

Recenzja rozprawy doktorskiej

mgr. inż. Łukasza Omena

**pt.: „Badanie dyfuzji ciepła w strukturach zmiennofazowych
metodą oscylacji temperatury”**

Promotor pracy: prof. dr hab. inż. Andrzej J. Panas

Promotor pomocniczy: pplk dr inż. Michał Jaształ

Opinię wykonano na zlecenie dr. hab. inż. Stanisława Kachela, prof. WAT, dziekana Wydziału Mechatroniki, Uzbrojenia i Lotnictwa WAT (pismo nr Wych/N/00619/2020 z dn. 23.12.2020 r.)

1. Zawartość pracy

Przedłożona do opinii praca ma 154 strony i została podzielona na wprowadzenie, 4 rozdziały, posumowanie oraz spis literatury.

We **wprowadzeniu** uzasadniono podjęcie tematyki rozprawy coraz szerszym stosowaniem materiałów zmiennofazowych (PCM) w praktyce inżynierskiej. Podkreślono przy tym, że problemem, który należy w związku z tym rozwiązać jest określenie właściwości termofizycznych tych materiałów, w tym szczególnie współczynnika dyfuzyjności cieplnej. Wskazano, że wyzwaniem badawczym jest wyznaczenie dyfuzyjności cieplnej materiałów kompozytowych ze względu na ich różnorodność strukturalną. Z kolei efekty cieplne przemiany fazowej, a także wystąpienie konwekcji w przypadku zastosowania metod badawczych opartych o nieustalone przenoszenie ciepła, dodatkowo utrudniają poprawne określenie właściwości termofizycznych materiałów zmiennofazowych. Tematykę rozprawy należy uznać za niezwykle istotną ze względów praktycznych, a z powodu złożoności zjawisk, jakie należy wziąć pod uwagę podczas badań, za aktualną naukowo.

W **rozd. 1** podano definicje i ogólną charakterystykę własności termofizycznych, które były wyznaczane w pracy. Wskazano na trudności w określaniu tych własności dla struktur niejednorodnych, a także w przypadku materiałów zmiennofazowych. Istotne jest, że

Doktorant każdorazowo odwoływał się do fizyki procesów mających wpływ na dokładność pomiaru.

Następnie omówiono metody określania dyfuzyjności cieplnej. Ta część pracy świadczy o bardzo dobrym rozeznaniu Doktoranta w możliwościach i ograniczeniach technik pomiarowych omawianych w literaturze, w tym rozwijanych w Wojskowej Akademii Technicznej. Doktorant precyzyjnie uzasadnia też wybór metody oscylacji temperatury zastosowanej w pracy do wyznaczania dyfuzyjności struktur niejednorodnych, wypełnionych materiałem zmiennofazowym.

Na zakończenie rozdziału podano cel i tezę rozprawy, a także zakres pracy.

W **rozd. 2** przedstawiono podstawy teoretyczne zastosowanej metody pomiarowej (metoda Ångströma i jej modyfikacje), a także opis stanowiska badawczego. O ile prezentacja aparatury pomiarowej, a także przedstawienie sposobu przygotowania próbek nie budzi zastrzeżeń, o tyle pewien niedosyt budzi opis procedury pomiarowej. Doktorant podkreśla (str. 62), iż dokładność pomiaru dyfuzyjności cieplnej metodą oscylacji temperatury zależy od właściwie dobranych stosunków pomiędzy amplitudą, częstotliwością i tempem zmian skanowania temperaturowego. Nie podaje jednak w jaki sposób rozwiązano ten problem w prezentowanych badaniach.

Rozdz. 3 zawiera wyniki pomiarów dyfuzyjności cieplnej stearyny, papieru i struktury papier-stearyna. Pomiarzy dla każdego materiału realizowane były w trzech cyklach różniących się nastawami wymuszenia i zakresem temperatury. I tak w przypadku stearyny zastosowano trzy okresy wymuszenia (20 sek., 120 sek. i 60 sek.), jedną średnią amplitudę wymuszenia oscylacyjnego ($<0.5K$) oraz jedno tempo zmian temperatury (0.25 K/min.). W zależności od nastaw przyjmowanych w danym cyklu obserwowano odmienne przebiegi amplitudowej i fazowej dyfuzyjności cieplnej w obszarze przemiany fazowej, której zakres temperaturowy daje się wyraźnie określić (44°C do 54°C). Dodatkowo na charakter przebiegów amplitudowej i fazowej dyfuzyjności cieplnej stearyny ma wpływ kierunek przepływu ciepła, tj. ogrzewanie bądź chłodzenie badanej próbki. Zwraca uwagę fakt, iż nawet wartości średnie geometryczne z amplitudowej i fazowej dyfuzyjności cieplnej uzyskane dla trzech badanych cykli znacznie się od siebie różnią zarówno dla fazy stałej, jak i ciekłej (rys. 3.10). Przykładowo, dla temperatury 15°C średnia geometryczna dyfuzyjność cieplna stearyny dla cyklu o najkrótszym okresie wymuszenia jest niższa od wartości dla pozostałych dwóch cykli o ok. 40%. Należy jednak podkreślić, że Doktorant w każdym

przypadku starał się przeanalizować przyczyny rozbieżności podając jako wyjaśnienie możliwy przebieg zjawisk fizycznych, bądź niedoskonałości metody pomiarowej.

W przypadku pomiarów dyfuzyjności cieplnej papieru zastosowano jeden okres wymuszenia (5 sek.), jedną średnią amplitudę wymuszenia oscylacyjnego ($<0.2K$) oraz jedno tempo zmian temperatury ($\pm 1 K/min.$). Niezależnie od nastaw przyjmowanych w danym cyklu zaobserwowano zgodne przebiegi amplitudowej i fazowej dyfuzyjności cieplnej papieru w szerokim zakresie temperatury ($19^{\circ}C-82^{\circ}C$), niezależnie od kierunku przepływu ciepła, co pozwoliło na aproksymację wyników pomiarów w postaci funkcji liniowej $a(t)$.

Pomiary dyfuzyjności cieplnej dla struktury papier-stearyna przeprowadzono dla jednego okresu wymuszenia (10 sek.) i jednej średniej amplitudy wymuszenia oscylacyjnego ($<0.25K$). Zastosowano natomiast trzy tempa zmian temperatury: $\pm 0.1K/min$, $\pm 0.2K/min$ i $\pm 0.5K/min$. Podobnie jak dla stearyny zaobserwowano rozbieganie się przebiegów amplitudowej i fazowej dyfuzyjności cieplnej w obszarze przemiany fazowej, której zakres temperaturowy określono tym razem na $46^{\circ}C$ do $55^{\circ}C$. Uzyskane wyniki pokazują, że dwukrotne zwiększenie tempa zmian temperatury z $\pm 0.1K/min$ do $\pm 0.2K/min$ nie wpłynęło na wartości amplitudowej i fazowej dyfuzyjności cieplnej w obszarze fazy stałej i ciekłej. Charakterystyczne jest, że średnia geometryczna dyfuzyjność cieplna struktury papier-stearyna wykazuje duże rozbieżności w bardzo wąskim zakresie temperatury, ok. $55^{\circ}C$, czyli dla końca przemiany topnienia lub początku przemiany krzepnięcia stearyny – rys. 3.26. W przypadku rozszerzonego zakresu pomiarowego ($\tau_{\Omega}=20$ sek., $A<1K$ i $dT/d\tau=0.5 K/min.$) zarejestrowano fazowe dyfuzyjności cieplne znacznie odbiegające od wartości amplitudowych – rys. 3.28 i rys. 3.29. Doktorant tłumaczy ten efekt nałożeniem się kilku przyczyn, wśród których wymienia z jednej strony zmianę parametrów pomiarowych, tj. wydłużenie okresu wymuszenia, zwiększenie średniej amplitudy i podwyższenie tempa zmian temperatury, a z drugiej strony wpływem histerezy temperatury.

W rozdz. 3.5, Doktorant szczegółowo, choć w sposób jakościowy, analizuje czynniki wpływające na błąd pomiaru dyfuzyjności cieplnej zastosowaną metodą oscylacji temperatury.

W uzupełnieniu badań dyfuzyjności cieplnej stearyny, papieru i struktury papier-stearyna Doktorant przeprowadził pomiary gęstości i ciepła właściwego badanych materiałów. Wykorzystując wyniki pomiarów uzyskanych przy użyciu mikrokalorymetru Doktorant ustalił udziały masowe papieru i stearyny w strukturze papier-stearyna. Określił też temperatury początku i końca przemiany fazowej dla stearyny i struktury papier-stearyna,

które różnią się od tych wyznaczonych podczas badań dyfuzyjności cieplnej co Doktorant tłumaczy zróżnicowaną wielkością próbek, stwierdzając iż bardziej wiarygodne są wyniki uzyskane z zastosowaniem DSC, gdyż były przeprowadzone na dużo mniejszych próbkach, dla których rozkłady temperatury są mniej zróżnicowane.

Wyznaczenie gęstości i ciepła właściwego, przy zmierzonej dyfuzyjności cieplnej, pozwoliło Doktorantowi na określenie współczynnika przewodzenia ciepła struktury papier-stearyna w funkcji temperatury – wzory 3.10 i 3.11. Stosując dwukrotnie model Maxwella, Doktorant wyznaczył najpierw współczynnik przewodzenia ciepła włókien celulozy, a następnie współczynnik przewodzenia ciepła struktury papier-stearyna dla jednej wybranej temperatury (20°C). Różnica między obliczoną, a wyznaczoną eksperymentalnie wartością współczynnika przewodzenia ciepła struktury papier-stearyna nie przekracza 3%, co z jednej strony może wskazywać na poprawność dokonanych pomiarów, a z drugiej na przydatność modelu Maxwella do obliczeń współczynnika przewodzenia ciepła złożonych struktur kompozytowych.

Rozdział 3 świadczy o bardzo dobrym przygotowaniu teoretycznym i wysokich umiejętnościach praktycznych Doktoranta do przeprowadzania złożonych pomiarów cieplnych.

Rozdz. 4 jest poświęcony numerycznemu modelowaniu procesów i zjawisk zaobserwowanych podczas badań eksperymentalnych dyfuzyjności cieplnej struktur zmiennofazowych metodą oscylacji temperatury. Do symulacji numerycznych zastosowano komercyjny kod obliczeniowy Comsol Multiphysics z wykorzystaniem metody elementów skończonych.

W swoich analizach Doktorant skupił się na dwóch grupach zagadnień. Pierwszą grupę stanowią czynniki mające wpływ na błąd wyznaczania dyfuzyjności cieplnej, a drugą uwzględnienie w obliczeniach dyfuzyjności cieplnej efektów energetycznych i histerezy temperatury przemiany fazowej.

W szczególności Doktorant ustalił, iż pominięcie strat ciepła z powierzchni bocznej próbki oraz potencjalny efekt promieniowego przesunięcia punktu pomiaru temperatury na powierzchni odpowiedzi temperaturowej próbki mają pomijalnie mały wpływ na wyznaczone wartości dyfuzyjności cieplnej. W przypadku osiowego przesunięcia punktu pomiaru temperatury na powierzchni odpowiedzi temperaturowej próbki wyznaczone wartości dyfuzyjności cieplnej są zawyżone w stosunku do wartości założonej. Jak wynika z rys. 4.1 dla przesunięcia $\delta_x=1.2$ mm geometryczna wartość dyfuzyjności cieplnej wykazuje

wartość o ok. 70% wyższą niż założona. Wpływ oporu kontaktowego pomiędzy badaną próbką, a powierzchnią, na której jest generowane wymuszenie cieplne modelowano przez wprowadzenie dodatkowej warstwy materiału między tymi elementami. Szczelinę wypełniał materiał o bardzo małym (powietrze) lub większym (pasta termoprzewodząca) współczynniku przewodzenia ciepła. Wyniki symulacji numerycznych pokazują odmienne przebiegi dyfuzyjności cieplnej w zależności od materiału wypełniającego szczelinę. Dla szczeliny powietrznej geometryczna wartość dyfuzyjności cieplnej spada wraz ze wzrostem jej grubości i nawet dla minimalnej analizowanej grubości (0.05 mm) wykazuje wartość o ok. 20% niższą niż założona ($\delta=0$ mm). W przypadku szczeliny wypełnionej pastą termoprzewodzącą geometryczna wartość dyfuzyjności cieplnej rośnie wraz ze wzrostem jej grubości i nawet dla minimalnej analizowanej grubości (0.05 mm) wykazuje wartość o ok. 4% wyższą niż założona ($\delta=0$ mm).

W ramach drugiej grupy zagadnień badanych numerycznie podjęto próbę modelowania rozbiegania się amplitudowej i fazowej dyfuzyjności cieplnej w obszarze przemiany fazowej. W pierwszym podejściu – bazując na badaniach DSC, uwzględniono entalpię przemiany fazowej w przebiegu ciepła właściwego. Mimo uwzględnienia w obliczeniach 14 wariantów parametrów wymuszenia, 3 grubości próbki i 2 wartości entalpii przejścia fazowego nie udało się odtworzyć badanego zjawiska. W drugim podejściu modelowano histerezę temperaturową przemiany fazowej z zastosowaniem skokowej zmiany ciepła właściwego. Również w tym podejściu – mimo przebadania 11 wariantów parametrów wymuszenia, 2 grubości próbki i 2 wartości Δc_p nie udało się odtworzyć badanego zjawiska. W trzecim podejściu do modelu wprowadzono objętościowe źródła/upusty ciepła. Podobnie jak dla podejścia drugiego uzyskano pełną zgodność przebiegu amplitudowej i fazowej dyfuzyjności cieplnej w obszarze przemiany fazowej. Czwarte podejście oparto na modelowaniu histerezy przemiany fazowej z użyciem funkcji opisujących zmianę entalpii materiału w obszarze przejścia fazowego ciało stałe-ciecz i ciecz-ciało stałe dla założonego przedziału temperatury przemiany topnienia i krzepnięcia $\Delta T=8K$. Również w tym podejściu przebiegi amplitudowej i fazowej dyfuzyjności cieplnej były zgodne. W ostatnim podejściu wykorzystano możliwości programu Comsol Multiphysics do modelowania złożonych zagadnień przenoszenia ciepła sprzężonych z procesami dyfuzji. Jednak kluczowe znaczenie w tym podejściu ma oryginalny człon źródłowy sprzęgający równanie nieustalonego przewodzenia ciepła z równaniem nieustalonej dyfuzji. Tak postawiony problem wymaga określenia dodatkowych parametrów - oprócz tych, które opisują oscylacyjne wymuszenie temperatury,

a są to czas przebiegu przemiany, przedział temperatury przemiany topnienia oraz ciepło topnienia. W pracy przebadano 62 warianty kombinacji 6 wymienionych parametrów z dodatkowym uwzględnieniem 2 kroków czasowych obliczeń w 2 wariantach! W pracy przedstawiono wyniki obliczeń dla kilku zestawów parametrów, dla których uzyskano rozbiegające się przebiegi amplitudowej i fazowej dyfuzyjności cieplnej. Otrzymane wyniki obliczeń są jednak tylko jakościowo zgodne z przebiegami zarejestrowanymi podczas badań eksperymentalnych, co Doktorant tłumaczy niedostateczną znajomością parametrów kinetyki przemiany fazowej.

Mimo połowicznego sukcesu należy bardzo wysoko ocenić umiejętności Doktoranta w zakresie wykorzystania metod numerycznych do obliczeń - niezwykle złożonych, sprzężonych zagadnień nieustalonego przewodzenia ciepła i dyfuzji.

W **podsumowaniu** Doktorant przedstawił wnioski końcowe i podkreślił najważniejsze osiągnięcia zaprezentowane w rozprawie.

2. Teza pracy

Doktorant podał tezę swojej pracy w sposób jawny. Stwierdza w niej, że: *„możliwe jest uzyskanie zgodnych w interpretacji danych amplitudowych oraz fazowych, wyników badań dyfuzji ciepła w materiałach i strukturach zmiennofazowych otrzymanych metodą wymuszeń oscylacyjnych”*.

W podsumowaniu Doktorant jednoznacznie ustosunkował się do przyjętej tezy, stwierdzając, że w pełni została potwierdzona jej prawdziwość.

3. Oryginalność pracy

Niewątpliwie oryginalnym osiągnięciem Doktorant jest opracowanie metodyki badań dyfuzyjności cieplnej materiałów strukturalnych z wypełnieniem zmiennofazowym zmodyfikowaną metodą wymuszeń oscylacyjnych.

4. Wartości użytkowe pracy

Określenie zależności funkcyjnych na:

- współczynnik dyfuzyjności stearyny w zakresie temperatury od -2°C do $+62^{\circ}\text{C}$ (wzory 3.1 oraz 3.2),
- współczynnik dyfuzyjności struktury papier-stearyna w zakresie temperatury od -12°C do $+73^{\circ}\text{C}$ (wzory 3.4 oraz 3.5),
- współczynnik dyfuzyjności papieru w zakresie temperatury od 28°C do 82°C (wzór 3.3),
- współczynnik przewodzenia ciepła struktury papier-stearyna w zakresie temperatury od -12°C do $+73^{\circ}\text{C}$ (wzory 3.10 oraz 3.11),
- ciepło właściwe stearyny, papieru i struktury papier-stearyna (wzory 3.6 do 3.8).

Należy żałować, że nie przeprowadzono badań gęstości stearyny dla pełnego zakresu temperatury, co umożliwiłoby wyznaczenie zależności funkcyjnej współczynnika przewodzenia ciepła stearyny od temperatury.

5. Uwagi krytyczne i dyskusyjne

1. str. 57₁ – czy była podjęta próba wykorzystania wzoru 2.25 do obliczania dyfuzyjności cieplnej badanych materiałów?,
2. str. 61 – czy były wyznaczane charakterystyki prądowo-napięciowe elementów Peltiera?,
3. str. 62 – w jaki sposób zapewniano zgodność fazową w przypadku dwustronnego wymuszenia cieplnego?,
4. str. 99 – do obliczeń współczynnika przewodzenia ciepła z zastosowaniem wzoru Maxwella niezbędna jest znajomość udziału objętościowego wzmocnienia. Ile wynosiły udziały objętościowe poszczególnych składników w przypadku struktury celuloza-powietrze oraz papier-stearyna?,
5. str. 103₆ – nie jest jasne pochodzenie wzoru 4.5. Skąd wynika przyjęta postać tego równania?

6. Uwagi redakcyjne, terminologia, jednostki

Terminologia stosowana w rozprawie jest poprawna, chociaż Doktorant nie ustrzegł się niewłaściwych terminów, niezręcznych sformułowań czy niepoprawnych jednostek. Przykładowo:

- str. 5⁷ – może zamiast *szybkość zmian temperatury* lepiej jest użyć określenia tempo zmian temperatury,
- str. 7₁ jest *liczba Nuselta*, a winno być liczba Nusselta,
- str. 17²⁰⁻²¹ - zamiast *iloczyn* powinno być iloraz,
- str. 17₅₋₁ - jednostką jest *kelwin*, nie Kelwin,
- str. 18² - sformułowanie *lekkich gazów* jest niezręczne,
- str. 21¹³ – nie *rozmiary geometryczne*, a wymiary geometryczne,
- str. 23₄ i str. 24 jest: *Reyleigha*, a winno być Rayleigha,
- str. 26¹⁷ – jest *opór Kapitza*, a winno być opór Kapitzy,
- str. 59⁸⁻⁹ – nie *adiabatyzację powierzchni*, lecz adiabaticzność powierzchni,
- str. 103₆ – brak wyjaśnienia składnika H_{wT}^2 w równaniu (4.5)
- str. 108₅ – określenie *nadmiarowo* w użytym kontekście jest mylące,
- str. 130₁₄ – jest *reakcji*, a winno być przemiany,
- str. 134₁₄ – zamiast rys. 2.25 winno być rys. 4.25,
- str. 145³ – poprawny tytuł publikacji i czasopisma to: „Neue Methode, das Wärmeleitungsvermögen der Körper zu bestimmen“, *Annalen der Physik und Chemie*.

Praca jest napisana na wysokim poziomie edytorskim, z dobrze dobranym materiałem ilustracyjnym. Zachowana jest właściwa numeracja wzorów oraz kolejność przywoływania cytowanej literatury.

Drobniejsze uchybienia redakcyjne i stylistyczne zaznaczyłem w dostarczonym egzemplarzu pracy.

Przedstawione powyżej uwagi mają przede wszystkim charakter dyskusyjny i redakcyjny i w niczym nie umniejszają wartości merytorycznej pracy, którą oceniam bardzo wysoko.

7. Wniosek końcowy

Stwierdzam, że przedłożona praca zawiera oryginalne ujęcie problemu naukowego i świadczy o opanowaniu przez jej Autora naukowych metod eksperymentalno-numerycznych stosowanych w technice cieplnej, a tym samym wyczerpuje warunki określone przez Ustawę o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki z dn. 14.03.2003 roku i uzasadnia dopuszczenie jej do publicznej obrony.

Wniosek o wyróżnienie rozprawy

Wnoszę o wyróżnienie rozprawy doktorskiej mgr. inż. Łukasza Omena ze względu na przedstawienie propozycji rozwiązania oryginalnego problemu naukowego polegającego na wypełnieniu niewątpliwej luki poznawczej dotyczącej wyznaczania dyfuzyjności cieplnej materiałów zmiennofazowych. W szczególności Doktorant:

1. opracował metodykę wysokorozdzielczych temperaturowo badań dyfuzyjności cieplnej materiałów strukturalnych z wypełnieniem zmiennofazowym zmodyfikowaną metodą wymuszeń oscylacyjnych,
2. niezwykle starannie zaplanował i przeprowadził badania eksperymentalne dyfuzyjności cieplnej struktury papier-stearyna według zaproponowanej metodyki, udowodniając w pełni jej przydatność i wiarygodność,
3. wykazał – bazując na obliczeniach numerycznych opartych na złożonym modelu jednoczesnego nieustalonego przewodzenia ciepła i dyfuzji, iż możliwe jest jakościowe odtworzenie rozbiegających się przebiegów amplitudowej i fazowej dyfuzyjności cieplnej, co daje dobrą podstawę do dalszych prac badawczych w tym obszarze.

