

«УТВЕРЖДАЮ»  
проректор по учебно-  
методической работе ФГБОУ ВО  
«Российский государственный  
университет им. А.Н. Косыгина»



С.Г. Дембицкий  
«08» июня 2019 г.

**Отзыв ведущей организации  
на диссертацию Трынкиной Любови Владимировны  
«АВТОМАТИЗИРОВАННЫЕ CALS-СИСТЕМЫ ДЛЯ  
АНАЛИТИЧЕСКОГО МОНИТОРИНГА ПРОИЗВОДСТВА ХИМИЧЕСКИХ  
РЕАКТИВОВ И ОСОБО ЧИСТЫХ ВЕЩЕСТВ», представленную на  
соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности  
05.13.06 – Автоматизация и управление технологическими процессами и  
производствами**

**Актуальность диссертационной работы**

Современное промышленное производство химических реагентов и особо чистых веществ характеризуется значительным повышением требований заказчика к качеству продукции. При этом существенно увеличилось число анализируемых параметров и выросли требования к методам аналитического контроля. Решение данной задачи (аналитического мониторинга) возможно только на основе современной автоматизированной системы компьютерного менеджмента качества (КМК-системы).

КМК-система (так же как и LIMS - Laboratory Information Management System) является составной частью АСУ предприятия и предназначена для автоматизации управления, обработки и хранения информации о работе аналитической лаборатории. Она позволяет: улучшить аналитический контроль качества продукции; гарантирует оперативное предоставление корректной лабораторной информации и интегрированных данных в диспетчерские системы и системы планирования ресурсов предприятия; повышает эффективность использования ресурсов лаборатории (персонала, приборов и реагентов); сокращает время выполнения аналитических исследований, автоматизируя расчет методик измерения, формирование отчетности и составление документов о качестве.

Наиболее перспективной автоматизированной системой компьютерной поддержки аналитического мониторинга является CALS-технология (Continuous Acquisition and Life cycle Support — непрерывная информационная поддержка жизненного цикла продукта). Внедрение концепции CALS приводит к существенной экономии ресурсов и сокращению сроков работ, что вызывает на мировом рынке научноемких технологий переход многих разработчиков на стандарты CALS.

## **Основное содержание работы**

Представленная диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения и выводов. Работа включает 152 страницы, 19 таблиц, 45 рисунков и список литературы.

Во введении приводится актуальность работы, ее цели и задачи. Отражена научная новизна и практическая значимость выполненных работ. Кроме того, отмечен личный вклад автора, а также степень достоверности и апробация результатов диссертации.

В первой главе выделены основные элементы автоматизации аналитического мониторинга химических реагентов и особо чистых веществ. Рассмотрен аналитический мониторинг в научно-производственном кластере ( завод АО «ЭКОС-1» и Научный центр «Малотоннажная химия») для выпуска материалов реактивной квалификации и особой чистоты. Проведен литературный анализ автоматизированных систем аналитического мониторинга. Предложены два функциональных блока для управления промышленным производством по результатам лабораторных исследований. Управление ректификацией по результатам лабораторного анализа сырья рассматривается на примерах изопропилового спирта особой чистоты и четыреххлористого углерода «ХЧ для ЭВС». Разработаны математические модели, прогнозирующие технологический режим ректификационной очистки по концентрации лимитирующих примесей в сырье. Показано, что эффективное управление производством химических реагентов и особо чистых веществ на основе аналитического мониторинга возможно только с помощью автоматизированных КМК-систем. Представлены результаты литературного анализа, показывающие перспективность применения для разработки КМК-систем информационных CALS-технологий. Разработана автоматизированная CALS-система технических условий в предметной области «химические реагенты и особо чистые вещества».

Во второй главе представлена разработанная автоматизированная база данных по методам анализа и аналитическому оборудованию в технологии особо чистых веществ. Отдельно рассмотрены подсистемы базы данных: «Определение основного вещества», «Определение катионов металлов», «Определение анионов», «Определение взвешенных частиц». Все приборы в базе данных разбиты на подкатегории: «Страна производитель/Фирма» и включает в себя описание важнейших узлов и характеристик, необходимых пользователю для выбора аналитического оборудования.

В третьей главе рассматривается аналитический мониторинг основного ассортимента «ЭКОС-1» – органических растворителей. Система включает 4 информационных уровня: анализируемое вещество, показатели качества, методы анализа, аналитические приборы. На верхнем уровне рассматриваются анализируемые органические растворители, которые группируются по 16 классам. Кроме того, на этом уровне некоторые классы растворителей могут включать в себя соответствующие подклассы. На 2-м уровне иерархии КМК-

системы проводится структурирование по каждому рассматриваемому веществу с целью группировки по областям применения и кластерам анализируемых примесей. В каждом случае требования определяются особенностями применения реагента или особо чистого вещества у заказчика. На 3-м уровне КМК-системы рассматриваются методы анализа соответствующих показателей качества органических растворителей и используемые аналитические приборы.

В четвертой главе показано, что наибольший объем научных и аналитических работ проводился по четыреххлористому углероду. В КМК-систему занесены 9 марок ЧХУ (2 ОСЧ и 7 реактивной квалификации), выпускаемых на «ЭКОС-1». Экологические исследования примесей нефтепродуктов в воде показали, что качество ЧХУ для ЭВС определяет лимитирующую примесь 1,2-дихлорэтана. Для определения этой примеси в КМК-систему занесены три аналитических метода с соответствующими приборами: ядерно-магнитный резонанс, инфракрасная спектроскопия (ИК) и газожидкостная хроматография. Объединение данных анализа ЧХУ методами ГЖХ и ИК позволило получить зависимость концентрации углеводородов от концентрации 1,2-дихлорэтана. Анализ зависимости выявил ее линейный характер в исследуемом диапазоне концентраций. Это позволило ввести в КМК-систему экспресс-метод ИК-спектроскопии на приборе АН-2. По результатам экологического мониторинга фирма «Нефтехимавтоматика-СПб» в паспортах на концентратомеры серии «АН» указывает ЧХУ для ЭВС, производства АО «ЭКОС-1», как экстрагент для определения нефтепродуктов в сточных и природных водах.

В пятой главе рассматривается КМК-система для аналитического мониторинга неорганических кислот, производимых на АО «ЭКОС-1». На верхнем уровне КМК-системы рассматриваются виды и марки, выпускаемых кислот. На 2-м уровне иерархии проводится структурирование для каждого анализируемого вещества по кластерам «показатели качества», которые полностью соответствуют разработанным картам технического уровня. В каждом конкретном случае «показатели» определяются особенностями применения кислоты. На 3-м уровне КМК-системы приведены соответствующие методы анализа и приборы. Их выбор проводится с помощью разработанной базы данных (глава 2). Использование в КМК-системе единых методик проведения анализа и наиболее перспективных приборов позволило автору унифицировать проведение аналитических исследований, а также интерпретацию их результатов для всех неорганических кислот реактивной квалификации и особой чистоты.

В приведенных выводах достаточно полно отражены основные результаты работы.

### **Научная новизна**

На примере научно-производственного комплекса, включающего Научный центр «Малотоннажная химия» и промышленное предприятие АО «ЭКОС-1», сформулированы основные цели и задачи аналитического мониторинга в предметной области «химические реагенты и особо чистые вещества».

Разработана методология принятия решений для управления промышленным производством химических реагентов и веществ особой чистоты по результатам аналитического мониторинга исходного сырья и анализа лимитирующих примесей полупродуктов (на примере производственного комплекса АО «ЭКОС-1»).

Разработана методология и математические модели для расчета основных режимных характеристик ректификационной очистки (флегмовое число, процент предгона от объема загрузки) в зависимости от концентрации лимитирующей примеси в исходном сырье (примесь воды в изопропиловом спирте особой чистоты, примесь 1,2-дихлорэтана в четыреххлористом углероде химической чистоты для экстракции из водных сред).

В рамках типовой структуры «Технические условия» разработана архитектура автоматизированной системы компьютерного менеджмента качества особо чистых веществ в следующих информационных сечениях: анализируемое вещество; показатели качества; методы анализа; аналитическое оборудование. Разработана структура показателей качества по 4-м информационным кластерам: основное вещество, катионы металлов, анионы, взвешенные частицы.

Разработана структура и алгоритмическое обеспечение автоматизированной базы данных по методам анализа и аналитическому оборудованию, используемых в технологии получения химических реагентов и особо чистых веществ. Структура информации по каждому прибору включает в себя описание важнейших узлов и характеристик, необходимых пользователю (химику-аналитику) для выбора аналитического оборудования. Проанализированы программные и технические средства автоматизированных систем управления аналитическими приборами.

Для компьютерного менеджмента качества 16 классов органических растворителей реактивной квалификации и особой чистоты (427 марок) разработана архитектура автоматизированной системы аналитического мониторинга. Проанализирована взаимосвязь показателей качества с соответствующими областями применения.

Разработана архитектура КМК-системы ассортимента четыреххлористого углерода (ЧХУ) реактивной квалификации и особой чистоты (9 марок). В рамках КМК-системы проанализирована возможность определения с помощью ЧХУ ХЧЧ для ЭВС «нефтепродуктов в сточных и природных водах. Для автоматизированного экологического мониторинга нефтепродуктов в рамках КМК-системы проведены дополнительные экспериментальные исследования методами ГЖХ, ИК и ЯМР. Выявлена и применена в КМК-системе линейная зависимость лимитирующей в ЧХУ примеси 1,2-дихлорэтана от концентрации нефтепродуктов.

На основе карт технического уровня предложена структура автоматизированных баз данных по выпускаемым на АО «ЭКОС-1» неорганическим кислотам особой чистоты. Разработана архитектура автоматизированной системы для компьютерного менеджмента

качества неорганических кислот особой чистоты с использованием современных методов анализа и аналитического оборудования.

### **Практическая значимость полученных результатов**

Разработан типовой автоматизированный CALS-проект на технические условия в предметной области «химические реагенты и особо чистые вещества».

Разработан программный комплекс и заполнена автоматизированная БД по современным методам анализа и приборам, используемым в технологии особо чистых веществ.

На базе информационных CALS-технологий разработаны 3 программных комплекса компьютерного менеджмента качества для автоматизированного аналитического мониторинга органических растворителей, неорганических кислот и ассортимента марок ЧХУ реактивной квалификации и особой чистоты.

По результатам автоматизированного аналитического мониторинга на АО «ЭКОС-1» реализуется производство широкого ассортимента органических растворителей (89 наименований, 427 марок) и неорганических кислот (5 наименований, 49 марок) реактивной квалификации и особой чистоты.

С помощью созданных автоматизированных КМК-систем разработано более 100 методик и ТУ на органические растворители и неорганические кислоты реактивной квалификации и особой чистоты для нужд промышленного комплекса АО «ЭКОС-1» и АО Научный центр «Малотоннажная химия».

Результаты автоматизированного аналитического мониторинга вошли в отчетную документацию по гранту Российского фонда фундаментальных исследований и Государственным контрактам Евразийской экономической комиссии, Минобрнауки России, Минпромторга России и Государственной корпорации «Роскосмос».

### **Степень достоверности научных положений и выводов**

Достоверность сформулированных в диссертации практических и научных результатов обусловлена использованием современных методов контроля, новейшего аналитического и технологического оборудования, перспективной системой компьютерной поддержки (CALS), а также подтверждена актами внедрения по практической реализации результатов работы. Используемая теория базируется на анализе и обобщении литературных и экспериментальных данных в области компьютерного менеджмента качества и автоматизации производства особо чистых веществ. Все полученные результаты представляют новизну и соответствуют современному уровню развития технологий.

Основные положения диссертационной работы опубликованы в рецензируемых журналах и прошли апробацию на международных и отечественных научно-практических конференциях.

Основное содержание диссертации достаточно полно изложено в автореферате и в 55 публикациях автора, включающих 10 статей в изданиях, рекомендуемых ВАК и 2 публикациях в базе Scopus.

## **Рекомендации к практическому использованию результатов**

Рекомендуется продолжить в АО «ЭКОС-1» и АО Научный центр «Малотоннажная химия» работы по автоматизации аналитического мониторинга химических реагентов и особо чистых веществ.

С основными итогами диссертационной работы целесообразно ознакомить Институт химии высокочистых веществ РАН (г. Нижний Новгород), Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН, специализированные кафедры Российского химико-технологического университета им. Д.И. Менделеева, Московского политехнического университета, Московского государственного университета пищевых производств, Российского государственного университета им. А.Н. Косыгина.

Заложенные в ходе разработки методологические основы позволят создать автоматизированные КМК-системы аналитического мониторинга для других классов материалов (синтетические лекарственные материалы, пищевые добавки и др.).

Теоретические подходы систематизации и автоматизации компьютерного менеджмента качества могут быть использованы для процесса обучения студентов в области аналитической химии, химии особо чистых веществ, автоматизированных систем управления, информационных технологий, экологического мониторинга и др.

### **По работе имеются следующие замечания**

1. В практической значимости диссертации указывается 39 марок неорганических кислот реактивной квалификации и особой чистоты, а в выводах диссертации (п. 7) только 18 марок неорганических кислот особой чистоты. Следовало бы в обоих этих разделах использовать один и тот же ассортимент.

2. В первой главе рассматриваются два подхода управления производством по результатам аналитического мониторинга исходного сырья и полуфабрикатов. Однако не рассматривается такой важный элемент аналитического мониторинга, как анализ готовой продукции.

3. Во второй главе рассмотрены автоматизированные системы управления аналитическими приборами в технологии получения особо чистых веществ (раздел 2.5). Следовало бы по этим результатам сделать сравнительный анализ программных и технических средств.

4. В диссертации много внимания уделяется органическому растворителю - четыреххлористому углероду (глава 4). Однако этот продукт является экологически опасным, так как приводит к разрушению озонового слоя. Следовало бы указать это в работе и рассмотреть альтернативную продукцию.

5. В пятой главе приведены некоторые устаревшие химические методы анализа (например, фотометрический метод, рис. 5.5). Эти методы стоило бы вынести в 1-ю главу в виде исторической справки.

6. Имеются некоторые текстовые замечания: марка продуктов где-то пишется с заглавной буквы, а где-то с прописной; квалификации реагентов, то в кавычках, то без кавычек и т.д.

Указанные выше замечания не влияют на общую положительную оценку диссертации, представляющую собой завершенную научно-квалификационную работу, в которой изложены новые научно обоснованные технические, технологические решения и разработки в области автоматизированного компьютерного менеджмента качества в производстве химических реагентов и особо чистых веществ, имеющие существенное значение для развития страны. Основные результаты отражены в публикациях соискателя, автореферат полностью соответствует тексту диссертации.

### Заключение

Работа соответствует паспорту специальности 05.13.06 – «Автоматизация и управление технологическими процессами и производствами» по теме, содержанию и методам исследования. По формуле специальности: «Автоматизация контроля и испытаний». По области применения: «Методы эффективной организации и ведения специализированного информационного и программного обеспечения АСУП, включая базы и банки данных».

Диссертационная работа соответствует пунктам 9-14 требований «Положение о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного ПСТН РФ № 842 от 24.09.2013 г., а ее автор, Трынкина Любовь Владимировна, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.13.06 – «Автоматизация и управление технологическими процессами и производствами»

Отзыв заслушан и утвержден на заседание кафедры «Автоматики и промышленной электроники» Российского государственного университета им. А.Н. Косыгина (протокол № 13 от 5 июля 2019 г.)

Заведующая кафедрой «Автоматики и промышленной электроники» ФГБОУ ВО «Российский государственный университет им. А.Н. Косыгина», доктор технических наук, доцент



Е.А. Рыжкова

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Российский государственный университет им. А.Н. Косыгина».

Адрес: 117997, г. Москва, ул. Садовническая, д.33, стр.1

Тел.: +7 (495) 951-82-09

Адрес эл. почты: info@rguk.ru

Интернет-адрес: <https://kosygin.rgu.ru>



Подпись руки

Рыжкова ЕА  
07 июля 2019

заряжую начальник Отдела кадров сотрудников  
ФГБОУ ВО «РГУ им. А.Н. Косыгина»

