

## КАФЕДРА СЕРТИФИКАЦИИ И АНАЛИТИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ



**Филичкина Вера Александровна**, заведующая кафедрой, канд. хим. наук, доцент

Научно-исследовательская деятельность кафедры направлена на развитие современных методов аналитического контроля продуктов неорганической природы, расширение сферы применения методов статистического управления процессами.

### Кадровый потенциал подразделения

Докторов наук: 3 чел.; кандидатов наук: 7 чел.; аспирантов: 7 чел.; инженерно-технических работников: 5 чел.; магистрантов, задействованных в НИР: 3 чел.

**346 тыс. руб.**

Общий объем финансирования научно-исследовательских работ в 2021 г.

### Основные научно-технические достижения

Проведены исследования возможностей метода спектрометрии лазерно-индуцированной плазмы (СЛИП) для дистанционной оценки качества сварного соединения в режиме реального времени в процессе сварки. Исследовано влияния различных областей сварочной ванны и сварного шва на СЛИП измерения. Обнаружено, что интенсивность линии кремния возрастает при абляции в сварочной ванне, что может свидетельствовать о повышенном испарении данного элемента. Проведены эксперименты с зондированием сварочной ванны импульсным лазером для различных режимов получения сварных соединений. При сравнении результатов СЛИП измерений при оптимальном режиме сварки и режима с отклонениями, в результате которых в шве возникают дефекты, обнаружено, что в случае «дефектного» режима сварки ухудшается воспроизводимость сигнала СЛИП и электронной температуры лазерной плазмы, возрастает степень ее ионизации [1, 2].

Продолжены исследования возможностей метода СЛИП для профилирования элементного состава композиционных износостойких покрытий (никелевый сплав, армированный частицами карбида вольфрама) на глубину до 2 мм. Применение сдвоенных нано- и микросекундных лазерных импульсов позволило достичь необходимой глубины лазерного кратера с параллельными СЛИП измерениями [3].

Впервые использован метод масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой в режиме анализа единичных частиц (МС-ИСП-ЕЧ) для определения форм нахождения металлов и металлоидов в

наночастицах вулканического пепла. Проведены исследования наночастиц образцов пепла вулканов Камчатки. Наночастицы вулканического пепла выделяли методом проточного фракционирования частиц в поперечном силовом поле во вращающейся спиральной колонке. Выделенные фракции были охарактеризованы методом динамического светорассеяния. Результаты МС-ИСП-ЕЧ анализа показали, что Ni, Zn, Ag, Cd, Tl, Pb, Bi, Te и Hg в наночастицах пепла вулкана Толбачика и Ni, Zn, Ag, Cd, Tl, Pb, Bi, Te в наночастицах пепла вулкана Ключевского содержатся в виде индивидуальных нанофаз. Для As в наночастицах пепла Толбачика и As, Hg в наночастицах пепла Ключевского не обнаружено статистически значимой разницы между их концентрацией в суспензиях наночастиц и контрольных образцах. МС-ИСП-ЕЧ анализ наночастиц пеплов Шивелуча, Кизимена и большого трещинного Толбачевского извержения (БТТИ) показал, что для большинства исследуемых металлов и металлоидов их концентрации в суспензиях наночастиц и контрольных образцах не имеют статистически значимых различий. Исключение составляют Ag и Hg в наночастицах пепла Шивелуча, Bi в наночастицах пепла Кизимена и Ag, Tl, Bi в наночастицах пепла БТТИ. Таким образом, показано, что металлы и металлоиды содержатся в наночастицах вулканического пепла в виде индивидуальных нанофаз. Чтобы оценить соотношение металлов и металлоидов, содержащихся в виде индивидуальных нанофаз и в адсорбированном виде на пирокластических частицах, были сопоставлены концентрации элементов, определенные

с помощью МС–ИСП–ЕЧ и концентрации, определенные после кислотного разложения наночастиц вулканического пепла. Было показано, что часть элементов полностью содержатся в наночастицах только в виде индивидуальных нанофаз, а другая часть как в виде индивидуальных нанофаз, так и в адсорбированном виде. Набор элементов, находящихся в том или ином виде, зависит от образца пепла, что, вероятно, связано со специфическими характеристиками разных извержений и, таким образом, условиями образования пепла. Полученные результаты открывают новые возможности для изучения состава наночастиц вулканического пепла и их поведения в окружающей среде [4].

Разработан подход для определения  $Fe_{мет}$  в металлизированных продуктах металлургического производства с использованием комбинированного рентгенодифракционного–рентгенофлуоресцентного метода, позволяющего значительно сократить время проведения анализа. Время единичного измерения не превышает 3 минут. Расхождение

между полученными и аттестованными значениями содержания  $Fe_{мет}$  соответствует требованиям ГОСТ 26482–90 [5].

Разработаны методические подходы, основанные на применении рентгеновских методов, исключаящие процедуры перевода пробы в раствор, и позволяющие определять первичные и вторичные сульфиды меди по градуировочным характеристикам (3 мин), а также полный фазовый состав на этапе рутинного анализа (10 – 15 мин) и в исследовательских целях (15 – 20 мин) [6].

Продолжена работа в области применения методов SPC к проблемам качества измерений, по развитию теории контрольных карт Шухарта (№10) и расширению способов их практического применения. Исследован вопрос, обсуждение которого активно идёт среди статистиков мира, – как правильно использовать понятие о статистической значимости результатов тех или иных исследований [7 – 11].

## Подготовка специалистов высшей квалификации

На кафедре обучаются 7 аспирантов по направлениям Химические науки, Управление в технических системах.

## Основные публикации

1. Lednev V. N., Sdvizhenskii P. A. et al. Online and in situ laser-induced breakdown spectroscopy for laser welding monitoring // Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy. – 2021;
2. Lednev V. N., Sdvizhenskii P. A. et al. In situ laser-induced breakdown spectroscopy measurements during laser welding of superalloy // Applied Optics. – 2021;
3. Sdvizhenskii P. A., Lednev V. N. et al. Deep ablation and LIBS depth elemental profiling by combining nano- and microsecond laser pulses // Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy. – 2021;
4. Mikhail S. Ermolin, Alexandr I. Ivaneev, Natalia N. Fedyunina, Petr S. Fedotov Nanospeciation of metals and metalloids in volcanic ash using single particle inductively coupled plasma mass spectrometry. // Chemosphere, 2021, 281, 130950 DOI:10.1016/j.chemosphere.2021.130950;
5. А.С. Козлов, В.А. Филичкина, М.Н. Филиппов, А.Р. Макавецкас. Комбинированный рентгенодифракционный–рентгенофлуоресцентный метод определения железа металлического в металлизированных продуктах. // В сб. трудов XII Международного конгресса сталеплавателей. Екатеринбург – Первоуральск, 25–27 мая 2021. С. 16 – 22;
6. Александр Сергеевич Козлов, Павел Сергеевич Чижов, Вера Александровна Филичкина, Михаил Николаевич Филиппов. Определение минерального состава медных руд рентгеновскими методами. // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2021. Том 87 № 10. С. 5 – 11. DOI: 10.26896/1028-6861-2021-87-10-5-11;
7. Шпер В.Л. Что такое р-значение, и почему вокруг него столько шума? // Контроль Качества Продукции. 2021. №3. С. 37–43;
8. Adler Yu.P., Polkhovskaya T.M., Filichkina V.A., Shper V.L. Assessing the Role of Distributions and Control Charts in Metrology. // Newest Updates in Physical Science Research Vol. 2 Chapter 2 DOI: 10.9734/bpi/nupsr/v2/7196D;
9. Шереметьева С.А., Шпер В.Л. Контроль качества процесса поставок с помощью методов статистического управления процессами. // Контроль Качества Продукции. 2021. №4. С. 39–48;

10. Shper V., Gracheva A. Simple Shewhart Control Charts: Are They Really So Simple? // International Journal of Industrial and Operations Research: IJIOR-4-010. DOI: 10.35840/2633-8947/6510;
11. Шпер В.Л. Размышления о будущем консультантов и консалтинга. // Контроль Качества Производства. 2021. №12. С. 38-40.

**Контактная информация**

**Филичкина Вера Александровна, заведующая кафедрой**

**8 (495) 638-46-60;**

**8 (495) 955-00-02.**

**[filichkina.va@misis.ru](mailto:filichkina.va@misis.ru)**