

prof. dr hab. inż. Janusz Zmywaczyk
Zakład Aerodynamiki i Termodynamiki
Wojskowa Akademia Techniczna
e-mail: janusz.zmywaczyk@wat.edu.pl

Warszawa, dnia 05 stycznia 2023 r.

RECENZJA

rozprawy doktorskiej **mgr. inż. Bartłomieja Pawłowskiego**
pt. „*Opracowanie nowej generacji konkurencyjnych produktów
termoprzewodzących*”

Promotor: dr hab. inż. Zbigniew Buliński, prof. uczelni
Opiekun pomocniczy: mgr inż. Olgierd Jeremiasz, MBA
Politechnika Śląska

Wydział Inżynierii Środowiska i Energetyki

Praca doktorska reprezentuje dyscyplinę: *Inżynieria Środowiska, Górnictwo i Energetyka.*

Podstawa opracowania recenzji: pismo nr RIE-BD.512.58.22 z dnia 15 listopada 2022 r. Przewodniczącego Rady Dyscypliny Inżynieria Środowiska, Górnictwo i Energetyka prof. dr hab. inż. Andrzeja Rusina z prośbą o ocenę rozprawy doktorskiej.

1. Sylwetka Doktoranta

Mgr inż. Bartłomiej Pawłowski, zwany dalej Doktorantem, Kandydatem albo Autorem, jest absolwentem Wydziału Inżynierii Środowiska i Energetyki Politechniki Śląskiej. W dniu 23 listopada 2017 r. uzyskał tytuł magistra inżyniera na podstawie obronionej pracy dyplomowej pt. „*Kontaktowe materiały termoprzewodzące na bazie nanoproszków oraz metodologia pomiaru ich właściwości cieplnych*”, której promotorem był dr hab. inż. Zbigniew Buliński. Swoją współpracę z promotorem pracy magisterskiej kontynuował dalej w ramach studiów doktoranckich uczestnicząc w programie „*Doktorat Wdrożeniowy edycja II*” prowadzonych w trybie mieszanym, to znaczy studia na „starych zasadach”, a procedura związana z nadaniem stopnia doktora na „nowych zasadach”. W trakcie studiów został zatrudniony w firmie Abraxas Olgierd Jeremiasz w Wodzisławie Śląskim na stanowisku projektant, inżynier technolog R&D, a od lutego 2019 roku jest również pracownikiem firmy Helioenergia Sp. z o.o. w miejscowości Czerwionka-Leszczyny jako inżynier technolog R&D. W obu firmach pracuje do dnia dzisiejszego. Kandydat nie ubiegał się uprzednio o nadanie stopnia doktora.

Doktorant jest współautorem 4 publikacji w czasopismach posiadających współczynnik wpływu takich jak: *Materials* (IF=3,601), *Nanotechnology Reviews* (IF=2,759), *Materials Research Express* (1,949) oraz *Circuit World* (IF=1,042). W bazie SCOPUS na dzień 05.01.2023r. liczba cytowani prac Autora (z wyłączeniem autocytowań) wynosi 12, a jego wskaźnik Hirscha $h=2$.

2. Omówienie treści rozprawy

(tytuł rozprawy doktorskiej, ocena układu rozprawy doktorskiej, w tym informacje o poszczególnych częściach składowych, ocena zastosowanego piśmiennictwa w ramach rozprawy doktorskiej, wskazanie oraz ocena celu pracy Kandydata)

2.1 Ogólna charakterystyka rozprawy doktorskiej

Przedłożona do recenzji rozprawa doktorska mgr. inż. Bartłomieja Pawłowskiego pt. „**Opracowanie nowej generacji konkurencyjnych produktów termoprzewodzących**”, została napisana w języku polskim na 202 stronach maszynopisu formatu A4 wydrukowanego jednostronnie i składa się z 14 rozdziałów poprzedzonych spisem treści, streszczeniem w języku polskim i angielskim oraz wykazem ważniejszych skrótów i oznaczeń, a w zakończeniu bibliografią liczącą 73 pozycje literatury, w tym powołanie się Autora na 2 swoje prace współautorskie oraz 17 odsyłaczy do stron internetowych. Pracę zamyka 46 stron załączników zawierających dokumentację wyników badań w postaci wykresów. Łącznie, praca zawiera 164 rysunki i 32 tabele. Przy doborze literatury Autor oparł się głównie na opracowaniach anglojęzycznych (49), o szerokim dostępie i w większości (29) z lat 2012-2022. Uwzględnił on 6 uznanych monografii naukowych, 4 rozprawy doktorskie, 43 artykuły naukowe, w tym 1 artykuł przeglądowy, oraz 3 referaty konferencyjne i 17 odsyłaczy do stron internetowych.

Wybór cytowanej przez Autora literatury jest w moim przekonaniu aktualny i trafny.

Zebrany materiał pozwolił Autorowi zapoznać się z aktualnym stanem wiedzy na temat technologii wytwarzania i metodyk badań właściwości cieplnomechanicznych kompozytów termoprzewodzących, a ponadto dokonana krytyczna analiza literatury jak również rozmowy prowadzone z partnerem przemysłowym pozwoliły sprecyzować cel pracy i zakres prowadzonych badań.

Praca jest napisana miejscami niezbyt poprawną polszczyzną, co może wynikać z wykazanego przez Autora pośpiechu przy jej redakcji końcowej. Układ pracy jest przejrzysty i tworzy logiczną całość. Każdy rozdział kończy się krótkim podsumowaniem ułatwiającym jej czytanie. Proporcje objętościowe pomiędzy analizą stanu zagadnienia (10 stron), a wynikami badań własnych (114 stron) nieco odbiegają od typowych opracowań prac doktorskich, niemniej jednak można to usprawiedliwić dążeniem Autora do wszechstronnego zbadania właściwości fizycznych opracowanych kompozytów termoprzewodzących przed ich wdrożeniem do produkcji. Rysunki zamieszczone w pracy są w większości czytelne, a ich liczba jest wystarczająca.

Rozprawa doktorska mgr. inż. Bartłomieja Pawłowskiego jest pracą doświadczalną ukierunkowaną na opracowanie i wdrożenie do produkcji nowej generacji kompozytów termoprzewodzących o relatywnie wysokiej elektroizolacyjności, przy wykorzystaniu do tego celu odpadów poprodukcyjnych partnera przemysłowego.

Problematyka rozprawy jest ściśle powiązana z trudnościami związanymi z odprowadzaniem ciepła generowanego w elementach elektronicznych, które podlegają coraz to większej miniaturyzacji. Od płytek drukowanych na których umieszcza się takie elementy wymaga się zdolności do odprowadzania nadmiarowego ciepła, a dodatkowo dużej odporności na przebicia elektryczne.

Stwierdzam, że wybór podjętej problematyki badawczej recenzowanej rozprawy doktorskiej jest w pełni uzasadniony i aktualny.

2.2. Układ rozprawy doktorskiej

Autor przedstawił wyniki swoich badań i rozważań w czternastu rozdziałach zredagowanych na 138 stronach maszynopisu. W rozdziale pierwszym zatytułowanym „Wprowadzenie” (9,5 strony) Kandydat przeprowadził kwerendę literatury w oparciu o 36 kolejnych pozycji bibliograficznych podanych w wykazie literatury. Uwieńczeniem tego jest określenie celu i zakresu pracy oraz sformułowanie tez badawczych, które zostały wyszczególnione w rozdziale drugim. Jako cel główny pracy Doktorant przyjął:

„Opracowanie konkurencyjnego materiału termoprzewodzącego, który w swym składzie wykorzystuje materiały dostarczone przez partnera przemysłowego stanowiące jego odpady poprodukcyjne”.

Stwierdzam, że cel główny pracy został sformułowany w sposób jednoznaczny i należy go uznać za ambitne zadanie naukowo-badawcze o charakterze interdyscyplinarnym.

Następnie Autor sformułował tezy pracy:

- *Stworzenie kompozytu (TIM) o satysfakcjonujących właściwościach termicznych (przewyższających właściwości matrycy), mechanicznych oraz elektrycznych (izolatory).*
- *Stworzenie kompozytu odpornego na działanie podstawowych rozpuszczalników oraz warunków atmosferycznych.*
- *Stworzenie kompozytu bazującego na materiałach będących w posiadaniu partnera przemysłowego. Materiały te nie powinny znajdować zastosowania w innych rozwiązaniach oferowanych przez partnera, bądź nie stanowić dodatkowego obciążenia finansowego, a ich powtórne wykorzystanie powinno być pożądane z punktu widzenia ekologicznego i ekonomicznego.*
- *Stworzenie kompozytu z wykorzystaniem infrastruktury będącej na wyposażeniu partnera przemysłowego. Metodyka tworzenia kompozytu powinna pozwolić na skalowanie procesów produkcyjnych z wykorzystaniem infrastruktury dostępnej partnerowi.*

W tym miejscu należy podkreślić, że tak sformułowane tezy pracy określają pewnego rodzaju „warunki brzegowe” jakie powinny być wzięte pod uwagę w celu wytworzenia materiału termoprzewodzącego nowej generacji i są wyrazem pokładanej przez Autora nadziei w tym względzie. Formułując tezę pracy, która ma charakter twierdzenia, należało stwierdzić:

Dodanie srebra w postaci nanoproszku w otoczce z polimeru naturalnego oraz mikrometrycznego proszku srebra o budowie płatkowej w sumarycznej ilości wagowej 50% do kauczuku silikonowego RTV-2 traktowanego jako podłoże pozwala uzyskać kompozyt termoprzewodzący o satysfakcjonujących właściwościach termicznych (przewyższających właściwości matrycy), mechanicznych oraz elektrycznych, który jest odporny na działanie podstawowych rozpuszczalników oraz warunków atmosferycznych.

Kolejne rozdziały (3-12) dotyczą części badawczej pracy i nawiązują wprost do postawionych w rozdziale drugim zadań cząstkowych niezbędnych do osiągnięcia głównego celu pracy.

W rozdziale trzecim (25 stron) zatytułowanym „Dobór i weryfikacja materiałów” Kandydat dokonał wyboru materiału na osnovę kompozycji termoprzewodzącej w postaci kauczuku silikonowego RTV-2, odrzucając tym samym folię EVA oraz żywicę fenolowo-formaldehydową DK-6. Z kolei jako substancję aktywną traktowaną jako wypełnienie dla proponowanej kompozycji, Autor wytypował: grafen klasy technicznej (G) i redukowany

tlenek grafenu (RGO), srebro w postaci nanoproszku w otoczce z polimeru naturalnego (nAg) oraz mikrometryczny proszek srebra o budowie płatkowej (SF), a także srebro w postaci kompozytu zawierającego nAg i SF, zwanego dalej (nAgtoSF). Rozdział czwarty „*Homogenizacja*” (14,5 strony) dotyczy oceny możliwości zastosowania wybranych metod homogenizacji mechanicznej i ultradźwiękowej w celu ujednoczenia struktury rozważanych kompozytów termoprzewodzących. Autor wykazał w tym rozdziale, że zastosowanie homogenizacji mechanicznej jednoetapowej z wykorzystaniem automatycznego ucieraka miedzianego bądź homogenizacji dwuetapowej, w której po ucieraniu następuje walcowanie wąskoszczelinowe, jest wystarczające do uzyskania stabilnego i ujednoczonego kompozytu, w przeciwieństwie do metod: prostej homogenizacji mechanicznej, homogenizacji ultradźwiękowej ex-situ i in-situ oraz homogenizacji mechanicznej z wykorzystaniem młyna perłkowego. Rozdział piąty „*Badania reologii rozważanych kompozycji*” (11 stron) poświęcony jest badaniom dynamicznego współczynnika lepkości za pomocą reometru Brookfield DV3T ze szpindlem V74 oraz wyznaczeniu modułu Younga w oparciu o pomiar wielkości odkształcenia liniowego przy zadanym obciążeniu wytypowanych kompozytów termoprzewodzących. Analizie struktury kompozytów termoprzewodzących w stanie usieciowanym jak również w stanie nieusieciowanym przy uwzględnieniu starzenia poświęcony jest rozdział szósty „*Analiza mikroskopowa kompozycji – mikroskopia cyfrowa*” (11 stron). Do badań struktury kompozytów wykorzystano mikroskop cyfrowy Keyence VHX-7000. Strukturę kompozytów nieusieciowanych badano przy powiększeniu 100x, a usieciowanych przy powiększeniu 200x. Wykonane zdjęcia pozwoliły na oznaczenie średnic cząsteczek i ich rozkładów, a także zaobserwować obecność włókien będących pozostałością po przygotowaniu próbek kompozytów usieciowanych. W rozdziale siódmym „*Gęstość kompozycji*” (8 stron) Autor przedstawił wyniki badań gęstości wytypowanych kompozytów termoprzewodzących dwiema metodami. W metodzie pierwszej uwzględniono udziały masowe użytych domieszek i ich gęstości wynikające z oświadczeń producentów, natomiast w metodzie drugiej gęstość kompozytu wyznaczono na podstawie pomiarów jego masy i objętości. Rozdział ósmy „*Odporność na działanie zewnętrznych czynników chemicznych i cieplnych*” (10,5 strony) dotyczy badań odporności wytypowanych kompozytów termoprzewodzących na działanie toluenu, cyklicznych zmian temperatury i długotrwałej ekspozycji na podwyższoną temperaturę. Wyznaczono stopień usieciowania kompozytów poddanych działaniu rozpuszczalnika (toluenu), przeprowadzono analizę termogravimetryczną za pomocą urządzenia Perkin Elmer TGA, model 7, wykonano pomiary wg programu starzeniowego realizowanego w komorze klimatycznej w zakresie temperatury od -40 do 100 °C przez kolejnych 14 dni, a także pomiary utraty masy kompozytów po ich termostataowaniu w temperaturze 200 °C w seriach pomiarowych po 20 godzin. Kolejne rozdziały pracy od dziewiątego do dwunastego, to znaczy „*Ciepło właściwe kompozycji*” (8,5 strony), „*Dyfuzyjność termiczna kompozycji*” (8 stron), „*Przewodność cieplna oraz kontaktowy opór cieplny*” (9,5 strony) oraz „*Odporność na przebicia elektryczne stworzonej kompozycji*” (6,5 strony) poświęcone są badaniom parametrów termofizycznych (ciepło właściwe, dyfuzyjność cieplna i przewodność cieplna), kontaktowemu oporowi cieplnemu oraz odporności na przebicia elektryczne wytypowanych przez Autora kompozytów termoprzewodzących. W tym miejscu muszę zaznaczyć, że Doktorant badając ciepło właściwe oraz dyfuzyjność cieplną kompozytów zrezygnował z użycia specjalistycznej aparatury pomiarowej firmy NETZSCH: STA 409PC (TG/DSC) oraz LFA 457 na rzecz prostego kalorymetru własnej konstrukcji i istniejącego stanowiska pomiarowego do badań dyfuzyjności cieplnej zmodyfikowaną metodą Parkera, w którym źródło wymuszenia cieplnego stanowi promiennik podczerwieni, a odczyt temperatury na tylnej powierzchni próbki jest dokonywany za pomocą kamery termowizyjnej FLIR a320. Należy także podkreślić, że uzyskane przez Autora wyniki badań przedstawione w rozdziałach (3-6) oraz (8-12) mają charakter badań podstawowych i są kluczowe dla podjęcia

decyzji o wyborze kompozytu termoprzewodzącego przewidzianego do wdrożenia, o czym jest dalej mowa w rozdziale trzynastym „Przykładowe zastosowania wytypowanego kompozytu” (7,5 strony). Autor, na podstawie wyników przeprowadzonych badań, wytypował kandydata do wdrożenia w postaci kompozytu w osnowie kauczuku silikonowego RTV-2 z 50% udziałem wagowym nAgtoSF. Kompozyt ten wykazał się najbardziej korzystnymi cechami (stopień usieciowania powyżej 95%, odporność na przebicia elektryczne do 2500 V ze względu na relatywnie dużą rezystywność $\rho_e > 6,2 \cdot 10^8 \Omega \cdot m$, przewodność cieplna $\lambda = 0,265 \text{ W}/(m \cdot K)$ większa niż podłoża wynosząca $\lambda = 0,146 \text{ W}/(m \cdot K)$, odporność na warunki atmosferyczne), a jednocześnie w swoim składzie wykorzystuje on dodatek kompozytowy nAgtoSF, który jest odpadem poprodukcyjnym partnera przemysłowego. Praktyczne zastosowanie znalazł wytypowany kompozyt termoprzewodzący nAgtoSF 50% przy konstrukcji modułu termoelektrycznego. W oparciu o wyniki pomiarów z 10 powtórzeń dla trzech termomodułów bez kompozytu oraz z opracowanym kompozytem stwierdzono, że zastosowanie kompozytu pozwoliło zwiększyć wartość termonapięcia o 130%, średnio z 90mV do 208mV. Całość pracy podsumowano w rozdziale czternastym „Podsumowanie” (2 strony).

Stwierdzam, że układ pracy jest poprawny i składa się w logiczną całość. Pewnym mankamentem jest jednak brak wskazania kierunków dalszych prac.

3. Ocena rozprawy doktorskiej

(wskazanie oraz ocena zastosowanych metod badawczych, ocena części rozprawy doktorskiej dotyczącej omówienia wyników badań, informacje dotyczące praktycznego zastosowania uzyskanych wyników badań, ocena czy rozprawa doktorska stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego, ocena czy rozprawa doktorska prezentuje ogólną wiedzę teoretyczną Kandydata w dyscyplinie albo dyscyplinach oraz umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej)

Rozprawa doktorska mgr. inż. Bartłomieja Pawłowskiego jest interdyscyplinarną pracą doświadczalną realizowaną w ramach programu „Doktorat Wdrożeniowy edycja II” zakończoną wdrożeniem opracowanego kompozytu termoprzewodzącego nowej generacji przez firmę Helioenergia Sp. z o.o. Zatem, z czysto formalnego punktu widzenia, spełnia ona wymagania stawiane doktoratom wdrożeniowym. Kandydat sformułował bardzo ambitny cel pracy i związane z nim zadania cząstkowe, których realizacja była niezbędna do osiągnięcia założonego, głównego celu pracy. Wykonał przy tym ogromną pracę o charakterze eksperymentalnym. Po przeprowadzeniu różnych prób homogenizacji kompozytu wytypował pięć rodzajów dodatków oznaczonych jako nAG, SF, G, RGO i nAgtoSF, których procentowe udziały wagowe wynosiły 40%, 50%, 60%, a w przypadku nAgtoSF dodatkowo 70%. Po uwzględnieniu materiału podłoża (kauczuk silikonowy RTV-2) oznaczony jako RAW, dało to w sumie 17 próbek przeznaczonych do badań. W celu określenia właściwości fizycznych wytypowanych kompozytów Autor wyznaczył współczynnik lepkości dynamicznej, moduł Younga, średnice cząsteczek wypełnienia i ich rozkłady, gęstość, ciepło właściwe, dyfuzyjność cieplną, przewodność cieplną, opór cieplny i rezystywność elektryczną – łącznie 9 wielkości fizycznych, co daje w sumie co najmniej 153 badań do wykonania. Bez wątplenia należy tu docenić włożony przez Doktoranta wysiłek zarówno umysłowy jak i fizyczny.

Niestety, niektóre metody badawcze wykorzystane przez Doktoranta są dyskusyjne, a uzyskane za ich pomocą wyniki badań są punktowe, bez oszacowania niepewności pomiarowej. Należą do nich:

- pomiar wielkości liniowego odkształcenia przy ściskaniu;

- wyznaczenie gęstości kompozytu w oparciu o udziały wagowe i deklarowane przez producenta gęstości składników (metoda pierwsza) albo przez pomiar masy i objętości (metoda druga);
- pomiar ciepła właściwego kompozytu za pomocą własnego kalorymetru bez uwzględnienia strat ciepła do otoczenia, z pominięciem walidacji w oparciu o próbkę referencyjną;
- pomiar dyfuzyjności cieplnej zmodyfikowaną metodą Parkera z pominięciem walidacji w oparciu o próbkę referencyjną ;

Opracowanie wyników badań oraz dyskusja otrzymanych wyników również budzi zastrzeżenia. Przykładowo, w tabeli 10 podano gęstość kompozytu G40% równą $\rho = 12219,99 \text{ kg/m}^3$ metodą pierwszą (wzór 9) oraz $\rho = 1154,60 \text{ kg/m}^3$ metodą drugą . Nie jest to tylko błąd edycji, gdyż wartość ta została ponownie podana w tabeli 13 wraz z procentowym błędem względnym równym 5,36% w celu porównania ze sobą obu metod. Obliczony w tym przypadku błąd względny również jest nieprawdziwy, gdyż po wykonaniu prostych obliczeń otrzymujemy $(12219,99 - 1154,60 / 12219,99) \cdot 100\% = 90,55\%$. W pracy nie znalazłem dyskusji na ten temat. Przypadek ten zainspirował mnie do sprawdzenia poprawności obliczeń wykonanych przez Doktoranta. Po podstawieniu danych z tabel 7 i 8 do wzoru (8), a następnie wykorzystaniu wzoru (9), uzyskałem gęstość kompozytu G40% równą $\rho = 1220,60 \text{ kg/m}^3$.

Praca jest wartościowym opracowaniem zakończonym wdrożeniem ale jej poziom naukowy odbiega od przyjętych standardów.

Jako oryginalne rozwiązanie problemu naukowego uważam:

- *Opracowanie kompozytu termoprzewodzącego o cechach materiału elektroizolacyjnego, w wyniku połączenia cząstek srebra o różnej skali (nano i mikro) z gumą silikonową jako nośnikiem.*

Do osiągnięć Doktoranta moim zdaniem należy zaliczyć:

- *Opracowanie i określenie właściwości fizycznych produktu (kompozytu) przy możliwie szerokim wykorzystaniu materiałów, technologii oraz infrastruktury partnera przemysłowego.*
- *Optymalizacja udziału wagowego domieszki pod kątem uzyskania pożądanych właściwości cieplnomechanicznych oraz elektroizolacyjnych gotowego kompozytu.*
- *Opracowanie poprawnego sposobu homogenizacji oraz późniejszej kontroli i oceny stopnia przydatności takiej kompozycji bazując w głównej mierze na infrastrukturze dostępnej partnerowi przemysłowemu.*

Na podstawie powyższego mogę stwierdzić, że rozprawa doktorska mgr. inż. Bartłomieja Pawłowskiego jest wartościowym, z praktycznego punktu widzenia, opracowaniem, prezentującym ogólną wiedzę teoretyczną Kandydata w dyscyplinie Inżynieria Środowiska, Górnictwo i Energetyka. Cel pracy został osiągnięty oraz wyodrębniono i przedstawiono oryginalne rozwiązanie problemu naukowego. Niestety umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej przez Kandydata jest w moim przekonaniu dyskusyjna, co przekłada się na dość niski poziom naukowy rozprawy.

4. Uwagi ogólne i szczegółowe do pracy

Uwagi ogólne

Uwagi do wyznaczania gęstości kompozycji:

- W tabeli 10 gęstość kompozycji G40% obliczona na podstawie wzoru (9) została podana błędnie jako $12219,99 \text{ kg/m}^3$ zamiast $1220,60 \text{ kg/m}^3$. W mniejszym stopniu dotyczy to również kompozycji nAG40% gdzie podano w tabeli $1324,04 \text{ kg/m}^3$ zamiast $1221,93 \text{ kg/m}^3$.
- W metodzie drugiej wyznaczania gęstości kompozycji Autor zastosował wagę laboratoryjną RADWAG PS 1000.R1 za pomocą której zważył w powietrzu badaną próbkę, a następnie wyznaczył jej objętość w cylindrze miarowym wypełnionym wodą demineralizowaną w oparciu o odczyt wzrokowy zmian wskazań podziałki. Dlaczego Autor nie zastosował metody podwójnego ważenia (w powietrzu oraz w wodzie) ewentualnie piknomietru do wyznaczenia gęstości kompozycji. Czy przy ocenie dokładności pomiaru gęstości drugą metodą został uwzględniony błąd wynikający z menisku jaki tworzy woda w cylindrze?

Uwaga do wyników badań termograwimetrycznych.

- Na jakiej podstawie przyjęto, że początkowa temperatura degradacji termicznej kompozycji jest równa 100°C – na rys. 111 (zał. C) widoczne są bowiem pewne ubytki masy dla nAG 60% wt. już w okolicach 60°C .

Uwagi do badania ciepła właściwego.

- W tabelach 20 i 21 podano : ‘Masa wody $\text{g}\cdot 10^{-3}$, Masa próbki $\text{g}\cdot 10^{-3}$ ’. Taki zapis można rozumieć jako podanie masy w mg. Widać gołym okiem na rysunku 54, że masa próbek jest rzędu pojedynczych gram a nie miligram
- Rysunek 55 nie odpowiada warunkom pomiaru. Próbkę do badań była termostatowana w temperaturze 100°C . Z czego zatem wynika początkowy przebieg temperatury w próbce na poziomie 20°C , a następnie jej wzrost do 24°C po wrzuceniu jej do wody o temperaturze około 20°C ?
- Bilans energii, z którego wyznacza się ciepło właściwe badanej próbki ze wzoru (15) nie uwzględnia strat ciepła do otoczenia. Jaka jest zatem ocena niepewności pomiaru ciepła właściwego. Jak wyglądałoby porównanie wyników pomiarów ciepła właściwego materiału osnowy w przypadku zastosowania własnego kalorymetru oraz aparatu NETZSCH-a?

Uwagi do badania dyfuzyjności cieplnej:

- Autor stwierdza (str. 117), że pomiar dyfuzyjności cieplnej próbek opracowanych kompozycji metodą impulsową przy użyciu dyfuzometru NETZSCH LFA 457 został zaniechany ‘z powodu niemożności interpretacji otrzymanych wyników oraz ryzyka uszkodzenia sprzętu pomiarowego’. Czy właściwie zostały dobrane energia impulsu laserowego, czas jego trwania i czas pomiaru oraz grubość próbki?
- Wartość dyfuzyjności cieplnej dla nAg40% równa $0,086 \text{ mm}^2/\text{s}$ (tabela 23) budzi wątpliwość. Jak można wytłumaczyć tak niską wartość dyfuzyjności cieplnej nAg40% wt. biorąc pod uwagę, że dyfuzyjność cieplna podłoża jest równa $0,111 \text{ mm}^2/\text{s}$, a dyfuzyjność cieplna koloidalnej zawiesiny nanocząstek srebra wynosi około $70 \text{ mm}^2/\text{s}$ [porównaj - Table 1, Rodrigez L. et al., Optics Letters Vol. 39, No. 12 (2014) pp.3406-3409]?
- Brak jest wyniku pomiaru dyfuzyjności cieplnej dla materiału referencyjnego, a także brak jest oceny niepewności pomiaru.

- W tabeli 23 oraz w załączniku E nie podano grubości próbek oraz czasów połówkowych, co uniemożliwia sprawdzenie wyników obliczeń dyfuzyjności cieplnej.

Uwagi szczegółowe

Uwagi szczegółowe dotyczą głównie napotkanych w pracy błędów ortograficznych i gramatycznych i nie mają one większego wpływu na wartość merytoryczną pracy. Tym niemniej przedłożona do recenzji rozprawa doktorska powinna być pozbawiona tego rodzaju błędów.

Uwaga: Zapis 5¹¹ oznacza 11 linijka tekstu od góry na stronie 5, a 5₉ - 9 linijka tekstu od dołu na stronie 5.

Str. 5¹¹ – jest ‘Kompozyt bazuje na połączeniu’ zamiast ‘kompozyt bazuje’

Str. 5₉ i wielu innych miejscach miano przewodności cieplnej podane jest w postaci [W/mK] – taki zapis miana jest niepoprawny gdyż mianownik może być odczytany jako milikelwin. Poprawnie należało podać [W/(m·K)]

Str. 5₉ – jest ‘temperatur’ zamiast wartości temperatury

Str. 6 Key words: nanoparticles, Graphene, silver, Thermally conductive materials (dlaczego wyróżniono dużą literą Graphene i Thermally)

Str. 7 (Wykaz ważniejszych skrótów i oznaczeń), jest ‘DSC – skaningowa kalorymetria różnicowa’ zamiast ‘DSC - różnicowa kalorymetria skaningowa’

Str. 11^{17, 21}, jest ‘Zjawisko to występuje także’, ‘występuje także zwiększona liczba urządzeń/komponentów’ zamiast ‘Zjawisko to występuje także’, ‘występuje także zwiększona liczba urządzeń/komponentów’

Str. 12^{6, 12}, jest ‘w jakim zakresie temperaturowym materiał pracuje’, ‘Początkowy wzrost temperatury w większości przypadków powoduje zwiększenie się rezystywności przewodnika’, zamiast ‘w jakim zakresie temperatury materiał pracuje’, ‘Początkowy wzrost temperatury w większości przypadków powoduje zwiększenie rezystywności przewodnika’

Str 12¹⁷, jest ‘w określonym przedziale temperaturowym’ zamiast w określonym przedziale temperatury. Użyty przez Autora przymiotnik ‘temperaturowy’ odnosi się raczej do pojęć takich jak: temperaturowy współczynnik rezystywności albo temperaturowe źródło ciepła.

Str. 13¹, jest ‘większą ilość elementów’, zamiast większą liczbę elementów.

Str. 13¹⁶, jest ‘ze względu na niską przewodność ciepła powietrza’, zamiast ‘ze względu na niską przewodność ciepłą powietrza’

Str. 13₂, jest ‘musi być uwzględnione przy projekcie połączeń’, zamiast ‘musi być uwzględnione przy projektowaniu połączeń’

Str. 16₁, jest ‘Xu B. wykorzystał odpowiednio ułożono kolejne warstwy grafitu’, zamiast ‘Xu B. wykorzystał odpowiednio ułożone kolejne warstwy grafitu’

Str. 17⁵, jest ‘z wykorzystaniem metody LFA’, – LFA jest skrótem ‘Laser Flash Apparatus’ oznaczającym aparat wykorzystujący błyski laserowe a nie nazwę metody. W tym przypadku autorzy [23] wykorzystali dyfuzometr LFA 447 firmy NETZSCH wyznaczając metodą impulsową dyfuzyjność cieplną opracowanej struktury grafitowej oraz dodatkowo materiału referencyjnego, a następnie określili, metodą porównawczą, ciepło właściwe struktury. Podana wartość przewodności cieplnej w płaszczyźnie poprzecznej struktury grafitowej wynosząca około 900 W/(m K) była iloczynem gęstości, ciepła właściwego i dyfuzyjności cieplnej.

Str. 18⁶, jest ‘Podobną metodologię wykazał’, zamiast ‘Podobną metodykę zastosował’

Str. 32⁸, jest ‘wykazuje’ zamiast ‘wykazuje’

Str. 42⁴, jest ‘mikrometryczne’, zamiast ‘mikrometryczne’

Str. 50⁸, jest ‘jako wypełnieniu’, zamiast ‘jako wypełnienia’

Str. 58₁₀, jest ‘ucieraka moździerzowe’, zamiast ‘ucieraka moździerzowego’



Str. 62, rysunek 28, jest 'w oparciu o podwójną homogenizację mechaniczną', zamiast 'w oparciu o podwójną homogenizację mechaniczną'

Str. 63¹⁵, jest 'homogenizacja mechaniczna dwu etapowa', zamiast 'homogenizacja mechaniczna dwuetapowa'

Str. 67, rys. 31, jest 'Czas [s]', zamiast 'Czas [s]'

Str. 72⁷, jest 'Następnie obliczono dla każdej próbki obliczono liniowe odkształcenie', zamiast 'Następnie obliczono dla każdej próbki liniowe odkształcenie'

Str. 73, tabela 3 – podane wartości liczbowe odkształceń liniowych, naprężeń oraz modułu Younga nie zawierają statystycznej oceny dokładności wyników pomiarów

Str. 74⁷, jest 'Czysta macierz (bez żadnego dodatku) cechuje się lepkością poziomą 5,6 Pa*s', zamiast 'Czysta macierz (bez żadnego dodatku) cechuje się średnią lepkością dynamiczną na poziomie 5,6 Pa*s'

Str. 79³, jest 'Następnie, na podstawie wykresy dystrybuanty', zamiast 'Następnie, na podstawie wykresu dystrybuanty'

Str. 95¹², jest 'zwiększyć swoją objętość', zamiast 'zwiększyć swoją objętość'

Str. 99⁸, 104¹⁴, tytuł podrozdziału '8.3 Starzenie termicznej', zamiast 'Starzenie termiczne'

Str. 103¹⁵, jest 'Stosując zmodyfikowana wewnętrzną normę', zamiast 'Stosując zmodyfikowaną wewnętrzną normę'

Str. 103¹², jest 'zakresu temperaturowe', zamiast 'zakresu temperatury'

Str. 106⁴, jest 'Jest to ilości ciepła potrzeba ciała', zamiast 'Jest to ilość ciepła jaką należy dostarczyć ciału'

Str. 108³, jest 'Próbki miały postać walcy' zamiast 'Próbki miały postać walców'

Str. 113¹⁶, jest 'Próbki miały kształt walcowaty', zamiast 'Próbki miały kształt walca'

Str. 122¹¹, jest 'pomiar decyzyjności termicznej kompozycji', zamiast 'pomiar dyfuzyjności cieplnej kompozycji'

Str. 126, tabela 26 – brak jest oceny statystycznej wyznaczonych wartości liczbowych przewodności cieplnej proponowanych kompozytów.

Str. 127⁹, jest 'o predefiniowanej długości oraz szerokości (40 x 40 mm)' zamiast 'o predefiniowanej długości oraz szerokości (40 x 40 mm²)'

Str. 127¹³, jest 'Po ustabilizowaniu się mierzonych w punktach pomiarowych temperatur', zamiast 'Po ustabilizowaniu się wartości temperatury mierzonych w punktach pomiarowych'

Str. 128⁶, jest 'wskazania termopar wskazują na', zamiast 'odczyty z termoelementów wskazują na'

Str. 132³, jest 'oznaczona wartość przewyższyła tą bazową', zamiast 'oznaczona wartość przewyższyła tę bazową'

Str. 144¹, jest 'dla modułu oparty o aktualne rozwiązania', zamiast 'dla modułu opartego o aktualne rozwiązania'

Str. 144⁶, jest 'o wymiarze 100x100x5 mm', zamiast 'o wymiarze 100x100x5 mm³'

5. Podsumowanie i wniosek końcowy

Przedstawiona rozprawa doktorska mgr. inż. Bartłomieja Pawłowskiego stanowi wartościowe opracowanie dotyczące wdrożenia do produkcji nowej generacji kompozytu termoprzewodzącego o właściwościach elektroizolacyjnych, przy możliwie szerokim wykorzystaniu odpadów poprodukcyjnych i infrastruktury badawczo-pomiarowej partnera przemysłowego. Doktorant posiadał w dużym stopniu umiejętność prowadzenia badań naukowych wyrażając się dostrzeżeniem i sformułowaniem problemu naukowego oraz przedstawieniem sposobu jego rozwiązania oraz poszerzył w znacznym stopniu swoją wiedzę w zakresie wymiany ciepła, reologii oraz metrologii pomiarów wielkości cieplnych, mechanicznych i elektrycznych. Uważam, że niezależnie od napotkanych błędów językowych,

krytycznych komentarzy i uwag wyniki badań przedstawione w tej pracy są wartościowe ale zastosowana metodyka badawcza i poziom opracowania wyników pomiarów nie zapewniają spójności łańcucha pomiarowego z powodu pominięcia testów walidacyjnych i oszacowania niepewności pomiarowej mierzonych wielkości fizycznych. Uzupełnienie tych braków uważam za niezbędne do ubiegania się Kandydata o stopień doktora nauk inżynieryjno-technicznych w dyscyplinie Inżynieria Środowiska, Górnictwo i Energetyka.

W moim przekonaniu rozprawa doktorska mgr. inż. Bartłomieja Pawłowskiego pt. „Opracowanie nowej generacji konkurencyjnych produktów termoprzewodzących” na obecnym etapie wymaga uzupełnienia i poddania ponownej recenzji aby mogła w pełni spełnić wymagania określone w art. 186, ust.1 i art. 187, ust. 1-4 Ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz.U z 2021 r., poz. 478).

Uzasadnienie.

Mgr inż. Bartłomiej Pawłowski przedstawiając wyniki badań: dynamicznego współczynnika lepkości, gęstości, modułu Younga, ciepła właściwego, dyfuzyjności cieplnej, przewodności cieplnej, oporu cieplnego oraz rezystywności nie odniósł się do podania ocen statystycznych mierzonych wielkości, a jedynie zamieścił ich wartości punktowe. Pomiął również testy walidacyjne w celu określenia wiarygodności uzyskanych wyników badań. Tego typu braki powinny być wykluczone przy sporządzaniu opracowania naukowego. Powołując się na art. 187, ust. 1 Ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz.U z 2021 r., poz. 478), który stwierdza:

„1. Rozprawa doktorska prezentuje ogólną wiedzę teoretyczną kandydata w dyscyplinie albo dyscyplinach oraz umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej lub artystycznej”

można sądzić, że wykazane w pracy zaniedbania od strony naukowej mogą wskazywać na niewystarczającą wiedzę teoretyczną w dyscyplinie albo niewystarczającą umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej przez Kandydata.

