

## ОТЗЫВ

на автореферат диссертации Поповой Анны Николаевны

«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

Диссертация Поповой А.Н. посвящена актуальной проблеме повышения точности методов атомно-эмиссионной спектроскопии с системами регистрации на основе ПЗС. Подобное оборудование, как правило, используется на промышленных предприятиях для входного контроля поступающего металлического сырья и контроля соответствия качеству металлопродукции различного назначения, что является крайне важным особенно в настоящее время. Для проведения анализа, например, твердых образцов требуется минимальная пробоподготовка, что делает его наиболее экспрессным методом определения содержания элементов в металлах и сплавах. Однако при этом на точность анализа влияют различные факторы, в частности, изменение коэффициента пропускания оптических блоков, эффект блуминга ПЗС, и влияние т.н. третьих элементов в составе пробы. С учетом вышесказанного, корректная математическая обработка полученных результатов, оптимизация работы программного обеспечения и повышение эффективности работы самого прибора играют в данном процессе существенную роль, что определяет **высокую актуальность** разрабатываемой автором темы.

**Научная новизна** работы заключается в следующем. *Во-первых*, автором разработан уникальный алгоритм точного учета фонового излучения плазмы в месте расположения аналитических линий. Данный алгоритм позволяет, помимо того, что при определении низких содержаний примесей существенно уменьшить среднее квадратичное отклонение, также сократить количество стандартных образцов при заводской калибровке серийно производимого прибора (вместо нескольких десятков использовать максимум два). *Во-вторых*, автор предлагает новый способ заводской калибровки спектрометров, учитывающий нелинейные физические эффекты, влияющие на достоверность проводимых исследований и на интенсивность аналитической линии определяемого элемента, которая регистрируется прибором. *В-третьих*, автором разработана новая информационная модель, связывающая сигналы, регистрируемые при проведении эмиссионного спектрального анализа, с параметрами процессов и явлений, происходящих непосредственно в рабочих условиях прибора при воздействии на исследуемый образец. *В-четвертых*, на основе нелинейной зависимости величины соответствующей поправки к концентрации определяемого элемента в пробе от интенсивности его спектральной линии, автором предложен новый математический алгоритм, который базируется на современных способах обработки информации и физических моделях. *В-пятых*, автором предложены новые методики построения единых градуировочных кривых для определения элементного состава веществ с различными физико-химическими свойствами. При этом точность и чувствительность данных методик превосходят современные стандарты.

### **Практическая значимость**

Поповой А.Н. созданы новые информационные модели, обоснованные с использованием средств фундаментальной физики. Данные модели позволяют резко снизить количество используемых стандартных образцов, повысить чувствительность

методов атомно-эмиссионной спектроскопии и сходимость результатов измерений. Поповой А.Н. разработаны методики обработки спектральной информации, которые улучшают аналитические возможности приборов атомного эмиссионного анализа и их эксплуатационные свойства (что влечет за собой сокращение времени анализа, упрощение процедуры юстировки и снижение энергопотребления). Результаты, полученные во время работы над диссертацией, прошли апробацию на большом количестве международных конференций, а также были включены в отчет по гранту, утвержденный Российским научным фондом. Автором в соавторстве с научным руководителем диссертации и в коллаборации с представителем СПбГУ был получен патент на способ измерения параметров спектральных линий при определении примесей в металлах и сплавах. Математический алгоритм учета влияния третьих элементов внедрен на производственном предприятии. Практическая значимость данной работы обусловлена возможностью внедрения созданных в ходе ее выполнения алгоритмов, методов и методик.

### **Основные результаты работы**

Поповой А.Н. разработан алгоритм точного учета фонового излучения плазмы в месте расположения аналитических линий, который экспериментально проверен на атомных эмиссионных спектрометрах «СПАС-02» и «СПАС-05». Применение данного алгоритма при определении низких концентраций элементов существенно снижает среднеквадратичное отклонение; помимо этого, позволяет использовать максимум два образца при производстве калибровочных работ серийно производимых спектрометров. Также автором определены границы применения общепринятого способа проведения рекалибровки. Автором разработаны математический метод, позволяющий корректировать измеряемую интенсивность аналитических линий вблизи верхнего предела ПЗС, и программный алгоритм для соответствующей коррекции, которые проверены экспериментально. С учетом применения данного алгоритма продемонстрировано, что коэффициент коррекции может достигать 1,6 (при значительной относительной дисперсии по кадрам (20 % и более)); также выяснено, что превышение действительной дисперсии распределения интенсивностей аналитических линий по кадрам может достигать 1,5 раз по отношению к полученной по результатам измерений; кроме этого, автором показано, что полуширина контура зарегистрированной спектральной линии превышает ее реальный контур. Поповой А.Н. разработана и успешно апробирована на практике новая теория влияния «третьих» элементов на результаты эмиссионного спектрального анализа, позволяющая существенно уменьшить систематические ошибки измерений.

Несомненным достоинством работы является использование современных методов математического анализа и статистической обработки данных.

**Замечание.** Представляет определенный интерес сравнение полученных автором результатов исследования сталей и сплавов с результатами, полученными другими сходными методами – методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой, а также методами атомно-абсорбционной спектроскопии, масс-спектрометрии индуктивно-связанной плазмы, атомно-эмиссионной спектрометрии микроволновой плазмы и традиционными химическими методами, хотя бы для определения концентраций ряда ключевых элементов. Но надо отметить, что это не критическое замечание, а, скорее, пожелание для дальнейшего направления работы с целью распространения полученных результатов и на другие сходные методы.

Автореферат, подготовленный диссертантом, написан хорошим техническим языком, материал изложен логично и последовательно, выводы являются

обоснованными.

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.

**Автор отзыва:** Гарифуллин Марсель Шарифьянович

**Ученая степень, научная специальность:** доктор технических наук, 05.11.13 «Приборы и методы контроля природной среды, веществ, материалов и изделий»

**Должность:** профессор

**Ученое звание:** доцент

**Место работы:** кафедра «Электроэнергетические системы и сети», Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Казанский государственный энергетический университет»

**Адрес:** 420066, РФ, Республика Татарстан, г. Казань, ул. Красносельская, д. 51

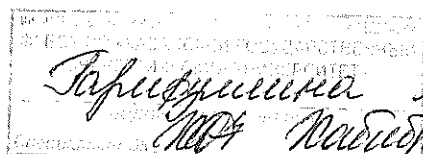
**Контактная информация:**

Телефон: 8 (843) 519-42-72. 8 (905) 3153095.

E-mail: g\_marsels@mail.ru.

Дата: 12.09.2024г.

Подпись: *Гарифуллин М.Ш.*



*Гарифуллин М.Ш.*  
*М.Ш. Абдрахманова В.А.*  
*12.09.2024*