

ВІДГУК

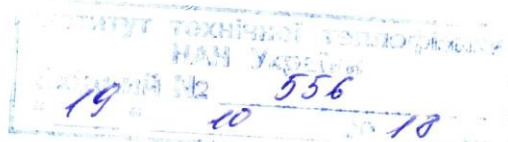
офіційного опонента, професора кафедри метрології, стандартизації та сертифікації
Національного університету «Львівська політехніка»,
доктора технічних наук, професора Н.Є. Гоц
на дисертаційну роботу Л.Й. Воробйова
«НАУКОВО-ПРАКТИЧНІ ЗАСАДИ КОНДУКТИВНОЇ КАЛОРИМЕТРІЇ»,
що подана на здобуття наукового ступеня доктора технічних наук за спеціальністю
05.11.04 «Прилади та методи вимірювання теплових величин» (152 – метрологія та
інформаційно-вимірювальна техніка).

Актуальність теми. Як відомо, калориметрія - це сукупність методів вимірювання кількості теплоти, що виділяється або поглинається при протіканні різних фізичних або хімічних процесів. Методами калориметрії визначають теплоємність індивідуальних речовин та фізико-хімічних систем, теплоти фазових переходів, теплові ефекти хімічних реакцій, розчинення, змочування, сорбції, радіоактивного розпаду та ін. Дані калориметрії використовують для розрахунку термодинамічних властивостей речовин, складання теплових балансів технологічних процесів, розрахунку хімічної рівноваги, встановлення зв'язку між термодинамічними характеристиками речовин та їх властивостями, будовою, стійкістю, реакційною здатністю. Калориметрія застосовується також для вивчення кінетики та визначення ентальпій повільних процесів розчинення, змішування, гелеутворення тощо. Наведений перелік завдань калориметрії демонструє її широке застосування як у наукових дослідженнях, так і вирішенні задач створення нових технологій, матеріалів, речовин, а також контролю якості різноманітної продукції. Особливо актуальними є завдання, що виникають при дослідженнях нових нетрадиційних видів палива, створенні нових і вдосконаленні відомих технологій теплової обробки речовин - наприклад, сушінні сировини для паливних гранул та брикетів, а також для харчової і фармацевтичної промисловості.

З огляду на наведене вище, розроблення нових методів калориметрії та нових, удосконалених приладів та систем є актуальним і доцільним як в суто теоретичному аспекті для розуміння природи фізичних процесів у матеріалах, так і в практичному аспекті для раціоналізації використання енергоносіїв та ресурсозбереження. Важливим моментом при створенні нових засобів калориметрії є забезпечення їх високих метрологічних характеристик. Саме вирішенню вказаної проблеми присвячена дисертаційна робота Л.Й. Воробйова.

Дисертаційна робота Л.Й. Воробйова виконана у рамках пріоритетних напрямів розвитку науки і техніки України, зокрема, за науковим напрямом роботи ІТТФ НАН України «Теорія вимірювання теплових величин та створення нових теплофізичних приладів і систем» та при виконанні низки програм, тем і наукових проектів. Метою роботи є розвиток теорії, розроблення та вдосконалення методів і приладів кондуктивної калориметрії на базі термоелектричних перетворювачів теплового потоку виду допоміжної стінки.

Наукова новизна отриманих результатів. До основних наукових здобутків необхідно віднести:



1. Вперше розроблено метод квазидиференціальної калориметрії, який забезпечує компенсацію складових похибки, викликаних зовнішніми збуреннями, і разом з цим дає змогу зменшити масо-габаритні характеристики засобів калориметрії у порівнянні з диференціальними калориметрами.

2. Вперше запропоновано та обґрунтовано метод мультиреферентної квазидиференціальної калориметрії, який надає можливість компенсації динамічних складових похибки в кондуктивних калориметрах зі складною конфігурацією комірок та реакційних посудів.

3. Розвинуто метод динамічного вимірювання імпульсного тепловиділення шляхом екстраполяції вихідного сигналу калориметра в регулярному режимі на підставі регресійного аналізу результатів вимірювання і розрахунку повного тепловиділення як суми інтегрального значення сигналу в іррегулярному режимі та обчисленої за результатами екстраполяції складової тепловиділення у регулярному режимі, що дає можливість зменшити тривалість вимірювання.

4. Розвинута теорія розрахунку характеристик перетворювачів теплового потоку, на підставі чого теоретично обґрунтована залежність чутливості перетворювачів від товщини та теплофізичних властивостей їх поверхневих шарів.

5. Вперше реалізовано метод одночасного визначення тепловиділення та теплопровідності під час гідратації цементу, що дає змогу в одному досліді виміряти теплофізичні властивості бетонних та цементних сумішей для моделювання процесу гідратації та забезпечення високої якості монолітних бетонних конструкцій.

6. Розвинуто метод сканувальної калориметрії для одночасного визначення теплоємності декількох зразків матеріалів шляхом покрокового сканування з неперервним порівнянням з еталонним зразком, що надає можливість зменшення впливу зовнішніх збурень та виключає необхідність точного відтворення графіку змінень температури.

7. Розвинуто метод синхронного теплового аналізу для визначення теплоти випаровування рідин, який відрізняється врахуванням поправок на неідентичність умов теплообміну робочої комірки та комірки-референта внаслідок випаровування з поверхні зразка, що забезпечує зменшення похибки вимірювання.

8. Запропоновано та обґрунтовано метод вимірювання температури теплоносія з введенням поправок, які враховують вплив дії теплового потоку крізь стінку трубопроводу з попередньо невідомим тепловим опором стінки, що дає можливість вимірювати температуру теплоносія та інтегральні тепловтрати на ділянці теплотраси за допомогою накладних перетворювачів.

Практичне значення отриманих результатів полягає у створенні та дослідженні різноманітних калориметричних засобів вимірювання, розробці методик та нормативної бази вимірювань, зокрема:

- вперше в Україні створено, метрологічно атестовано та впроваджено на декількох підприємствах країни автоматизований бомбовий калориметр КТС-4 для визначення теплоти згоряння з похибкою вимірювання $\pm 0,1\%$, що відповідає сучасному світовому рівню;

- розроблено принцип дії, структуру та реалізовано прилад для одночасного визначення теплопровідності та тепловиділення в процесі гідратації кількох зразків бетонних та цементних сумішей, що дозволяє скоротити трудовитрати та тривалість досліджень;

- розроблено структуру, реалізовано та метрологічно атестовано багатокоміркову калориметричну систему для визначення теплоємності методом покрокового сканування, яка використовується для досліджень нових матеріалів для ракетно-космічної техніки;

- створені системи прецизійного вимірювання температури теплоносія та розроблені методики їх застосування, що надає можливість визначення інтегральних тепловтрат на ділянках теплотраси без відключення споживачів;

- розроблено принцип дії, структуру та реалізовано вимірювальну систему для визначення теплоти випаровування рідин, із застосуванням якої досліджено низку різноманітних речовин неоднорідної структури, що дало змогу отримати вихідну інформацію для вдосконалення технологічних режимів їх сушіння;

- запропоновано біспіральні перетворювачі теплового потоку з гальванічним нанесенням нікелю на половину витка дрових спіралей з хромелю та з алюмелю для застосування у жорстких умовах експлуатації – за підвищеної температури та ядерного випромінювання;

- запропоновано методику оцінювання складової похибки вимірювання, яка викликана нерівномірністю просторової чутливості перетворювача та розглянуто приклад розрахунку на підставі моделювання розподілу теплового поля;

- гармонізовано низку міжнародних стандартів у галузі приладобудування для геліоенергетики та визначення теплоємності матеріалів;

- створена низка калориметричних засобів для вимірювання радіаційної складової теплового потоку при пожежних випробуваннях, визначення терморадіаційних коефіцієнтів поверхонь та інсоляції.

Використання результатів роботи підтверджено 13 актами впровадження та застосування результатів досліджень на різних підприємствах України.

Обґрунтованість наукових положень, висновків і рекомендацій .

Основні наукові результати автора достатньо мірою обґрунтовані. Їх достовірність не викликає сумнівів, оскільки результати аналітичних досліджень отримані з використанням фізичних і математичних моделей теплообміну в калориметричних системах та підтверджені експериментально. Автором дисертації чітко окреслена мета роботи і логічно побудовані завдання дослідження та шляхи їх виконання. Достовірність практичної частини дисертації підтверджена відповідними актами.

Апробація основних наукових положень та прикладних аспектів роботи проведена на 25 міжнародних та українських науково-технічних конференціях.

За темою дисертаційної роботи автором опубліковано 50 наукових праць, серед яких 25 статей у фахових виданнях України, серед яких 9 - у виданнях, що включені до міжнародних наукометричних баз даних, а також 2 статті у закордонних періодичних фахових виданнях; 7 патентів України на винахід.

Структура та зміст дисертації

Дисертація складається з анотацій, вступу, п'яти розділів, висновків, списку використаних джерел з 378 найменувань, додатків та включає 296 сторінок основного тексту, 121 рисуноків і 18 таблиць.

В анотації наведено узагальнений короткий виклад основного змісту роботи та представлені основні результати дослідження. Наведено список публікацій здобувача за темою дисертації.

У вступі розкрито актуальність роботи, сформульовано мету і завдання дослідження, наведено наукову новизну і практичне значення роботи, вказано зв'язок з науковими програмами, темами, планами, зазначено особистий внесок здобувача, відомості щодо апробації та структури роботи.

У першому розділі наведений огляд методів та засобів для калориметричних вимірювань. Представлені загальні відомості про калориметричні вимірювання та класифікація калориметрів за тепловими режимами та принципом дії (методом вимірювання); розглянуті перетворювачі (сенсори) кондуктивних калориметричних систем та наведені приклади реалізації калориметричних приладів; стисло розглянуті методи моделювання калориметричних систем. Сформульовані завдання удосконалення методів та вимірювальних засобів кондуктивної калориметрії.

У другому розділі, який на думку рецензента є ключовим, сформовано теоретичну і методологічну базу удосконалення засобів калориметричних вимірювань. Розглянута узагальнена модель однокоміркового кондуктивного калориметра та модель диференціального калориметра та проаналізовано умови, за яких в диференціальному калориметрі компенсується вплив зовнішніх збурень. Запропонована структура квазидиференціального кондуктивного калориметру зі складеним імітатором та проведено моделювання теплових процесів у такому приладі методом електротеплової аналогії. Обґрунтований метод мультиреферентної квазидиференціальної калориметрії і показані його переваги. Розглянута активна адіабатна торцева теплоізоляція, яка забезпечує зменшення неконтрольованих тепловтрат. Запропонований метод динамічного вимірювання імпульсного тепловиділення, який дає можливість зменшити тривалість підготовки та вимірювання та із застосуванням методу Монте-Карло дослідженні можливі значення додаткової похибки, що виникає при застосуванні цього методу.

У третьому розділі розглянуті метод уточненого розрахунку основних характеристик батарейних перетворювачів теплового потоку з гальванічним нанесенням термоелектродного матеріалу - чутливості та теплового опору, а також особливості розроблених конструкцій перетворювачів, які застосовуються у кондуктивних калориметрах та технології їх виготовлення.

Для застосування у жорстких умовах експлуатації (за підвищеної температури та ядерного випромінення) обґрунтовано використання перетворювачів з двох дрових спіралей з хромелю та алюмелю із гальванічним нанесенням на них нікелевого покриття.

Запропоновано методику оцінювання складової похибки вимірювання, викликаній нерівномірністю просторової чутливості перетворювача та розглянуто приклад розрахунку на підставі моделювання розподілу теплового поля.

У четвертому розділі розглянуті створені вимірювальні засоби для визначення властивостей речовин та матеріалів - теплоти згоряння, теплоти випаровування та гідратації, теплоємності. Описані принципи роботи та обґрунтовані метрологічні характеристики цих приладів. Наведені результати деяких досліджень речовин, виконаних із застосуванням створених приладів.

У п'ятому розділі розглянуто створені із застосуванням запропонованих методів калориметричні засоби для визначення параметрів досліджуваних процесів при теплообміні випроміненням та за передавання теплової енергії у тепломережах. Ці прилади призначені для експлуатації у натурних умовах і мають або відкриті калориметричні комірки у вигляді моделі абсолютно чорного тіла, або відкриті комірки, які сприймають енергію, що надходить із зовнішнього середовища або контрольованого

об'єкту. Розглянуті також методики вимірювань параметрів процесів та властивостей досліджуваних об'єктів.

Наведена інформація про ефективність застосування запропонованих методів та розглянуті основні тенденції подальшого розвитку калориметрії.

У висновках по дисертаційній роботі наведено основні результати проведених досліджень. **Додатки** містять перелік опублікованих робіт, акти впровадження та протоколи досліджень.

В цілому, дисертація Л.Й. Воробйова характеризується завершеністю, вдалою структурою і логічною послідовністю викладення матеріалу. Висновки у розділах, а також загальні висновки відповідають отриманим у дисертації науковим і практичним результатам.

Зміст автореферату й основних положень дисертації ідентичні. Дисертація й автореферат цілком відповідають паспорту спеціальності 05.11.04 – прилади та методи вимірювання теплових величин.

Зауваження до тексту дисертації

1. Недостатньо переконливо обґрунтований перехід від передаточної блок-схеми моделі калориметричної системи на рис. 2.2 до спрощеної блок-схеми на рис. 2.3. Зі схеми вилучено кілька ланок, зокрема, контур термостабілізації зі зворотнім зв'язком, а для пояснення цього вказано лише «характеристики системи ... вибирають такими, щоб ... збурення помітно не впливали на температуру масивного блоку».

2. У пункті 2.3 наведені дві можливі конструкції імітаторів, які розміщуються у компенсаційних комірках, але не обґрунтовано, чому вони мають саме таку конструкцію, і чому можуть виконувати функцію компенсації.

3. При розгляді у п.3.7 методики оцінювання складової похибки вимірювання, що викликана нерівномірністю просторової чутливості перетворювача, наведені результати моделювання температурного поля у багатошаровій пластині, але відсутня будь-яка інформація про те до якого приладу така конструкція відноситься, чому вибрані саме такі варіанти розподілу теплового потоку на поверхні пластини?

4. Як вказано у п.4.1.4, тривалість режиму інтегрування в калориметрі КТС-4 встановлена програмно і становить 0,5 години, але цього недостатньо для повного завершення перехідного процесу. Не наведено ні відповідних експериментальних або розрахункових даних. Чому встановлено саме 30 хвилин, яку похибку це викликає?

5. При аналізі складових похибки калориметру КТС-4 наведені оцінки числових значень цих складових, але у багатьох випадках відсутні пояснення того, яким чином вони отримані.

6. В дисертації вказано, що «Кожен зі зразків калориметру згоряння КТС-4 проходить метрологічну атестацію та повірки за затвердженою методикою в ДП «Укрметртестстандарт»», але немає посилань на відповідну методику. Також на сьогоднішній день поняття «метрологічна атестація» в українському законодавстві відсутнє. Чи існує методика калібрування для приладів цього типу?

7. У тексті дисертації та авторефераті зустрічаються деякі помилки, неоднозначні та занадто ускладнені фрази, не до всіх формул надані необхідні пояснення позначень.

Висновок

Наведені зауваження та побажання не впливають на загальне позитивне враження від представленої дисертаційної роботи Воробйова Л.Й., яка є завершеною науковою працею, що містить отримані особисто здобувачем нові наукові та практичні результати. В роботі вирішено науково-практичну проблему, що полягає у розвитку методів кондуктивної калориметрії, засад побудови, розроблення та практичного застосування кондуктивних калориметричних систем та засобів вимірювання з покращеними експлуатаційними та метрологічними характеристиками засобів визначення, призначених для дослідження теплофізичних властивостей речовин та параметрів процесів.

Необхідно відзначити практичну цінність результатів дисертаційної роботи та впровадження результатів наукових досліджень, проведених автором.

Сформовані у дисертації Воробйова Л.Й. положення, результати досліджень, висновки та рекомендації відображені у опублікованих монографіях та статтях, що опубліковані у фахових та індексованих виданнях, а також доповідались на міжнародних науково-технічних конференціях.

Дисертаційна робота Л.Й. Воробйова відповідає вимогам паспорту наукової спеціальності 05.11.04 - прилади та методи вимірювання теплових величин (152 – метрологія та інформаційно-вимірювальна техніка).

На підставі проведеного аналізу дисертаційної роботи Воробйова Л.Й. «Науково-практичні засади кондуктивної калориметрії» можна зробити висновок про те, що за актуальністю вирішеної науково-прикладної проблеми, отриманими науковими результатами і практичною цінністю роботи, вона відповідає вимогам пунктів 9, 10, 12, 13 «Порядку присудження наукових ступенів», затвердженого постановою Кабінету Міністрів України №567 від 24.07.2013р., зі змінами, затвердженими постановою №656 від 19.08.2015р., а її автор, Воробйов Л.Й., заслуговує на присудження наукового ступеня доктора технічних наук за спеціальністю. 05.11.04 - прилади та методи вимірювання теплових величин (152 – метрологія та інформаційно-вимірювальна техніка).

Офіційний опонент

професор кафедри метрології,
стандартизації та сертифікації
Національного університету
«Львівська політехніка» МОН України,
доктор технічних наук, професор

Гоц Н. Є.

Підпис Гоц Н.Є. засвідчую:
Вчений секретар
Національного університету
«Львівська політехніка»,
кандидат технічних наук, доцент



Р. Б. Брилинський