

Gliwice, 5. września 2023 r.

prof. dr hab. inż. Marian Kampik
Katedra Metrologii, Elektroniki i Automatyki
Wydział Elektryczny
Politechnika Śląska
ul. Akademicka 10
44-100 Gliwice
tel. 32 237 1241
email: marian.kampik@polsl.pl

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr. inż. Łukasza Macioszek

pt. „Badania i analiza zawartości wody w olejach napędowych metodą spektroskopii impedancyjnej”

1. Wstęp

Przedłożona recenzja została opracowana na zlecenie Przewodniczącego Rady Dyscypliny Naukowej Automatyka, Elektronika, Elektrotechnika i Technologie Kosmiczne Uniwersytetu Zielonogórskiego, dr. hab. inż. Pawła Szcześniaka, prof. UZ (pismo o sygnaturze WE-IE-A/15/23). Promotorem rozprawy jest prof. dr hab. inż. Ryszard Rybski.

2. Opinia o tematyce i zakresie rozprawy

Jakość oleju napędowego, powszechnie stosowanego w transporcie lądowym, ma bardzo duże znaczenie z punktu widzenia wielu gałęzi gospodarki. Jakość tego paliwa, dopuszczonego do obrotu w Europie, musi spełniać normę EN 590 z roku 2022, opracowaną przez Europejski Komitet Normalizacyjny. Wcześniejsza wersja tej normy, zaadaptowana przez Polski Komitet Normalizacyjny była podstawą do sformułowania wymagań, określonych w Rozporządzeniu Ministra Gospodarki z dnia 9. października 2015 r. w sprawie wymagań jakościowych dla paliw ciekłych.

Jednym z podstawowych parametrów, charakteryzujących jakość oleju napędowego, jest zawartość wody. Zawartość ta powinna być odpowiednio niska. Duża zawartość wody w oleju przyczynia się, między innymi, do uszkodzenia wtryskiwaczy paliwa w silnikach wysokoprężnych. Aktualnie stosowane są cztery metody ilościowego wyznaczenia zawartości wody w oleju napędowym: metoda kulometrycznego miareczkowania Karla Fischera, metoda wirówkowa, metoda destylacji oraz metoda spektrofotometryczna. Pierwsza z wymienionych metod charakteryzuje się relatywnie dużą



dokładnością, ale wymaga dostarczenia próbki do laboratorium i wykonania przez wykwalifikowany personel badań z zastosowaniem odpowiednich odczynników chemicznych. Ogólnie metoda ta jest czasochłonna i kosztowna, co utrudnia częste wykonywanie kontroli zawartości wody na stacjach paliw.

Recenzowana rozprawa dotyczy zbadania możliwości wykorzystania relatywnie taniej, nieskomplikowanej i szybkiej metody analizy elektrycznych właściwości olejów napędowych do wykrywania zawartej w nich wody o stężeniu przekraczającym dopuszczalne. Z dwóch metod zbadanych przez Autora: metody elektrochemicznej spektroskopii impedancyjnej oraz metody spektroskopii dielektrycznej, na szczególną uwagę zasługuje metoda spektroskopii impedancyjnej. W porównaniu z dotychczas stosowanymi metodami, jest ona znacznie prostsza, mniej czasochłonna i co najważniejsze, pozwalająca – po zbudowaniu odpowiedniego przyrządu, opierającego się na wynikach badań przedstawionych przez Autora - na wykonanie badania zawartości wody w oleju *in situ*, bez konieczności transportowania próbki do specjalistycznego laboratorium. Metoda spektroskopii impedancyjnej wymagała opracowania przez Doktoranta elektrycznego modelu zastępczego oleju napędowego, który to model umożliwi analizę zawartości wody w badanym oleju przy wykorzystaniu zmierzonej zależności impedancji próbki od częstotliwości. W celu weryfikacji empirycznej Autor rozprawy dokonał pomiarów zawartości wody w próbkach oleju napędowego, pochodzącego od pięciu różnych dostawców. W celu weryfikacji początkowej zawartości wody w pobranym paliwie, jego niewielka część, o objętości około 100 ml, była wysłana do zewnętrznego, certyfikowanego laboratorium w celu pomiaru zawartości wody metodą miareczkowania kulometrycznego Karla Fischera, określonej w normie PN-EN ISO 12937:2005. Następnie Doktorant mieszał pobrane próbki oleju napędowego z wodą o znanej objętości, celem wyznaczenia charakterystyki częstotliwościowej impedancji. Uzyskane wyniki pomiarów posłużyły do opracowania elektrycznego obwodu zastępczego, odznaczającego się najbardziej zbliżonymi charakterystykami impedancji w badanym zakresie częstotliwości. Jeden z parametrów tego obwodu został wybrany do utworzenia krzywych kalibracyjnych, które wiążą wartość tego parametru z zawartością wody. Następnie Autor opracował, zaimplementował i zbadał algorytm badania zawartości wody w olejach napędowych, oparty na krzywej kalibracyjnej dla badanych olejów oraz wykonywaniu serii pomiarów po domieszkowaniu próbki znaną ilością wody. Dodatkowo Doktorant sprawdził możliwość zastosowania opracowanej metody do pomiaru zawartości wody w oleju mineralnym, w oleju rzepakowym oraz oliwie z oliwek.

Uważam, iż tematyka rozprawy jest aktualna i posiada istotne znaczenie z punktu widzenia naukowego, technicznego oraz ekonomicznego.

Przyjęty w pracy sposób rozwiązania problemu, obejmujący, między innymi, opracowanie uproszczonej metody badania zawartości wody w oleju bez konieczności transportowania próbki do specjalistycznego laboratorium sprawia, iż praca posiada duży walor aplikacyjny o potencjalnie dużym znaczeniu dla gospodarki kraju.

3. Przegląd i ocena treści rozprawy

Recenzowana rozprawa doktorska, o objętości 131 stron, zawiera w kolejności: spis treści, spis rysunków, spis tablic, spis ważniejszych oznaczeń i symboli, rozdział wstępny, pięć zasadniczych rozdziałów, dyskusję, podsumowanie oraz bibliografię zawierającą 118 pozycji literaturowych.



W rozdziale pierwszym, po wprowadzeniu do tematyki badań i opisanu standardowych metod pomiaru zawartości wody w olejach napędowych, Autor przedstawił motywację prowadzenia badań, podał tezę pracy oraz opisał zawartość rozprawy.

W rozdziale drugim Autor zaprezentował ogólną charakterystykę paliw oraz przedstawił komercyjne rodzaje olejów napędowych. Następnie opisał dodatki dodawane do paliwa na etapie produkcji oraz scharakteryzował właściwości elektryczne olejów. Rozdział zamyka omówienie zagadnienia występowania wody w oleju napędowym.

Rozdział trzeci zawiera między innymi opis elektrochemicznej i dielektrycznej spektroskopii impedancyjnej oraz omówienie systemów pomiarowych, wykorzystywanych w tych metodach. Na końcu rozdziału wskazano obszary zastosowania obu metod.

W czwartym rozdziale rozprawy Doktorant nakreślił cel i zakres wykonanych badań oraz opisał materiały i metody wykorzystane w badaniach. Następnie przedstawił charakterystykę badanych próbek olejów napędowych oraz zaprezentował opis systemu pomiarowego. W dalszej części rozdziału nakreślono zakres stosowania w pracy metod pomiaru, opisanych w rozdziale trzecim.

W rozdziale piątym przedstawiono wyniki przeprowadzonych badań oraz opisano metodykę weryfikacji ich poprawności i spójności. W dalszej kolejności zaprezentowano wyniki pomiarów impedancji wybranych próbek olejów napędowych, a następnie wyniki ich analizy metodami elektrochemicznej oraz dielektrycznej spektroskopii impedancyjnej. Rozdział zamyka prezentacja wyników badania wpływu temperatury na impedancję oleju napędowego.

W rozdziale szóstym przedstawiono wyniki badań zawartości wody w oleju mineralnym, rzepakowym oraz oliwie z oliwek.

Rozdział siódmy zawiera dyskusję, a rozdział ósmy - podsumowanie i wnioski.

Oceniając merytorycznie całą rozprawę stwierdzam, iż jest ona napisana na dobrym poziomie. Zawiera właściwie sformułowany i ważny problem naukowo-techniczny i prezentuje jego poprawne rozwiązanie, które Doktorant uzyskał samodzielnie i z zastosowaniem poprawnej metodologii naukowej.

Z przedstawionego omówienia treści całej rozprawy doktorskiej wynika, że jej Autor wykazał się dobrymi umiejętnościami formułowania problemów naukowo-badawczych oraz ich efektywnego rozwiązywania.

4. Oryginalne osiągnięcia

W rozprawie zaproponowano innowacyjne zastosowanie metody spektroskopii impedancyjnej do pomiaru zawartości wody w oleju napędowym. Opracowana metoda jest co prawda mniej dokładna od aktualnie stosowanych metod, ale – po jej odpowiednim zaimplementowaniu - pozwoli na względnie tanią ocenę jakości paliwa bez potrzeby wysyłania próbki do specjalistycznego laboratorium. Metoda umożliwia również badanie zawartości wody w innych olejach. Wyniki pracy sugerują celowość zbadania możliwości wykorzystania metody w innych obszarach, na przykład do analizy zawartości wody w paliwie lotniczym i olejach spożywczych.

Do oryginalnych osiągnięć naukowych i technicznych Autora rozprawy zaliczyć można w szczególności:



- a) opracowanie algorytmu bazującego na metodzie spektroskopii impedancyjnej, umożliwiającego detekcję i pomiar zawartości wody w oleju napędowym,
- b) opracowanie elektrycznego obwodu zastępczego oleju napędowego, pozwalającego na oszacowanie zawartej w nim wody,
- c) wykonanie eksperymentalnych badań impedancji dostępnych komercyjnie olejów napędowych w szerokim zakresie częstotliwości,
- e) zweryfikowanie opracowanej metody poprzez wykonanie badań innych olejów: oleju mineralnego, oleju rzepakowego oraz oliwie z oliwek,
- f) zbadanie wpływu temperatury na impedancję oleju napędowego.

Mając na uwadze wyżej wymienione oryginalne osiągnięcia naukowe i techniczne uważam, że Doktorant zrealizował założony cel badawczy oraz uzasadnił słuszność sformułowanej tezy. Ponadto wykazał się umiejętnością samodzielnego rozwiązywania problemów naukowo-technicznych z wykorzystaniem właściwych metod badawczych i na poziomie naukowym odpowiadającym wymaganiom stawianym rozprawom doktorskim z obszaru nauk technicznych.

5. Uwagi i komentarze

Zachowując dobrą ocenę całej rozprawy doktorskiej można sformułować następujące uwagi natury ogólnej i szczegółowej:

- a) zaproponowana w rozprawie metoda wyznaczania zawartości wody w olejach napędowych wymaga uprzedniego pracochłonnego wyznaczenia krzywych kalibracyjnych dla każdego rodzaju oleju. Jakie właściwości oleju determinują przebieg tych krzywych?
- b) w nawiązaniu do poprzedniego pytania: ile rodzajów oleju jest sprzedawanych na stacjach paliw w naszym kraju? Jeśli ta liczba jest niewielka, to czy jest możliwe wyznaczenie standardowych krzywych kalibracyjnych celem uniknięcia każdorazowego ich wyznaczenia?
- c) na stronie 44. jest mowa o możliwości wykonania elektrod z lepszych i trwalszych materiałów, jak np. z platyny. Czy oprócz zwiększenia trwałości elektrod Autor spodziewa się innych korzystnych właściwości? Jakich? Czy oprócz miedzi pokrytej złotem i platyny korzystne/możliwe jest wykorzystanie do tego celu innych materiałów?
- d) z jakiego powodu Autor nie oszacował błędu pomiaru systemu pomiarowego, nie wskazał źródeł tego błędu oraz nie przedstawił bilansu niepewności pomiarów wykonanych zaproponowaną w pracy metodą?
- e) na stronie 121. Doktorant jako jeden z kierunków dalszych badań wymienia analizę „wpływu stosowania złożonego sygnału wymuszającego na dokładność pomiaru impedancji olejów” oraz dodaje, że zastosowanie takiego sygnału mogłoby „zdecydowanie skrócić czas trwania pomiarów”. Prosiłbym Autora o wyjaśnienie jaki rodzaj sygnału miał na myśli i na czym polegałby mechanizm skrócenia czasu trwania pomiarów.



Rozprawa jest bardzo starannie opracowana pod względem redakcyjnym i napisana poprawną polszczyzną.

Uwagi wyszczególnione w recenzji, częściowo dyskusyjne, nie ujmują i nie podważają w niczym wyniku pozytywnej oceny recenzowanej rozprawy doktorskiej.

6. Podsumowanie

Przedstawiona do oceny rozprawa doktorska stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego. Zaprezentowane w niej wyniki badań potwierdzają ogólną wiedzę Doktoranta w dyscyplinie naukowej Automatyka, Elektronika, Elektrotechnika i Technologie Kosmiczne oraz duże umiejętności w zakresie analizy układów pomiarowych i realizacji złożonych badań eksperymentalnych. Autor rozprawy wykazał się również wiedzą i doświadczeniem w zakresie wykorzystania współczesnych technik pomiarowych i narzędzi informatycznych, potwierdzając umiejętność samodzielnego rozwiązywania złożonych problemów badawczych na poziomie naukowym odpowiadającym rozprawom doktorskim z dziedziny nauk inżynieryjno-technicznych. Oceny tej nie podważają przedstawione uwagi i komentarze.

Uwzględniając wyżej wymienione uwagi i komentarze oraz całość rozprawy doktorskiej wraz z oryginalnymi osiągnięciami naukowo-badawczymi stwierdzam, że:

- 1. Opiniowana praca doktorska spełnia wymagania stawiane rozprawom doktorskim, zgodnie z Ustawą o stopniach i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki z dnia 14 marca 2003 r. (Dz. U. z 2017 r. poz. 1789), oraz zgodnie z Ustawą z 3 lipca 2018 r. - Przepisy wprowadzające ustawę - Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U. z 2018 r. poz. 1669 z późn. zm.) w dziedzinie nauk inżynieryjno-technicznych, w dyscyplinie Automatyka, Elektronika, Elektrotechnika i Technologie Kosmiczne.**
- 2. Wnoszę o przyjęcie rozprawy i jej dopuszczenie do publicznej obrony.**

