

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 002.034.01 НА БАЗЕ
ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО БЮДЖЕТНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ
НАУКИ ИНСТИТУТ АНАЛИТИЧЕСКОГО ПРИБОРОСТРОЕНИЯ
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК (ИАП РАН),
Г. САНКТ-ПЕТЕРБУРГ ПО ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ
СТЕПЕНИ КАНДИДАТА НАУК

аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета от 22 декабря 2017 № 11

о присуждении Юновидову Дмитрию Валерьевичу, гражданину Российской Федерации, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Программно-аппаратный рентгенофлуоресцентно-оптический комплекс для анализа сложных фосфорсодержащих удобрений» по специальности 01.04.01 – «Приборы и методы экспериментальной физики» принята к защите 19.10.2017г., протокол № 7 диссертационным советом Д002.034.01 на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт аналитического приборостроения Российской академии наук (ИАП РАН), 190103, Санкт-Петербург, Рижский пр., д.26, приказ № 714/нк от 02.11.2012 г.

Соискатель Юновидов Дмитрий Валерьевич, гражданство РФ, 1988 года рождения. В 2012 году окончил Московский Государственный университет им. М.В.Ломоносова по специальности химия. В 2015 году окончил аспирантуру на кафедре аналитической химии в Московском Государственном университете им. М.В. Ломоносова. Работает в должности научного сотрудника в АО «Научно исследовательском институте удобрений и инсектофунгицидов имени профессора Я.В.Самойлова» (АО «НИУИФ»). Диссертация выполнена в АО «Научно исследовательском институте удобрений и инсектофунгицидов имени профессора Я.В.Самойлова» (АО «НИУИФ»).

Научный руководитель – кандидат технических наук, Соколов Валерий Васильевич, начальник отдела качества и стандартизации АО «НИУИФ».

Официальные оппоненты:

1. Еременко Юрий Иванович, доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой автоматизированных и информационных систем управления, Старооскольского технологического института им. А.А. Угарова (филиал) ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»»;
2. Багаев Кирилл Александрович, кандидат физико-математических наук, технический директор ООО «Ньюком-НДТ» дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация: Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет), кафедра автоматизации процессов в промышленности, г. Санкт-Петербург, в своем положительном заключении, утвержденном ректором, доктором технических наук, профессором Шевчиком Андреем Павловичем и подписанным заведующим кафедрой автоматизации процессов химической промышленности, доктором технических наук, профессором Русиновым Леоном Абрамовичем, указала на следующие замечания:

1. В недостаточном объеме проведен расчет метрологических характеристик разработанного программно-аппаратного комплекса, в частности отсутствует расчет систематической погрешности в сравнении с методиками, используемыми на производстве.
2. Недостаточно полно рассмотрены методы свертки многомерных данных в пространство двух координат. Было бы интересно исследовать механизмы нелинейных преобразований данных с точки зрения расстояния между группами для оценки чувствительности этих подходов при представлении промышленных объектов.
3. Использование термина «база данных» не совсем корректно, в контексте работы скорее применимо понятие массива данных.

Соискатель имеет по теме диссертации 8 (восемь) опубликованных работ, в том числе по теме диссертации 2 (две) работы, опубликованных в рецензируемых научных изданиях, включенных в Перечень ВАК РФ,

1 (одно) свидетельство о регистрации программ для ЭВМ, а также 4 (четыре) тезисов докладов и материалов конференций.

К наиболее значимым работам, отражающим основное содержание диссертации относятся:

1. **Юновидов Д.В.**, Соколов В.В., Бахвалов А.С.. Метод оценки влияния стадий пробоподготовки NPKS удобрений на результаты рентгенофлуоресцентного анализа по спектру пробы // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2017. Т. 83, № 9. С. 15-21.
В статье обсуждаются механизмы классификации и кластеризации, используемые в диссертационной работе и описана процедура оптимизации пробоподготовки.
2. **Юновидов Д.В.**, Соколов В.В., Бахвалова Е.В, Донских В.А. Разработка стандартного образца апатитового концентрата. Эффективный контроль однородности с помощью рентгенофлуоресцентных методов анализа // ГИАБ. 2016. № 7. С. 131-144.
3. Свидетельство № 2017617704 Российская Федерация. Программа «DSpectra» / **Юновидов Д.В.**; заявитель и правообладатель Юновидов Д.В. - № 2017614722; заявл. 19.05.2017; зарегистрировано в Реестре программ для ЭВМ 11.07.2017 – [1] с.
4. **Юновидов Д. В.**, Эль-Салим С.З., Осколок К.В. Восстановление спектра гомогенной системы по временным зависимостям интенсивностей линий в зарождающейся и развивающейся гетерогенной системе на примере экстракционной фосфорной кислоты // VIII Всероссийская конференция по рентгеноспектральному анализу. Иркутск, 22 - 26 сентября 2014 г. Тезисы докладов. — Иркутск. Институт земной коры СО РАН, 2014. - С. 139–139.
5. **Юновидов Д.В.**, Ребрикова А.Т., Осколок К.В., Соколов В.В. Рентгенофлуоресцентное определение технологически важных элементов в экстракционной фосфорной кислоте // Второй съезд аналитиков России. Москва, 23 - 27 сентября 2013 г. Тезисы докладов. - Москва. - С. 289–289.
6. **Юновидов Д.В.**, Ребрикова А.Т., Осколок К.В., Соколов В.В. Техника виртуального эксперимента для количественного рентгенофлуоресцентного анализа экстракционной фосфорной кислоты // Второй съезд аналитиков России. Москва, 23 - 27 сентября 2013 г. Тезисы докладов. - Москва. - С. 290–290.

Соискателем сформулированы задачи; выполнены научные исследования; осуществлен обзор литературы; разработан подход к автоматизированному использованию методов накопления и обработки больших массивов данных; написано программное обеспечение; предложенные подходы направлены на обеспечение экспрессного, комплексного и автоматизированного контроля качества производимой продукции на производстве по совокупности физических и химических параметров. Исследована и доказана возможность оптимизации пробоподготовки за счет использования массива данных анализа физико-химических свойств. Предложены методы выделения аналитической информации и построения матрицы «объекты-признаки» для исследуемых минеральных удобрений.

На диссертацию и автореферат поступили отзывы:

1. От официального оппонента, заведующего кафедрой автоматизированных и информационных систем управления, Старооскольского технологического института им. А.А. Угарова (филиал) ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»», доктора технических наук, профессора Еременко Юрия Ивановича. Замечания:

а. Алгоритм выделения «физико-химических» признаков пробы из РФ-спектра, представленный в таблице 3.1 описан весьма поверхностно. В частности, процедура определения рациональных значений целого ряда настраиваемых параметров алгоритма (степень полинома, порог отбрасываемых частот, число итераций в фильтре и т.п.) практически не описана, а лишь бегло упоминается в пункте 3.6.3.

б. В разделе 6 на стр.116 автором использована неудачная терминология в фразе: «основное отличие программного подхода от математического заключается в итерациях – именно итеративные приближения заложены в основу практически всех рассматриваемых в работе алгоритмов». Нельзя противопоставлять «программный» подход математическому. По-видимому, речь идет об аналитическом решении и численных, итерационных методах поиска решений.

в. В работе следовало больше уделить внимания сравнению результатов работы предложенного комплекса с результатами, полученными с используемыми на производстве методиками контроля отдельных показателей качества. Так, например, хотелось бы сравнить полученные результаты с классическими методами анализа, такими как спектрофотометрия или титрование. Хотя по времени, затрачиваемому на проведение одного измерения, предложенный подход существенно превосходит применяемые в настоящее время методы контроля.

2. От официального оппонента, технического директора ООО «Ньюком-НДТ», кандидата физико-математических наук Багаева Кирилла Александровича. Замечания:

а. Предположение автора об использовании только обнаруженных в спектрах исследованных проб спектральных линий выглядят достаточно спорно. В случае появления загрязняющих примесей данная модель может оказаться нестабильной.

б. Математические основы рассмотренных статистических методов работы с большими массивами данных рассмотрены достаточно поверхностно.

в. В случае написания методик и прочей нормативной документации к данному программно-аппаратному комплексу, рассмотренное разнообразие объектов может оказаться недостаточным.

3. От Блохиной Е.С., кандидата физико-математических наук, старшего методиста РФА «Bruker Nano GmbH». Замечание:

На графиках счетов разложения по методу главных компонент не всегда конкретно указаны приведенные компоненты (номера) и величины объясненных дисперсий соответственно.

4. От Кирсанова Д.О., доктора химических наук, профессора кафедры аналитической химии Института химии Санкт-Петербургского государственного университета и Панчука В.В., кандидата физико-математических наук, доцента кафедры аналитической химии Института химии Санкт-Петербургского государственного университета. Замечания:

а. На стр. 7 автор пишет: «Коэффициенты регрессии оптимизируются с использованием регуляризаторов: гребневый, L2 (лассо, Lasso), тогда как коэффициенты для метода наименьших квадратов без регуляризации.»

Возникает вопрос, как в этом случае находились коэффициенты регрессии для методов с регуляризацией?

б. Из текста автореферата не вполне понятно, в чем заключалась процедура определения азота в удобрениях.

в. В автореферате не освещен вопрос валидации полученных регрессионных и классификационных моделей. Эта информация совершенно необходима для целостного восприятия работы.

5. От Колесникова В.А., доктора технических наук, профессора, заведующего кафедрой технологии неорганических веществ и электрохимических процессов Российского химико-технологического университета имени Д.И.Менделеева. Замечание:

Недостаточно полно рассмотрены физические свойства исследуемых удобрений: было бы интересно включить в исследование такие характеристики качества, как слеживаемость и прочность.

6. От Николаева В.И., кандидата физико-математических наук, старшего научного сотрудника, технического директора АО «Научные приборы». Без замечаний.

7. От Иконникова А.Н., технического директора – главного инженера Балаковского филиала АО «Апатит», Сулименко В.В, начальника отдела развития химического производства Балаковского филиала АО «Апатит» и Литус А.А., кандидата технических наук, руководителя центра аналитики и контроля качества Балаковского филиала АО «Апатит» акт о проведении испытаний аппаратно-программного комплекса по контролю качества производимых сложных фосфорсодержащих удобрений марки NP(S+S)+Zn 12-40(6+3)+1 с элементной серой. Без замечаний.

8. От Аксенчика К.В., кандидата технических наук, заведующего кафедрой химических технологий ФГБОУ ВО «Череповецкий государственный университет». Замечания:

а. Автор не дает четких рекомендаций по применению описанных методов кластеризации и понижения размерности многомерных данных для решения конкретных задач предметной области;

б. термин «база данных» трактуется в достаточно свободной интерпретации, в контексте работы скорее применимо понятие «массива данных».

9. От Салуна В. С., кандидата физико-математических наук, директора центра отраслевых и корпоративных проектов института статистических исследований и экономики знаний НИУ ФШЭ. Замечание:

«Недостаточно полно рассмотрены метрологические оценки предложенного комплекса контроля готовой продукции с точки зрения их соответствия принятой нормативной документации».

10. От Кочергина С.А., кандидата технических наук, заместителя главного инженера АО «Апатит». Замечания:

а. не рассмотрены некоторые физические свойства исследуемых удобрений: было бы интересно включить в исследование такие характеристики качества, как слеживаемость и пылимость гранулированного продукта, прочность гранул;

б. в недостаточной мере рассмотрена тема автоматического определения гранулометрического состава готовой продукции и ретура, в частности не приводится законченного решения для использования на предприятии.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается большим опытом работы в области физики и технологии рентгеноспектральных методов и прочих методов контроля промышленных производств; методов статистической обработки больших массивов данных; разработки и применения математических моделей; разработке программного обеспечения и автоматизированных систем в промышленности в целом, а также в тех областях производства, в которых эффективно внедряются предложенные соискателем разработки.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

- разработан программно-аппаратный комплекс на основе энергодисперсионного (ЭД) рентгенофлуоресцентного (РФ) спектрометра и оптического регистратора, позволяющий проводить многофакторный экспрессный анализ сложных фосфорсодержащих удобрений;
- предложен алгоритм создания массива данных физико-химических свойств промышленных объектов, таких как: содержание различных

химических элементов, тип, марка, фракционный состав и степень обработки кондиционирующими добавками;

- создана оригинальная математическая модель для экспрессного комплексного анализа пробы с целью определения:
 - физических свойств: тип, максимальная фракция и наличие кондиционирующей добавки,
 - химического состава и марки выпускаемых удобрений по всем основным питательным элементам и сере, включая азот, прямое определение которого методом ЭД РФА невозможно;
- предложено алгоритмическое и программное обеспечение «DSpectra» для разработанного аппаратного комплекса, обеспечивающее автоматизированный расчет аналитических сигналов, поиск корреляций и статистический анализ больших массивов данных.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что применительно к проблематике диссертации результативно, с получением обладающих новизной результатов:

- доказана возможность количественного определения азота в минеральных удобрениях с помощью предложенной программно-аппаратной схемы в условиях, когда прямое его детектирование методом ЭД РФА невозможно;
- установлена возможность проведения универсального регрессионного и классификационного анализа марок выпускаемых удобрений по всем основным питательным элементам азота, фосфора, калия и серы в широком диапазоне концентраций;
- обоснован способ определения фракционного состава запрессованных проб для ЭД РФА с использованием системы оптического контроля;
- разработана ранее не применявшаяся программно-аппаратная схема оптического анализатора с ЭД рентгенофлуоресцентным спектрометром для многофакторного экспрессного анализа сложных фосфорсодержащих удобрений;
- предложены экспрессные методы определения содержания различных химических элементов (N, P, K и S), типа, марки, фракционного состава и

степени обработки кондиционирующими добавками анализируемых объектов.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

- разработан программно-аппаратный комплекс, который позволил увеличить чувствительность, точность и быстродействие исследования качества выпускаемых сложных фосфорсодержащих удобрений;
- показана возможность автоматизации процесса оценки качества производимой продукции и ее экспресс-анализа на химический состав по всем основным питательным элементам, сере и фракционному составу с использованием разработанного прототипа программно-аппаратного комплекса, как в лаборатории, так и непосредственно в производственных условиях;
- реализован оригинальный алгоритм контроля таких физических свойств гранулированных минеральных удобрений, так гранулометрический состав и качество обработки кондиционирующими добавками впервые дополнительно обеспечивающий экспрессность и универсальность данного типа анализа за счет отсутствия пробоподготовки;
- обоснована процедура комплексного анализа сложных фосфорсодержащих удобрений для минимизации потерь сырья и энергоресурсов при переходе с одной производимой марки на другую.

Оценка достоверности результатов исследования выявила, что экспериментальные результаты подтверждаются большим количеством проведенных независимых экспериментов, их многократным повторением и хорошей воспроизводимостью в течение длительного времени. Они получены с применением современных рентгеноспектральных методов, с использованием современного оборудования и современных способов накопления и обработки больших массивов данных. Полученные результаты хорошо соответствуют теоретическим представлениям и результатам референтных исследований.

Личный вклад соискателя состоит в формулировке цели, задач и проведении научных исследований; выявлении на основе выполненного библиографического анализа наиболее эффективных путей комплексного контроля качества промышленных процессов и производимой продукции, выборе наиболее информативных методов анализа, таких как энергодисперсионная рентгенофлуоресцентная спектроскопия; сборке установки для измерения физико-химических свойств минеральных удобрений (содержания различных химических элементов (N, P, K и S), типа, марки, фракционного состава и степени обработки кондиционирующими добавками); анализе статистических методов работы с большими массивами данных; разработке программного обеспечения; разработке алгоритмической структуры многомерного анализа физических и химических свойств.

Под руководством соискателя в качестве главного конструктора разработан макет программно-аппаратной схемы оптического анализатора с энергодисперсионным рентгенофлуоресцентным спектрометром; проведены его лабораторные и промышленные испытания.

На заседании 22.12.2017 г. диссертационный совет принял решение присудить Юновидову Д.В. ученую степень кандидата технических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 20 человек, из них 20 докторов наук, участвовавших в заседании, из 23 человек, входящих в состав совета, дополнительно введены на разовую защиту 0 человек, проголосовали: за – 20, против - нет, недействительных бюллетеней - нет.

Председатель
диссертационного совета,
д.т.н., проф.

В.Е. Курочкин

Ученый секретарь
диссертационного совета,
д.ф.-м.н.

А.Л. Буляница

