

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертацию

Цивильского Ильи Владимировича

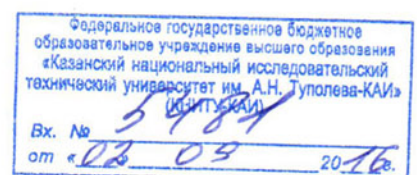
«Улучшение метрологических характеристик атомно-абсорбционного метода контроля состава веществ путем оптимизации параметров атомизаторов на основе трехмерного моделирования»,

представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.11.13 – «Приборы и методы контроля природной среды, веществ, материалов и изделий»

Диссертационная работа Цивильского И.В. посвящена улучшению метрологических характеристик атомно-абсорбционного метода контроля состава веществ и материалов.

Актуальность темы обусловлена тем, что на результаты атомно-абсорбционного определения элементного состава веществ и материалов оказывает воздействие целый ряд эффектов, вызванных возникающими в процессе электротермической атомизации пространственно-временными неоднородностями термодинамических физических величин (температура, плотность газа) и атомно-молекулярных паров. Устранение возникающих погрешностей возможно либо за счет применения химических модификаторов (что усложняет процесс пробоподготовки и увеличивает длительность анализа), либо за счет изменения режимов работы и конструкции спектрометра, включая электротермический атомизатор, осветительную и приемно-регистрирующую систему. Традиционно используемый при модернизации спектроаналитического оборудования эмпирический подход малоэффективен и длителен ввиду труднопредсказуемого совместного влияния физико-химических факторов на результат измерения атомной абсорбции.

Одним из методов решения перечисленных проблем является применение математического моделирования для учета влияния геометрии, газофазных реакций и динамики температур внутри атомизатора на результирующий сигнал атомной абсорбции. Варьируя параметры спектроаналитического прибора в его трехмерной математической модели, можно добиться большей однородности пространственного распределения поглощающих атомных слоев и, следовательно, снижения погрешностей анализа.



Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения, списка используемой литературы (96 источников) и 3 приложений. Общий объем диссертации 142 страницы, включая 50 рисунков и 2 таблицы.

Цель диссертации – улучшить аналитические и метрологические характеристики приборов атомно-абсорбционной спектроскопии путем модернизации их конструкции.

Для достижения поставленной цели в диссертации решены следующие задачи:

1. Разработаны верифицированные полные математические модели процессов, протекающих в электротермических атомизаторах, серийно используемых в атомно-абсорбционных спектрометрах (графитовые атомизаторы с продольным и поперечным нагревом), а также в новом двустадийном тигельно-спиральном атомизаторе.

2. Для любого исследуемого вещества, режима нагрева атомизатора и особенностей осветительной системы разработан алгоритм и проведены серии расчетов сигналов атомной абсорбции в двух режимах детектирования: пространственно разрешенном и пространственно интегрированном.

3. Разработаны практические рекомендации по модернизации конструкции тигельно-спирального атомизатора и осветительной системы спектрофотометра для повышения воспроизводимости и чувствительности анализа.

Достоверность научных положений, выводов и рекомендаций обусловлена:

- полнотой анализа современных математических моделей электротермических атомизаторов;
- обоснованностью подходов к моделированию исследуемой системы, корректной постановкой начально-краевых условий;
- количественным сопоставлением полученных в результате моделирования: температуры стенок атомизатора, температуры в газовой фазе, а также пространственных распределений концентрации атомов и молекул с известными экспериментальными данными;
- использованием в экспериментальных исследованиях сертифицированного оборудования, прошедшего метрологическую проверку и внесенного в госреестр средств измерений;
- публикацией основных результатов работы в центральных российских и международных изданиях;

Научная новизна работы определяется следующим:

1. Разработана трехмерная нестационарная математическая модель электротермических атомизаторов (одностадийных и двустадийного), учитывающая совместное влияние физико-химических процессов нагрева графита, газа и терморазложения исследуемого вещества на формирование поглощающих атомных слоев внутри атомизатора и детектирование атомной абсорбции.

2. Количественно подтверждено влияние наличия кольцевой платформы в атомизаторе с продольным нагревом (испаритель Varian ETV) на скорость и температуру газа в пристеночной и осевой областях.

3. В серийном атомизаторе с поперечным нагревом обнаружен эффект реверсивного течения газа через дозировочное отверстие, негативно влияющий на метрологические свойства спектрометра (снижение пикового сигнала атомной абсорбции для элементов с различным механизмом атомизации).

4. Проведено улучшение конструкции двустадийного тигельно-спирального атомизатора: замена формы дна тигля испарителя с плоской на коническую существенно увеличила эффективность транспортировки атомов к спиральному атомизатору, а оптимизация расстояния между ними и скорости течения защитного газа позволило повысить эффективность осаждения атомов на спираль до теоретического предела.

5. Оптимизировано положение пучка детектирующего излучения осветительной системы для тигельно-спирального атомизатора: центр пучка сдвинут таким образом, чтобы проходить через область максимальной пространственной однородности атомного пара при атомизации со спирали. При этом значительно повышена чувствительность анализа.

Научная и практическая значимость результатов исследования.

Автором впервые разработана математическая модель, одновременно учитывающая все известные факторы, влияющие на точность анализа. Предложенная математическая модель универсальна, и при задании определенной трехмерной геометрии реальной системы, макроскопических начальных и граничных условий, химического состава и механизма терморазложения исследуемого вещества, пучка резонансного излучения, а также типа оптического детектора, применима для моделирования любого электротермического атомизатора. Модель позволяет проводить тонкую настройку конструкции и режимов работы атомизаторов.

По результатам, полученным с помощью разработанной модели, предложен ряд технических решений по модернизации конструкции и условий работы тигельно-спирального атомизатора. Перечень критериев оптимизации является полным: ламинарный режим течения газа при обтекании тигельного испарителя и спирального атомизатора; максимальная эффективность конденсации (осаждения) атомов из тигля на спиральный атомизатор; высокая пространственная однородность концентрации атомов в сечении пучка осветительной системы.

В результате, для атомно-абсорбционного спектрометра, оснащенного модифицированным (оптимизированным) вариантом двустадийного тигельно-спирального атомизатора со стандартным пространственно-интегрирующим детектором излучения (фотоэлектронный умножитель) достигнуты следующие улучшения его аналитических и метрологических характеристик: на 12 % снижены потери атомов исследуемого вещества на этапе осаждения из тигельного испарителя на спираль; стабилизированы условия атомизации; повышена воспроизводимость результатов анализа за счет детектирования в области максимальной пространственной однородности атомного пара; на 12,5 % повышена чувствительность анализа.

Модифицированный тигельно-спиральный атомизатор внедрен в качестве блока атомизации в универсальный спектрометрический комплекс «Униспек-200» (ООО «Наноспек»), а данный спектрометр внесен в госреестр средств измерений, о чем имеются соответствующие акты.

Разработанная математическая модель, использующая программный комплекс ANSYS FLUENT, может быть рекомендована для исследования и улучшения характеристик систем атомно-абсорбционного контроля состава веществ.

Апробация результатов.

Основные результаты диссертационной работы опубликованы автором в 18 трудах, из них 8 статей в рецензируемых журналах, рекомендуемых ВАК РФ (4 статьи из международных реферативных баз Scopus и Web of Science, а также 8 статей РИНЦ) и 10 тезисов докладов на российских и международных конференциях. Опубликованные работы в полной мере отражают основное содержание диссертации.

Соответствие специальности.

Диссертационная работа соответствует специальности 05.11.13 «Приборы и методы контроля среды, веществ, материалов и изделий» по следующим пунктам: Разработка и оптимизация методов расчета и проектирования элементов, средств, приборов и систем аналитического и неразрушающего контроля с учетом особенностей объектов контроля (п.2 паспорта специальности); Разработка, внедрение и испытание приборов, средств и систем контроля природной среды, веществ, материалов и изделий, имеющих лучшие характеристики по сравнению с прототипами (п. 3 паспорта специальности).

Замечания по диссертации и автореферату.

1. При описании эффекта реверсивного течения газа через дозировочное отверстие следует указать соответствующее значение числа Рейнольдса для оценки режима течения. То же самое касается и картины обтекания двустадийного тигельно-спирального атомизатора.

2. В работе указана частота смены направления течения газа через дозировочное отверстие – около 10 Гц. Меняется ли это значение при изменении шага по времени в процессе решения?

3. В графике зависимости эффективности конденсации атомов на спиральный атомизатор расстояние между тиглем и спиралью выражено безразмерной величиной, а объемный расход аргона – в л/мин. Желательно также выразить расход аргона безразмерной величиной, например, указать характерные пределы чисел Рейнольдса.

4. Недостаточно строго обосновано применение уравнений Навье-Стокса для моделирования электрического тока (обычно они используются для расчетов течения проводящих жидкостей). Следует подробнее пояснить аналогии между газодинамическими и электродинамическими величинами. Учитывалось ли изменение удельного сопротивления графита при расчете плотности тока в атомизаторе с поперечным нагревом?

5. С чем связано различие графиков атомной абсорбции (рис. 30, стр. 82 диссертации), полученных в эксперименте и в результате моделирования, на этапе спада абсорбционности (рассчитанная зависимость спадает медленнее)?

Перечисленные замечания, тем не менее, не снижают значимости работы и не влияют на ее научные результаты – диссертация является законченным научно-исследовательским трудом, выполненном на высоком

уровне. Стиль изложения и качество оформления соответствуют принятым требованиям. Автореферат соответствует содержанию диссертации.

Заключение.

Диссертация Цивильского И.В. представляет собой законченную научно-квалификационную работу в области совершенствования приборов и метода электротермической атомно-абсорбционной спектрометрии. Результаты исследований получены впервые, достоверны, а выводы – обоснованы. Работа представляет как научный, так и практический интерес – результаты могут быть использованы в аналитических лабораториях для модификации блока атомизации существующих атомно-абсорбционных спектрометров.

По объему, качеству и новизне представленная диссертационная работа полностью соответствует п. 7 Положения ВАК РФ, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор, Цивильский Илья Владимирович, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.11.13 «Приборы и методы контроля среды, веществ, материалов и изделий».

Заместитель директора по научной работе,
заведующий лабораторией физических
основ энергетических технологий ФГБУН
«Институт теплофизики им. С.С.
Кутателадзе» СО РАН, доктор физико-
математических наук, профессор, член-
корреспондент РАН



Маркович Дмитрий Маркович

630090, г. Новосибирск,
ул. Академика Лаврентьева, д. 1.
Тел.: + 7 (383) 330-90-40
Email: dmark@itp.nsc.ru



СВЕДЕНИЯ ОБ ОФИЦИАЛЬНОМ ОППОНЕНТЕ

по диссертации Цивильского Ильи Владимировича
 «Улучшение метрологических характеристик атомно-абсорбционного
 метода контроля состава веществ путем оптимизации параметров
 атомизаторов на основе трехмерного моделирования»
 по специальности 05.11.13 – «Приборы и методы контроля природной
 среды, веществ, материалов и изделий»

Фамилия, имя, отчество	Ученая степень, ученое звание	Сведения о работе	
		Полное название организации, почтовый адрес (индекс, город, улица, дом), телефон, адрес электронной почты	Должность с указанием структурного подразделения
Маркович Дмитрий Маркович	Доктор физико- математических наук, профессор	ФГБУН «Институт теплофизики им. С.С. Кутателадзе» Сибирского отделения РАН, 630090, г. Новосибирск, ул. Академика Лаврентьева, д. 1, + 7 (383) 330-90-40, dmark@itp.nsc.ru	Заведующий лабораторией физических основ энергетических технологий, отдел теплоэнергетики
№, п/п	Список основных публикаций по теме диссертации за последние 5 лет (но не более 15)		
1	Бильский А.В., Ложкин Ю.А., Маркович Д.М., Небучинов А.С. Комбинация методов PIV и PLIF для изучения конвективного теплопереноса. Тепловые процессы в технике. 2015. № 9. С. 388-396.		
2	Шестаков М.В., Токарев М.П., Маркович Д.М. Визуализация эволюции и взаимодействия вихревых структур в квази-двумерной турбулентной струе. Современная наука: исследования, идеи, результаты, технологии. 2015. № 1 (16). С. 211-216.		
3	Ложкин Ю.А., Маркович Д.М. Исследование динамики капель в осесимметричной воздушной струе методами PIV/PTV/PI. XI Всероссийский съезд по фундаментальным проблемам теоретической и прикладной механики сборник докладов. 2015. С. 2343-2345.		

4	Гусаков А.А., Митяков В.Ю., Митяков А.В., Сапожников С.З., Маркович Д.М., Небучинов А.С. PIV-диагностика и градиентная теплотметрия в исследовании поперечного обтекания цилиндра. Тепловые процессы в технике. 2015. № 8. С. 343-349.
5	Чиннов Е.А., Роньшин Ф.В., Гузанов В.В., Маркович Д.М., Кабов О.А. Двухфазное течение в горизонтальном прямоугольном микроканале. Теплофизика высоких температур. 2014. Т. 52. № 5. С. 710.
6	Ложкин Ю.А., Маркович Д.М., Пахомов М.А., Терехов В.И. Исследование структуры полидисперсной изотермической газокапельной струи на начальном участке. эксперимент и численное моделирование. Теплофизика и аэромеханика. 2014. Т. 21. № 3. С. 309-324.
7	Dulin V.M., Markovich D.M., Minakov A.V., Hanjalic K., Chikishev L.M. Experimental and numerical simulation for swirl flow in a combustor. Thermal Engineering. 2013. Т. 60. № 13. С. 990-997.
8	Алексеевко С.В., Маркович Д.М., Дулин В.М., Чикишев Л.М. Исследование прецессии вихревого ядра в камерах сгорания. Теплофизика и аэромеханика. 2013. Т. 20. № 6. С. 695-704.
9	Бильский А.В., Гобызов О.А., Корнилов В.И., Маркович Д.М. Исследование влияния вдува воздуха в турбулентный пограничный слой методом цифровой трассерной визуализации. Вестник Новосибирского государственного университета. Серия: Физика. 2013. Т. 8. № 2. С. 79-85.

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



Handwritten signature in blue ink.

Ю.К. Евдокимов

Ученый секретарь
диссертационного совета,
к.т.н.

Handwritten signature in blue ink.

Е.С. Денисов