

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертационную работу Крашенининой Марии Павловны «Разработка государственного вторичного эталона и стандартных образцов для повышения достоверности контроля азота в пищевых продуктах и активного хлора в питьевой воде», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.11.15 – Метрология и метрологическое обеспечение

Актуальность работы обусловлена стремительным развитием науки и техники в области физико-химического анализа. Благодаря росту парка средств физико-химического анализа, возникает необходимость в расширении спектра стандартных образцов используемых сегодня. Метрологическое обеспечение в физико-химических измерениях является первостепенной задачей, которую необходимо решать и постоянно совершенствовать в России, поэтому тема диссертационной работы Крашенининой М.П., посвященная разработке государственного вторичного эталона и стандартных образцов для повышения достоверности контроля азота в пищевых продуктах и активного хлора в питьевой воде, безусловно, актуальна и крайне важна, для дальнейшего развития эталонной базы в физико-химической области.

Научная новизна диссертационной работы заключается в предложенном автором пути минимизации инструментальных источников неопределенности, характерных для титриметрического анализа.

В работе показано, что наивысшая точность воспроизведения единицы массовой доли азота достигается при фотометрическом титровании растворов с помощью смешанного индикатора.

Следует отметить, что в работе продемонстрировано создание новых типов стандартных образцов, которые не имеют аналогов и обладают запасом точности перед рабочими средствами измерения, что немаловажно с точки зрения метрологического обеспечения и расширения базы, стандартных образцов применяемых на территории Российской Федерации.

Практическая значимость работы заключается в разработке вторичного государственного эталона единиц массовой доли, массовой концентрации компонентов в твердых и жидких веществах и материалах на основе титриметрического анализа. Разработаны новые типы стандартных образцов, которые применяются для метрологического обеспечения измерений массовой доли азота и массовой концентрации хлора в воде. Разработанные стандартные образцы позволят метрологически обеспечить средства измерения, работающие на основе методов фотометрии, спектрофотометрии, спектрофлуориметрии и титриметрии.

Достоверность и надежность полученных экспериментальных данных и сделанных выводов определяется использованием современных физико-химических методов исследования, взаимно подтверждающих полученные данные, статистической обработкой результатов экспериментов и использованием приборов, прошедших государственную поверку.

Результаты работ апробированы на конференциях различного уровня и представлены в виде статей в журналах, рекомендованных ВАК. Содержание диссертации полностью отражено в автореферате.

Диссертационная работа Крашенининой М.П. состоит из введения, четырех глав, приложения, выводов и списка литературы, включающего 125 библиографических ссылок. Работа изложена на 141 страницах текста, содержит 49 таблиц и 41 рисунок.

Во введении автор отмечает актуальность, научную новизну, практическую значимость работы, формулирует цель и задачи исследования.

В литературном обзоре рассматриваются вопросы о методах, используемых при создании эталонов для определения ионного состава. Приведен обзор стандартов по данной тематике и метрологические характеристики существующих эталонов. Собранный и проанализированный в обзоре литературе материал позволил автору выбрать направления для своего исследования и подойти к научному объяснению результатов, полученных в работе.

Во второй главе автор описывает этапы создания государственного вторичного эталона единиц массовой доли, массовой концентрации компонентов в твердых и жидких веществах. Автор подробно описывает состав эталона и его метрологические свойства. Приводится подробный анализ источников неопределенности характерных для титриметрического метода анализа. В конце главы описывается математическая модель, представляющая собой кубический сплайн, которая описывает данные кривой потенциметрического титрования наиболее оптимальным способом.

Третья глава посвящена разработке методик воспроизведения единиц массовой доли азота в сухом молоке, зерне и глицине. В данном разделе подробно приводятся сведения обо всех стадиях методик. Показано, что основными источниками неопределенности является неопределенности типа А, неопределенности от определения объема титранта и молярной концентрации титранта.

В четвертой главе подробно изложена разработка стандартных образцов состава матричных и высокочистых веществ. Приведены стадии разработки стандартных образцов и метрологические характеристики. В заключении главы приведены результаты испытаний стандартных образцов.

Замечания по работе

1. В литературном обзоре не приведено сравнение титриметрического метода анализа с другими возможными методами физико-химического анализа, которые могли быть использованы при создании вторичного эталона. Следовало бы более подробно описать и сопоставить существующие на сегодняшний день методы измерения содержания компонентов определяемых в ионной форме и привести их достоинства и недостатки
2. В разделе 2.1. (стр.26) говорится о производстве стандартных образцов на вторичном или рабочем эталоне. Как известно, эталон служит для хранения и передачи физической величины, но не для производства стандартных образцов.

3. Следовало бы более подробно описать процесс и способ измерения рН, ЭДС и измерений объема титранта в разделах 2.3.1., 2.3.2. , а также сделать выводы из полученных результатов.
4. Не совсем понятно, почему в разделе 2.3.6., в котором говорится о неопределенности измерения массы навески, приведены данные об уменьшении неопределенности определения рН, объема и концентрации титранта.

Как и всякая большая исследовательская работа, диссертация Крашенининой М.П. не свободна от неточностей, опечаток, неудачных выражений (см. стр.11,20, 27, 30 табл.1.1, 2.2 и др.) и некоторых упущений. Так например, в литературном обзоре (стр.11-12) перепутана нумерация государственных первичных эталонов, на странице 27 название ГСО 4391 указано некорректно. Так же автором перепутана разрядность буферных растворов, применяемых в работе и использован не актуальный стандарт (ГОСТ 8.120-99 вместо ГОСТ 8.120-2014).

Заключение по работе

Отмеченные недостатки не влияют на общую положительную оценку рассмотренной работы.

Диссертационная работа Крашенининой М.П. является законченным научно-прикладным исследованием, в котором получены новые результаты и дано новое техническое решение при создании вторичного государственного эталона для повышения достоверности контроля азота в пищевых продуктах и активного хлора.

Считаю, что диссертационная работа Крашенининой Марии Павловны полностью соответствует п.9 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 года № 842, предъявляемых к диссертациям на соискание ученой степени кандидата наук и является законченной научно-квалификационной работой, в которой изложены научно обоснованные технологические решения, имеющие существенное значение в физико-химической области.

Автор работы – Крашенинина Мария Павловна заслуживает присуждение ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.11.15 - Метрология и метрологическое обеспечение.

Официальный оппонент,
Начальник лаборатории – ученый – хранитель государственного эталона ФГУП «ВНИИФТРИ», к.т.н.



Прокунин Сергей Викторович

Подпись Прокунина Сергея Викторовича заверяю.
Начальник отдела кадров ФГУП «ВНИИФТРИ»



Лобова Оксана Алексеевна

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и
радиотехнических измерений» (ФГУП «ВНИИФТРИ»)
141570, Московская область, Солнечногорский район, г.п. Менделеево
т. 8(495)526-63-21
e-mail: mera@vniiftri.ru

14.02.2016 г.