

Ученому секретарю  
диссертационного совета Д 308.004.01,  
кандидату технических наук  
К.В. Чекирде

190005, г.Санкт-Петербург,  
Московский пр-кт, д.19

### О Т З Ы В

на автореферат диссертации Мигаль Павла Вячеславовича  
«Разработка и исследования эталонов сравнения в виде чистых металлов  
(V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Cd) для повышения точности характеристики  
стандартных образцов растворов химических элементов»,  
представленной к защите на соискание  
ученой степени кандидата технических наук по специальности  
05.11.15 — Метрология и метрологическое обеспечение

Целью диссертационной работы Мигаль П.В. является повышение точности измерений химического состава путем разработки эталонов сравнения на основе чистых веществ и их применения для создания высокоточных государственных стандартных образцов (ГСО) моно- и мультиэлементных растворов для обеспечения корректной калибровки средств измерений. Актуальность решаемой проблемы несомненна и обусловлена постоянным совершенствованием аналитического, в частности, спектрального оборудования, для которого неопределенность проводимых измерений напрямую зависит от метрологических характеристик ГСО, используемых для



построения градуировочной кривой. Таким образом, технически допустимая предельная точность может быть достигнута только при наличии в Российской Федерации соответствующего метрологического обеспечения, разработке которого и посвящена настоящая работа.

В ходе проведенного диссертационного исследования получены результаты, имеющие высокую практическую значимость для науки и производства - это девять моноэлементных (V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Cd) и один мультиэлементный ГСО повышенной точности с относительной расширенной неопределенностью не более 0,6 %, а также нормативные документы: МИ 3560-2016 «Рекомендация. ГСИ. Оценка неопределенности измерений массовой доли основного компонента в неорганических веществах», определяющая основные принципы оценки метрологических характеристик эталонов сравнения, и «Положение о Базе данных «Эталонные сравнения в виде высокочистых веществ», в котором установлены общие требования к эталонам сравнения, к их разработке, назначению и применению. Указанные результаты могут стать хорошим базисом для повышения точности и обеспечения единства физико-химических измерений в России, а также для проведения дальнейших разработок в этом направлении. -

Совокупность научных и практических результатов, полученных при выполнении диссертационной работы, не имеет известных аналогов, что подтверждает их новизну. Достоверность и обоснованность проведенных исследований и положений, выносимых на защиту, обеспечивается применением разработанных эталонов сравнения, ГСО и алгоритмов расчета неопределенности при проведении измерений на государственных первичном и вторичном эталонах, в том числе при участии в международных сличениях. Полученные экспериментальные данные коррелируют с результатами измерений, проведенных в других метрологических институтах, что свидетельствует о применимости использованного в работе подхода и корректности установленных метрологических характеристик. Предложенный

способ контроля основного источника неопределенности при выпуске стандартных образцов адекватно оценивает реальные трудности их практической реализации и применения.

Результаты и выводы диссертационной работы, особенно в части использования высокоточных ГСО для калибровки измерительного оборудования, могут быть внедрены в деятельность ФГУП «УНИИМ», ФГУП «ВНИИМ им. Менделеева», ФГУП «ВНИИОФИ», ФГУП «ВНИИФТРИ», ЗАО «ИСО», а также иных производственных и испытательных лабораторий.

Автореферат с достаточной полнотой характеризует объем проведенного исследования, раскрывает ключевые моменты и соответствует предъявляемым требованиям. Выносимые на защиту положения и соответствующие выводы сформулированы четко и лаконично, их содержание подкреплено теоретическими выкладками и экспериментальными данными.

Тем не менее, необходимо отметить следующие недостатки:

1. Не даны ссылки на содержание существующей нормативной базы, касающейся предмета исследования (в частности, ГОСТ 8.315-97 «ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения», ГОСТ 34100.3-2017/ISO/IEC Guide 98-3:2008 «Неопределенность измерения», РМГ 55-2002 «ГСИ. Стандартные образцы состава чистых органических веществ. Методы аттестации. Основные положения» и т.д.), отсутствует анализ их недостатков.

2. Согласно разработанной МИ 3560-2016 «Рекомендация. ГСИ. Оценка неопределенности измерений массовой доли основного компонента в неорганических веществах» для достижения наименьших неопределенностей измерений ( $0,0010 \% \leq U \leq 0,010 \%$ ) целесообразно сначала воспроизводить единицы массовой доли примесей, а затем вычислять содержание основного компонента. Для этого могут использоваться атомно-абсорбционная спектрометрия, атомно-эмиссионная спектрометрия, спектрофотометрия и



другие спектральные методы. Однако, указанные методы аттестации основаны на предварительной градуировке по стандартным образцам, которые, соответственно, должны быть заранее аттестованы. Т.е. для проведения высокоточных измерений нового ГСО нужны достоверные сведения о составе существующих ГСО для градуировки с не меньшей точностью. В тексте автореферата не раскрыто, каким образом преодолевается указанное противоречие.

3. В автореферате не раскрыто происхождение исходных эталонов сравнения в виде чистых металлов, хотя они являются ключевой фигурой всего проведённого исследования.

4. Нигде в тексте диссертации не указано на проведение аналогичных работ по созданию эталонов сравнения в виде высокочистых металлов (Ni, Ti, Mg, Al) во ФГУП «ВНИИОФИ», хотя они являются компонентами единой научно-исследовательской работы.

5. Не ясно, почему на рисунках 2,3 для Интервальной оценки 2 доверительные границы полученного значения массовой доли несимметричны.

6. В тексте автореферата присутствуют стилистические и орфографические ошибки, при первом упоминании сокращений не всегда приведена их расшифровка (в частности, ГЭТ 176, ГВЭТ 196-1, ЭС, МХ СО и т.д.), вертикальная ось на рисунке 3 имеет дублированные численные значения.

Однако, указанные замечания не носят принципиального характера и не снижают общую положительную оценку работы.

На основе вышеизложенного можно сделать вывод, что диссертационная работа Мигаль Павла Вячеславовича «Разработка и исследования эталонов сравнения в виде чистых металлов (V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Cd) для повышения точности характеристики стандартных образцов растворов химических элементов» отвечает требованиям п.9 «Положения о присуждении учёных степеней», утвержденного постановлением правительства РФ от 24

сентября 2013г. № 842, а её автор заслуживает присуждения учёной степени кандидата технических наук по специальности 05.11.15 — Метрология и метрологическое обеспечение.

Ведущий научный сотрудник  
ФГУП «ВНИИОФИ», к.ф.-м.н.  
специальность 01.04.05 - оптика



Чугунова Марина Михайловна

*Подпись Чугуновой М.М. заверено  
без след. от № 1103903008 т. В/*



тел.: +7 (495) 437 33 74; e-mail: [chugunova@vniiofi.ru](mailto:chugunova@vniiofi.ru)

119361, г. Москва, ул.Озерная, 46

Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений»  
(ФГУП «ВНИИОФИ»)