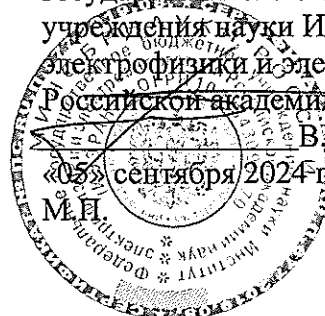


УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт электрофизики и электроэнергетики Российской академии наук, к.т.н.
В.Е. Попов



О Т З Ы В

ведущей организации 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

Во многих областях промышленности (в том числе на предприятиях минерально-сырьевого комплекса при добыче сырья, при контроле качества выпускаемой продукции в металлургии, при контроле качества входного сырья) необходимо точное знание состава твердых образцов вещества. Химические методы анализа не являются достаточно экспрессными и не дают полную картину элементного состава. На практике для этого повсеместно используются физические и физико-химические методы (с различными вариантами пробоподготовки), но наиболее распространенным из них является атомный эмиссионный спектральный анализ. Регистрирующие элементы на основе приборов с зарядовой связью (ПЗС) применяются в эмиссионных спектрометрах наиболее часто, что требует оптимизации обработки первичной информации, поступающей от системы регистрации таких спектрометров.

Тема диссертационной работы Поповой А.Н. относится к числу актуальных проблем научных исследований по приоритетным направлениям развития науки, утвержденным Президентом Российской Федерации. Диссертация выполнена на кафедре общей и технической физики Санкт-Петербургского горного университета императрицы Екатерины II в ходе работы над грантом Российского научного фонда, проект № 21-19-00139 «Композиционные наноструктуры для плазменной энергетики и нанодиагностики», результаты которого утверждены РНФ.

Учитывая вышеизложенное, диссертационная работа Поповой А.Н. безусловно является актуальной.

2. Научная новизна диссертации

В диссертационной работе Поповой А.Н.:

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 производимых приборов использовать не несколько десятков стандартных образцов, а максимум два.

ОТЗЫВ

ВХ. № 9-371 от 18.09.24
АУ УС

2. Разработана новая информационная модель связи первичной информации (регистрируемых сигналов эмиссионного спектрометра) с параметрами процессов, формирующих аналитический сигнал в рабочих условиях прибора.

3. На основе модели по п. 2 Поповой А.Н. разработан новый способ построения калибровочных зависимостей интенсивностей аналитических линий определяемых элементов при наличии влияния на аналитический сигнал легирующих элементов, содержащихся в образце. Способ основан на учете изменений параметров процессов, протекающих в приповерхностных слоях пробы и в плазме (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.) и существенно влияющих на регистрируемую интенсивность аналитической линии определяемого элемента, и, следовательно, на достоверность проводимых исследований.

4. С использованием результатов по пп. 1 – 3 Поповой А.Н. 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

Защищаемые научные положения, выводы и рекомендации диссертационной работы являются обоснованными и достоверными, соответствуют классическим положениям приборостроения, физики плазмы и основам математического моделирования. При выполнении лабораторных исследований автором использовано современное сертифицированное оборудование. Лабораторные исследования проведены в достаточном объеме. Результаты применения разработанных физических моделей и математических методов хорошо согласуются с полученными экспериментальными результатами.

Основные положения и результаты диссертационного исследования прошли апробацию на 10 международных конференциях.

4. Научные результаты, их ценность

Диссертационная работа Поповой А.Н. представляет собой завершенное научное исследование, выполненное на высоком современном уровне и написанное технически грамотным языком. Автореферат диссертации верно отражает ее содержание.

В ходе диссертационного исследования автором получены следующие научные результаты:

1. Разработан и экспериментально проверен на атомных эмиссионных спектрометрах алгоритм точного учета фоновое 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 дисперсии измеряемой интенсивности по кадрам (по времени непрерывного накопления сигнала) (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 системой регистрации на ПЗС с интенсивностями спектральной линии вблизи верхнего предела ПЗС превышает ее реальный контур.

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

5. Научно обоснованный подход к повышению точности атомно-эмиссионных спектрометров с системами регистрации на основе ПЗС может быть широко применен при анализе состава сталей, сплавов, иных твердых образцов, а также, в части улучшения регистрационных характеристик ПЗС – адаптирован к другим методикам, использующим аналогичные системы регистрации излучения.

Все основные результаты диссертационной работы представлены в 8 печатных работах, в том числе в 8 статьях 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 Web of Science, получен 1 патент.

6. Теоретическая и практическая значимость результатов диссертации

Поповой А.Н. разработаны новые модели обработки первичной информации и оптимальные методики анализа металлов и сплавов, решающие актуальные задачи атомного эмиссионного спектрального анализа.

Впервые получен алгоритм точного учета фонового излучения плазмы в месте расположения аналитических линий, позволяющий существенно уменьшить среднеквадратичное отклонение при определении низких содержаний примесей в пробах, а также при заводской калибровке серийно производимого прибора использовать не несколько десятков стандартных образцов, а максимум два.

Разработан 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.

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

Созданы и апробированы на серийно изготавливаемых приборах новые методики построения единых градуировочных кривых для определения элементного состава веществ с различными физико-химическими свойствами, которые обеспечивают проведение элементного анализа с точностью и чувствительностью, удовлетворяющими и превосходящими современные стандарты.

Информационные модели, созданные и обоснованные автором с использованием средств фундаментальной физики, позволяют существенно снизить количество используемых стандартных образцов, увеличить чувствительность методов атомно-эмиссионной спектроскопии, 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.

Поповой А.Н. в соавторстве получен патент № 2790797 от 28.02.2023 г. «Способ измерения параметров спектральных линий при определении содержания примесей в металлах и сплавах» (дата приоритета 26.05.2022 г.).

Результаты исследования внедрены в ООО «ИВС», что подтверждается соответствующим актом о внедрении от 25.06.2024 г.

7. Рекомендации по использованию результатов работы

Перспективы дальнейшего изучения поставленных в диссертации проблем заключаются в использовании данных методик для оптимизации программ обработки результатов измерений существующих эмиссионных спектрометров и, таким образом, повышении качества определения состава веществ. Полученные автором результаты рекомендованы к широкому применению на предприятиях металлургической промышленности, в лабораториях, где необходимо проведение количественного анализа состава твердых веществ – сталей и сплавов. Также перспективным представляется использование полученных результатов на геологических предприятиях для исследования горных пород и руд; в аналитических лабораториях – для исследования прочих твердых образцов, не требующих предварительной пробоподготовки. Кроме того, рекомендуется проверка возможности дальнейшего применения метода корректировки динамического диапазона ПЗС для других методов анализа, в которых используются подобные систем регистрации оптического излучения.

8. Замечания и вопросы по работе

Работа не лишена замечаний.

1) Неоспоримым достоинством работы является возможность использования разработанных методов на российских промышленных предприятиях и в аналитических лабораториях, однако в диссертационной работе отсутствует оценка экономической эффективности в сравнении с существующими рыночными предложениями.

2) В диссертационной работе целесообразно было бы указать, что полученные автором зависимости отношения интенсивностей, концентраций и др., равно как и градуировочные графики, построены с применением относительных единиц.

3) К сожалению, в работе не представлены фотографии используемых при проведении исследования спектрометрических установок и комплектов твердых проб металлов и сплавов.

4) На рисунках 1.6, 1.9 б), 3.12 не указаны размерности осей графиков.

5) На рисунке 2.2 в диссертационной работе и рисунке 2 в автореферате используются англоязычные обозначения конструктивных элементов блока «С») (буквенное обозначение ПЗС-приемников излучения и элементов преобразователя сигнала ПЗС).

6) Несмотря на общее грамотное изложение материала диссертационной работы и верное оформление текста и списка литературы в диссертационной работе встречаются опечатки.

Отмеченные недостатки не снижают значимости работы, имеют частный характер, и не влияют на надежность и достоверность результатов, полученных в диссертационной работе.

9. 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.**

Отзыв на диссертацию и автореферат диссертации **Поповой Анны Николаевны** обсужден и утвержден на семинаре отделения электроэнергетики Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт электрофизики и электроэнергетики Российской академии наук, протокол № 1/08 от 28.августа 2024 года.

Председатель заседания

заведующий лабораторией диагностики плазмы
Федерального государственного бюджетного учреждения науки
Институт электрофизики и электроэнергетики Российской академии наук
кандидат технических наук



Пинчук Михаил Эрнестович

Секретарь заседания
заведующий лабораторией газодинамических импульсных систем
Федерального государственного бюджетного учреждения науки
Институт электрофизики и электроэнергетики Российской академии наук
кандидат технических наук



Будин Александр Васильевич

Подпись Пинчука М.Э. и Будина А.В. заверяю:
начальник отдела кадров Федерального государственного бюджетного учреждения науки
Институт электрофизики и электроэнергетики Российской академии наук



Орлова Наталия Васильевна

Сведения о ведущей организации:

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт электрофизики и электроэнергетики Российской академии наук
Почтовый адрес: 191186, г. Санкт-Петербург, Дворцовая наб., д. 18, лит. А
Официальный сайт в сети Интернет: <https://ieeras.ru/>
Эл. почта: rc@iperas.nw.ru
Телефон: +7 (812) 315-17-57