

ОТЗЫВ

официального оппонента
на диссертацию **Пелипасова Олега Владимировича**
«Исследование и разработка источника возбуждения
спектров на основе азотной микроволновой плазмы для
атомно-эмиссионного спектрального анализа растворов»,
представленную на соискание ученой степени кандидата
технических наук по специальности 05.11.07 – Оптические и
оптико-электронные приборы и комплексы

История создания источников возбуждения спектров (ИВС) на основе азотной микроволновой плазмы атмосферного давления, используемых для атомно-эмиссионного спектрального анализа, насчитывает уже несколько десятилетий, но работа исследователей над решением этой задачи продолжается и в настоящее время. Это связано с необходимостью поиска альтернативы широко распространённому ИВС на основе индуктивно-связанной плазмы, который для своей работы требует аргон особой чистоты с расходом 10-20 л/мин. Однако до сих пор показатели качества результатов химического анализа, получаемые существующими ИВС с азотной микроволновой плазмой, значительно уступают индуктивно-связанной: высокие пределы обнаружения, узкий диапазон линейности градуировочного графика, высокие матричные влияния и низкая минерализация анализируемых проб.

Развитие компьютерных программ моделирования, элементной базы СВЧ техники, спектрометров и высокочувствительных многоэлементных детекторов оптического излучения, а также современных генераторов азота из воздуха, способных производить азот достаточной чистоты и производительности на месте проведения анализа, открывает новые возможности для создания современного ИВС с азотной микроволновой плазмой, который по аналитическим характеристикам должен приближаться к источникам на основе аргоновой индуктивно-связанной плазмы. В связи с этим, весьма

актуальной является поставленная в диссертационной работе Пелипасова О.В. задача исследования и разработки источника возбуждения спектров на основе азотной микроволновой плазмы атмосферного давления и создание на его основе спектрометра для атомно-эмиссионного спектрального анализа растворов.

Диссертация состоит из четырёх логически увязанных глав.

В **первой главе** обоснован выбора цилиндрического СВЧ резонатора с установленным внутри диэлектрическим элементом, как универсального и перспективного ИВС азотной микроволновой плазмы с близким к индуктивно-связанной плазме параметрами – объемом и формой.

Во **второй главе** проводится теоретический анализ работы СВЧ резонатора, выбирается тип волны и резонатора (цилиндрический с установленным внутри диэлектрическим кольцом) для возбуждения плазмы тороидальной формы, формулируются требования к плазменной горелке для получения плазмы с пространственным разделением излучения плазмообразующего газа и излучения пробы для достижения максимально возможных значений отношения сигнал/фон, создаётся экспериментальный образец источника возбуждения спектров на основе азотной микроволновой плазмы. **Третья глава** посвящена разработке экспериментального образца спектрометра «Гранд-СВЧ» на основе созданного источника возбуждения спектров с азотной микроволновой плазмой и исследованию его аналитических характеристик: пределы обнаружения, правильность, воспроизводимость, диапазон определяемых концентраций, а также влияние матричных (Na, Bi) элементов на интенсивность аналитических линий.

В **четвёртой главе** представлены примеры применения разработанного экспериментального образца атомно-эмиссионного

спектрометра с микроволновой плазмой при решении актуальных задач элементного анализа растворов: анализ питьевой воды, проведение криминалистической экспертизы продуктов выстрела и определение примесей редкоземельных элементов в растворе урана после его экстракции.

В **заключении** изложены основные научные и практические результаты работы, полученные в ходе диссертационного исследования. Диссертация содержит **два акта о внедрении** результатов кандидатской диссертации Пелипасова О.В. в АО «Сибирский химический комбинат», г. Северск и в ООО «ВМК-Оптоэлектроника», г. Новосибирск. **Список цитируемой литературы** из 208 источников исчерпывающе характеризует уровень науки и техники по теме диссертации.

Диссертация и автореферат аккуратно оформлены, материал изложен логично и последовательно раскрывает существо проделанной работы и полученные в ней результаты. Автореферат в полной степени соответствует содержанию диссертации. Тема диссертации и область исследований полностью соответствует специальности 05.11.07 – Оптические и оптико-электронные приборы и комплексы.

Результаты диссертации Пелипасова О.В. **опубликованы** в 26 печатных работах. Из них 7 статей в рецензируемых научных изданиях, входящих в перечень ВАК и одном патенте РФ на способ. Печатные работы в полном объеме отражают полученные в диссертации результаты.

Соискатель **обоснованно** выбрал для своего исследования цилиндрический СВЧ резонатор с установленным внутри диэлектрическим элементом, как перспективный источник возбуждения азотной микроволновой плазмы с близкими к индуктивно-связанной

плазме параметрами – объемом и формой. Для этого проведено сравнение различных способов возбуждения плазмы с использованием электрического, магнитного и комбинированного (электрического и магнитного) поля частотой 2450 МГц, приведены их основные достоинства и недостатки.

Достоверность результатов работы доказана соискателем расчетами и серией оригинальных экспериментов с применением приборов, внесенных в Государственный реестр средств измерений РФ, и государственных стандартных образцов растворов элементов, а также сопоставимыми результатами математического моделирования с экспериментальными данными.

Работоспособность и эффективность созданного экспериментального образца спектрометра с микроволновой плазмой «Гранд-СВЧ» подтверждены положительным опытом его применения в Сибирском химическом комбинате (г. Северск) и предприятии «ВМК-Оптоэлектроника» (г. Новосибирск).

В итоге, соискатель смог получить **новые и оригинальные результаты**, среди которых можно отметить следующие:

1. Путём компьютерного моделирования проведено исследование ряда конструкций СВЧ резонаторов, позволившее выбрать цилиндрическую форму резонатора с установленным внутри диэлектрическим элементом и их размеры для наиболее полного испарения, возбуждения и ионизации вводимой пробы.

2. Экспериментально исследована пространственная структура микроволновой плазмы и показано, что для снижения пределов обнаружения необходимо использовать центральную зону плазмы при аксиальном способе наблюдения.

3. Экспериментально достигнут больший на порядок величины динамический диапазон определения элементов при использовании

одной спектральной линии (5 порядков) благодаря увеличенному объему и температуре микроволновой плазмы.

4. Достигнута максимальная минерализация пробы 10 % мас., при которой сохраняется стабильность азотной микроволновой плазмы.

Практическая значимость диссертации заключается в разработке Пелипасовым О.В. источника возбуждения спектров на основе азотной микроволновой плазмы и создании на его основе спектрометра с микроволновой плазмой для атомно-эмиссионного спектрального анализа растворов «Гранд-СВЧ». Очень важно, что созданный спектрометр по аналитическим характеристикам превосходит единственный представленный на рынке иностранный аналог Agilent MP-AES. На значительную практическую ценность работы указывают также полученные автором патент РФ и акты внедрения.

Замечания по работе:

1. Стр. 105. В качестве одного из параметров разработанного ИВС автор предлагает использовать выходную мощность инвертора. Может имеет смысл сразу учитывать известный автору КПД магнетрона для расчета мощности, передаваемой в плазму?

2. Стр.105. Диссертант использует для сопоставления модель из источника [123], которая разработана для «классической» ИСП с генератором на 27 МГц. Рассматривались ли возможные отличия в результатах моделирования для СВЧ разряда? Тем более, что на стр.75 диссертации автор сам указывает на различия в толщине скин-слоя, проводимости и др. параметрах для ИСП и МП плазмы.

3. Стр.105. В работе [123] моделировалось поведение частиц меди в ИСП-МС. Известно, что динамика плазмы в ИСП-ОЭС и в ИСП-

МС отличаются ввиду существенного влияния конуса сэмплера. Насколько корректно использование результатов моделирования [123] в диссертационной работе, где применяется ИСП-ОЭС?

4. Стр.119. Автор предлагает использовать импульсно-периодический режим работы магнетрона для увеличения пиковой мощности при сохранении среднего значения потребляемой мощности. Подобный режим работы может оказать дестабилизирующее воздействие на плазму, что нивелирует все положительные эффекты от увеличения пиковой мощности.

5. Также периодически встречаются несущественные опечатки и применение одновременно в подписях к рисункам предложений на русском и английском языках, такие как «фон без пев».

Тем не менее, отмеченные замечания ни в коей мере не снижают общую положительную оценку работы.

Заключение

Диссертация Пелипасова О.В. является самостоятельной, завершённой исследовательской работой, в которой содержится новое решение важной научно-технической задачи разработки источника возбуждения спектров на основе азотной микроволновой плазмы для атомно-эмиссионного спектрального анализа растворов, результаты диссертации рекомендуются к внедрению.

По важности полученных результатов, их научной новизне и практической значимости диссертация удовлетворяет всем требованиям «Положения о присуждении учёных степеней» ВАК Российской Федерации (Постановление Правительства Российской Федерации №842 от 24.09.2013), предъявляемым к кандидатским диссертациям, а её автор, Пелипасов Олег Владимирович, заслуживает присуждения учёной степени кандидата технических наук

по специальности 05.11.07 – Оптические и оптико-электронные приборы и комплексы.

Доктор технических наук,
профессор кафедры лазерных
технологий федерального
государственного бюджетного
образовательного учреждения
высшего образования "Казанский
национальный исследовательский
технический университет
им. А.Н. Туполева-КАИ"

Нагулин Константин Юрьевич
11 декабря 2020 г.



Адрес: 420111, г. Казань, ул. К.Маркса, д. 10,
Тел.: (843) 23-11-625
Email: kyunagulin@kai.ru

Подпись профессора К.Ю. Нагулина заверяю

Учёный секретарь Ученого
совета ФГБОУ ВО "Казанский
национальный исследовательский
технический университет
им. А.Н. Туполева-КАИ",



Жестовская Ф.А.

