

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
доктора наук

аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета от «17» сентября 2020 г. № 8
о присуждении Собина Егору Павловичу, гражданину Российской Федерации,
ученой степени доктора технических наук.

Диссертация «Совершенствование системы метрологического обеспечения средств измерений пористости и проницаемости твердых веществ и материалов» **по специальности 05.11.15 – «Метрология и метрологическое обеспечение» принята к защите** «25» февраля 2020 г., протокол № 5.2, 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, адрес: 190005, Россия, Санкт-Петербург, Московский пр. 19, приказ о создании диссертационного совета № 158-в от «10» ноября 2000 г. с изменениями по приказу № 137/нк от «15» февраля 2019 г. и № 361 /нк от «19» марта 2020 г.

Соискатель Собина Егор Павлович, 1982 года рождения, диссертацию на соискание ученой степени кандидата химических наук на тему «Влияние физико-химических факторов на спектры диффузного отражения в ближней инфракрасной области влагосодержащих порошкообразных веществ» защитил в 2009 году в диссертационном совете, созданном на базе ГОУ ВПО «Уральский государственный университет им. А.М. Горького»; работает заместителем директора по инновациям в Уральском научно-

исследовательском институте метрологии - филиале 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.

Диссертация выполнена в лаборатории метрологического обеспечения nanoиндустрии, спектральных методов анализа и стандартных образцов (251) Федерального государственного унитарного предприятия «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ») Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии Министерства промышленности и торговли Российской Федерации (с 16 января 2020 г. ФГУП «УНИИМ» реорганизован в Уральский научно-исследовательский институт метрологии - филиал федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» на основании Распоряжения Правительства Российской Федерации от 17.04.2019 № 766-р, Приказа Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29.05.2019 № 1191, Приказа ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева» от 16.01.2020 № 10к).

Официальные оппоненты:

Кондрашкова Галина Анатольевна, доктор технических наук, профессор кафедры информационно-измерительных технологий и систем управления Института энергетики и автоматизации при «Высшей школе технологий и энергетики» ФГБОУ ВО Санкт-Петербургский государственный университет промышленных технологий и дизайна;

Мазин Валерий Дмитриевич, доктор технических наук, профессор, профессор Высшей школы киберфизических систем и управления ФГАОУ ВО «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого»;

Поваров Владимир Глебович, доктор химических наук, начальник отдела научно-методического обеспечения исследований ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский горный университет»,

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация – Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана (национальный исследовательский университет)», г. Москва (протокол диссертационного совета № 5.3 от 12.03.2020 г.), которая в своем положительном заключении, подписанном В.И. Пронякиным, доктором технических наук, профессором, заведующим кафедрой «Метрология и взаимозаменяемость», и В.Л. Скрипкой, кандидатом технических наук, доцентом, ученым секретарем кафедры «Метрология и взаимозаменяемость», и утвержденным В.Н. Зиминным, доктором технических наук, старшим научным сотрудником, первым проректором – проректором по научной работе, **указала, что** работа представляет собой законченное научное исследование с новыми научными результатами и практическими рекомендациями. В ней изложена совокупность научно обоснованных технических задач, подтвержденных результатами практического внедрения.

Соискателем опубликовано 54 работы, в том числе: 14 статей в ведущих рецензируемых журналах, рекомендованных ВАК, 1 патент на изобретение, 39 публикаций в журналах, сборниках трудов и докладов на всероссийских и международных конференциях (из них 8 статей в научных изданиях, индексируемых в базах данных Web of Science и Scopus), 1 документ, регламентирующий Государственную поверочную схему в виде приложения к Приказу Росстандарта.

Наиболее значимые научные работы по теме диссертации:

1. Медведевских, С.В. Лаборатория метрологического обеспечения nanoиндустрии, спектральных методов анализа и стандартных образцов / С.В.

Медведевских, Е.П. Собина // Стандартные образцы. – 2012. – № 3. – С. 85–91.
(0,74 п.л. / 0,37 п.л.)

Личный вклад соискателя: проведен обзор необходимого метрологического обеспечения для средств измерений, применяемых в сфере nanoиндустрии.

2. Пузырев, И.С. Темплатный синтез и сорбция паров воды пористыми силикагелями с высокой удельной площадью поверхности / И.С. Пузырев, Е.П. Собина, С.В. Медведевских // Бутлеровские сообщения. – 2013. – Т. 36, № 10. – С.141–145. (0,53 п.л. / 0,177 п.л.)

Личный вклад соискателя: проведены первичные эксперименты, проведен анализ изотерм сорбции азота и паров воды мезопористыми силикагелями.

3. Собина, Е.П. Создание стандартного образца сорбционных свойств нанопористого модифицированного силикагеля / Е.П. Собина, И.С. Пузырев, С.В. Медведевских, М.Ю. Медведевских, М.П. Крашенинина, Л.В. Адамова, Л.К. Неудачина, Ю.Г. Ятлук // Измерительная техника. – 2013. – № 6. – С.25-27. (0,26 п.л. / 0,033 п.л.).

Личный вклад соискателя: проведены первичные эксперименты, проведена оценка метрологических характеристик стандартного образца сорбционных свойств нанопористого модифицированного силикагеля, определены характеристики неопределенности от характеристики мезопористых силикагелей газоадсорбционным методом.

4. Пузырев, И.С. Темплатный синтез и адсорбция паров воды микро- и мезопористыми силикагелями с высокой удельной поверхностью / И.С. Пузырев, Е.П. Собина, Л.В. Адамова, М.И. Кодесс, С.В. Медведевских // Физика и химия стекла. – 2015. – Т. 41, № 2. – С. 251–258. (0,84 п.л. / 0,168 п.л.)

Личный вклад соискателя: проведены первичные эксперименты, проведен анализ изотерм сорбции азота и паров воды мезопористыми силикагелями, и показано, что наряду с мезопорами в данных материалах присутствуют микропоры.

5. Медведевских, С.В. Состояние и перспективы развития эталонной базы УНИИМ в области физико-химических измерений / С.В. Медведевских, В.В. Казанцев, Е.П. Собина, М.Ю. Медведевских, Г.И. Терентьев // Измерительная техника. – 2014. – № 11. – С. 48–51. (0,42 п.л. / 0,084 п.л.)

Личный вклад соискателя: проведен анализ существующей эталонной базы в области измерений открытой пористости и проницаемости твердых веществ, сформулированы перспективы развития системы метрологического обеспечения в области измерений пористости твердых веществ.

6. Собина Е.П. Государственный первичный эталон единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор твердых веществ и материалов / Е.П. Собина // Измерительная техника. – 2015. – № 10. – С. 3–7. (0,53 п.л. / 0,53 п.л.).

Личный вклад соискателя: проведены первичные эксперименты, проанализирован комплекс уравнений воспроизведения единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор твердых веществ и материалов, представлены основные влияющие факторы и пути уменьшения их влияния.

7. Собина Е.П. Разработка аттестованного стандартного образца нанопористого оксида алюминия / Е.П. Собина // Измерительная техника. – 2016. – № 8. – С. 68–72. (0,47 п.л. / 0,47 п.л.).

Личный вклад соискателя: проведены первичные эксперименты, произведена разработка стандартного образца нанопористого оксида алюминия, определены характеристики неопределенности от характеристики мезопористого оксида алюминия газоадсорбционным методом.

8. Осинцева, Е.В. Система стандартных образцов научного методического центра государственной службы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов ФГУП «УНИИМ» / Е.В. Осинцева, С.Т. Агишева, Е.М. Горбунова, Л.И. Горяева, А.С. Запорожец, В.М. Зыскин, В.В. Казанцев, М.П. Крашенинина, О.Н. Кремлева, Т.И. Маслова, М.Ю. Медведевских, В.Н. Сенникова, Е.П. Собина, А.В. Собина,

Г.И. Терентьев, А.Ю. Шимолин // Стандартные образцы. – 2015. – № 2. – С. 31–54. (2,52 п.л. / 0,158 п.л.)

Личный вклад соискателя: произведен аналитический обзор имеющихся стандартных образцов сорбционных свойств.

9. Собина Е.П. Разработка комплекта стандартных образцов открытой пористости твердых веществ, материалов (имитаторов) / Е.П. Собина // Стандартные образцы. – 2016. – № 2. – С. 36–43. (0,84 п.л. / 0,84 п.л.)

Личный вклад соискателя: проведены первичные эксперименты, произведена разработка комплекта стандартных образцов открытой пористости твердых веществ, материалов (имитаторов), оценены метрологические характеристики данного стандартного образца на основе метода гидростатического взвешивания.

10. Собина Е.П. Разработка государственной поверочной схемы для средств измерений удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор твердых веществ и материалов / Е.П. Собина // Измерительная техника. – 2017. – № 4. – С. 65–67. (0,32 п.л. / 0,32 п.л.)

Личный вклад соискателя: произведена разработка оптимальной структуры государственной поверочной схемы для средств измерений удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твердых веществ, включающая оптимальное число ступеней передачи единиц величин, исходя из анализа численности парка средств измерений и их точности, а также точности ГЭТ 210 и рабочих эталонов в виде 16 типов стандартных образцов и времени, затрачиваемого на передачу единиц величин.

11. Собина Е.П. Разработка стандартного образца удельной поверхности кварцевого песка / Е.П. Собина // Стандартные образцы. – 2017. – Т. 13, № 2–3. – С. 21–26. (0,63 п.л. / 0,63 п.л.)

Личный вклад соискателя: проведены первичные эксперименты, произведена разработка комплекта стандартных образцов открытой

пористости твердых веществ, материалов (имитаторов), определены характеристики неопределенности от характеристики непористого оксида кремния газодсорбционным методом.

12. Собина Е.П. Совершенствование эталонного комплекса для метрологического обеспечения порометрии твердых веществ и материалов / Е.П. Собина // Стандартные образцы. – 2018. – Т. 14, № 1–2. – С. 9–24. (1,58 п.л. / 1,58 п.л.)

Личный вклад соискателя: проведены первичные эксперименты, проведены оценка неопределенности измерений удельного объема пор и размера пор методом ртутной порометрии, сформулированы перспективы развития системы метрологического обеспечения измерений открытой пористости и проницаемости твердых веществ и материалов.

13. Собина Е.П. Состояние и перспективы развития метрологии порометрии / Е.П. Собина // Альманах современной метрологии. – 2018. – № 14. – С. 58–71. (0,55 п.л. / 0,55 п.л.)

Личный вклад соискателя: проведены первичные эксперименты, проведены оценка неопределенности измерений открытой пористости и коэффициента газопроницаемости методами гелиевой пикнометрии и стационарной фильтрации газов, сформулированы перспективы развития системы метрологического обеспечения измерений открытой пористости и проницаемости твердых веществ и материалов.

14. Собина Е.П. Разработка стандартных образцов пористости на основе оксида алюминия для метода ртутной порометрии / Е.П. Собина // Стандартные образцы. – 2019. – Т. 15, № 4. – С. 13–24. (1,26 п.л. / 1,26 п.л.)

Личный вклад соискателя: проведены первичные эксперименты, произведена разработка стандартных образцов пористости твердых веществ на основе оксида алюминия для метода ртутной порометрии, определены характеристики неопределенности от характеристики мезо- и макропористого оксида алюминия методом ртутной порометрии.

15. Пат. 2596227 Российская Федерация, МПК G01N15/08. Стандартный образец для метрологического обеспечения средств измерений общей и удельной поверхности и способ его изготовления / Е.П. Собина, патентообладатель Уральск. научно-исследоват. ин-т метрологии. – № 2015103588/05 ; заявл. 03.02.15, опубл. 2016.

Личный вклад соискателя: проведены первичные эксперименты, разработан стандартный образец и способ его изготовления для метрологического обеспечения средств измерений низких значений удельной поверхности (0,003-0,01) м²/г.

16. Sobina E. Measurement of porosity properties (specific adsorption, BET specific surface area, specific pore volume and pore diameter) of nanoporous Al₂O₃ / E. Sobina, A. Zimathis, C. Prinz, F. Emmerling, W. Unger, R. De Santis Neves, C.E. Galhardo, E. De Robertis, H. Wang, A. Kurokawa // Metrologia. 2016. – V. 53, N 1. – P. 1–39.

Личный вклад соискателя: проведены первичные эксперименты, проведена обработка результатов участников сличений с целью вычисления опорного значения и степеней эквивалентности участников сличений, оформлен отчет о проведенных ключевых сличениях.

17. Sobina E., Zimathies A., Prinz C., Emmerling F., Kurokawa A., Mizuno K., Sadak A.E., Karakus E., Wang H. Unger W. Final report of CCQM–K153 Measurement of Specific Adsorption A [mol/kg] of N₂ and Kr on nonporous SiO₂ at LN temperature (to enable a traceable determination of the Specific Surface Area (BET) following ISO 9277). // Metrologia, Volume 56, Number 1A. 2019. <https://doi.org/10.1088/0026–1394/56/1A/08013>

Личный вклад соискателя: проведены первичные эксперименты, проведена обработка результатов участников сличений с целью вычисления опорного значения и степеней эквивалентности участников сличений, оформлен отчет о проведенных ключевых сличениях.

В диссертации Собина Е.П. отсутствуют недостоверные сведения об опубликованных работах соискателя, в которых изложены основные научные результаты диссертации.

На автореферат диссертации поступили отзывы от: заведующего отделом магнетизма твердых тел НИИ физики и прикладной математики, профессора кафедры магнетизма и магнитных наноматериалов Уральского федерального университета имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, д.ф.-м.н., с.н.с. **Кудреватых Н.В.**; главного научного консультанта ООО «Глобал Майнинг Эксплозив - Раша»; д.т.н. **Горинова С.А.**, ведущего научного сотрудника лаборатории аналитической спектроскопии и метрологии наночастиц ФГУП «ВНИИОФИ» д.т.н. **Левина А.Д.**; независимого консультанта по метрологии, председателя подкомитета по метрологии в химии Международного союза по прикладной и чистой химии (IUPAC) д.т.н. **Кусельмана И.И.**; начальника управления прочностных исследований и технической диагностики МОУ «Институт инженерной физики» к.т.н., с.н.с. **Попова А.Г.**; заведующего кафедрой маркшейдерского дела федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Уральский государственный горный университет», доцента, д.т.н. **Жабко А.В.**; главного научного сотрудника лаборатории высокоэнтропийных сплавов ФГБУН Института металлургии Уральского отделения РАН, д.т.н., доцента **Красикова С.А.**; начальника отдела оценки качества нефти и нефтепродуктов – Испытательного центра «Нефть, нефтепродукты и химреагенты» акционерного общества «Средневожский научно-исследовательский институт по нефтепереработке», д.т.н. **Занозиной И.И.**; профессора кафедры Физика, заведующего научно-учебной испытательной лаборатории «Физико-химии углей» Национального исследовательского технологического университета «МИСиС», д.т.н., с.н.с. **Эпштейна С.А.**; зав. кафедрой аналитической химии и химии окружающей среды Института естественных наук и математики Уральского федерального университета имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, к.х.н., доцента

Неудачиной Л.К.; профессора ООО «КОРТЭК», д.т.н. **Румкина Е.М.**; директора РУП «Белорусский государственный институт метрологии», к.т.н. **Гуревича В.Л.**; начальника отдела физико-химических и электрических измерений ФГУП «ВНИИФТРИ», к.т.н. Добровольского В.И.

Всего поступило 13 отзывов (все отзывы положительные) в отзывах отмечена актуальность темы, степень проработки вопроса и профессиональный подход к решению поставленных задач, дана положительная оценка проведенных исследований. Вместе с тем в отзывах содержатся следующие критические замечания:

- в автореферате диссертации не представлены сведения о дефиниционной неопределенности измерений, которая характеризует минимум неопределенности измерений при любом измерении данной величины (д.т.н. Горинов С.А.);

- недостаточно ясное изложение вопросов, связанных с построением и обоснованием физико-математических моделей воспроизведения единиц, характеризующих пористые материалы. Не указаны основные предположения, на которых базируются построенные модели. Приведены уравнения измерений (1-17), однако не показано, каким образом они используются для воспроизведения единиц, какие параметры являются входными, а какие – выходными (д.т.н. Левин А.Д., д.т.н. Жабко А.В., к.т.н. Попов А.Г.);

- в таблице 1 автореферата приведена последовательность операций при воспроизведении единиц сорбционных свойств на эталонной установке на основе газоадсорбционного метода анализа, которая не описывает наличие и необходимость этапов процедуры дегазации адсорбента, далее в таблице 2 даны значения оптимальных параметров пробоподготовки (термотренировки) образцов, включающие в том числе значения скорости, температуры и времени дегазации на первом и втором этапе; не объяснено, почему для пленки

алюминия отсутствуют значения скорости, температуры и времени дегазации на втором этапе дегазации (д.т.н. Кусельман И.И.);

- в автореферате диссертации представлено вычисление неопределённости методом Монте-Карло, однако в качестве замечания можно отметить, что в автореферате не указано, какие законы распределения вероятности приняты во внимание автором (д.т.н. Кусельман И.И.);

- в автореферате не отражены преимущества разработанных автором научно-методических основ и технологических принципов изготовления эталонов сравнения и стандартных образцов по сравнению с используемыми при изготовлении эталонов и образцов аналогичного назначения NIST, BAM (к.т.н. Попов А.Г., к.т.н. Добровольский В.И.).

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их авторитетностью и компетентностью в области метрологии и метрологического обеспечения физико-химических величин, что подтверждается их публикациями в высокорейтинговых научных журналах и способностью определить научную и практическую ценность диссертации.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований

разработана научная концепция обеспечения единства измерений сорбционных свойств и коэффициента газопроницаемости, позволившая создать централизованную систему метрологического обеспечения измерений пористости и проницаемости твердых веществ и материалов, путем разработки оптимальной государственной поверочной схемы для средств измерений удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твердых веществ и материалов, возглавляемой созданным государственным первичным эталоном (ГЭТ 210), и включающей для передачи единиц величин разработанные рабочие эталоны в виде

высокоточных стандартных образцов широкой номенклатуры, которая позволяет воспроизводить и передавать единицы величин, характеризующие пористость и проницаемость, широкому парку современных средств измерений различного принципа действия, что позволило на практике существенно увеличить достоверность измерений и повысить точность измерений в широких диапазонах, а также способствует развитию отрасли приборостроения в направлении контроля и измерения свойств твердых веществ и материалов, характеризующих их пористость и проницаемость;

предложены оригинальные научно-методические и технологические подходы к изготовлению эталонов сравнения и стандартных образцов (рабочих эталонов) с аттестованными характеристиками удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости, отличающиеся тем, что для СО сорбционных свойств нормированы значения удельной адсорбции при различных точках относительных давлений (изотермы сорбции), что позволяет проводить расчет действительных значений сорбционных свойств в рамках различных теорий без проведения дополнительных экспериментальных исследований, а также применять их для мониторинга стабильности калибровки встроенных датчиков температуры и давления;

доказана перспективность использования комплекса методов измерений для обеспечения прослеживаемости и повышения точности характеристики стандартных образцов пористости и проницаемости твердых веществ в широких диапазонах за счет: учета выталкивающей силы при отборе навесок; уменьшения инструментальных источников неопределенности эталонных установок путем калибровки встроенных в них первичных преобразователей температуры, давления, объема и расхода газа; оптимизации параметров пробоподготовки материала эталона сравнения или стандартного образца перед измерениями (время, температура и давление дегазации), а также повышения их однородности путем измельчения или выделения индивидуальных фракций твердых пористых дисперсных материалов;

введены дополнительные подлежащие аттестации характеристики стандартных образцов сорбционных свойств твердых веществ и материалов - значения удельной адсорбции при различных точках относительных давлений (изотермы сорбции), что позволяет применять данные СО для мониторинга стабильности калибровки встроенных датчиков температуры и давления, а также проводить расчет действительных сорбционных свойств для различных теорий без проведения дополнительных экспериментальных исследований.

Теоретическая значимость исследований обоснована тем, что доказана необходимость применения метода Монте-Карло для оценки неопределенности измерений удельной адсорбции газов ввиду нелинейности модели измерений, а также обязательного учета как нелинейности модели в координатах уравнения БЭТ (Брунауэра, Эммета, Теллера), так и неопределенности величин по соответствующим осям x и y в координатах уравнения БЭТ для оценки неопределенности измерений удельной поверхности; для оценки неопределенности открытой пористости в пластовых условиях на основе закона Бойля-Мариотта и коэффициента газопроницаемости при заданных давлениях на основе закона Дарси доказана необходимость использования метода в соответствии с Руководством по выражению неопределенности (GUM) с обязательным учетом коэффициентов корреляций входных величин; для оценки неопределенности абсолютного коэффициента газопроницаемости - необходимость использования метода Монте-Карло для учета как нелинейности модели Клинкенберга, так и неопределенностей величин по соответствующим осям: в качестве x обратного порового давления и в качестве y – коэффициента газопроницаемости при заданных давлениях; для преобладающего диаметра микропор при вычислении частных производных - необходимость применения правила для дифференцирования неявных функций, а в расчетах - достаточность использования 20 первых членов бесконечного ряда, который задан на основе теории Хорвата – Кавазое и Саито – Фолея; для удельного объема пор, размера пор, открытой пористости газоадсорбционным методом, ртутной порометрии,

методами гидростатического взвешивания и гелиевой пикнометрии в атмосферных условиях доказана возможность использования оценки неопределенности в соответствии с GUM без учета коэффициентов корреляций между входными величинами;

применительно к проблематике диссертации результативно использованы основные фундаментальные положения теории адсорбции газов и фильтрации газов, в исследованиях показателей точности измерений метод в соответствии с GUM, а также численный метод статистического моделирования Монте-Карло, позволившие разработать функции измерений удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости и адекватные алгоритмы оценивания неопределенности их измерений;

изложены доказательства оптимальности созданной номенклатуры стандартных образцов, включающей непористые, микропористые, мезопористые и макропористые вещества, которые позволяют обеспечить передачу единиц удельной адсорбции, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твердых веществ в широких диапазонах измерений с заданной точностью, а также доказательства оптимального числа ступеней передачи единиц величин в поверочной схеме с учетом численности парка СИ, номенклатуры СО, их точности и временных затрат;

раскрыты значимые влияющие факторы на результаты измерений единиц величин, характеризующих пористость и проницаемость твердых веществ, которые должны быть включены в общий бюджет неопределенности;

изучены физико-математические модели для воспроизведения единиц удельной адсорбции, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твердых веществ, и вклады источников неопределённости измерений (инструментальные, методические, справочные данные, нелинейность измерительных моделей) в общий бюджет неопределенности на всех этапах

цепочки метрологической прослеживаемости от Международной системы единиц величин до комплекса высокоточной аппаратуры государственного первичного эталона и средств передачи единиц величин – стандартных образцов утвержденных типов. При этом на каждом этапе передачи единиц предложены способы повышения точности и достоверности результатов измерений;

проведена модернизация существующих математических моделей для реализации метода Монте-Карло для оценки характеристик неопределенности удельной поверхности и абсолютного коэффициента газопроницаемости твердых веществ, позволяющая провести учет как неопределенностей входных величин, так и неидеальности линейных моделей измерений на основе уравнений БЭТ и Клинкенберга.

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

разработаны и внедрены научные, технические и методические составляющие системы обеспечения единства измерений удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твёрдых веществ и материалов, включая Государственный первичный эталон ГЭТ 210, государственную поверочную схему (приказ Росстандарта № 2341 от 9 ноября 2018 г); 16 типов стандартных образцов (ГСО 10900 2017, ГСО 10735-2015, ГСО 10449-2014, ГСО 11131-2018, ГСО 11155 2018, ГСО 11154-2018, ГСО 10734-2015, ГСО 11358 2019, ГСО 11359-2019, ГСО 11376-2019, ГСО 10583-2015, ГСО 10799-2016, ГСО 11116 2018÷ГСО 11119-2018), которые включают непористые, микро-, мезо- и макропористые вещества, что позволяет обеспечить передачу единиц величин удельной адсорбции, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициент газопроницаемости твердых веществ средствам измерений в широких диапазонах измерений;

определены основные требования к системе метрологического обеспечения измерений пористости и проницаемости твердых веществ, включающие метрологические характеристики государственного первичного эталона, эталонов сравнения, рабочих эталонов в виде стандартных образцов и измерительных установок и средств измерений;

создан ГЭТ 210 Государственный первичный эталон единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твердых веществ и материалов, реализующих методы: газoadсорбционный, ртутной порометрии, гидростатического взвешивания, стационарной фильтрации и гелиевой пикнометрии при атмосферных условиях и в пластовых условиях, обладающий наивысшей точностью в стране, и который обеспечивает воспроизведение единиц удельной адсорбции газов в диапазоне от 0,001 до 250 моль/кг с $u_{A_0} = 0,02\% - 1,0\%$ и $u_{B_0} = 0,09\% - 0,5\%$, удельной поверхности в диапазоне от 0,1 до 2500 м²/г с $u_{A_0} = 0,05\% - 0,8\%$ и $u_{B_0} = 0,2\% - 0,6\%$, удельного объема пор в диапазоне от 0,05 до 2,0 см³/г с $u_{A_0} = 0,09\% - 0,9\%$ и $u_{B_0} = 0,05\% - 0,6\%$, размера пор в диапазоне от 0,4 до 70000 нм с $u_{A_0} = 0,09\% - 2,0\%$ и $u_{B_0} = 0,13\% - 2,6\%$, открытой пористости в диапазоне от 3% до 50% с $u_{A_0} = 0,002\% - 1,5\%$ и $u_{B_0} = 0,02\% - 1,1\%$, коэффициента газопроницаемости в диапазоне от $1 \cdot 10^{-3}$ до 5 мкм² с $u_{A_0} = 0,04\% - 1,2\%$ и $u_{B_0} = 0,09\% - 1,4\%$;

представлены методики воспроизведения и оценки неопределенности измерений удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твердых веществ, которые регламентированы в следующих документах:

- МВ-10-251-ГЭТ-210-2016 Методика воспроизведения единицы удельной адсорбции (сорбционной емкости) газа твердыми веществами и материалами на ГЭТ 210;

- МВ-11-251-ГЭТ-210-2016 Методика воспроизведения единиц удельной поверхности, удельного объема и диаметра пор мезопористых, макропористых и непористых твердых веществ и материалов на ГЭТ 210;

- МВ-12-251-ГЭТ-210-2016 Методика воспроизведения единиц удельного объема и диаметра пор твердых микропористых веществ и материалов на ГЭТ 210;

- МВ-20-251-ГЭТ-210-2018 Методика воспроизведения размера пор твердых веществ и материалов на ГЭТ 210-2019. Эталонная установка, реализующая метод ртутной порометрии;

- МВ-21-251-ГЭТ-210-2019 Методика воспроизведения единиц пористости и газопроницаемости твердых веществ и материалов на эталонных установках, реализующих метод гелиевой пикнометрии и стационарной фильтрации;

- МРН-12-251-ГЭТ-210-2016 Методика расчета неопределенности воспроизведения единицы удельной адсорбции (сорбционной емкости) газа твердыми веществами и материалами на ГЭТ 210;

- МРН-13-251-ГЭТ-210-2016 Методика расчета неопределенности воспроизведения единиц удельной поверхности, удельного объема пор, среднего диаметра пор, а также преобладающих диаметров пор мезопористых, макропористых и непористых твердых веществ на ГЭТ 210;

- МРН-14-251-ГЭТ-210-2016 Методика расчета неопределенности воспроизведения единиц удельного объема пор и диаметра пор микропористых твердых веществ и материалов на ГЭТ 210;

- МРН-21-ГЭТ-210-2018 Методики оценивания неопределенности воспроизведения размера пор твердых веществ и материалов на ГЭТ 210. Эталонная установка, реализующая метод ртутной порометрии;

- МРН-22-ГЭТ-210-2019 Методика оценивания неопределенности воспроизведения единиц пористости и газопроницаемости твердых веществ и материалов на эталонных установках, реализующих метод гелиевой пикнометрии и стационарной фильтрации; а также предложения по

дальнейшему совершенствованию системы метрологического обеспечения измерений пористости и проницаемости твердых веществ, связанные с перспективами расширения нижней границы диапазона коэффициента газопроницаемости на 5 порядков вниз для разработки сланцевых месторождений газов и нефти, породы которых характеризуются низкими значениями коэффициентов газопроницаемости ($1 \cdot 10^{-8}$ - $1 \cdot 10^{-3}$) мкм².

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

Для экспериментальных работ применялось поверенное и калиброванное оборудование из состава первичного эталона, валидированные методики калибровки встроенных датчиков давления, температуры и объема, а также использовался метод многофакторного эксперимента для оценивания методических факторов, влияющих на результаты воспроизведения единиц величин, характеризующих пористость и проницаемость твердых веществ. Экспериментально доказано, что повторяемость и воспроизводимость результатов исследования в различных условиях находится в заданных пределах;

теория построена на известных принципах, которые согласуются с рекомендациями международных метрологических организаций и современными тенденциями в этом направлении исследований;

идея базируется на обеспечении метрологической прослеживаемости измерений пористости и проницаемости твердых веществ, повышении точности измерений на каждом этапе передачи единицы величины, а также отказе от использования межлабораторного эксперимента для установления метрологических характеристик стандартных образцов;

использованы сравнения полученных в диссертационной работе данных и данных, опубликованных ранее по рассматриваемой тематике, а также результатов зарубежных метрологических институтов, которые были получены на образцах из одной и той же партии в рамках проведения шести международных ключевых и пилотных сличений;

установлено, что корректность результатов исследований и установления метрологических характеристик эталонов сравнения и стандартных образцов подтверждаются успешным участием в шести международных сличениях с положительным результатом, которые подтверждают эквивалентность участвовавших эталонов;

использованы современные подходы к обработке измерительной информации для оценки неопределенности результатов измерений, в том числе с применением метода численного моделирования – Монте-Карло и построения матриц коэффициентов корреляции между входными величинами для их учета при вычислении неопределенности измерений.

Личный вклад соискателя состоит в проведении теоретических исследований, научных экспериментов и интерпретации результатов при создании системы метрологического обеспечения измерений пористости и проницаемости твердых веществ; **оптимальном планировании** экспериментов и обработке измерительной информации, полученной методами: газоадсорбционным, ртутной порометрии, гидростатического взвешивания, гелиевой пикнометрии в атмосферных и пластовых условиях, стационарной фильтрации для удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости для создания новых эталонов сравнения и стандартных образцов, и оценивания их однородности и стабильности; **непосредственном участии** в проведении теоретических и экспериментальных исследований по установлению метрологических характеристик эталонных установок, входящих в состав ГЭТ 210; **разработке** требований к элементам системы метрологического обеспечения измерений пористости и проницаемости твердых веществ, включающих создание оптимальной поверочной схемы, государственного первичного эталона, обеспечивающего наивысшую точность в стране и новых типов эталонов сравнения и стандартных образцов; **разработке** новых алгоритмов для оценивания характеристик неопределенности измерений удельной адсорбции

газов, удельной поверхности, удельного объема пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости с применением следующих высокоточных методов: газоадсорбционного, ртутной порометрии, гидростатического взвешивания, гелиевой пикнометрии в атмосферных и пластовых условиях, стационарной фильтрации, **подготовке основных публикаций** по выполненной работе.

Диссертационный совет отмечает, что результаты исследований могут быть использованы для развития отрасли приборостроения в направлении контроля измерения свойств твердых веществ и материалов, характеризующих их пористость и проницаемость, за счет создания и внедрения системы метрологического обеспечения измерений; при проведении испытаний средств измерений и стандартных образцов в целях утверждения типа; при разработке и аттестации методик измерений удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твердых веществ; при разработке методик калибровки/поверки средств измерений и при поверке/калибровке средств измерений. Методики оценки неопределенности измерений удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твердых веществ, могут быть включены в программу учебного процесса на семинарах с производителями стандартных образцов и с представителями центров метрологии и стандартизации. Разработанные программы и методики испытаний стандартных образцов серийного производства могут быть использованы для аттестации стандартных образцов различными изготовителями СО. а также способствует развитию отрасли приборостроения в направлении контроля и измерения свойств твердых веществ и материалов, характеризующих их пористость и проницаемость;

Диссертационный совет пришёл к выводу о том, что диссертация Собина Егора Павловича является законченной научно-квалификационной работой,

