

“УТВЕРЖДАЮ”

Генеральный директор  
АО «Научно-исследовательский  
институт по удобрениям и  
инсектофунгицидам имени профессора  
Я. В. Самоилова» (АО «НИУИФ»)

В.В. Давыденко



29.09.2017 2017 г.

ПРОТОКОЛ № 1

Заседания семинара АО «НИУИФ»

от 29.09.2017

Присутствовали:

1. Давыденко В.В.
2. Козлова Е.В.
3. к.т.н. Соколов В.В.
4. к.т.н. Норов А.М.
5. к.т.н. Артамонов А.В.
6. к.т.н. Лобачева М.П.
7. д.т.н. Гришаев И.Г.

Программа заседания:

Обсуждение диссертации Юновидова Дмитрия Валерьевича о результатах работы, представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук на тему «Программно-аппаратный рентгенофлуоресцентно-оптический комплекс для анализа сложных фосфорсодержащих удобрений» по специальности 01.04.01 – «Приборы и методы экспериментальной физики».

## **Информация о соискателе и диссертационной работе**

Диссертационная работа на тему: «Программно-аппаратный рентгенофлуоресцентно-оптический комплекс для анализа сложных фосфорсодержащих удобрений» на соискание ученой степени кандидата технических наук представлена научным сотрудником отдела качества и стандартизации АО «Научно-исследовательский институт по удобрениям и инсектофунгицидам имени профессора Я. В. Самойлова» (АО «НИУИФ») Юновидовым Дмитрием Валерьевичем.

Тема диссертации «Программно-аппаратный рентгенофлуоресцентно-оптический комплекс для анализа сложных фосфорсодержащих удобрений» и научный руководитель – начальник отдела качества и стандартизации АО «НИУИФ», кандидат технических наук, Соколов Валерий Васильевич, утверждены на заседании ученого совета АО «НИУИФ».

### **Слушали:**

Доклад Юновидова Д.В. по материалам диссертации. В докладе изложены основные научные проблемы по теме диссертационной работы, подходы, которые применялись для решения этих проблем, рассмотрены основные научные результаты работы, на основании которых сформулированы научные положения, выносимые на защиту.

В обсуждении приняли участие все присутствовавшие.

Докладчику задали 10 вопросов, на все вопросы были даны исчерпывающие ответы.

### **Постановили:**

Принять заключение семинара АО «НИУИФ» о диссертационной работе Юновидова Дмитрия Валерьевича «Программно-аппаратный рентгенофлуоресцентно-оптический комплекс для анализа сложных

фосфорсодержащих удобрений», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 01.04.01 – «Приборы и методы экспериментальной физики».

### **Заключение семинара:**

#### **1. Актуальность темы исследования**

Современное промышленное производство представляет сложный и многофакторный процесс, в котором участвуют три ключевых объекта: входящее сырье, промежуточные объекты и готовая продукция. Практика показывает, что без комплексного учета параметров и ключевых стадий производства невозможно добиться воспроизводимого и качественного конечного результата. Одним из наиболее информативных методов аналитического контроля является рентгенофлуоресцентный анализ (РФА). Данный метод широко распространен в аналитической и производственной практике, поскольку обладает целым рядом необходимых качеств: широкий диапазон определяемых концентраций (от 0,0001 до 100 мас. %); простая пробоподготовка; возможность анализа широкого спектра элементов – от бора до урана; экспрессность; многоэлементность; простота автоматизации; возможность использования в промышленных и полевых условиях; разнообразная приборная реализация (от портативных и дешевых энергодисперсионных переносных приборов, до сверхточных и чувствительных стационарных волновых систем).

В то же время, несмотря на развитость математического аппарата и разнообразие приборного парка, рассматриваемый метод не нашел широкого применения в промышленном производстве минеральных удобрений. Одна из возможных причин этого кроется в сложности промышленных объектов. Такие продукты обладают комплексной матрицей, что значительно увеличивает погрешность прямого анализа.

Однако развитие компьютерной техники, математического аппарата и аналитических методов позволяет накапливать и обрабатывать практически

любые объемы информации для получения более подробного представления о протекающих процессах. С помощью алгоритмов предобработки данных, методов классификации и множественной регрессии становится возможным проведение многомерного анализа образцов. Приведенные методы анализа больших данных (АБД) отлично подходят для энергодисперсионного (ЭД) РФА, который обладает высокой информативностью получаемого спектра. Дополнительной особенностью ЭД РФА является простота комбинирования получаемой информации с другими аналитическими и физическими методами контроля для комплексного описания производственного процесса.

## **2. Научная новизна и практическая значимость работы**

### *Научная новизна*

1. На основании полученных экспериментальных данных разработана ранее не применявшаяся программно-аппаратная схема оптического анализатора с ЭД рентгенофлуоресцентным (РФ) спектрометром для многофакторного экспрессного анализа свойств сложных фосфорсодержащих удобрений.
2. Разработаны и автоматизированы экспрессные методы определения содержания различных химических элементов, типа, марки, фракционного состава и степени обработки кондиционирующими добавками (к.д.) анализируемых объектов.
3. На основании данных рентгенофлуоресцентно-оптического комплекса создана оригинальная аналитическая база данных физических и химических свойств исследуемых объектов, позволяющая увеличить точность и быстродействие измерений.
4. Показана возможность проведения регрессионного и классификационного анализа марок выпускаемых удобрений по всем основным питательным элементам (N, P, K) и серы в широком концентрационном диапазоне.

5. На основе ЭД РФА и составленной базы данных предложен способ определения азота в минеральных удобрениях, прямое детектирование которого методом ЭД РФА невозможно.
6. Создано алгоритмическое и программное обеспечение для разработанного аппаратного комплекса, обеспечивающее автоматический расчет аналитических сигналов, поиск корреляций и статистический анализ больших массивов данных.
7. Разработан способ определения фракционного состава запрессованных проб для ЭД РФА с использованием системы оптического контроля.

#### ***Практическая значимость***

1. Разработанные методы контроля и приборы на их основе используются при производстве сложных фосфорсодержащих удобрений на предприятиях холдинга «ФосАгро». Разработанные алгоритмы обработки данных использованы в отечественных ЭД РФ спектрометрах производства АО «Научные приборы».
2. Для реализации метода измерения физико-химических свойств готовой продукции разработан программно-аппаратный комплекс, который позволил увеличить чувствительность, точность и быстродействие исследования качества выпускаемых сложных фосфорсодержащих удобрений.
3. Создан и автоматизирован ранее не применявшийся прототип программно-аппаратного комплекса для оценки качества производимой продукции и ее экспресс-анализа на химический состав по всем основным питательным элементам, сере и фракционному составу. Предложенное оборудование имеет широкие перспективы для анализа промышленных объектов как в лаборатории, так и непосредственно в производственных условиях.
4. Разработана и реализована оригинальная методика контроля таких физических свойств гранулированных минеральных удобрений, так

гранулометрический состав и качество обработки кондиционирующими добавками.

5. Предложена схема комплексного анализа сложных фосфорсодержащих удобрений для минимизации потерь сырья и энергоресурсов при переходе с одной производимой марки на другую.

### **3. Личный вклад автора**

Автор непосредственно участвовал в постановке и проведении экспериментальных и теоретических исследований, разработке и создании программно-аппаратной установки, обработке и анализе полученных данных. Материалы для публикаций готовились совместно с научным руководителем.

### **4. Апробация результатов**

Достоверность полученных результатов работы обеспечивалась внимательным отношением к построению измерительных схем, большим количеством экспериментов и обработкой их результатов, а также хорошим согласием полученных результатов с теоретическими представлениями и с признанными физическими моделями. Полученные экспериментальные и теоретические результаты не противоречат друг другу.

Результаты диссертационной работы использованы при решении аналитических задач при производстве минеральных удобрений в лабораториях промышленных объектов холдинга «ФосАгро», АО «НИУИФ» и аналитических приборах, производства АО «Научные приборы».

Основные положения диссертационной работы доложены на конференциях и семинарах:

- «2 съезд аналитиков России», г. Москва, 2012 г.;
- научно-практический семинар «Роль аналитических служб в обеспечении качества минеральных удобрений и серной кислоты», г. Москва, 2013 и 2014 г.;

- «VIII международная конференция по рентгеноспектральному анализу», г. Иркутск, 2014 г.;
- научная конференция молодых ученых «Ломоносов», г. Москва, 2014 и 2015 г.г.,
- семинар «Новое в теории и практике рентгенофлуоресцентного анализа. Развитие программного и методического обеспечения рентгеновских аналитических приборов производства АО «Научные приборы»», г. С.Петербург, 2016 г.
- «3 съезд аналитиков России», г. Москва, 2017 г.

## **5. Полнота диссертационного исследования**

По материалам диссертации опубликовано 9 печатных работ, из них 2 в журналах, входящих в Перечень ведущих рецензируемых научных журналов и изданий ВАК РФ, 4 тезиса докладов на всероссийских и международных конференциях и семинарах, 1 программное обеспечение, принятое на регистрацию в федеральном реестре.

Наиболее значимые публикации соискателя:

### Публикации в рецензируемых журналах

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.
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.

### Свидетельства на программы для электронных вычислительных машин

3. Свидетельство № 2017617704 Российской Федерации. 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.

#### Статьи и материалы конференций

4. Юновидов Д.В., Соколов В.В., Осколок К.В., Болотоков А.А.. Рентгенофлуоресцентное определение церия в экстракционной фосфорной кислоте и фосфатных концентратах // Мир серы, N, Р и K. 2012. №4. с. 10-13.
5. Юновидов Д.В., Соколов В.В., Осколок К.В., Болотоков А.А.. Рентгенофлуоресцентное определение редкоземельных элементов после сорбционного выделения и концентрирования из экстракционной фосфорной кислоты // Фосфатное сырье: производство и переработка. 2013. с. 147 – 151.
6. 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.
7. Юновидов Д. В., Эль-Салим С. З., Осколок К. В. Техника виртуального эксперимента и её применение для количественного рентгенофлуоресцентного анализа 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. 140–140.
8. 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.

9. 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.

## **6. Специальность, которой соответствует диссертация**

Диссертация Юновидова Д.В. посвящена изучению физических свойств сложных фосфорсодержащих удобрений, влияющих на качество готовой продукции, с помощью разработанного уникального программно-аппаратного рентгенофлуоресцентно-оптического комплекса. Это дает предпосылки к созданию малогабаритного, эффективного и дешевого источника получения комплексной физической информации о качестве выпускаемой продукции, что полностью согласуется с формулой специальности 01.04.01: область науки и техники, включающая экспериментальные и теоретические исследования, направленные на разработку новых принципов и методов физических измерений, а также на создание новых приборов и устройств для изучения физических явлений и процессов.

Представленная диссертация соответствует паспорту специальности 01.04.01 по следующим пунктам:

1. Изучение физических явлений и процессов, которые могут быть использованы для создания принципиально новых приборов и методов экспериментальной физики.
2. Разработка новых принципов и методов измерений физических величин, основанных на современных достижениях в различных областях физики и позволяющих существенно увеличить точность, чувствительность и быстродействие измерений.

3. Разработка и создание экспериментальных установок для проведения экспериментальных исследований в различных областях физики.

4. Разработка и создание средств автоматизации физического эксперимента.

На основании этого можно заключить, что диссертационная работа соответствует выбранной специальности 01.04.01 – Приборы и методы экспериментальной физики.

### **ПОСТАНОВИЛИ:**

Рекомендовать диссертацию Юновидова Д.В. на тему «Программно-аппаратный рентгенофлуоресцентно-оптический комплекс для анализа сложных фосфорсодержащих удобрений» к защите по специальности 01.04.01 – Приборы и методы экспериментальной физики в диссертационном совете Д002.034.01 на базе «Института аналитического приборостроения РАН» (ИАП РАН).

Председатель:

Генеральный директор АО  
«НИУИФ»



Давыденко В.В.

Члены комиссии:

Ученый секретарь



к.т.н. Артамонов А.В.

Директор по промышленным  
технологиям



к.т.н. Норов А.М.