

Instytut Techniki Lotniczej

Wydział Mechatroniki i Lotnictwa

Wojskowa Akademia Techniczna

ul. gen. S. Kaliskiego 2, 00-908 Warszawa

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr. inż. Łukasza MATYSIAKA p.t. „Experimental Analysis and Inverse Approach in Numerical Modelling of Curing Process of Composite Materials”

(Badania eksperymentalne oraz podejście odwrotne w modelowaniu numerycznym procesu utwardzania materiałów kompozytowych)

wykonana na wniosek Rady Wydziału Inżynierii Środowiska i Energetyki Politechniki Śląskiej z 11 lipca 2014 r. Pismo w tej sprawie (RIE-BD/4/384/2013/2014) skierował do mnie Prodziekan ds. Organizacji i Rozwoju dr hab. inż. Krzysztof Barbusiński, prof. nzw. w Politechnice Śląskiej.

1. Zasadność podjęcia tematu

Pan mgr inż. Łukasz Matysiak jest pracownikiem naukowym firmy Asea Brown Boveri Group Ltd. (ABB), która produkuje cenione w energetyce wysokonapięciowe izolatory przepustowe z izolacją z papieru impregnowanego żywicą (ang. Resin Impregnated Paper, RIP), oparte na bezolejowej technologii, które nie wymagają czynności konserwacyjnych, ponieważ nie ma w nich wycieków oleju. Wcześniej firma ABB produkowała izolatory przepustowe z izolacją z papieru impregnowanego (ang. Oil Impregnated Paper, OIP) oraz z papieru sklejanego żywicą (ang. Resin Bonded Paper, RBP). Kondensatorowe rdzenie izolacyjne przepustów RIP wykonuje się ze specjalnego papieru krepowanego z warstwami folii aluminiowej w taki sposób, by uzyskać zamierzony kształt pola elektrycznego.

Utwardzanie materiałów kompozytowych jest procesem egzotermicznym, podczas którego może dojść do uszkodzenia struktury kompozytu spowodowanego naprężeniami termicznymi. W czasie produkcji przepustów RIP dochodzi do sprzężenia wymiany ciepła w kompozycie z egzotermicznymi reakcjami sieciowania żywicy. Kontrola tych procesów wymaga znajomości zarówno rozkładu temperatury w funkcji czasu w materiale, jak i szybkości utwardzania żywicy. Aby zapobiec uszkodzeniom struktury kompozytu podczas procesu utwardzania, należy zbadać temperaturową odpowiedź materiału na dostarczony strumień ciepła, a to z kolei wymaga znajomości właściwości cieplnych, takich jak przewodność cieplna oraz ciepło właściwe. Parametry te są funkcją temperatury, a dodatkowo ortotropowy charakter kompozytu oznacza, że przewodność cieplna zależy od kierunku. Do określenia

właściwości cieplnych kompozytu można zaproponować wiele metod eksperymentalnych oraz analitycznych. Alternatywą jest estymacja parametryczna oparta na minimalizacji funkcji celu, która pozwala na jednoczesną identyfikację szukanych parametrów. Zwykle funkcja celu składa się z sumy kwadratów różnic temperatury zmierzonej oraz obliczonej z modelu matematycznego. Dlatego odpowiednie zaplanowanie eksperymentu, tzn. właściwa lokalizacja czujników temperatury, czas pomiaru oraz powierzchnia nagrzewania mają znaczenie zasadnicze. Optymalna estymacja parametryczna musi być oparta o analizę wrażliwości, tzn. znajomość współczynników wrażliwości nieznanymi właściwościami cieplnymi i korelacjami między nimi. Ogólnie mówiąc dwa parametry są skorelowane, jeżeli ich współczynniki wrażliwości są liniowo zależne. Korelacja występuje również pomiędzy parametrami modelu utwardzania kompozytu. Są to zwykle jedna lub dwie stałe związane z szybkością utwardzania kompozytu, a wynikające z prawa Arrheniusa oraz jeden lub dwa wykładniki potęgowe.

Mgr inż. Łukasz Matusiak podjął się rozpoznania i kompleksowej analizy problemów cieplnych związanych z procesem utwardzania żywic oraz kompozytów, tzn. papieru impregnowanego żywicą epoksydową, związanych z procesem produkcji przepustów RIP. Zakres pracy obejmuje zastosowanie metod odwrotnych, wykorzystujących modelowanie numeryczne złożonych procesów wymiany ciepła i masy oraz eksperymenty do wyznaczenia kinetyki procesu utwardzania materiałów kompozytowych. Dzięki temu stworzone zostały podstawy do dalszych prac w tym zakresie. Zasadność podjęcia tematu nie budzi moich zastrzeżeń. Dodatkowo napisanie pracy w języku angielskim znacznie zwiększa krąg czytelników.

2. Ogólna charakterystyka i ocena rozprawy

Rozprawa doktorska p. mgr. inż. Łukasza Matysiaka została wydana w 2014 r. w Instytucie Techniki Ciepłej Politechniki Śląskiej w Gliwicach. Praca o objętości 164 stron podzielona jest na 7 rozdziałów, zawiera bogaty materiał ilustracyjny w formie rysunków, tabel i wykresów oraz wykaz literatury na końcu pracy. Do pracy dołączono płytę CD z wynikami obliczeń (Appendix na końcu pracy przed literaturą).

W rozdziale pierwszym przedstawiono problemy związane z produkcją wysokonapięciowych izolatorów przepustowych z izolacją z papieru impregnowanego żywicą RIP. Dokonano przeglądu literatury oraz sformułowano cele pracy.

Podrozdział 1.1 nie budzi moich zastrzeżeń. Podrozdział 1.2 zawiera przegląd literatury. Brakuje w nim – moim zdaniem – ważnej pracy z tej tematyki, tzn. rozprawy doktorskiej Sadrine Garcia: *Experimental design optimization and thermophysical parameter estimation of composite materials using genetic algorithms* (1999), która jest dostępna w Internecie i której tematyka jest podobna do tematyki niniejszej pracy. W pracy tej zastosowano metodę algorytmów genetycznych do rozwiązania problemu, do którego w niniejszej pracy wykorzystano metodę roju cząstek. Brakuje literatury z zakresu analitycznych metod opisu materiałów kompozytowych oraz prac dotyczących charakteru

kinetyki procesu utwardzania materiałów kompozytowych. W literaturze przedmiotu można znaleźć modele kinetyki utwardzania oparte na wiedzy związanej ze znajomością poszczególnych reakcji chemicznych. Na podstawie analizy literatury Doktorant dostrzega natomiast znaczenie badań z użyciem mikrokalorymetrów skaningowych DSC, chociaż poddaje w wątpliwość ich przydatność do badań reakcji utwardzania przepustów RIP. Alternatywą jest analiza odwrotna. Stąd znajdujemy wiele pozycji literaturowych, które prezentują rozwiązania różnych problemów odwrotnych. Przegląd literatury w tym zakresie wydaje się być wystarczający. Podrozdział 1.3. opisuje cel główny, jakim jest opracowanie modelu numerycznego do symulacji i analizy procesu utwardzania żywicy epoksydowej w strukturze kompozytu. Do tego celu zastosowano pakiet numeryczny ANSYS Fluent, który daje ogromne możliwości, ale jest dość trudny do opanowania. Ważna jest również analiza odwrotna przydatna do określania parametrów kinetyki procesu utwardzania. Przedstawione zadania do wykonania są potrzebne i nie budzą moich zastrzeżeń. Podrozdział 1.4 przedstawia w skrócie zasadnicze tezy zawarte w każdym z rozdziałów.

W rozdziale drugim przedstawiono w skrócie technologię produkcji przepustów RIP. Papierowe rdzenie izolacyjne są suszone w warunkach próżniowych oraz impregnowane specjalną żywicą epoksydową. Sterowane komputerowo procesy suszenia próżniowego i impregnacji oraz końcowego utwardzania żywicy są skomplikowane. W rozdziale podano także podstawowe dane użytej w pracy do badań żywicy epoksydowej z utwardzaczem: EPIKOTE™ Resin 04820 + EPIKURE™ Curing Agent 860. Natomiast przedstawione w tym rozdziale chemiczne formuły molekularne żywic epoksydowych w formie łańcuchów chemicznych uważam za zbędne.

W rozdziale trzecim opisano podstawy matematycznego modelowania kinetyki procesu utwardzania. Podrozdział 3.1 dotyczy modeli matematycznych opisujących kinetykę reakcji utwardzania. W 1973 roku Kamal i Souror opracowali model matematyczny autokatalitycznej szybkości utwardzania kompozytu $\dot{\alpha}$, który uwzględnia jeden pik krzywej zależności szybkości utwardzania od stopnia utwardzania, tzn. $\dot{\alpha}(\alpha)$. W ich ujęciu proces utwardzania można podzielić na fazę indukcji oraz etap przyspieszenia i relaksacji, który właśnie obejmuje pik zależności $\dot{\alpha}(\alpha)$. W niniejszej dysertacji model ten został rozwinięty na potrzeby opisu reakcji utwardzania żywicy epoksydowej z utwardzaczem: EPIKOTE™ Resin 04820 + EPIKURE™ Curing Agent 860, w której mamy dwa piki krzywej $\dot{\alpha}(\alpha)$. W pracy nie znalazłem informacji czy zmodyfikowane wyrażenie $\dot{\alpha}(\alpha)$ jest autorstwa Doktoranta, czy też jest owocem wcześniej pracy doktorskiej p. Z. Bulińskiego. Podrozdział 3.2 opisuje metodę określenia zależności $\dot{\alpha}(\alpha)$ w oparciu o badania eksperymentalne z użyciem mikrokalorymetrów skaningowych DSC. W oparciu o te badania przedstawiono zależność $\dot{\alpha}(\alpha)$ dla badanej w pracy żywicy oraz określono ciepło reakcji utwardzania H_2 , J/kg. Badania takie to klasyka, która nie wymaga komentarza. Można jedynie dodać, że przedstawiony na rys. 3.2 „wydruk” wyników z DSC nie został wykonany na typowym mikrokalorymetrze skaningowym, ponieważ zawiera również krzywą zmiany masy w funkcji temperatury czym zajmuje się termograwimetria (TGMA). W

podrozdziale 3.3 Doktorant wyjaśnia podstawy związane z rozwiązywaniem zagadnień odwrotnych przewodzenia ciepła oraz przedstawia opracowaną przez siebie metodologię rozwiązania zagadnienia odwrotnego z użyciem metody roju cząstek lub (bądź jednocześnie) metody Levenberga-Marquardta. Uznane budzi opracowana w ramach pracy oryginalna aplikacja IRACKLIS i wykorzystanie skryptu w module UDF (User Defined Function) w procesie estymacji parametrycznej. Okno programu prezentowane na rys. 3.7 jest czytelne i bez wątpienia aplikacja będzie pomocna nie tylko dla Autora. Mankamentem pracy jest brak ilustracji dla porównania wyników symulacji zależności szybkości utwardzania od czasu, tzn. $\dot{\alpha}(t)$ dla różnych prędkości grzania DSC, zależności stopnia utwardzania od czasu, tzn. $\alpha(t)$ dla różnych prędkości grzania DSC z wynikami takich badań otrzymanych w mikrokalorymetrycznym skaningowym DSC. Interesujące byłyby również symulacje zależności $\dot{\alpha}(\alpha)$ dla warunków izotermicznych, które nie mają bezpośredniego przełożenia w badaniach z użyciem DSC, ale pokazują czy udało się uzyskać dwa lokalne maksima zależności $\dot{\alpha}(\alpha)$. Ilustracje $\dot{\alpha}(\alpha)$ należało wykonać nie tylko dla czystej żywicy, ale także dla kompozytu z krepowanym papierem, tzn. dla kompozytu przepustu RIP. Ilustracje takie można np. znaleźć w pracy Sadrine Garcii.

W rozdziale czwartym przedstawiono wirtualny eksperyment, który wykonano, by sprawdzić poprawność matematycznych procedur użytych w zagadnieniu odwrotnym. Sformułowanie zagadnienia utwardzania kompozytu nie budzi zastrzeżeń. Układ równań złożony z równania zachowania masy, pędu (układ równań Navier'a Stokesa) oraz energii to klasyka przy badaniach wymiany ciepła i masy w materiałach, w których następuje zmiana fazy. W taki sposób liczymy np. wymianę ciepła w wosku, który jest używany przy chłodzeniu układów elektronicznych. Ważną modyfikacją problemu jest uwzględnienie (jako wariant obliczeń) w równaniu zachowania masy stopnia utwardzania α . Do obliczeń powyższego układu równań w układzie osiowosymetrycznym zastosowano tzw. pressure-based solver pakietu Fluent, który jest stosowany do przepływów laminarnych. W czasie utwardzania żywic epoksydowych w dużej masie procesy egzotermiczne prowadzą często do gotowania się utwardzanej masy. Przykładowo prowadzony w temperaturze pokojowej proces utwardzania żywicy epoksydowej EP 53 przebiega burzliwie (proces zbliżony do gotowania). Zatem obliczenia dla kompozytu z papierem będą poprawne, natomiast dla czystej żywicy mogą być obarczone błędem eliminacji przepływu turbulentnego. Z kolei ponieważ przyjęta do obliczeń zmiana gęstości żywicy w funkcji temp. nie jest duża, zastosowany solver, który jest używany głównie dla cieczy o stałej gęstości, nie budzi zastrzeżeń. Do obliczeń numerycznych wykorzystano siatkę hybrydową, ponieważ obok czworokątów są tam również elementy trójkątne. Gdyby przy dyskretyzacji przestrzeni przy wlewie formy zastosowano tzw. interfejs, czyli linię, która dzieli, ale „nie bierze udziału w obliczeniach”, siatka składałaby się tylko z wielokątów. Mała skośność siatki, która dla większości elementów wynosi 0.1, świadczy o poprawności dyskretyzacji. Do obliczeń ciśnień stosuje się głównie metodę PRESTO, która również i w tym przypadku została wybrana. Na koniec uwag związanych z techniką obliczeń należy zaznaczyć, że obliczenia w układzie

1D różnią się dokładnością od tych w 2D. W przypadku procesów utwardzania już etap napełniania nie jest „osiowosymetryczny”, a dodatkowo w temperaturze początkowej rozpoczyna się proces sieciowania, co razem skłania do przyjęcia geometrii 3D.

Obliczenia numeryczne wykonano dla żywicy 4-składnikowej, zbadanej wcześniej przez K. Kaszę i L. Malinowskiego dla modelu Kamala ($A_1=0$). Właściwości materiałowe przyjęto jako zależności od temperatury w postaci funkcji kawałkami liniowych, co jest praktyką powszechnie przyjętą w tego typu obliczeniach. Początkowe – podobne dla wszystkich parametrów - zaburzenie danych A_2 , E_2 , m i n oraz H_{Σ} uważam w tym przypadku za niecelowe, ponieważ nie było wzorcowych danych wejściowych, tzn. nie wiemy, z jaką dokładnością wyznaczono na DSC te parametry, a dodatkowo warunki brzegowe, tzn. zależności temperatury od czasu na brzegu formy pochodziły z eksperymentu. W reakcjach autokatalitycznych katalizator powstaje w czasie jej przebiegu, co objawia się małą szybkością początkową reakcji i jej widocznym przyspieszeniem, gdy ilość katalizatora wzrasta z czasem. Stąd zaburzenie danych wejściowych nie jest – moim zdaniem – celowe, gdy dane wejściowe pochodzą z różnych źródeł. Czas obliczeń numerycznych okazał się bardzo duży i to zarówno w przypadku zastosowania przy estymacji parametrów modelu utwardzania metody Levenberga-Marquardta, jak i metody roju cząstek. Zbieżność była szybsza w przypadku metody Levenberga-Marquardta. Wyznaczono „tylko” cztery parametry. Analiza pracy doktorskiej Sadriny Garcii pokazuje, że nie uzyskano zbieżności, korzystając z metody algorytmów genetycznych, jeżeli było do wyznaczenia sześć parametrów modelu Kamala. Trzeba było zdefiniować dodatkowe kryterium zbieżności, które było odpowiedzią na najmniejsze współczynniki wrażliwości, a zarazem duże różnice pomiędzy największymi i najmniejszymi współczynnikami wrażliwości. Należy podkreślić, że wyniki obliczeń parametrów A_2 , E_2 , m i n oraz H_{Σ} zestawione przez Doktoranta w Tabeli 4.5 to duży sukces, pomimo sporych różnic pomiędzy niektórymi parametrami a danymi wzorcowymi, które sięgają nawet 30% (Tabela 4.5). Uzyskano bardzo dobrą korelację pomiędzy przebiegami temperatury w funkcji czasu we wszystkich analizowanych punktach formy. W podrozdziale 4.5 przeprowadzono walidację wyników obliczeń metodą odwrotną. Dla siatek o różnej ilości elementów uzyskano dużą zgodność pomiędzy temperaturami uzyskanymi z eksperymentu oraz z obliczeń. Wpływ warunków brzegowych badano w taki sposób, że zaburzano przebieg temperatury tylko w jednym punkcie. Obie metody, tzn. Levenberga-Marquardta oraz roju cząstek dały dobrą zgodność profili temperatury zmierzonej i estymowanej. Stwierdzono na tej podstawie, że przyjęta metodyka obliczeń odwrotnych jest wolna od błędów programu zastosowanego do obliczeń numerycznych. Korzystając z generatora liczb pseudolosowych zaburzano również poszczególne punkty zależności temperatury od czasu i badano ich wpływ na dokładność obliczeń. Ta część podrozdziału 4.5.3 nie jest dla mnie w pełni zrozumiała, jeżeli chodzi o efektywność metodyki odwrotnej. Podrozdział 4.6 zawiera analizę wrażliwości i stanowi rozwinięcie kwestii poruszonych w podrozdziale 3.3.2.2. Analiza wrażliwości pozwala wybrać współczynniki (własności), które mogą być poprawnie wyznaczone, a także

przygotować eksperyment w taki sposób, by zminimalizować wpływ błędów zaburzeń na wynik estymacji poszukiwanych parametrów przyjętych jako znane. Jeżeli mamy do wyznaczenia dwa lub więcej parametrów, to znajomość wielkości współczynników wrażliwości powinna być wykorzystana następnie do zbadania np. D-kryterium Becka (D- optymalizacja) opartej na macierzy informacji Fishera. W pracy brakuje informacji na ten temat. Lepsze byłoby również zilustrowanie na rysunku 4.19 bezwymiarowych współczynników wrażliwości estymowanych parametrów A_2 , E_2 , m i n oraz H_{Σ} w funkcji czasu, a nie wartości bezwzględnych. Brakuje mi również przykładowych rysunków ilustrujących liniową zależność bezwymiarowych współczynników wrażliwości wybranych parametrów. Ostatecznie do obliczeń odwrotnych wybrano zależności temperatury w funkcji czasu w punktach T3 oraz T5. Należy podkreślić złożoność problemu związaną z przestrzennym rozkładem w funkcji czasu względnych współczynników wrażliwości (np. inną w funkcji czasu dla punktu T3 w stosunku do punktu T5), co – jak podkreśla Doktorant – jest związane najprawdopodobniej z reakcją sieciowania żywicy.

W rozdziale piątym opisano próbne badania eksperymentalne procesu utwardzania czystej żywicy oraz kompozytu, tzn. papieru impregnowanego żywicą epoksydową, związane bezpośrednio z procesem produkcji przepustów RIP. Formę aluminiową wypełnioną kompozytem w kształcie cylindra o wymiarach: wysokość - 17 cm, średnica - 10 cm umieszczono w piecu (urządzeniu termostatycznym). Wstępnie próbkę termostatowano przez 5 godzin w temperaturze 50 °C. Następnie stosowano trzy programy nagrzewania: do temperatury 120, 130 oraz 140 °C. W trakcie procesu sieciowania za pomocą termoelementów typu K mierzono temperaturę w 21 punktach obudowy formy oraz w kilku punktach wewnątrz próbki. Brakuje informacji, w jaki sposób zamocowano termoelementy wewnątrz próbki tak, by ich umiejscowienie nie uległo zmianie przy napełnianiu formy oraz w trakcie procesu sieciowania kompozytu. Wyniki badań eksperymentalnych temperatury w funkcji czasu przedstawiono w podrozdziale 5.4. Badania czystej żywicy bez utwardzacza uważam za niecelowe. Z kolei duży rozrzut wartości maksymalnych przy utwardzaniu żywicy z utwardzaczem oraz kompozytu z papierem krepowanym świadczy o silnej niejednorodności procesów egzotermicznych w żywicy. Wydaje się również, że maksymalna temperatura żywicy z utwardzaczem ogrzanej do np. 140 °C powinna być wyższa, niż taka sama temperatura maksymalna kompozytu z papierem. Brakuje w tym miejscu takiego porównania. Jeżeli chodzi o wpływ wilgoci papieru krepowanego na gwałtowny skok temperatury kompozytu w funkcji czasu, to jest on spowodowany – moim zdaniem – egzotermiczną reakcją chemiczną wody ze składnikami kompozytu i nie ma związku, jak o tym pisze Doktorant, z ciepłem parowania. Podobne efekty można zaobserwować przy polimeryzacji pianek poliuretanowych z udziałem niewielkich ilości wody.

W rozdziale szóstym przedstawiono analizę wyników obliczeń reakcji sieciowania kompozytu, tzn. papieru impregnowanego żywicą epoksydową, związane bezpośrednio z procesem produkcji przepustów RIP. Dla potrzeb obliczeń i pełnego wykorzystania możliwości pakietu ANSYS Fluent, zmodyfikowano model matematyczny, uwzględniając porowatość papieru krepowanego kompozytu

oraz efekty fizyczne z tym związane, np. spadek ciśnienia związany z przepływem w porach. Współczynnik lepkości płynu, porowatość papieru krepowanego wzięto z literatury. Nie wszystkie dane uwzględniały zależność tych parametrów od temperatury. Dalej stosowano geometrię 2D. Siatka dla dużych komórek (3 mm) była regularna i ulegała pogorszeniu wraz ze zmniejszaniem wymiarów komórki (0.75 mm). Warunki przeprowadzenia eksperymentu były podobne do tego opisanego w rozdziale 5. Czas pomiarów, który wynosił 10 godzin, również był taki sam, jak poprzednio. Papier krepowany w próbce pomiarowej był nawinięty na tyle gęsto, że warstwy żywicy miały w praktyce grubość warstwy papieru. Modelowano proces utwardzania według równania (3.10), co oznacza dwa lokalne maksima funkcji $\dot{\alpha}(\alpha)$ oraz dziesięć parametrów do wyznaczenia przy rozwiązaniu zagadnienia odwrotnego. Jako parametry startowe przyjęto dane z Tabeli 6.6 (w tym $H_{\Sigma} = const.$). Dodatkowo przyjęto również jako wariant obliczeń zależność $H_{\Sigma}(\dot{\alpha})$. W obliczeniach odwrotnych szacunek musi budzić elastyczność w ilości estymowanych parametrów (Tabela 6.8). Ostatecznie uzyskano dużą zgodność wyników eksperymentu z danymi z symulacji. Jak podkreśla Doktorant, największy wpływ na wyniki miało uwzględnienie zależności właściwości termofizycznych od temperatury. Wielkość siatki nie ma już takiego wpływu na wyniki, aczkolwiek dla siatki o komórkach największych (3 mm), uzyskano wyniki przybliżone. Jak potwierdziły symulacje, lokalizacja termopar ma duży wpływ na wyniki. Analiza wrażliwości potwierdziła przypuszczenie, że kilkumilimetrowe przesunięcie czujnika skutkuje znaczącą zmianą temperatury ze względu na duże gradienty temperatury w próbce. W podpunkcie 6.5 przedstawiono symulacje numeryczne procesu utwardzania materiałów kompozytowych. Układ równań złożony z równania zachowania masy, pędu (układ równań Navier'a Stokesa) oraz energii uległ modyfikacji. Równanie pędu wzbogaciło się o człon źródłowy związany ze spadkiem ciśnienia w porach. Dodatkowo rozważono dwa przypadki: w pierwszym uwzględniono porowatość tylko w równaniu energii (pozostawiając równanie zachowania masy bez zmian), w drugim uwzględniono porowatość (oraz stopień α i szybkość utwardzania $\dot{\alpha}$) również w równaniu zachowania masy. Do estymacji parametrów procesu utwardzania zastosowano metodę Levenberga-Marquardta. W przypadku metody roju cząstek czas obliczeń był zbyt duży. Wyniki obliczeń przedstawiono w podpunkcie 6.5.2. Wyniki symulacji przedstawione na rysunkach 6.9 pokazują jednoznacznie, że reakcja egzotermiczna utwardzania żywicy rozpoczyna się po około 2 godzinach od momentu startu. Należy pamiętać, że sam proces utwardzania startuje od czasu $t=0$. Muszę przyznać, że w tym momencie przydatne stają się obliczenia i wcześniejsze pomiary temperatury w funkcji czasu dla czystej żywicy bez utwardzacza. Nie wszystkie wyniki można zaakceptować. Jak przyznaje Doktorant, nawet dla czystych żywic z utwardzaczem, np. IA_8, wyniki symulacji nie są zgodne z eksperymentem. Prawdopodobnie winny jest nie do końca adekwatny model reakcji utwardzania lub błędy lokalizacji sensorów. Na rysunkach 6.10 oraz 6.11 Doktorant przedstawił wyniki symulacji temperatury w funkcji czasu w wybranych punktach formy dla kompozytu żywicy i papieru krepowanego. Na wszystkich rysunkach dla czasu pomiaru zbliżonego do

$t=4$ godziny pojawiają się nieuzasadnione piki i temperatura osiąga $200\text{ }^{\circ}\text{C}$, co nie znajduje potwierdzenia w eksperymencie. Na tej podstawie Doktorant wysuwa wniosek, że przyjęty do obliczeń zagadnienia odwrotnego wyniki model symulacji kinetyki procesu utwardzania nie jest odpowiedni dla struktury kompozytu żywicy z papierem krepowanym. Ostatecznie nie wszystkie wyniki skłaniają do podobnych wniosków. Sytuacja wygląda znacznie lepiej dla kompozytu IA_3.2 (rys. 6.12).

W rozdziale siódmym przedstawiono wnioski wynikające z niniejszej dysertacji oraz wysunięto propozycje kontynuacji badań w tej tematyce w przyszłości.

Literatura obejmuje 97 pozycji, w tym sześć publikacji, których Doktorant jest współautorem. Trzy z nich opublikowano w czasopismach z tzw. listy filadelfijskiej.

Ocena rozprawy

Według mojej oceny wymiana ciepła i masy w czystej żywicy epoksydowej z utwardzaczem i dodatkowo utwardzanej w dużej objętości różni się zasadniczo od takiej samej wymiany ciepła i masy w kompozycie złożonym z czystej żywicy z utwardzaczem oraz papierem krepowanym. W tym drugim przypadku warstwa żywicy ma grubość warstwy papieru krepowanego. W takiej warstwie o grubości rzędu dziesiątych części milimetra nie można mówić o konwekcji, przepływie laminarnym czy wymianie masy. Porowatość materiału jest również do pominięcia. Wystarczy zatem rozwiązanie zagadnienia odwrotnego procesu krzepnięcia kompozytu ograniczyć do wyników pomiarów procesu utwardzania w mikrokalorymetrze skaningowym DSC, a dalsze obliczenia ograniczyć do równania Fouriera ze źródłem. Pomiary na DSC można bardzo dokładnie zamodelować, gdyż próbki są małe, omywane helem (gaz o dużej przewodności cieplnej), co gwarantuje jednorodny rozkład temperatury w próbce podczas nagrzewania i to powinno się przełożyć na precyzyjne wyznaczenie w zagadnieniu odwrotnym współczynników równania Kamala. Zupełnie inaczej proces będzie przebiegał w czystej żywicy z utwardzaczem w dużej masie. Tutaj rozwiązanie układu równań (zachowania masy, pędu oraz energii) jest jak najbardziej zasadne. Dodatkowo – o czym wspominam w recenzji – należy rozważyć trójwymiarową geometrię problemu (3D).

Powyższe uwagi nie umniejszają wartości pracy, którą oceniam wysoko. Szczególne uznanie budzi rozwiązanie zagadnienia odwrotnego i wykorzystanie skryptu w module UDF w procesie estymacji parametrycznej. Praca łączy eksperyment z obliczeniami według własnych kodów numerycznych oraz z wykorzystaniem pakietu ANSYS Fluent. W pracy widać determinację Autora do rozwiązania problemu ze wszystkimi jego aspektami. Tekst jest bardzo rozbudowany, cała praca jest napisana starannie i w języku angielskim. Autor wyjaśnia każdy szczegół, który może być dla czytającego trudny do zrozumienia. Stąd również tekst recenzji jest obszerny.

3. Uwagi krytyczne, uwagi redakcyjne

W Oznaczeniach (Nomenclature) do litery f przypisano funkcję, a jest to funkcjonał. Na str. 49, rys. 3.5 – składający się z dwóch rysunków, z których oba są zbyt małe i przez to trudne do odczytania. Na str. 78, rys. 4.8 - rysunek siatki jest zupełnie nieczytelny. W podpunkcie 5.2 brakuje rysunków związanych ze sposobem zamocowania termoelementów wewnątrz formy. Na str. 99, 5 wiersz od góry jest: 134 W/mK, a powinno być 134 W/(m*K) lub 134 W/mK.

Uwagi krytyczne zamieściłem w punkcie 2 niniejszej recenzji i są to: 1) pominięcie w kwerendzie literatury pracy Sandry Garcii; 2) brak informacji czy zmodyfikowane wyrażenie $\dot{\alpha}(\alpha)$ jest autorstwa Doktoranta, czy też jest owocem wcześniej pracy doktorskiej p. Z. Bulińskiego; 3) brak informacji, na jakim urządzeniu DSC uzyskano wydruk przedstawiony na rys. 3.2; 4) brak ilustracji dla porównania wyników symulacji zależności szybkości utwardzania od czasu, tzn. $\dot{\alpha}(t)$ dla różnych prędkości grzania DSC, zależności stopnia utwardzania od czasu, tzn. $\alpha(t)$ dla różnych prędkości grzania DSC z wynikami takich badań otrzymanych w mikrokalorymetrze skaningowym DSC. Interesujące byłyby również symulacje zależności $\dot{\alpha}(\alpha)$ dla warunków izotermicznych, które nie mają bezpośredniego przełożenia w badaniach z użyciem DSC, ale pokazują czy udało się uzyskać dwa lokalne maksima zależności $\dot{\alpha}(\alpha)$. Ilustracje $\dot{\alpha}(\alpha)$ należało wykonać nie tylko dla czystej żywicy, ale także dla kompozytu z krepowanym papierem, tzn. dla kompozytu przepustu RIP; 5) rozpatrzenie możliwości obliczeń problemu w geometrii 3D. W przypadku procesów utwardzania już etap napelniania nie jest „osiowosymetryczny”, a dodatkowo w temp. początkowej rozpoczyna się proces sieciowania, co razem skłania do przyjęcia geometrii 3D; 6) korzystając z generatora liczb pseudolosowych zaburzano poszczególne punkty zależności temperatury od czasu i badano ich wpływ na dokładność obliczeń. Ta część podrozdziału 4.5.3 nie jest w pełni zrozumiała, jeżeli chodzi o efektywność metodyki odwrotnej – proszę o wyjaśnienia; 7) jeżeli mamy do wyznaczenia dwa lub więcej parametrów, to znajomość wielkości współczynników wrażliwości powinna być wykorzystana następnie do zbadania np. D-kryterium Becka (D-ptymalizacja) opartej na macierzy informacji Fishera. W pracy brakuje informacji na ten temat. Lepsze byłoby również zilustrowanie na rysunku 4.19 bezwymiarowych współczynników wrażliwości estymowanych parametrów A_2 , E_2 , m i n oraz H_{Σ} w funkcji czasu, a nie wartości bezwzględnych. Brakuje również przykładowych rysunków ilustrujących liniową zależność bezwymiarowych współczynników wrażliwości wybranych parametrów; 8) jeżeli chodzi o wpływ wilgoci papieru krepowanego na gwałtowny skok temperatury kompozytu w funkcji czasu, to jest on spowodowany – moim zdaniem – egzotermiczną reakcją chemiczną wody ze składnikami kompozytu - proszę o komentarz Doktoranta.

4. Ostateczna ocena pracy

Uważam, że rozprawa doktorska mgr inż. Łukasza Matysiaka zawiera wiele wartościowych wyników. Doktorant wykazał pełną dojrzałość naukową oraz zdolność do rozwiązywania złożonych zagadnień

naukowych. Podjęta przez niego tematyka badań jest interesująca z punktu widzenia naukowego oraz ma duże znaczenie praktyczne. Przeprowadzone badania eksperymentalne i obliczenia numeryczne świadczą o dużych umiejętnościach Doktoranta. Reasumując potwierdzam, że przedstawiona do recenzji praca doktorska pt. *Experimental Analysis and Inverse Approach in Numerical Modelling of Curing Process of Composite Materials* spełnia wszystkie kryteria ustawowe, tzn. spełnia wymagania w oparciu o obowiązującą ustawę z dnia 14 marca 2003 roku ze zmianami z dnia 18 marca 2011 roku *O stopniach i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki* i zwyczajowe stawiane pracom doktorskim i może być dopuszczona do publicznej obrony w dziedzinie nauk technicznych w zakresie dyscypliny naukowej Energetyka.

Uzasadnienie wyróżnienia

Badania przedstawione przez mgr inż. Łukasza Matysiaka w pracy doktorskiej mają wysoki aspekt aplikacyjny. Doktorant opracował podejście odwrotne, w którym parametry modelu kinetyki reakcji utwardzania zostały wyznaczone na podstawie informacji o temperaturach zarejestrowanych w układzie podczas przebiegu procesu utwardzania. Przygotował oryginalną aplikację w celu pełnego zautomatyzowania procedury optymalizacyjnej, która została oparta na dwóch algorytmach, tzn. na metodzie Levenberga-Marquardta oraz metodzie roju cząstek. W związku z tym wnioskuję o wyróżnienie recenzowanej pracy doktorskiej.

Łukasz Matysiak Ryszard

