

О Т З Ы В

на автореферат диссертации Поповой Анны Николаевны на тему «Методы повышения точности атомно-эмиссионного спектрального анализа для приборов с системами регистрации на основе фотоприемников с зарядовой связью», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.2.8. Методы и приборы контроля и диагностики материалов, изделий, веществ и природной среды

Актуальность

Для ряда задач современного материаловедения требуется проведение количественного анализа с достаточной экспрессностью, высокой чувствительностью и точностью. Всем этим требованиям, несомненно, удовлетворяет атомно-эмиссионная спектроскопия, широко применяемая в различных отраслях промышленности и в научных исследованиях. Системы регистрации оптического излучения на приемниках ПЗС являются наиболее распространенными по причине их относительной дешевизны и доступности к использованию. Однако создание новых особо чистых материалов, а также материалов, пригодных к эксплуатации в условиях низких и сверхнизких температур, входной контроль поставляемого на предприятия сырья и выходной продукции требуют решения проблемы повышения точности атомного эмиссионного спектрального анализа. Повышение качества обработки спектральных данных, значительное сокращение времени их обработки являются крайне актуальными.

Научная новизна

Разработанные Поповой А.Н. методики, способы и математические алгоритмы не имеют аналогов, а именно:

1. Впервые получен алгоритм точного учета фонового излучения плазмы в месте расположения аналитических линий, который позволяет: существенно уменьшить СКО при определении низких содержаний примесей в пробах; при заводской калибровке серийно производимого прибора использовать не несколько десятков СО, а максимум два.

2. Разработан новый способ заводской калибровки спектрометров отличающийся тем, что впервые учтены 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.

ОТЗЫВ

ВХ. № 9-432 от 18.09.24
АУ УС

Автором выносятся на защиту следующие научные положения:

1. Существенное снижение среднеквадратичного отклонения до 10 раз при определении низких концентраций примесей и уменьшение предела обнаружения примесного элемента в пробе до нескольких раз могут быть достигнуты применением разработанного метода учета фонового излучения плазмы, основанного на равенстве интенсивности аналитической линии элемента нулю за вычетом интенсивности фонового излучения плазмы при нулевой концентрации элемента в пробе.

2. Расширение динамического диапазона применяемых ПЗС-приемников до 1,5 раз может быть обеспечено применением корректировки интенсивности, основанной на численном решении системы алгебраических уравнений, связывающих параметры полного массива интенсивностей излучаемых аналитических линий с параметрами массива измеряемых интенсивностей.

3. Повышение чувствительности до 10 раз и снижение систематических ошибок измерений методом атомно-эмиссионной спектроскопии до 3 раз возможно за счет применения предложенной нелинейной теории учета влияния «третьих» элементов и созданного на ее основе математического алгоритма оптимизации программного обеспечения атомно-эмиссионных спектрометров.

Практическая значимость

Следует отметить, что диссертационная работа выполнена в рамках тематики научных исследований кафедры общей и технической физики Санкт-Петербургского горного университета императрицы Екатерины II «Композиционные наноструктуры для плазменной энергетики и нанодиагностики» и поддержана грантом Российского научного фонда, проект № 21-19-00139, что свидетельствует об актуальности и значимости проведенных научных исследований. Результаты диссертационного исследования в виде математических алгоритмов методик расчета и моделирования процессов нелинейного влияния третьих элементов на интенсивность аналитических линий и др. внедрены на предприятии ООО «ИВС», что подтверждено актом о внедрении от 25.06.2024 года. При наличии такого обширного количества полученных экспериментальных данных представляется перспективным оформление свидетельств на программы для ЭВМ и патентование других способов точного учета, разработанных автором.

Основные результаты работы апробированы в рамках большого количества докладов на международных конференциях, опубликованы в ряде высокорейтинговых научных журналов с широким, в том числе международным, охватом и в силу своей актуальности получили значительный отклик от иностранных коллег. Разработка способа измерения параметров спектральных линий при определении примесей в металлах и сплавах запатентована в соавторстве с научным руководителем и научным консультантом.

Автореферат написан понятным, четким языком, изложенный автором материал отражает в полной мере, каким образом в работе достигнута поставленная цель и решены научно-технические задачи.

Замечания

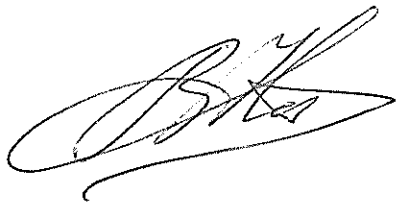
1. В тексте автореферата недостаточно рассмотрен вопрос отражения вклада иностранных авторов в решаемые проблемы, однако в диссертационной работе

необходимая информация об этом присутствует, несмотря на некоторую очевидную «закрытость» информации, связанную с коммерческой тайной зарубежных предприятий-изготовителей эмиссионных спектрометров.

2. В автореферате не указано какое количество линеек ПЗС используется в спектрометрах «СПАС»? Охватывают ли фотодетекторы весь диапазон, необходимый для проведения анализов по ГОСТ?

Сделанные замечания носят частный характер и не снижают общей ценности полученных Поповой А.Н. результатов.

Диссертация «Методы повышения точности атомно-эмиссионного спектрального анализа для приборов с системами регистрации на основе фотоприемников с зарядовой связью», 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, соответствует 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 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.



Некучаев Владимир Орович

заведующий кафедрой физики и высшей математики,
профессор, доктор физико-математических наук, действительный член РАЕН,
заслуженный работник высшей школы Российской Федерации, заслуженный работник Республики Коми.

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Ухтинский государственный технический университет»

Адрес: ул. Сенюкова, д. 13, каб. 219 «Л» г. Ухта, Республика Коми, 169300

Телефон (8216) 73-87-78

Электронная почта: vnekuchaev@ugtu.net

Подпись В.О. Некучаева заверяю:

Специалист по кадрам I категории
ФГБОУ ВО «УГТУ»



Э.А. Никитенко

«11» 09 2024 г.