

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 308.004.01,
созданного 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 «26» ноября 2019 г. № ____
о присуждении Неклюдовой Анастасии Александровне, гражданке
Российской Федерации, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Совершенствование метрологического обеспечения
измерений вязкости жидких сред в интервале температуры от минус 40 °С
до 150 °С»

по специальности 05.11.01 – Приборы и методы измерения (по видам
измерений (механические величины))

принята к защите «24» сентября 2019 г., протокол № 3.2, диссертационным
советом Д 308.004.01, созданным 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, 190005, Россия, Санкт-Петербург,
пр-кт Московский, д.19, приказ о создании диссертационного совета № 158-в
от «10» ноября 2000 г., с изменениями по приказу № 137/нк
от «15» февраля 2019 г.

Соискатель Неклюдова Анастасия Александровна, 1991 года рождения,
в 2012 году окончила бакалавриат ФГБОУ ВО «Балтийский государственный
технический университет «ВОЕНМЕХ» им. Д.Ф. Устинова» по направлению
«Приборостроение», в 2014 году окончила с отличием магистратуру

ФГБОУ ВО «Балтийский государственный технический университет «ВОЕНМЕХ» им. Д.Ф. Устинова» по направлению «Приборостроение».

Соискатель Неклюдова Анастасия Александровна в 2018 году окончила аспирантуру очной формы обучения ФГБОУ ВО «Балтийский государственный технический университет «ВОЕНМЕХ» им. Д.Ф. Устинова» по направлению 05.02.23 – Стандартизация и управление качеством продукции, сдала кандидатский экзамен по специальной дисциплине 05.11.01 – Приборы и методы измерения (по видам измерений (механические величины)). В настоящее время работает заместителем руководителя в научно-исследовательской лаборатории государственных эталонов в области измерений плотности и вязкости жидкости ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева».

Диссертация выполнена в научно-исследовательской лаборатории государственных эталонов в области измерений плотности и вязкости жидкости (НИЛ 2302) ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии Министерства промышленности и торговли Российской Федерации.

Научный руководитель

Сулаберидзе Владимир Шалвович, доктор технических наук, старший научный сотрудник, профессор кафедры метрологического обеспечения инновационных технологий и промышленной безопасности ФГАОУ ВО «Санкт-Петербургский государственный университет аэрокосмического приборостроения», главный научный сотрудник лаборатории законодательной метрологии и метрологического программного обеспечения ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева».

Официальные оппоненты:

Мазин Валерий Дмитриевич, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры информационных измерительных технологий ФГАОУ ВО «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого»;

Лавров Роман Олегович, кандидат технических наук, доцент, заместитель начальника кафедры метрологического обеспечения вооружения военной и специальной техники ФГБВОУ ВО «Военно-космическая академия имени А.Ф. Можайского» Министерства обороны Российской Федерации,

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация – Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС»), г. Москва – в своем положительном заключении, подписанном Исаевым Львом Константиновичем, доктором технических наук, профессором, председателем секции № 2 НТС и утвержденным Кузиным Александром Юрьевичем, доктором технических наук, профессором, директором, указала что диссертация является **завершенной научно-квалификационной работой, содержащей новые научно обоснованные решения актуальной научно-технической задачи совершенствования обеспечения единства измерений вязкости жидкостей в Российской Федерации**, соответствует требованиям пунктов 9-11, 13 и 14 «Положения о присуждении ученых степеней», предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор – Неклюдова Анастасия Александровна заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.11.01 – Приборы и методы измерения (по видам измерений (механические величины)).

Соискателем опубликовано 30 работ по теме диссертации (пять без соавторов), в том числе семь в рецензируемых научных изданиях, из них три в изданиях, входящих в международные реферативные базы данных и системы цитирования (Web of Science и Scopus). Общий объем 20,18 п.л. (9,46 п.л. соискателя). Соискателем получен патент на полезную модель RU № 192816 U1 от 10.01.2019 г.

Результаты диссертационной работы внедрены в деятельность ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», ФБУ «Ростест-Москва» и ООО «Реолаб».

Наиболее значимые научные работы по теме диссертации:

1. Неклюдова, А.А. Государственный первичный эталон единицы кинематической вязкости жидкости ГЭТ 17-96. / Демьянов А.А., Неклюдова А.А. // Приборы, 2016. № 5. – С. 38-40. (объем 0,32 п.л. / авторский вклад 0,16 п.л.).

Личный вклад: проанализировано состояния метрологического обеспечения измерений вязкости жидкостей, определены и обоснованы направления развития данной области измерений.

2. Цурко¹, А.А. Состояние метрологического обеспечения измерений вязкости нефтепродуктов. / А.А. Цурко, А.А. Демьянов // Измерительная техника, 2014. № 4. – С. 65-66. (объем 0,25 п.л. / авторский вклад 0,12 п.л.).

Личный вклад соискателя: исследованы метрологические характеристики реометра Physica MCR 301.

3. Неклюдова, А. А. Метрологическое обеспечение измерений вязкости жидкостей. / А.А. Неклюдова, А.А. Демьянов // Металлообработка, 2017. №5 (101)/2017. – С. 44-48. (объем 0,5 п.л. / авторский вклад 0,25 п.л.).

Личный вклад соискателя: анализ калибровочных и измерительных возможностей РФ и исследование метрологических характеристик термостатических ванн с интерпретацией результатов, разработка государственных рабочих эталонов единиц динамической и кинематической вязкости жидкости второго разряда – стандартных образцов, аттестованных в диапазонах значений температуры от минус 40 °С до минус 5 °С и от 20 °С до 150 °С.

4. Цурко, А.А. О поверке имитаторов CCS-2100 и CCS-2100LT холодной прокрутки двигателя. / А.А. Цурко // Автомобильная промышленность, 2015. – № 10, – С. 35-37. (объем 0,25 п.л. / авторский вклад 0,25 п.л.).

¹Цурко – девичья фамилия соискателя до вступления в брак 21.05.2015 г.

Личный вклад соискателя: проведен анализ методики поверки МП 2302-0005-2011 «Имитаторы холодной прокрутки двигателя модификаций CCS-2100 и CCS-2100LT. Методика поверки», предложено и обосновано применение вискозиметра Штабингера в качестве основного средства государственного рабочего эталона второго разряда.

5. Неклюдова, А.А. Совершенствование обеспечения единства измерений вязкости жидких сред в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С / А.А. Неклюдова, А.А. Демьянов, В.Ш. Сулаберидзе // Международный научно-исследовательский журнал «Евразийский Союз Учёных». N 6(63), 1 ч., 2019. – С. 48-53. (объем 0,63 п.л. / авторский вклад 0,21 п.л.).

Личный вклад соискателя: совершенствование, разработка и внедрение государственных рабочих эталонов, которые позволили увеличить количество типов метрологически обеспечиваемых средств измерений, что, в свою очередь, создало основу для развития системы обеспечения единства измерений вязкости в Российской Федерации.

В диссертации Неклюдовой А.А. отсутствуют недостоверные сведения об опубликованных работах соискателя, в которых изложены основные научные результаты диссертации.

На автореферат диссертации поступили **отзывы из семи организаций (все отзывы положительные)** в отзывах отмечена актуальность темы, степень проработки вопроса и профессиональный подход к решению поставленных задач, дана положительная оценка проведенных исследований:

1. ООО «Сок Трейд» (подписал ведущий специалист, кандидат технических наук **Клим Олег Васильевич**).

Замечание:

для технологических поточных измерений вязкости таких нефтепродуктов, как гудроны и битумы, чрезвычайно актуальным является расширение верхней температурной границы измерений до 180-220 °С, для которой требуется разработка стандартных образцов и средств поверки и

калибровки средств измерений вязкости жидкостей, не охваченных в рамках данной работы.

2. ООО «Неолаб» (подписал заместитель генерального директора, кандидат химических наук **Муковозов Иван Эрнестович**).

Замечания:

при рассмотрении спектра прикладных задач, на решение которых направлена рассматриваемая работа, автор справедливо указывает контроль качества моторных масел и смазок. В то же время, в интервале температуры от минус 40 °С до минус 20 °С в рамках рассматриваемой автором проблемы одной из важнейших задач нефтеперерабатывающей промышленности является контроль вязкостных свойств авиационного реактивного топлива, напрямую влияющих на безопасность полетов. Объем производства и потребления данного вида топлива в Российской Федерации существенен и с каждым годом только растет;

при рассмотрении научной новизны работы автор отмечает, что метрологические характеристики вискозиметра Штабингера SVM 3000 в диапазоне температур от минус 40 °С до 100 °С исследованы впервые. В то же время, в стандартном методе измерения динамической вязкости и плотности жидкости с применением вискозиметра Штабингера (и расчете кинематической вязкости) ASTM D 7042 данные по метрологическим характеристикам этого прибора при 40 °С и 100 °С уже были сформулированы.

3. ФГАОУ ВО «Санкт-Петербургский государственный университет аэрокосмического приборостроения» (подписала доцент кафедры инноватики и интегрированных систем качества, кандидат технических наук, доцент **Фролова Елена Александровна**).

Замечание:

в тексте автореферата отсутствует информация об утверждении типа разработанных стандартных образцов и о внесении их в Государственный реестр Российской Федерации.

4. СПбГЭУ «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)» (подписал заведующий кафедрой менеджмента и систем качества, доктор экономических наук, профессор **Семенов Виктор Павлович**).

Замечания:

целесообразно было бы более полно раскрыть процедуру определения метрологических характеристик и оценку соответствия разработанного государственного рабочего эталона, основным средством которого является вискозиметр Штабингера SVM 3000, уровню эталона второго разряда, а именно, каким образом проводится калибровка вискозиметра, как рассчитывается относительная расширенная неопределенность и какое условие должно выполняться при принятии решения о его соответствии уровню эталона второго разряда;

из текста автореферата не ясно в каком объеме проведена актуализация документа МИ 1289 «МИ. ГСИ. Жидкости градуировочные для поверки вискозиметров. Метрологическая аттестация» и начаты ли работы по его утверждению.

5. Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт) (подписал начальник Управления метрологии, кандидат технических наук **Гоголев Дмитрий Владимирович**).

Замечания:

автору следовало бы дать более детальное описание основного средства, входящего в состав разработанного государственного эталона второго разряда, и провести процедуру его калибровки, так как из текста автореферата непонятно, каким образом оценены относительная расширенная неопределенность и погрешность измерений динамической и кинематической вязкости;

в тексте автореферата соискатель приводит результаты исследований повторяемости измеренных значений в зависимости от динамической вязкости полиальфаолефина и моторного масла ТНК 10W-40 от скорости

вращения измерительного ротора в диапазоне значений от 0 до 60 мин⁻¹, при этом не указывает на каком оборудовании проведены исследования.

6. ООО «ПО «Киришинефтеоргсинтез» (подписал главный метролог, кандидат технических наук **Гершберг Александр Феликсович**).

Замечание:

автору следовало бы привести в таблице 5 полученные значения погрешности и неопределенности при измерении плотности на государственном рабочем эталоне второго разряда – вискозиметре Штабингера.

7. ФГБОУ ВО «БГТУ «ВОЕНМЕХ» им. Д.Ф. Устинова» (подписал заведующий кафедрой «Инжиниринг и менеджмент качества», доктор технических наук, профессор **Марков Андрей Валентинович**).

Замечание:

на основании приведенных в автореферате данных сложно судить о вкладе влияющих входных величин в неопределенность выходной величины при измерении динамической и кинематической вязкости жидкости на вискозиметре Штабингера, так как подробно не представлен соответствующий бюджет неопределенности измерений.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их высокой компетентностью в вопросах по теме диссертационной работы и широкой известностью своими достижениями в соответствующей отрасли наук, наличием публикаций в соответствующей сфере исследования и способностью определить научную и практическую ценность диссертации.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований

разработаны и апробированы новые научные идеи о направлениях совершенствования и разработки государственных рабочих эталонов единиц динамической и кинематической вязкости жидкости первого и второго разряда в расширенном диапазоне температуры;

доказана адекватность полученных моделей температурных зависимостей вязкости жидкостей, позволяющих оценить уровень вклада относительной стандартной неопределенности измерений от температуры;

усовершенствован Государственный рабочий эталон единицы кинематической вязкости жидкости первого разряда, обеспечивающий хранение и передачу размера единицы кинематической вязкости в расширенном диапазоне значений температуры от минус 40 °С до 150 °С, с подтверждением существующей относительной расширенной неопределенности измерений, не превышающей 0,24 % (при коэффициенте охвата $k=2$);

впервые разработан Государственный рабочий эталон единиц динамической и кинематической вязкости жидкости второго разряда, обеспечивающий хранение и передачу размера единиц величин в диапазоне значений температуры от минус 15 °С до 100 °С с относительной расширенной неопределенностью измерений, не превышающей 0,6 % (при коэффициенте охвата $k=2$), и представляющий собой техническое средство;

разработаны методики калибровки: вискозиметров стеклянных капиллярных образцовых (СК 03-2302в-01Т-2019 от 20.05.2019 г.), эталонных комплексов, предназначенных для хранения и передачи единицы кинематической вязкости жидкости (СК 03-2302в-02Т-2019 от 20.05.2019 г.) и вискозиметра Штабингера SVM 3000 (СК 03-2302в-03Т-2019 от 20.05.2019 г.), позволяющие определить действительные метрологические характеристики объектов калибровки в расширенном диапазоне температуры;

предложен проект актуализированных методических указаний по метрологической аттестации градуировочных жидкостей для поверки вискозиметров, соответствующий современным требованиям к средствам поверки;

разработаны шесть новых типов стандартных образцов вязкости жидкости, являющиеся Государственными рабочими эталонами второго разряда единиц динамической и кинематической вязкости жидкости

в интервале допускаемых аттестованных значений вязкости от 15 до $6 \cdot 10^4$ мПа·с ($\text{мм}^2/\text{с}$) и диапазонах значений температуры от минус 40 °С до минус 5 °С и от 100 °С до 150 °С, предназначенные для поверки, калибровки, градуировки средств измерений вязкости, а также контроля метрологических характеристик средств измерений при проведении их испытаний, в том числе в целях утверждения типа, и сличений национальных эталонов единицы кинематической вязкости жидкости. Относительная расширенная неопределенность аттестованных значений вязкости разработанных образцов не превышает (0,3 – 0,4) % в диапазоне значений температуры от минус 40 °С до минус 5 °С и (0,2 – 0,3) % от 100 °С до 150 °С;

определены средства и разработан порядок передачи размера единиц динамической и кинематической вязкости жидкости от Государственного первичного эталона единиц динамической и кинематической вязкости жидкости ГЭТ 17-2018 средствам измерений в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С, которые позволяют осуществлять поверку средств измерений вязкости с помощью стандартных образцов (градуировочных жидкостей или жидкостей-компараторов).

Теоретическая значимость исследования обосновывается тем, что выявлены основные проблемы в области метрологического обеспечения измерений вязкости жидкостей в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С;

обоснованы направления совершенствования Государственного рабочего эталона единицы кинематической вязкости жидкости первого разряда в диапазоне значений от 0,4 до $1,0 \cdot 10^5$ $\text{мм}^2/\text{с}$;

изучены и сопоставлены вклады различных источников неопределенности измерений кинематической и динамической вязкости жидкости, выполняемых на усовершенствованном и разработанном государственных рабочих эталонах;

получены модели аппроксимирующих функций зависимостей вязкости и плотности жидкостей от температуры, позволяющие оценить уровень вклада соответствующей относительной стандартной неопределенности измерений;

экспериментально подтверждена адекватность применения материалов, выбранных для производства образцов, на основе базовых синтетических и минеральных масел;

обоснованы результаты исследований вязкости новых стандартных образцов в диапазонах значений температуры от минус 40 °С до минус 5 °С и от 100 °С до 150 °С, а также зависимости динамической и кинематической вязкости, плотности стандартных образцов, производства ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» от температуры.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что

усовершенствован и внедрен Государственный рабочий эталон единицы кинематической вязкости жидкости первого разряда в диапазоне значений от 0,4 до $1,0 \cdot 10^5$ мм²/с, позволяющий осуществлять передачу размера величины от Государственного первичного эталона единиц динамической и кинематической вязкости жидкости ГЭТ 17-2018 государственным рабочим эталонам второго разряда и высокоточным средствам измерений в диапазоне значений температуры от минус 40 °С до 150 °С;

разработан и внедрен Государственный рабочий эталон единиц динамической и кинематической вязкости жидкости второго разряда в диапазоне от 0,4 до $4,0 \cdot 10^4$ мПа·с (мм²/с), позволяющий осуществлять передачу размеров величин средствам измерений в диапазоне значений температуры от минус 15°С до 100 °С;

разработаны и утверждены три методики калибровки СК 03-2302в-01Т-2019, СК 03-2302-02Т-2019 и СК 03-2302в-03Т-2019, регламентирующие порядок определения и подтверждения действительных метрологических характеристик эталонного комплекса, вискозиметров стеклянных

капиллярных образцовых и вискозиметра Штабингера SVM 3000 в широком диапазоне температуры;

разработан проект актуализированных методических указаний по метрологической аттестации градуировочных жидкостей для поверки вискозиметров соответствующий современным требованиям к средствам поверки;

разработаны Государственные рабочие эталоны второго разряда единиц динамической и кинематической вязкости жидкости в интервале допускаемых аттестованных значений вязкости от 15 до $6 \cdot 10^4$ мПа·с ($\text{мм}^2/\text{с}$) и диапазонах значений температуры от минус 40 °С до минус 5 °С и от 100 °С до 150 °С, которые позволили решить проблему отсутствия стабильных и однородных образцов – средств поверки для средств измерений вязкости, за счёт чего увеличено количество типов метрологически обеспечиваемых средств измерений, что, в свою очередь, создало основу для развития системы обеспечения единства измерений вязкости в Российской Федерации;

разработана и утверждена приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт) от 05.11.2019 г. № 2622 актуализированная Государственная поверочная схема для средств измерений вязкости жидкостей в части передачи размера величины в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С, позволяющая повысить качество обеспечения единства измерений вязкости в Российской Федерации.

Указанные результаты подтверждены актами внедрения.

Оценка достоверности результатов исследования выявила, что теория построена на основе известных, достоверных и проверенных данных, согласуется с полученными автором результатами экспериментов и математическими моделями аппроксимирующих функций;

подтверждены метрологические характеристики усовершенствованного рабочего эталона первого разряда и разработанного рабочего эталона второго разряда по утвержденным в установленном порядке методикам калибровки;

установлено соответствие результатов работы с результатами, представленными в независимых источниках по данной тематике, и апробацией в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», ФБУ «Ростест-Москва» и ООО «Реолаб»;

корректно использованы современные методики измерений и обработки измеренных значений величин, методики расчета расширенной неопределенности измерений.

Личный вклад соискателя состоит в разработке и внедрении новых научных результатов; в совершенствовании, разработке и исследовании государственных рабочих эталонов; разработке методик калибровки и проекта актуализированных методических указаний по метрологической аттестации градуировочных жидкостей; в проведении экспериментов и интерпретации результатов; в получении математических моделей аппроксимирующих функций; в разработке проекта актуализированной Государственной поверочной схемы для средств измерений вязкости жидкостей в части передачи размера величины в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С; апробации и внедрении результатов исследования и подготовке публикаций по теме диссертации.

Диссертационный совет отмечает, что результаты исследования могут быть **использованы** при испытаниях средств измерений и стандартных образцов вязкости жидкости в целях утверждения типа, при разработке и аттестации методик измерений, а также методик калибровки в области вискозиметрии. Методики оценки неопределенности разработанных рабочих эталонов и стандартных образцов могут быть включены в учебные программы, а также представлены на семинарах для производителей стандартных образцов, пользователей вискозиметров и представителей центров метрологии, стандартизации и испытаний.

Диссертационный совет пришёл к выводу о том, что диссертация Неклюдовой Анастасии Александровны является законченной научно-квалификационной работой, соответствующей требованиям п.9 «Положения о

присуждении ученых степеней» (в редакции Постановлений Правительства Российской Федерации от 21.04.2016 № 335, от 02.08.2016 № 748, от 29.05.2017 № 650, от 28.08.2017 № 1024, от 01.10.2018 № 1168), предъявляемым к диссертационным работам на соискание ученой степени кандидата наук, в которой решена актуальная научно-техническая задача совершенствования метрологического обеспечения измерений вязкости жидких сред в интервале температуры от минус 40 °С до 150 °С.

На заседании 26 ноября 2019 г. диссертационный совет принял решение присудить Неклюдовой А.А. ученую степень кандидата технических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 18 человек, из них 8 докторов наук по специальности рассматриваемой диссертации (05.11.01), участвовавших в заседании, из 21 человека, входящего в состав совета, проголосовали: за – 18, против – 0, недействительных бюллетеней – 0.

Председатель
диссертационного совета



Конопелько Леонид Алексеевич

Ученый секретарь
диссертационного совета



Чекирда Константин Владимирович

