

О Т З Ы В

официального оппонента, кандидата физико-математических наук

Махмудова Хайрулло Файзуллаевича

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

Поставленные в последние годы задачи импортозамещения и современные инновационные технологии создания новых перспективных материалов для различных отраслей промышленности требуют совершенствования методов контроля как самих материалов, так и изделий из них, в частности, повышения качества и эффективности атомного эмиссионного спектрального анализа, который наиболее часто используется для контроля состава поступающего сырья, материалов и готовой продукции промышленных предприятий ввиду своей непревзойденно высокой экспрессности. Системы регистрации на основе фотоприемников с зарядовой связью составляют, как правило, неотъемлемую часть конструкции данных приборов в силу возможностей регистрации полного спектра излучения (а не отдельных линий, как например, фотоэлектронные умножители) и достаточно низкой стоимости регистрирующих элементов. Однако, умение правильной обработки и интерпретации полученной спектральной информации, ранее зависевшее только от навыков оператора установки, в настоящее время почти полностью автоматизировано. Совершенствование методов автоматизированной обработки спектров, предложенное Поповой А.Н. в диссертационной работе, относится к числу актуальных проблем научных исследований, что также подтверждается участием Поповой А.Н. по тематике диссертации в работе над грантом РФФИ «Композиционные наноструктуры для плазменной энергетики и

нанодиагностики» (проект № 21-19-00139) в составе научного коллектива кафедры общей и технической физики Санкт-Петербургского горного университета императрицы Екатерины II.

2. Научная новизна диссертации

1) Впервые получен 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) Новый способ заводской калибровки спектрометров отличающийся тем, что впервые учтены нелинейные физические эффекты (диффузия в твердой и жидкой фазе образца, изменение работы выхода атомов определяемого элемента из образца и температуры электродов, изменение температуры плазмы, коэффициентов диффузии атомов в плазме и др.), влияющие на регистрируемую интенсивность аналитической линии определяемого элемента и на достоверность проводимых исследований.

3) Разработана новая информационная модель связи регистрируемых сигналов эмиссионного спектрального анализа с параметрами процессов и явлений, происходящих непосредственно при воздействии на исследуемый образец в рабочих условиях прибора.

4) Предложен новый математический алгоритм, в основе которого лежит нелинейная зависимость величины соответствующей поправки к концентрации определяемого элемента в пробе от интенсивности его спектральной линии. В отличие от существующих методов, разработанный алгоритм базируется на современных способах обработки информации и физических моделях.

5) Созданы новые методики построения единых градуировочных кривых для определения элементного состава веществ с различными физико-химическими свойствами. Разработанные методики обеспечивают проведение элементного анализа с точностью и чувствительностью, удовлетворяющими и превосходящими современные стандарты.

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

Диссертационная работа Поповой А.Н. содержит как теоретические, так и экспериментальные исследования, направленные на повышение точности методов атомно-эмиссионного спектрального анализа с регистрирующими ПЗС-элементами. Сформулированные научные положения, выводы и рекомендации являются теоретически обоснованными, их достоверность подтверждена положительными результатами экспериментальных исследований, полученными патентом и актом о внедрении на предприятии.

Проведена апробация диссертационной работы на большом количестве международных конференций, симпозиумов и семинаров. Основные результаты диссертационного исследования Поповой А.Н. опубликованы в открытом доступе в журнальных изданиях, индексируемых в международных базах данных. Способ учета фонового излучения плазмы подтвержден российским патентом. Автореферат максимально полно отражает содержание диссертационной работы.

4. Научные результаты, их ценность

Диссертационная работа Поповой А.Н. представляет собой значительное развитие теоретических и методических основ атомного эмиссионного спектрального анализа. Результаты, полученные Поповой А.Н. в диссертационной работе, позволяют внедрить разработанные ею математические алгоритмы, направленные на совершенствование методов обработки спектральной информации, в качестве отдельных блоков в существующие программы обработки спектральных данных аналитических лабораторий промышленных производств. Помимо этого, достижимо улучшение экономических показателей предприятия за счет удешевления калибровок отдельных приборов, значительного сокращения количества стандартных образцов, экономии времени для проведения необходимых операций, сокращения количества применяемых расходных материалов, в первую очередь, аргона сверхвысокой чистоты.

Результаты диссертационной работы в достаточной степени освещены в 8 печатных работах, в том числе в 8 статьях – 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

Для охвата всего диапазона измеряемых концентраций анализируемых элементов в методиках, применяемых в атомно-эмиссионном спектральном анализе металлов и сплавов, используется большое количество обширных комплектов калибровочных образцов, что влечет за собой высокую стоимость калибровок приборов (проводимых индивидуально для каждого прибора), а также значительные временные затраты на их осуществление. В диссертационной работе Поповой А.Н. созданы и обоснованы с использованием средств фундаментальной физики информационные модели, позволяющие значительно сократить количество используемых стандартных образцов, увеличить чувствительность методов атомно-эмиссионного спектрального анализа, а также сходимость результатов измерений. Разработанные методики обработки спектральной информации, полученной при эмиссионном определении состава сплавов, горных пород, руд, почв и осадков, позволяют:

- улучшить аналитические возможности приборов атомного эмиссионного анализа;
- улучшить эксплуатационные свойства приборов атомного эмиссионного анализа за счет сокращения времени анализа, упрощения процедуры юстировки, снижения энергопотребления.

6. Рекомендации по использованию результатов работы

Результаты диссертационного исследования Поповой А.Н. рекомендуются к применению для контроля качества поступающего сырья и контроля готовой продукции на предприятиях, производящих металлопродукцию, в том числе для условий низких и сверхнизких температур, а также на предприятиях горнодобывающей промышленности и предприятий, производящих эмиссионные спектрометры.

7. Замечания и вопросы по работе

По диссертационной работе возникли следующие замечания.

1) В чем состояли технические особенности проведения этапов экспериментального исследования.

2) Каким образом происходит изменение структуры металла при воздействии разряда в приборах СПАС-02, СПАС-05, СПАС-01 (зерна, границы), послойное?

3) Одним из источников систематической погрешности в результатах спектрального исследования является возможная вариация состава стандартных образцов по объему, которая приводит к постоянному отличию состава конкретного экземпляра от среднего значения. Возникла ли в ходе исследования подобная проблема, и если да, каким образом возможно ее скорректировать?

4) Недостаточно ясно, включаются автором ли в понятие «примесные элементы» как легирующие, так и следовые элементы? Например, в английском языке используются термины «minor» - второстепенные элементы и «trace» - следовые?

5) Укажите, пожалуйста, общее количество используемых стандартных образцов и комплектов стандартных образцов, которые применялись для проверки теоретических исследований. Возможно, было бы целесообразно вынести данную информацию в Приложение к диссертационной работе.

Указанные замечания не являются принципиальными и не влияют на общую положительную оценку результатов, полученных Поповой А.Н. в ходе диссертационного исследования.

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

ведущий научный сотрудник лаборатории физики прочности

федерального государственного учреждения науки

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук

кандидат физико-математических наук

Махмудов Хайрулло Файзуллаевич

05.09.2014г.

Сведения об официальном оппоненте:

Федеральное государственное учреждение науки Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук

Почтовый адрес: 194021, Санкт-Петербург, Политехническая ул., д. 26

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

эл. почта: h.machmoudov@mail.ioffe.ru

телефон: +7(921) 370-67-17



Подпись Махмудова Х.Р. удостоверяю
Зав.отделом кадров ФТИ им.А.Ф.Иоффе

Н.С. Бугаев