя лично и от имени членов совета хочу поздравить нашего соискателя Яна Чубченко с успешной защитой и пожелать дальнейших больших творческих успехов.

Нам необходимо обсудить и принять заключение совета по диссертационной работе Я.К. Чубченко.

(Обсуждение проекта заключения.)

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 308.004.01 НА БАЗЕ

Федерального государственного унитарного предприятия
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии
им. Д.И. Менделеева» Федерального агентства по техническому
регулированию и метрологии Министерства промышленности и торговли

Российской Федерации

ПО ДИССЕРТАЦИИ

НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА НАУК

аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета от 28.06.2018 г. № 3

О присуждении Чубченко Яну Константиновичу, гражданину
Российской Федерации, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «РАЗРАБОТКА МЕТОДОВ И СРЕДСТВ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ ИНФРАКРАСНЫХ АНАЛИЗАТОРОВ ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЙ ОТНОШЕНИЯ ИЗОТОПОВ $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ ДИОКСИДА УГЛЕРОДА В ГАЗОВЫХ СМЕСЯХ» по специальности 05.11.15 Метрология и метрологическое обеспечение принята к защите 26 марта 2018 г., протокол № 1, диссертационным советом Д 308.004.01 на базе «Всероссийского научно-исследовательского института метрологии им. Д.И. Менделеева» Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии Министерства промышленности и торговли Российской Федерации, адрес: 190005, Россия, Санкт-Петербург, приказ о создании диссертационного совета № 158-в от 10 ноября 2000 г. с изменениями по приказу № 304/нк от 22 марта 2018 г.

Соискатель Чубченко Ян Константинович 1990 года рождения. В 2013 году соискатель окончил «Санкт-Петербургский государственный университет» по специальности «Теоретическая и прикладная спектроскопия молекулярных систем». В 2017 году окончил заочную аспирантуру при ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» по специальности 05.11.15 «Метрология и метрологическое обеспечение». Работает младшим научным сотрудником в отделе физико-химических измерений «Всероссийского научно-исследовательского института метрологии им. Д.И. Менделеева».

Диссертация выполнена в отделе физико-химических измерений (НИО 242) ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева».

Научный руководитель – доктор технических наук Конопелько Леонид Алексеевич, главный специалист ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева».

Официальные оппоненты:

Алексеев Владимир Васильевич, доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой информационно-измерительных систем и технологий ФГАОУ ВО «Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет ЛЭТИ имени В.И. Ульянова (Ленина)»,

Кондрашкова Галина Анатольевна, доктор технических наук, профессор кафедры информационно-измерительных технологий и систем управления ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский государственный университет промышленных технологий и дизайна»,

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация – Федеральное государственное бюджетное учреждение «Главная геофизическая обсерватория имени А.И. Воейкова» (ФГБУ «ГГО»), г. Санкт-Петербург – в своем положительном заключении, подписанном Чичериным С.С., к.ф.-м.н., главным метрологом ФГБУ «ГГО», Приваловым В.И., к.ф.-м.н., старшим научным сотрудником ФГБУ «ГГО», Пармоновой Н.Н., к.ф.-м.н., старшим научным сотрудником ФГБУ «ГГО» и утвержденным директором ФГБУ «ГГО» Катцовым В.М., указала, что диссертация является законченной научно-квалификационной работой, выполненной на высоком научном уровне и позволяет решить актуальную научно-техническую задачу повышения уровня метрологического обеспечения изотопных инфракрасных анализаторов для измерений отношения изотопов $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ диоксида углерода в газовых смесях, имеющую существенное значение для повышения точности измерений в данной области. Диссертационная работа соответствует требованиям п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней», предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.11.15 – Метрология и метрологическое обеспечение.

Соискателем опубликовано 9 научных работ по основным результатам диссертации, из них 3 работы опубликованы в рецензируемых научных изданиях из перечня ВАК. Общий объем опубликованных по теме диссертации работ – 5,81 п.л.; авторский вклад – 4,65 п.л.

Наиболее значительные научные работы по диссертации:

1. L. A. Konopel'ko, **Ya. K. Chubchenko** et.al. Metrological problems of gas analyzers based on wavelength-scanned cavity ring-down spectroscopy. *Optics and Spectroscopy*, 2015, Volume 118, Issue 6, pp 1017–1022, doi: 10.1134/S0030400X15060120 (1,38 п.л./1,10 п.л.) (из перечня ВАК).

2. **Ya. K. Chubchenko**, L. A. Konopel'ko, Features of determining the isotope composition of carbon in gaseous, liquid, and solid media. *Measurement Techniques*, 2017, Volume 60, No. 6 pp 638-642, doi 10.1007/s11018-017-1248-6 (0,81 п.л./0,65 п.л.) (из перечня ВАК).

3. **Чубченко Я.К.**, Конопелько Л.А. Разработка стандартных образцов изотопного состава углерода нового типа. *Измерительная техника*, 2017, выпуск № 12, с. 50 – 53 (0,81 п.л./0,65 п.л.) (из перечня ВАК).

4. A. Grishkanich, **Y. Chubchenko** et.al. SRS-sensor $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ isotopes measurements for detecting *Helicobacter Pylori*. *Proc. SPIE 10488, Optical Fibers and Sensors for Medical Diagnostics and Treatment Applications XVIII*, 104881A (14 February 2018), doi: 10.1117/12.2295927 (0,75 п.л./0,60 п.л.).

5. A. Grishkanich, **Y. Chubchenko** et.al. SRS-lidar for $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ isotopes measurements environmental and food. *Proc. SPIE 10423, Sensors, Systems, and Next-Generation Satellites XXI*, 104231S (29 September 2017), doi: 10.1117/12.2280016 (0,69 п.л./0,55 п.л.).

На автореферат диссертации поступило 6 положительных отзывов.

1. От директора, к.т.н. **Шувалова Геннадия Владимировича**, ФГУП «СНИИМ», г. Новосибирск. Без замечаний.

2. От главного специалиста, к.т.н. **Грабарь Анатолия Григорьевича**, ФБУ «Тест-С.-Петербург», г. Санкт-Петербург. В отзыве имеется замечание:

- В автореферате отсутствует информация об утверждении типа разработанных стандартных образцов и о внесении их в Государственный реестр.

3. От генерального директора **Галкина Александра Михайловича**, ООО «ЦТС «НАУКА», г. Москва. Без замечаний.

4. От ведущего научного сотрудника, к.ф.-м.н., **Жевлакова Александра Павловича**, АО «ГОИ им. С.И. Вавилова», г. Санкт-Петербург. В отзыве имеются замечания:

- Не указана длина волны полупроводникового лазера – источника излучения в эталонной установке.

- Описание седьмой главы дано фрагментарно.

- Имеется ряд опечаток (например, стр. 19: падеж глагола «приведена»).

5. От профессора физического факультета СПбГУ, д.ф.-м.н., **Филиппова Николая Николаевича**, г. Санкт-Петербург. Без замечаний.

6. От ведущего специалиста ООО «МС-АНАЛИТИКА», к.т.н. **Файнберга Владимира Семеновича**, г. Москва. В отзыве имеются замечания:

- ограничение области применения СО только для утверждения типа инфракрасных анализаторов, хотя стандартные образцы могут использоваться и для утверждения типа масс-спектрометров для анализа стабильных изотопов, а также любых других устройств, позволяющих прецизионно измерять отношения стабильных изотопов. Видимо сознательное ограничение области применения газовых смесей как СО говорит просто о скромности автора.

- отсутствие информации о долговременной стабильности во времени значения изотопного состава углерода стандартного образца в баллоне, хотя возможна она есть в самой работе;

- отсутствие более четкого заявления о юридическом оформлении первых в России стандартных образцов изотопного состава углерода, представляющих собой газовые смеси диоксида углерода в баллонах под давлением с указанием номера свидетельства утверждения типа стандартного образца, хотя не исключаю, что эта информация есть в самой работе.

- ненужное, на мой взгляд, противопоставление в первой главе автореферата твердых, жидких стандартных образцов изотопного состава углерода – стандартным образцам в виде газовых смесей, так как применение стандартных образцов в том или ином агрегатном состоянии зависит от интерфейса ввода пробы в измерительную систему (анализатор, масс-спектрометр) и помогает построить калибровочный график. Другими словами если измерительная изотопная система работает с газовыми пробами, то и стандартный образец должен быть в виде газа, это же касается систем с интерфейсами для ввода твердых и жидких проб. И более того стандартный образец должен быть максимально приближен к исследуемой пробе, например: если мы изучаем волосы, то надо бы использовать стандартный образец волос, если спирт, то стандартный образец спирта, если вино, то стандартный образец вина. К сожалению, пока в России отсутствуют отечественные стандартные образцы стабильных изотопов в любом агрегатном состоянии, хотя в мире эти стандартные образцы очень широко используются.

- отсутствие четкого заявления, что разработанная технология в работе, может быть использована для создания стандартных образцов

изотопного состава воздушных смесей с другими газами, стандартных образцов чистых газов, а также жидких и твердых стандартных образцов.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обоснован их компетентностью в области метрологии и метрологического обеспечения физико-химических величин, что подтверждается их публикациями в высокорейтинговых научных журналах.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

- **разработана** новая высокоточная установка для определения изотопного состава углерода в газовых смесях диоксида углерода. По результатам исследований установки достигнуты величины стандартной неопределенности типа А результатов измерений характеристики изотопного состава $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$ не более 0,02 ‰, стандартной неопределенности типа В результатов измерений характеристики изотопного состава $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$ не более 0,091 ‰; расширенная неопределенность, U ($k=2$, $P=0,95$) не превышает 0,19 ‰.

- **доказана** возможность повышения точности измерений отношения изотопов $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ диоксида углерода, и повышения уровня метрологического обеспечения изотопных инфракрасных анализаторов в целом.

- **разработаны** стандартные образцы изотопного состава углерода в газовых смесях диоксида углерода, которые можно использовать для утверждения типа изотопных инфракрасных анализаторов и их последующей поверки.

- **предложена** и обоснована цепь метрологической прослеживаемости измерений изотопного состава углерода, которая позволяет осуществить процесс калибровки и поверки изотопных

инфракрасных анализаторов с помощью стандартных образцов изотопного состава углерода в газовых смесях диоксида углерода.

Теоретические исследования и оформление результатов исследований проводились в рамках принятых в науке **понятий и терминов**. Обработка экспериментальных данных проводилась на основе стандартных алгоритмов без их модернизации.

Теоретическая значимость исследований обоснована тем, что:

- **раскрыты** основные законодательные и прикладные проблемы в области метрологического обеспечения инфракрасных анализаторов для измерений отношения изотопов $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ диоксида углерода в газовых смесях;

- **изучены и сопоставлены** вклады различных источников неопределённости измерений отношения изотопов $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$, выполняемых на разработанной эталонной установке;

- **разработана** высокоточная эталонная установка для определения изотопного состава углерода в газовых смесях диоксида углерода на основе инфракрасного анализатора внутрирезонаторного затухания, позволившая на порядок уменьшить неопределённость измерений;

- **предложен** способ аттестации стандартных образцов изотопного состава углерода в газовых смесях диоксида углерода – газовых смесей диоксида углерода в баллонах под давлением по твердым и жидким стандартным образцам изотопного состава углерода.

- **применительно к тематике диссертации** результативно использован комплекс современных подходов к моделированию процедур измерения отношения изотопов $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$, планированию экспериментов и оцениванию неопределенности измерений.

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

- **создана** эталонная установка для определения изотопного состава углерода в газовых смесях диоксида углерода, которая включена в комплекс аппаратуры Государственного первичного эталона единиц молярной доли, массовой доли и массовой концентрации компонентов в газовых и газоконденсатных средах ГЭТ 154-2016 ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»;

- **созданы** средства поверки и калибровки – стандартные образцы изотопного состава углерода, представляющие собой газовые смеси диоксида углерода в баллонах под давлением, которые необходимы для развития отечественного парка аналитических приборов определения изотопного состава углерода в газовых смесях диоксида углерода;

- **разработан** проект методики измерений отношения изотопов $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ с целью аттестации газовых смесей диоксида углерода в баллонах под давлением.

Оценка достоверности результатов исследований выявила:

- **теория** согласуется в рамках неопределенности измерений и теоретических расчетов с опубликованными экспериментальными данными о влиянии различных факторов на результат измерений отношения изотопов $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ в газовых смесях диоксида углерода;

- **идея базируется** на анализе и обобщении опыта разработки высокоточных средств измерений отношения изотопов $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ в газовых смесях диоксида углерода;

- **подтверждены** метрологические характеристики разработанной эталонной установки для определения изотопного состава углерода в международных сличениях ССQM Р175 «Дельта-величина отношения стабильных изотопов углерода в меде».

Личный вклад соискателя состоит в проведении анализа состояния метрологического обеспечения инфракрасных анализаторов для

измерений отношения изотопов $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ диоксида углерода в газовых смесях; разработке структуры и состава высокоточной эталонной установки в данной области; проведении экспериментальных исследований для определения фактических метрологических характеристик созданной установки; исследовании факторов, формирующих неопределенность измерений отношения изотопов $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ с использованием установки, а также поиске и реализации путей минимизации этих факторов; подтверждении метрологических характеристик эталонной установки в международных сличениях; разработке и проведении исследований стандартных образцов изотопного состава углерода в газовых смесях диоксида углерода; разработке проекта методики измерений отношения изотопов $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ с целью аттестации разработанных стандартных образцов; подготовке публикаций по теме диссертации.

На заседании 28 июня 2018 года диссертационный совет принял решение присудить Чубченко Я.К. ученую степень кандидата технических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 15 человек (списочный состав диссертационного совета 21 человек), из них 10 докторов наук (по специальности рассматриваемой диссертации), участвовавших в заседании, проголосовали: за присуждение ученой степени – 15, против присуждения ученой степени – 0, недействительных бюллетеней – 0.

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ

Кто за то, чтобы принять заключение диссертационного совета по диссертации Я.К. Чубченко с внесенными в него поправками?
(Голосование.)

Кто против? Нет.

Кто воздержался? Нет.

Заключение совета принимается единогласно.

Защита закончена. Спасибо за работу.

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ
ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА
доктор технических наук, профессор

УЧЕНЫЙ СЕКРЕТАРЬ
ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА
кандидат технических наук



В. А. СЛАЕВ

К.В. ЧЕКИРДА