

Prof. dr hab. inż. Jolanta Biegańska
Akademia Górniczo-Hutnicza
im. Stanisława Staszica w Krakowie
al. Mickiewicza 30, 30-059 Kraków
Wydział Energetyki i Paliw
Katedra Energetyki Wodorowej
e-mail: biega@agh.edu.pl

Kraków, 30.04.2025 r.

Recenzja

rozprawy doktorskiej **mgr inż. Adriana TOMANA**

pt.: „*Oznaczenie parametrów zapalności i wybuchowości aerozoli cieczy palnych w oparciu o nową metodę badawczą*”

Promotorem rozprawy jest prof. dr hab. inż. Eugeniusz Krauze, a promotorem pomocniczym dr inż. Adam Duda.

1. Podstawa opracowania recenzji

Podstawą opracowania recenzji jest Pismo Dyrektora Głównego Instytutu Górniczo-Państwowego Instytutu Badawczego w Katowicach Pana Jarosława Zagórowskiego w imieniu Rady Naukowej GIG-PIB z dnia 14 kwietnia 2025 roku, dotyczące wykonania recenzji wspomnianej rozprawy.

2. Celowość podjęcia tematu

Podjęcie tematu „Oznaczenie parametrów zapalności i wybuchowości aerozoli cieczy palnych w oparciu o nową metodę badawczą” jest ważne i celowe z utylitarne punktu widzenia. Brak wytycznych dotyczących ich wybuchowości ma miejsce w wielu krajach Unii Europejskiej przy potencjalnej możliwości występowania rozpylonych cieczy w wielu instalacjach przemysłowych i stwarzających takie zagrożenie.

Doktorant zauważa, że aerozole cieczy palnych są przedmiotem badań od wielu lat różnych jednostek naukowo-badawczych ale ich właściwości i mechanizm powstawania nie został do końca wyjaśniony. Szczególnie dotyczy to norm i aparatury, które definitywnie pozwoliłyby oznaczyć zapalność i wybuchowość przedmiotowych cieczy palnych.

Luka badawcza w tym obszarze stała się przesłanką do podjęcia badań a przede wszystkim skonstruowania aparatury pozwalającej na wiarygodne i powtarzalne oznaczanie istotnych parametrów w tym zakresie.

Doktorant sformułował problem badawczy i naświetlił cel rozprawy.

Głównym celem było:

- opracowanie metody badawczej umożliwiającej oznaczanie podstawowych parametrów zapalności i wybuchowości aerozoli cieczy palnych,
- zaprojektowanie i wykonanie autorskiego stanowiska badawczego gwarantującego uzyskanie wartości liczbowych istotnych parametrów w tym zakresie.

Wytyczone cele badawcze wpisują się w koncepcję doboru właściwych metod oceny ryzyka w instalacjach przemysłowych.

Cele użytkowe pracy dotyczące nowej metody badawczej to:

- zastosowanie metody i aparatury dla przeprowadzenia oceny ryzyka wybuchu aerozoli na stanowiskach pracy oraz w otoczeniu instalacji przemysłowych,
- możliwość doboru odpowiednich systemów zabezpieczających i profilaktyki przeciwwybuchowej, uwzględniających wymogi prawne, w tym dyrektywy Unii Europejskiej.

Doktorant sformułował tezy rozprawy:

1. „Zastosowanie sterowanego, krótkiego czasu wytwarzania aerozoli bez dodatkowego medium gazowego prowadzi do bardziej precyzyjnej oceny właściwości zapalnych i wybuchowych aerozoli cieczy palnych”.
2. „Właściwości wybuchowe aerozoli cieczy palnych wykazują zależność od temperatury w której są oznaczane oraz stopnia rozdrobnienia cząstek osiągając różne wartości przy średniej średnicy Sautera w przedziale 10–50 μm ”.

Zakres rozprawy przedstawiono w sposób przejrzysty i wyczerpujący

3. Ogólna charakterystyka rozprawy

Przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska liczy 161 stron. Zawiera 88 rysunków i 14 tabel. W bibliografii zawierającej 129 pozycji większość to publikacje obcojęzyczne. Doktorant wykorzystał również 4 pozycje literaturowe własne jako współautor.

W pracy utrzymano następujące proporcje: podstawy teoretyczne i przegląd literatury – 25 str., część eksperymentalna z opracowaniem metody badawczej, opisem aparatury, wynikami i dyskusją – 99 stron.

4. Ocena merytoryczna rozprawy

Metodyka pracy

Doktorant przedstawił, w oparciu o dane literaturowe, problem braku wytycznych dotyczących wybuchowości cieczy (aerozoli) i ilościowego określenia parametrów ich cech zapalnych i wybuchowych. Wskazał również na istotny problem skutecznego zapobiegania takim zdarzeniom. Zauważył, że badania w tym zakresie są mniej rozpowszechnione niż badania par cieczy, gazów lub pyłów.

Dokonał oceny parametrów fizykochemicznych charakteryzujących podatność gazów, pyłów, cieczy i aerozoli cieczy palnych na wystąpienie zagrożenia wybuchowego.

Dla przedmiotowych aerozoli nie znalazł wytycznych umożliwiających postępowanie w przypadku pojawienia się ich w tzw. przypadkowych wyciekach z obiektów procesowych. Ten obszar badań ocenił jako słabo rozpoznany – mechanizm ich powstawania nie jest w pełni rozpracowany a stanowi zagrożenie w technologiach przemysłowych. Przeprowadził, w oparciu o analizę literaturową, szczegółową charakterystykę: zdarzeń przemysłowych z aerozolami, stosowanej aparatury pomiarowej i prowadzone testy palności i wybuchowości zgodnie z normą ASTM i dyrektywą UE (nie uwzględniają one badań dotyczących cieczy palnych, z których w wyniku nagłego i niekontrolowanego wypływu może powstać aerozol).

W kolejnym etapie Doktorant opracował metodę badawczą aerozoli cieczy palnych przyjmując koncepcję wypracowaną dla badań wybuchowości gazów i pyłów. Zwrócił uwagę na istotę wytworzenia jednolitej chmury aerozolu wewnątrz komory badawczej, zainicjowanie palenia oraz precyzyjny pomiar zmian ciśnienia w trakcie jego przebiegu.

Równocześnie przyjął kluczowe wymagania dla aparatury i oznaczenia tzw. charakterystyki wybuchowości. Należało określić przyrost ciśnienia oraz szybkość jego narastania podczas wybuchu (w komorze badawczej) w funkcji stężenia.

Dla tak wytypowanych zadań Doktorant określił plan badań przyjmując:

1. Sposób wytwarzania aerozolu – najbardziej odpowiednia metoda ciśnieniowa.
2. Sposób pomiaru wielkości kropel aerozolu – najlepsze do tego celu urządzenie Spraytec działające w oparciu o metodę dyfrakcji laserowej.
3. Wybór źródła zapłonu – iskra indukcyjna i pojemnościowa.
4. Opracowanie układu sterowania i kontroli – układ ma odpowiadać za stabilizację ciśnienia w układzie pompowym, jego kontrolę przed wtryskiem, kontrolę temperatury wewnątrz komory i sekwencji czasu trwania wtrysku i opóźnienia źródła zapłonu.
5. Opracowanie systemu pomiarowego – składał się z dwóch czujników ciśnienia, wzmacniaczy, systemu pomiaru temperatury oraz układu akwizycji danych SIRIUS HS.

Przyjęty plan wymagał zaprojektowania i wykonania aparatury składającej się z komory badawczej, układów: pompowo-wtryskowego, zapłonowego, sterowania i kontroli, akwizycji danych i chłodzenia.

Doktorant koncepcję swoją oparł o zasadę działania i budowę aparatury przeznaczonej do oznaczania parametrów wybuchowości gazów i pyłów.

Prawidłowe oznaczanie parametrów zapalności i wybuchowości aerozoli cieczy palnych w skonstruowanym stanowisku badawczym wymagało przeprowadzenia szeregu testów sprawdzających: na etapie przygotowawczym, prowadzenia badań poprawności działania poszczególnych urządzeń oraz wykonania weryfikacji metody.

Zastosowano sferyczną komorę badawczą firmy Adolfa Kühnera o obj. 5 dm³ z dwoma piezorezystancyjnymi przetwornikami ciśnienia Kistler 4624 (umożliwiały pomiar ciśnienia wybuchu i temperatury). Do wytwarzania aerozolu użyto pompy wysokiego ciśnienia Maximator GSF 35 z wtryskiwaczem elektromagnetycznym Bosch HDEV 0 261 500 109, z układem precyzyjnego sterowania wtryskiem Motoelektron CR1. Generatorem iskier indukcyjnych była cewka indukcyjna, kondensator oraz układ sterowania.

W badaniach, do wytwarzania aerozoli, wykorzystano naftę i izopropanol (etap wstępny) oraz etanol 99% i eter dietylowy 99,5% (w dalszych badaniach ze względu na powszechne zastosowanie w przemyśle).

Jakość wytworzonej chmury aerozolu oceniano testami wizualnymi stosując rejestrację kamerą Sony o częstotliwości nagrywania 1000 klatek/s oraz używając różne ciśnienia cieczy (od 10 do 20 MPa).

Przeprowadzono również test wydajnościowy wtrysku dla dokładnego określenia stężenia wytwarzanej cieczy a dla pomiaru wielkości cząstek aerozolu zastosowano laser dyfrakcyjny analizatora cząstek Malvern Panalytical Spraytec.

Testy z iskrowym źródłem zapłonu rejestrowane szybką kamerą Sony pozwoliły na określenie czasu opóźnienia inicjacji zapłonu – badanie powtarzano trzy- i czterokrotnie.

Na podstawie przeprowadzonych testów Doktorant szczegółowo zinterpretował procedurę badawczą – wyniki badań poparł licznymi wykresami i zależnościami matematycznymi zamieszczając schemat metody zawierający: algorytm decyzyjny, integrujący procedury przygotowawcze, operacyjne i walidacyjne.

W przedstawionych wnioskach odniósł się do wyników badań i zaproponował perspektywiczne wykorzystanie stanowiska badawczego.

W ramach pracy Doktorant opracował autorską metodologię oznaczania charakterystyki wybuchowości aerozoli cieczy palnych na zaprojektowanej i skonstruowanej autorskiej aparaturze badawczej.

Postawione w pracy doktorskiej tezy zostały pozytywnie uargumentowane a cele poznawcze i użytkowe osiągnięte.

Biorąc pod uwagę: dobór tematu, problem badawczy, cele rozprawy i postawione tezy jak również zastosowane metody i uzyskane wyniki, wyrażam przekonanie, że:

- rozpatrywany problem stanowi zagadnienie naukowe w dziedzinie nauk inżyniersko-technicznych i dyscyplinie „Inżynieria Środowiska, Górnictwo i Energetyka” – oznaczenie podstawowych parametrów zapalności i wybuchowości aerozoli cieczy palnych na autorskim prototypowym urządzeniu,
- cel rozprawy obejmujący opracowanie metody badawczej umożliwiającej oznaczanie wspomnianych parametrów oraz zaprojektowanie i wykonanie autorskiego stanowiska badawczego zapewniającego uzyskanie wartości liczbowych dla ustalonych parametrów, został rozwiązany poprawnie,
- poprawnie dobrano i zastosowano metody badawcze – uwypuklenia wymaga fakt przeprowadzenia szeregu testów sprawdzających dla oceny istotnych aspektów działania aparatury oraz weryfikację zastosowanej procedury badawczej. Doktorant świadomie weryfikował poprawność poszczególnych urządzeń w celu otrzymania rzetelnych i powtarzalnych wyników oraz wyeliminowania błędów pomiarowych,
- poprawna jest interpretacja uzyskanych wyników – należy podkreślić ogrom pracy włożony przez Doktoranta i rzetelną interpretację otrzymywanych wyników.

Biorąc pod uwagę powyższe jestem przekonana, że rozprawa zasługuje na wyróżnienie.

Zagadnienia naukowe rozwiązane samodzielnie przez Doktoranta

Doktorant dokonał przeglądu literatury w zakresie poruszanej tematyki, co pozwoliło na wyciągnięcie konstruktywnych wniosków i przeprowadzenie prac eksperymentalnych. Jest ważną częścią rozprawy, bo ukazuje lukę w przedmiotowym temacie i ukierunkowuje na badania w tym obszarze.

Prace eksperymentalne, których wyniki zamieszczono w rozdziałach 8 – 9 to najważniejsza część rozprawy – dowodzi samodzielności i dojrzałości badawczej.

Doktorant opracował metodologię badań eksperymentalnych i przeprowadzał dogłębną analizę otrzymywanych wyników na poszczególnych etapach badań. Wypracował metody pozwalające na pełną identyfikację (pomiar wielkości cząstek) rozpylonych aerozoli cieczy, oznaczył parametry wybuchowości i zapalności (dolną granicę wybuchowości i minimalną energię zapłonu) oraz zaproponował i przeprowadził badania przydatności aplikacyjnej. Wyniki badań przeanalizował i sformułował wnioski.

Ocena znajomości przedmiotu zagadnienia przez Doktoranta

W rozprawie wykazano się przeglądem literatury obejmującym 129 pozycji – w większości publikacje zagraniczne, w tym rozporządzenia i normy polskie PN EN wprowadzające normę europejską oraz ASTM (American Society for Testing and Materials – Amerykańskie Stowarzyszenie Badań i Materiałów).

Cytowane pozycje literaturowe dotyczą prowadzonych badań.

Doktorant opisuje szczegółowo przedstawiane w literaturze zjawiska wybuchowości gazów, pyłów i cieczy/par cieczy oraz aerozoli cieczy palnych. Zwraca uwagę na temat granic zapalności i wybuchowości a w przypadku aerozoli podkreśla brak aktów normatywnych dla rozpatrywanego zjawiska – uważa, ten obszar badań za słabo rozeznany.

Ten rodzaj medium stwarza ryzyko wybuchu w instalacjach przemysłowych a zdaniem Doktoranta opracowanie metody i poznanie istoty zjawiska przyczyni się do doboru odpowiednich systemów zabezpieczających i profilaktyki przeciwwybuchowej.

Uważam, że recenzowana rozprawa jest dowodem na eksperymentalne umiejętności Doktoranta i rzetelne przygotowanie do prowadzenia prac naukowych.

5. Uwagi dyskusyjne i wątpliwości

Po przeczytaniu ocenianej rozprawy doktorskiej nasuwają mi się pytania.

Opracowana metoda walidacji dotyczyła nafty, izopropanolu, etanolu 99% i eteru dietylowego 99,5%. Moje pytanie brzmi:

1. Czy przeprowadzono walidację metody dla innych substancji?

Kolejne pytanie dotyczy cieczy o skrajnych właściwościach fizykochemicznych (np. wysokiej lepkości, niskiej lotności).

2. W jakim zakresie zastosowana aparatura pozwala na przeprowadzenie badań dla takich cieczy?
3. Czy procedura badawcza nie będzie wymagała modyfikacji a jeśli tak to czy konstrukcja komory o obj. 5 dm³ umożliwi łatwą modyfikację (np. sprawa dołączenia systemu pomiaru stężeń w czasie rzeczywistym)?

Pytanie kolejne dotyczy autorskiej aparatury.

4. Jakiego Pana zdaniem są najpoważniejsze ograniczenia techniczne dla wykonanej aparatury?

6. Uwagi szczegółowe i redakcyjne

Rozprawa została bardzo starannie zredagowana przez Doktoranta. Treści zawarte w niej zaprezentowano w przystępny i zrozumiały sposób. Znalazłam jedynie drobne błędy typu redakcyjnego:

- str. 29 – (wiersz 7g) jest „dotyczy to awarii lub trakcie...” powinno być „dotyczy to awarii lub w trakcie...”,
- - str. 55 – (wiersz 3d) jest „... w porównaniu zapłonu”, powinno być „... w porównaniu do zapłonu”,

- str. 80 – (wiersz 11g) jest „... sprawdzenie poprawność działania...”, powinno być „... sprawdzenie poprawności działania...”,
(wiersz 6d) jest „...diethyl ether”, powinno być „... eter dietylowy”.
- str. 81 – (wiersz 2g) Tabela 8.1. kolumna 5 jest „Diethyl Ether”, powinno być „Eter dietylowy”
- str. 107 – (wiersz 9d) jest „Po upłynięciu ...”, powinno być „Po upływie ...”,

Uwaga dotycząca większości rozprawy: niejednokrotnie użyto jednostek spoza układu miar SI (np. °C dla temperatury, bar dla ciśnienia) – należałoby w związku z tym ujednolicić zapis.

Wykazane uwagi nie pomniejszają wartości recenzowanej rozprawy i nie mają wpływu na końcową ocenę.

7. Podsumowanie i wnioski końcowe

Podjęcie tematu badawczego i założenia rozprawy doktorskiej uważam za celowe, prawidłowo uzasadnione. Doktorant wykazuje bardzo dobrą wiedzę w realizowanym przedmiocie. Opracował i zbudował prototypowe urządzenie do wykonania badań.

Dowiódł umiejętności samodzielnego formułowania problemów naukowych oraz prowadzenia badań dla ich rozwiązania wraz z analizą i prezentowaniem wyników.

Opracował innowacyjną metodę oznaczania istotnych, ze względów bezpieczeństwa, parametrów aerozoli cieczy palnych, co stanowi solidną podstawę i może wnieść fundamentalny wkład do oceny zagrożeń w środowisku przemysłowym.

W moim przekonaniu, przedstawiona mi do recenzji rozprawa doktorska mgr inż. Adriana TOMANA pt.: „Oznaczenie parametrów zapalności i wybuchowości aerozoli cieczy palnych w oparciu o nową metodę badawczą”, przygotowana pod opieką promotora – prof. dr hab. inż. Eugeniusza Krauzego i promotora pomocniczego dr inż. Adama Dudy, spełnia wszystkie warunki i wymagania stawiane rozprawom doktorskim w rozumieniu Ustawy z dnia 20 lipca 2018 roku Prawo o Szkolnictwie Wyższym i Nauce (Dz. U. z 2023 r., poz. 742 z późn. zm.).

Wnioskuje o przyjęcie rozprawy przez Radę Naukową Głównego Instytutu Górnictwa-PIB w Katowicach i dopuszczenie jej Autora do kolejnych etapów przewodu doktorskiego.

Stawiam również wniosek do Wysokiej Rady o wyróżnienie rozprawy.

