

ОТЗЫВ
на диссертационную работу Крапивницкой Татьяны Олеговны
«Энергоэффективный экологический безопасный процесс переработки торфа
микроволновым излучением»,
выполненной на соискание ученой степени кандидата технических наук
по специальности 2.6.13. «Процессы и аппараты химических технологий»

На отзыв, как и положено, представлена сама диссертационная работа, выполненная на 143 листах формата А4 и автореферат на 24 листах того же формата. Структура содержания обеих работ традиционная, диссертация включает 5 глав основного текста, список литературы и 2 приложения. Тексты обеих работ написаны грамотным техническим языком, сбалансированы с формулами, таблицами, фотографиями и графиками. Список обозначений позволяет легко ориентироваться в приведенных формулах и их описании.

Анализ материалов я обычно начинаю с литературных источников и, прежде всего, их современности. Из их числа, включающего 143 наименования, 91 современные, т.е. опубликованные в XXI веке, в том числе, 26 зарубежные, 33 статьи (включая патенты и тезисы, в том числе, зарубежные) опубликованы в соавторстве самим соискателем ученой степени. В то же самое время есть ссылки на базовые фундаментальные работы (монографии, статьи, авторские свидетельства), связанные с традиционными методами переработки торфа, причем самый старый из источников датирован 1926 годом (№14).

Вполне объективно и грамотно автор обосновывает актуальность исследований. Россия имеет почти треть мировых запасов торфа, но из-за большого внимания к углеводородному сырью (нефть и газ), которого в России тоже хватает, и на него имеется спрос на мировом и отечественном рынках, интерес к торфу, его добыче и переработке как энергоносителю незаслуженно занижается.

Одной из причин такого забвения являются традиционные термические методы переработки торфа в промышленных реакторах пиролиза, которые не отвечают современным требованиям как по экономическим затратам, так и по возникающим экологическим проблемам.

Автор правильно считает необходимым опираться на новые прорывные технологии, самой перспективной из которых он видит в использовании СВЧ-генераторов в самом реакторе, и тут же обозначает проблему ограниченности их мощности, а значит и производительности по переработке торфа.

Четко доказывается соответствие паспорту специальности 2.6.13. Это видно уже из названий разделов, представленных в оглавлении, и проходит в терминологии всех пяти глав диссертации и названиях статей и патентов, опубликованных автором.

В соответствие с вышеназванной проблемой ограниченности мощности промышленных СВЧ-генераторов обозначена цель работы, направленная на повышение мощности излучения и производительности.

Задачи для достижения поставленной цели автор видит в:

- разработке математической модели с проведением расчетов полей температур и химических превращений под действием высокочастотного электромагнитного поля;
- анализе физико-химических процессов и установлении особенностей при эффективной переработке торфа в процессе микроволнового пиролиза;
- создании опытных и лабораторных СВЧ-установок и оптимизации их конструкции;
- обосновании возможностей масштабирования разработанных лабораторных СВЧ-реакторов пиролиза торфа.

Сильно для кандидатской диссертации представлена научная новизна:

- система уравнений Максвелла для высокочастотных полей, энергии кинетики, химической реакции по Аррениусу и теплопроводности позволили автору рассчитывать технологические параметры продуктов переработки торфа в СВЧ-реакторе;
- существенные различия в составе газа жидкостных фракций под воздействием СВЧ-полей по сравнению с традиционным термическим методом пиролиза;
- получение методом переработки торфяной массы нового ценного сорбционного материала.

В разделе теоретической значимости соискатель связывает научную новизну с возможностями теоретического анализа и численного моделирования физико-химического процесса переработки разных органических материалов с использованием СВЧ-генераторов, что позволяет оптимизировать технологические параметры СВЧ-пиролиза и, по сути, развивать новое направление перехода от традиционного термического пиролиза к СВЧ-пиролизу.

Несомненно важна и практическая значимость проведенных исследований, касающихся разработанного прототипа промышленного микроволнового комплекса для переработки торфа и сделанных на основании проведенных экспериментов лабораторных СВЧ-реакторов (стр. 8). Два патента на изобретение тому подтверждение.

Кроме того, автор правильно связывает новизну с перспективой получения нефтепоглощающих углеродных сорбентов.

Есть справка об использовании результатов диссертационной работы и ее выполнение по гранту.

Раздел методологии и методов исследований записан слишком обще. Какие приборы использовались, тоже касается программных средств ЭВМ, классов точности, воспроизводимости в параллельных опытах, адекватности математических моделей и оценки корреляционной связи? Хорошо, что частично эти вопросы снимаются после рассмотрения материалов основных глав диссертации.

Положения, выносимые на защиту, в полной мере подтверждают достижение цели и решение поставленных задач. Здесь, правда, можно было бы качественные

преимущества усилить численными параметрами, как это сделано в п. 3 (стр. 9). Насколько усилилась мощность излучения и скорость нагрева (п. 1); какая стала пористость и сорбционная емкость? Повторяю, все это есть в описании основных глав диссертации и в выводах.

Степень достоверности и апробация результатов работы. По первой фразе тоже замечание, что и сделано для раздела «Методологии...». А вот апробация выглядит весомо. Здесь несколько международных конференций высокого ранга (Япония, Франция, Китай, Украина), а также международных и всероссийских конференций в России (Москва, Санкт-Петербург, Томск, Нижний Новгород). Также весомо выглядит список публикаций: 9 статей ВАКовского уровня и индексируемых в зарубежных базах данных, 2 патента на изобретения, 4 статьи в базе РИНЦ, 18 опубликованных работ в материалах конференций.

Перехожу к анализу материалов основных глав диссертационной работы.

Хорошо систематизирован материал первой главы диссертации. Описаны существующие традиционные методы переработки торфа с акцентом на термический пиролиз (раздел 1.3), температурную классификацию его проведения и получения продуктов (стр. 23), а также скорость подвода тепловой энергии с образованием твердой, жидкой и газовой фракций. Делается вывод о преимуществе быстрого пиролиза (чистота продуктов, доля газовой фракции, низкая молекулярная масса). Особые преимущества автор видит здесь в так называемом шок-пиролизе и возможностях применения катализаторов (стр. 24), которые позволяют снизить максимальные температуры. Здесь же автор говорит, что СВЧ- поля воздействуют на пиролиз аналогично катализатору, снижая максимальные температуры пиролиза. Но ничего не сказано, какая должна быть скорость роста температуры во времени при быстром и шок-пиролизе, а также при каталитическом пиролизе и СВЧ-пиролизе. Автор указывает на проблему каталитического пиролиза, связанную с коксованием, нейтрализация которой требует применение ингибиторов коксования (стр. 25).

Заканчивается обзор преимуществами СВЧ-переработки органического сырья, обеспечивающего на порядок выше скорость реакции для получения материалов с новыми свойствами, но имеющего основной недостаток - малую мощность генерации СВЧ.

Проведено сравнение термического и СВЧ-воздействия на органические материалы (раздел 1.4). Последнее нам известно по бытовым СВЧ-нагревателям: нагревание в объеме самого вещества за счет колебания его молекул и глобул, а не нагревание через поверхность. Соответственно, увеличивается скорость нагрева, уменьшается время обработки всего объема, снижаются энергетические и эксплуатационные затраты (стр. 27, рис. 2). Дополнительное достоинство - управление процессом упрощается.

Главная сложность, связанная с реализацией комплексов СВЧ-пиролиза: периодичность работы с СВЧ-реакторов. В то же время, подходы к решению большого числа других проблем описаны в диссертационной работе.

Пространственно-временное моделирование СВЧ-пиролиза торфа в коаксиальном резонаторе описаны во II главе. Предварительно сравниваются рабочие частотные диапазоны ВЧ-генераторов (3 - 30 МГц) и УВЧ (30 - 300 МГц). Показаны преимущества последних: при равной мощности увеличение скорости нагрева, но есть и недостаток, связанный со скин-эффектом, то есть неоднородностью поглощения СВЧ-волны. Это приводит к уменьшению глубины проникновения СВЧ-волны в вещество. Есть и другие ограничения. Соответственно для нейтрализации отрицательных эффектов при применении СВЧ-излучения используют 2 типа реакторов на бегущих и стоящих волнах.

Для реакторов на стоячих волнах используют так называемые объемные резонаторы, где величина электромагнитного поля может быть значительно увеличена. Но здесь есть свой недостаток - неоднородность нагрева материала из-за чередования максимумов и минимумов по объему обрабатываемого материала. Автор видит решение этой проблемы в создании интерференционных полей, формируемых несколькими объемными модами в многомодовых сверхразмерных резонаторах со специальной геометрией, что позволяет выравнивать интенсивность СВЧ-поля по объему обрабатываемой массы. Еще одна особенность обработки сырья возникает при СВЧ-пиролизе в результате изменения его диэлектрической проницаемости (коэффициента поглощения из-за выпаривания воды).

Записана система уравнений кинетики теплопроводности и теплового баланса совместно с уравнениями Максвелла для электромагнитного поля и электрической индукции. Автор говорит об оригинальном программном коде. Сначала проводилось численное решение в цилиндрической системе координат с симметрией по азимуту. Эффективным решением в разработанной модели является использование в методе FDTD различных шагов по времени (отличающихся на несколько порядков), которые применяются при интегрировании СВЧ-процессов в уравнениях Максвелла и тепловых процессов в уравнении теплопроводности. Описан процесс моделирования СВЧ-пиролиза коаксиального резонатора (стр. 35). Лабораторный эксперимент позволил выявить недостаток разработанного реактора на основе коаксиального резонатора для СВЧ-пиролиза торфа малого объема.

В разделе 2.2 для нивелирования этого недостатка, связанного с малой загрузкой (до 100 г), автором описывается СВЧ-реактор со сверхразмерным резонатором. Автор видит решение и в оптимизации геометрии электродинамической системы реактора, и системы ввода излучения (стр. 40). В результате, удалось минимизировать коэффициент отражения до 7%, высокая однородность распределения СВЧ-поля в перерабатываемом материале (рис. 7) соответствует центральной зоне резонатора (стр. 41 - 43). Частотные зависимости мод резонатора с разной пространственной структурой приведены на рис. 3. Появились и новые проблемы, связанные с уменьшением коэффициента поглощения перерабатываемой среды. Но и здесь удалось проблему решить, создав механическую подстройку и введение в реактор химически неактивного для СВЧ поглощающего материала (нитрида кремния).

Еще один процесс моделирования термического и СВЧ-пиролиза в кварцевом реакционном сосуде описан в разделе 2.3. Важна сама идея корректного сравнения,

наглядно демонстрирующая преимущества СВЧ-пиролиза по сравнению с типовым термическим методом.

Весьма информативны материалы III главы, посвященные экспериментальным исследованиям по низкотемпературному пиролизу торфа при воздействии СВЧ-излучения и, что важно, в сравнении с типовым термическим пиролизом. Работа проводилась на нескольких специально сконструированных стендах. Проведено сравнение скорости прогрева при одинаковой удельной мощности, определялись оптимальные режимы и состав продуктов пиролиза в газовой, жидкой и твердой фазах. Также определялись диэлектрические свойства и их изменение во времени. Исследовались теплофизические свойства торфа при разных температурах и влажности (рис. 13 и 14, 15 и 16). Экспериментально подтверждено разными методами преимущества СВЧ-пиролиза по сравнению с типовым термическим пиролизом: скорость прогрева, его равномерность по объему, возможность пиролиза при относительно низкой температуре прогрева.

Хорошо демонстрируется на рис. 21 (стр. 63) рост температуры во времени при СВЧ-обработке в лабораторном коаксиальном реакторе, сюда бы для сравнения привести аналогичный график при типовом низкотемпературном пиролизе. Особо хочется отметить эксперименты, связанные с масштабным переходом от малого СВЧ-реактора пиролиза с загрузкой порядка 0.1 кг к экспериментальному СВЧ-пиролизу в сверхразмерном реакторе (раздел 3.5) с загрузкой 1 - 3 кг, то есть на порядок большей. Задача усложнялась не только ростом массы обрабатываемого торфа, но и необходимостью высокого выхода горючих компонентов (рис. 22 - 25). Это сильная часть диссертационной работы с современной приборной базой для регулирования и управления режимами работы и анализом продуктов реакции. Сводная таблица 2 (стр. 69) наглядно демонстрирует преимущества СВЧ-реактора пиролиза по сравнению с типовым термическим пиролизом. При одинаковой удельной мощности нагрева (Вт/г) время обработки снижается с 40 минут до 25 минут, то есть в 1.6 раза; при одинаковом выходе газа жидкую фракцию возрастает с 5% до 24%, т.е. в 4.8 раза, а твердая фракция, наоборот, снижается с 78% до 59%, т.е. более чем на 30%, производительность возрастает в 2.5 раза, а энергозатраты на процесс снижаются почти на 80%, в том числе, на получение сорбента на 57%.

В четвертой главе проводится анализ продуктов термической деструкции торфа, также в сравнении с продуктами типового термического способа пиролиза. Представлены хроматограммы газового пиролиза обоих методов (рис. 26 и 27) при относительно низких температурах. Выявлена интересная особенность, связанная с высоким содержанием кислорода в торфе, и окисление за счет этого кислорода органики торфа (стр. 72). Результаты структурного анализа (также в сравнении), приведенные в таблице 3, показывают значительную разницу по непредельным соединениям, предельным углеводородам, особенно по карбонильным соединениям (стр. 73). Вывод: газы пиролиза горят лучше при СВЧ-переработке. Это подтверждено коэффициентом рекуперации, который в 2.3 - 2.4 раза выше при СВЧ-пиролизе (табл. 4). Такой же обстоятельный материал представлен при

сравнении продуктов жидкой фракции. А как это связано с экологией, ничего не сказано.

При сравнении состава продуктов жидкой фракции, полученных в результате термического и СВЧ-пиролиза (раздел 4.2), во-первых, показана хорошая воспроизводимость в параллельных опытах (хроматограммы на рис. 29), во-вторых, изучены сами составы продуктов жидкого пиролиза. Проводится объяснение полученных преимуществ (стр. 78 - 82 с рис. 30 - 33).

В разделе 4.3. приведены результаты исследований по составу твердых фракций (таблицы 6 и 7). Здесь выявлен новый эффект, связанный с внутренним равномерным прогревом торфа при СВЧ-обработке: повышение качества твердой составляющей как сорбента с улучшенными параметрами пористости и развитой удельной поверхности (рис. 34 - 38). Это дополнительно весьма важный результат экспериментальных исследований. Здесь тоже было бы хорошо привести сравнительные параметры по размеру и полидисперности пор, удельной поверхности и пористости в сводной таблице при СВЧ-пиролизе и типовом температурном пиролизе.

Проектированию промышленного СВЧ-реактора промышленной мощности посвящена пятая глава диссертации. Интересна сама идея ухода от «одного» магнетрона на «комплекс» конвейерных магнетронов. Идея последовательного расположения химических реакторов, так называемого каскада, позволяет при одинаковой производительности и степени конверсии уменьшить их суммарный объем до 10 раз, т.е. 5 малых реакторов производительностью 1 м³/ч заменяют один большой промышленный объемом 50 м³ (В.В.Кафаров. Методы кибернетики в химии и химической технологии).

Применение малых циклонов установленных в батарею, т.е. параллельно при одинаковой производительности увеличивают степень очистки газов за счет возрастания центробежной силы. Это реализуется в аппаратах и реакторах непрерывного действия.

Для увеличения суммарной мощности СВЧ-излучения, поступающей в реактор, при использовании нескольких независимых СВЧ-генераторов автор предлагает свой путь решения:

1. Запитывать «разные магнетроны, последовательностью высоковольтных импульсов, имеющих временной сдвиг по времени относительно друг друга»;
2. Возбуждать в ректоре волны различных (ортогональных) поляризаций разными магнетронами;
3. Возбуждать в объеме рабочей камеры СВЧ-реактора его различные объемные моды.

Автор провел испытание на 2-х магнетронах (рис. 39). Здесь он столкнулся со значительными проблемами: нестабильность и изменение диэлектрической проводимости, теплопроводности и плотности образцов торфа (раздел 8.2). Моделирование потребовало современного метода численного расчета (конечных разностей) и программного пакета, а также создание новой конструкции системы транспортировки/ввода излучения в реактор (рис. 41). Здесь сделан переход от стандартного волнового прямоугольного поперечного сечения к цилиндрическому

волновому с оптимизированным рупором. Описаны и другие технические новшества: кварцевое окно, прозрачное для СВЧ-излучения, волноводный уголок для поворота микроволнового излучения на 90^0 , вращатель микроволнового поля для его круговой поляризации, система автоматического управления (рис. 43).

В разделе 5.3 описана работа СВЧ-комплекса предложенной выше конструкции и реактора с большим объемом загрузки (рис. 44). Сводная таблица расчетных технических параметров силовой части проектируемого комплекса представлена в табл. 11 (стр. 106).

Далее представлены основные характеристики нефтепоглощающего сорбента (таблица 12). В конце пятой главы сделано заключение, сформулированные следующим образом:

1. СВЧ-пиролиз улучшает качество твердой, газовой и жидкой фаз переработки торфа, увеличивает долю в них полезных продуктов;
2. Интенсифицирует сам процесс;
3. Повышает энергоэффективность и экологичность переработки;
4. Позволяет создавать новые сорбенты с высокой поглощающей способностью и селективностью.

Сделаны проектные рекомендации для создания СВЧ-генераторов большой мощности.

Вопросы, замечания и пожелания.

1. Обоснование актуальности выглядело бы весомее, если работа выполнялась в рамках гранта, хозтемы или госзаказа (на стр. 11 сказано о 2-х грантах).
2. Перечисляются фамилии 4-х зарубежных и одного отечественного ученых, но этого мало. Совсем нет ссылок на отечественные и зарубежные научные подразделения, фирмы и корпорации, занимающиеся в настоящее время переработкой торфа с использованием СВЧ-установок и реакторов (стр. 5). Нужен переход к СВЧ-реакторам непрерывного действия.
3. В конце цели записана фраза, реализация на основе энергоэффективного экологически безопасного процесса получения нефтепоглощающего сорбента, но в задачах она никак не отражена (рис. 6 и 7).
4. Проводились ли проверки корреляционной связи, воспроизводилось в параллельных опытах и адекватность математической модели? (глава III).
5. В реакторе со сверхразмерным резонатором удалось уменьшить коэффициент отражения до 7% (стр. 41). А какой коэффициент отражения был?
6. Стратегия всех химико-технологических процессов направлена на переход от периодических реакторов к непрерывным. Есть ли такие в России и за рубежом СВЧ-реакторы и, в частности, для пиролиза торфа?
7. Почему коэффициент прохождения при толщине слоя 3 см имеет погодий максимум и потом монотонно падает?
8. Доказательство преимуществ теплотворной способности газов при СВЧ-генерации пиролиза торфа лучше подтвердить было численными значениями, а не только составом газов.

9. Почему при сравнении показателей состава твердой фракции говорится об условиях пониженного давления? Что специально создавался вакуум (стр. 83 и стр. 105)?
10. Почему-то главы не заканчиваются выводами?

Замечания и пожелания не снижают ценность представленных теоретических и экспериментальных исследований и их высокой научной важности.

Диссертационная работа Крапивницкой Т.О. по уровню актуальности, научной новизны, поставленной цели исследований и решённых теоретических и практических задач, связанных с энергоэффективным экологическим процессом переработки торфа микроволновым излучением, значимости апробации на весомых международных и всероссийских конференциях, публикаций статей ВАКовского и зарубежного статуса, а также изобретательской жилкой, защищённой двумя патентами соответствует требованиям постановления Правительства РФ от 24.09.2013г. № 842 п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней и предъявляемых ВАК РФ», и она заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.13. Процессы и аппараты химических технологий.

Официальный оппонент:

Профессор кафедры «Процессы и аппараты химических и пищевых производств»
Волгоградского государственного
технического университета, профессор,
доктор технических наук,
научная специальность 05.17.08 Процессы и
аппараты химических технологий

Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
образования «Волгоградский государственный
технический университет»

400005, Российской Федерации, Волгоградская
область, г. Волгоград, проспект имени
В.И. Ленина, д. 28, тел. 8(8442)24-84-40
Email: pahp@vstu.ru

Голованчиков
Александр
Борисович

 Голованчиков А.Б.

22.08.2024

