

О Т З Ы В

официального оппонента, доктора технических наук, профессора

Марголина Владимира Игоревича

на диссертацию Поповой Анны Николаевны

на тему: «Методы повышения точности атомно-эмиссионного спектрального анализа для

приборов с системами регистрации на основе фотоприемников с зарядовой связью»,

представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук

по специальности 2.2.8 – Методы и приборы контроля и диагностики материалов, изделий, веществ и природной среды.

1. Актуальность темы диссертации

Интенсификация производственных процессов предприятий минерально-сырьевого комплекса, металлургических предприятий, внедрение на них высокопроизводительного оборудования требуют создания новых и совершенствования применяемых методов контроля состава вещества. Оптический атомный эмиссионный анализ с использованием различных типов плазмы имеет особое значение для определения элементного состава металлов и сплавов при их производстве в силу высокой скорости анализа и высокой чувствительности. Широкое распространение по причине высокой экспрессности проведения анализа, достаточно высоких аналитических показателей и относительно компактных габаритов получили спектрометры атомного эмиссионного анализа с системами регистрации на основе линеек и матриц (приборов с зарядовой связью – ПЗС).

Однако, при решении ряда аналитических задач требуется повышение точности, чувствительности методов атомно-эмиссионного анализа, расширение динамического диапазона системы регистрации спектрометров. Кроме того, процедура калибровки эмиссионных приборов с использованием при серийном их производстве имеет ряд существенных недостатков. В частности, требованиям нормативных документов на методы измерений, как правило, удовлетворяют аналитические методики анализа узкого класса веществ, которые неприменимы к другим аналогичным классам. Примером могут служить, методики анализа низко и среднелегированных сталей и быстрорежущих сталей. Кроме того, каждый спектрометр в рамках каждой методики требует индивидуальной настройки. Это обстоятельство существенно увеличивает время изготовления приборов при серийном производстве и снижает качество измерений.

Тема диссертации Поповой А.Н. соответствует тематике перечня важнейших наукоемких технологий, утвержденных указом № 529 Президента Российской Федерации от 18.06.2024 г. (п. II «Сквозные технологии», подпункт 26 «Технологии создания отечественных

средств производства и научного приборостроения») и является безусловно актуальной. Работа Поповой А.Н. выполнена в рамках гранта РФФИ № 21-19-00139 «Композиционные наноструктуры для плазменной энергетики и нанодиагностики» кафедры общей и технической физики Санкт-Петербургского горного университета императрицы Екатерины II.

2. Научная новизна диссертации

Структура и содержание диссертации Поповой А.Н. соответствуют требованиям, предъявляемым на соискание ученой степени кандидата технических наук.

Результаты диссертационной работы Поповой А.Н. обладают неоспоримой научной новизной:

- впервые разработан алгоритм точного учета фонового излучения плазмы в месте расположения аналитических линий, который позволяет: существенно уменьшить среднеквадратичное отклонение при определении низких содержаний примесей в пробах; при заводской калибровке серийно производимого прибора использовать не несколько десятков стандартных образцов, а максимум два;

- разработан новый способ заводской калибровки спектрометров, при котором впервые учтены нелинейные физические эффекты, обусловленные физическими процессами в анализируемой пробе и контактирующей с ней плазмой, которые влияют на регистрируемую интенсивность аналитической линии определяемого элемента и на достоверность проводимых исследований;

- разработана новая модель связи первичной информации системы регистрации эмиссионного спектрального анализа с параметрами процессов и явлений, происходящих непосредственно при воздействии на исследуемый образец в условиях работы прибора;

- созданы новые методики построения единых градуировочных кривых для определения элементного состава веществ с различными физико-химическими свойствами, которые обеспечивают элементный анализ веществ с превосходящими современными стандартами точностью и чувствительностью.

3. Степень обоснованности и достоверности научных положений, выводов и рекомендаций

Обоснованность и достоверность научных положений, выводов и рекомендаций не вызывает сомнений и обеспечиваются использованием системного подхода, их соответствием классическим положениям приборостроения, физики плазмы, а также основам математического моделирования. Лабораторные исследования проведены в достаточном объеме на современном сертифицированном оборудовании. Результаты применения разработанных физических моделей и математических методов подтверждаются достаточной сходимостью с данными, полученными в ходе экспериментальных работ.

Основные положения и результаты диссертационного исследования по мере получения их автором прошли апробацию на 10 международных конференциях; получены 1 патент, а также акт внедрения на ООО «ИВС» (предприятие-изготовитель спектрометрического оборудования).

4. Научные результаты, их ценность

Диссертационная работа Поповой А.Н. выполнена на высоком научном уровне и представляет собой выполненное надлежащим образом завершенное научное исследование; его изложение является четким, лаконичным, технически грамотным. Научные положения обладают неоспоримой научной новизной. Цель, поставленная автором, достигнута, поставленные научные задачи успешно решены. Научные результаты теоретически обоснованы и экспериментально подтверждены. Автореферат диссертации правильно и полно отражает ее содержание, содержит все необходимые разделы.

В отличие от прямых химических методов измерения массовой доли элемента, спектральные измерения являются косвенными, основанными на преобразовании измеряемой интенсивности спектральных линий в концентрации. Разработанные Поповой А.Н. методики анализа элементного состава веществ решают актуальные задачи повышения его точности, расширения аналитических возможностей спектрометрического оборудования, сокращения объема выполняемой работы, повышения экономической эффективности.

В ходе диссертационного исследования Поповой А.Н. получены следующие научные результаты:

1. Разработан и экспериментально проверен на атомных эмиссионных спектрометрах алгоритм точного учета фонового излучения плазмы в месте расположения аналитических линий, который позволяет:
 - существенно уменьшить среднеквадратичное отклонение при определении низких содержаний примесей в пробах;
 - при заводской калибровке серийно производимого прибора использовать не несколько десятков стандартных образцов, а максимум два.
2. В рамках реализации этого метода выяснены условия, при которых применим общепринятый способ проведения рекалибровки.
3. Разработаны и экспериментально проверены математический метод коррекции измеряемой интенсивности аналитических линий вблизи верхнего предела ПЗС и соответствующий программный алгоритм. При этом:
 - показано, что при значительной относительной дисперсии по кадрам (20 % и более), коэффициент коррекции может достигать 1,6;
 - выяснено, что действительная дисперсия распределения интенсивностей аналитических линий по кадрам может превосходить полученную по результатам измерений в 1,5 раза;

– показано, что полуширина контура зарегистрированной спектральной линии превышает ее реальный контур.

4. Разработана и успешно апробирована на практике новая теория влияния «третьих» элементов на результаты эмиссионного спектрального анализа, существенно уменьшающая систематические ошибки измерений.

Результаты диссертационной работы Поповой А.Н. опубликованы в 8 печатных работах, из них 8 - в изданиях из перечня рецензируемых научных изданий, в которых должны быть опубликованы основные научные результаты диссертаций на соискание ученой степени кандидата наук, на соискание ученой степени доктора наук, входящих в перечень ВАК и международные базы данных и системы цитирования Scopus и WoS. Получен 1 патент.

5. Теоретическая и практическая значимость результатов диссертации

Соискателем ученой степени Поповой А.Н. определены научные положения, благодаря которым стало возможным создание и представление новых информационных моделей, разработанных и обоснованных с использованием средств фундаментальной физики. Эти информационные модели позволяют значительно (в разы а, в отдельных случаях, в десятки раз) сократить количество используемых для анализа стандартных образцов, повысить чувствительность методов атомно-эмиссионной спектроскопии, а также улучшить сходимость результатов измерений.

Методики обработки спектральной информации, полученной при эмиссионном определении состава сплавов, горных пород, руд, почв и осадков, разработанные Поповой А.Н., позволяют значительно улучшить аналитические возможности оборудования атомного эмиссионного анализа и его эксплуатационные свойства (а именно: значительно сократить время проведения анализа, упростить процедуры калибровки спектрального оборудования, снизить энергопотребление).

6. Рекомендации по использованию результатов работы

Представленные в диссертационной работе Поповой А.Н. выводы и результаты рекомендуются к производственному использованию в виде соответствующих подключаемых блоков программного обеспечения атомных эмиссионных спектрометров на предприятиях горнодобывающей и металлургической промышленности для исследования элементного состава твердых образцов – в первую очередь, металлов и сплавов. Также рекомендуется распространение разработанного метода корректировки динамического диапазона ПЗС на иное спектральное оборудование, имеющее аналогичные детекторные системы.

7. Замечания и вопросы по работе

1) В исследовании упоминается пробоподготовка твердых стальных образцов. Каким образом проводилась пробоподготовка при проведении экспериментальных работ и существуют ли какие-то технические особенности ее проведения?

2) Почему для исследований был выбран ПЗС-сенсор фирмы «Toshiba» (Япония) модели TCD1304DG? Будут ли существовать принципиальные отличия в расчетах для сенсоров других марок и других моделей?

3) Автором получен акт о внедрении от предприятия ООО «ИВС» для спектрометра «СПАС-01». Планируется ли внедрение технологии на предприятии, производящем спектрометры «СПАС-05» и других предприятиях, производящих аналогичные приборы? В рамках импортозамещения возможны ли внедрение разработанных математических алгоритмов и адаптация для спектрального оборудования иностранного производства?

4) На рисунке 3.12 диссертации и рисунке 6 автореферата не указаны размерности осей графиков. В подрисуночной подписи не раскрыто значение параметра n .

5) Рекомендуется избегать в русскоязычных иллюстрациях англоязычных обозначений элементов приборов в тех случаях, когда этого можно избежать (ПК вместо РС, усилитель сигнала вместо amp, ПЗС вместо CCD, ЦАП вместо DAP).

6) Рекомендуется в качестве иллюстраций использовать не скриншоты окон программного обеспечения атомного эмиссионного спектрометра, а идентичные детализированные графические изображения (например, как в статье «New Intensity Adjustment Technique of Emission Spectral Analysis When Measured at the Upper Limit of the Dynamic Range of Charge-Coupled Devices» / A.N. Popova, V.S. Sukhomlinov, A.S. Mustafaev // Applied Sciences (Switzerland). – 2022. – Vol. 12. – I. 13. № 6575). Наличие темного фона на иллюстрации затрудняет зрительное восприятие необходимой информации.

7) В работе имеются некоторые опечатки, но они не носят массового и систематического характера.

Перечисленные замечания не снижают значимости диссертационной работы и не влияют на надежность и достоверность полученных в ней результатов.

8. Заключение по диссертации

Диссертация Поповой Анны Николаевны, представленная на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.2.8 – Методы и приборы контроля и диагностики материалов, изделий, веществ и природной среды полностью отвечает требованиям раздела 2 «Положения о присуждении ученых степеней» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет императрицы Екатерины II», утвержденного приказом ректора Санкт-Петербургского горного университета Екатерины II от 20.05.2021 № 953 адм, а ее автор Попова Анна Николаевна заслуживает присуждения ученой степени кандидата

технических наук по специальности 2.2.8 – Методы и приборы контроля и диагностики материалов, изделий, веществ и природной среды.

Официальный оппонент,
профессор кафедры микрорадиоэлектроники
и технологии радиоаппаратуры федерального государственного
автономного образовательного учреждения высшего образования
«Санкт-Петербургский государственный электротехнический
университет «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова (Ленина)»
доктор технических наук, профессор

Марголин Владимир Игоревич

04.09.2017

Подпись Марголина Владимира Игоревича заверяю.

М.П.



Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования
«Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет «ЛЭТИ» им.
В.И. Ульянова (Ленина)»

Почтовый адрес: 197022, РФ, Санкт-Петербург, ул. Профессора Попова, д. 5, лит. А

Официальный сайт в сети Интернет: <https://etu.ru/>

эл. почта: v.margolin@mail.ru

телефон: 8 (812) 234-16-97