

Recenzja rozprawy doktorskiej mgr inż. Jakuba Niechciała zatytułowanej:  
“Separacja  $^3\text{He}$  z ciekłego  $^4\text{He}$  w oparciu o efekt termomechaniczny”

Rozprawa doktorska mgr. inż. Jakuba Niechciała, doktoranta Wydziału Mechaniczno-Energetycznego Politechniki Wrocławskiej, którą mam przyjemność recenzować, została wykonana pod kierunkiem promotora dr hab. Wojciecha Kempnińskiego, profesora Instytutu Fizyki Molekularnej PAN. Część eksperymentów omawianych w rozprawie doktorskiej, w szczególności tych, które dotyczyły badań zjawisk zachodzących w ciekłym oraz w nadciekłym helu przeprowadzono w Zakładzie Fizyki Niskich Temperatur Instytutu Fizyki Molekularnej PAN w Odolanowie.

Rozprawa, którą zredagowano w języku polskim, zachowuje klasyczny układ prac doktorskich, tzn. po przedstawieniu motywacji do podjęcia wybranej tematyki, omówione zostały cel, teza oraz zakres pracy. Zasadniczą część rozprawy tworzą natomiast trzy rozdziały: *Wybrane zagadnienia teoretyczne* zawarte w rozdziale pierwszym, *Część eksperymentalna*, która stanowi drugi rozdział oraz *Dyskusja wyników i wnioski* składające się na rozdział trzeci. Rozprawa uzupełniona jest o rozdział czwarty *Dodatki* obejmujący zagadnienia spoza głównego nurtu pracy, bibliografię zawierającą 91 pozycji literaturowych oraz spis rysunków i tabel.

Kompozycja tekstu jest logiczna oraz uzasadniona merytorycznie. Pod względem szaty graficznej rozprawa doktorska została przygotowana starannie. Niestety znacznie gorzej prezentuje się warstwa tekstowa, w której występują błędy stylistyczne, edytorskie oraz wyrażenia żargonowe. Znaleźć też można wiele przykładów nieporadności językowej jej autora. Na uznanie natomiast zasługuje fakt, że niektóre z wyników przedstawionych w rozprawie zostały już opublikowane, między innymi w prestiżowym czasopiśmie *Separation and Purification Technology (Helium 3 isotope separation and lambda front observation*, W. Kempniński, S. Łoś, Z. Trybuła, M. Chorowski, J. Poliński, J. Niechciał, T. Jaskólski, K. Chołast, A. Kociemba, *ibidem* **210**, 276, 2019).

Tematyka rozprawy związana jest z bardzo ważnym i aktualnym dla nauki oraz dla gospodarki, zagadnieniem pozyskiwania niezwykle cennego izotopu, jakim jest  $^3\text{He}$  występujący w śladowych ilościach w  $^4\text{He}$ . Oba izotopy są z kolei jednymi ze składników gazu ziemnego, wydobywanego między innymi w monoklinie przedsudeckiej w okolicy Odolanowa. Motywacją do podjęcia wykonanych w ramach realizacji rozprawy doktorskiej prac były niezwykle ważne zastosowania izotopu  $^3\text{He}$  w nauce i technice: jako paliwo dla przyszłych elektrowni termojądrowych oraz statków kosmicznych o napędzie termojądrowym, do detekcji materiałów radioaktywnych, obrazowania metodą rezonansu magnetycznego MRI w medycynie, w badaniach podstawowych w fizyce oraz do otrzymywania bardzo niskich temperatur. Pierwsze dwa z przytoczonych powyżej przykładów są kontrowersyjne, gdyż zagadnienie kontrolowanej syntezy termojądrowej nadal nie jest rozwiązane, a największy budowany w Cadarache reaktor ITER (International Thermonuclear Experimental Reactor) ma służyć jedynie celom eksperymentalnym, natomiast termojądrowy napęd kosmiczny to projekt bardzo futurystyczny i daleki od praktycznej realizacji. Prawdą jest natomiast, że na rynkach światowych występuje chroniczny niedobór izotopu  $^3\text{He}$ , a jego cena osiąga rekordowe wartości, dochodzące nawet do 70 mln zł za kg. Związane jest to z jednej strony ze spadającą podażą wskutek redukcji programów zbrojeń jądrowych ( $^3\text{He}$  jest jednym z produktów rozpadu trytu w głowicach termojądrowych), z drugiej zaś, ze stale rosnącym zapotrzebowaniem na ten izotop w związku z jego zastosowaniem w detektorach promieniowania używanych powszechnie po zamachach terrorystycznych w 2001 r.

Celem rozprawy, było opracowanie przemysłowej metody wzbogacania mieszaniny  $^3\text{He}/^4\text{He}$  w izotop  $^3\text{He}$  za pomocą filtrów entropowych w procesie filtracji kwantowej, będącej oprócz metody membranowej, termodyfuzyjnej, efektu fontannowego, rektyfikacji oraz wirówek gazowych, jednym ze sposobów pozyskiwania izotopu  $^3\text{He}$ . Realizacja tego celu wymagała opracowania modelu procesu filtracji opartego na fenomenologicznym opisie zjawiska nadciekłości według Tiszy, opracowania pomiaru wydajności i skuteczności filtrów oraz określenia kryterium opłacalności metody filtracji.

Zgodnie z przyjętym przez siebie planem rozprawy, w rozdziale pierwszym Doktorant omawia podstawowe zagadnienia związane z ciekłym oraz nadciekłym heliem. Wprowadza pojęcia termodynamiczne takie jak ciepło właściwe, entropia i entalpia i na ich podstawie tłumaczy przemianę helu do stanu nadciekłego. Wyjaśnia również zjawiska transportu cieplnego zarówno w ciekłym helu jak i pomiędzy cieczą a ciałami stałymi. Niestety, wzory

(3.1) i (3.2) dotyczące tego ostatniego zjawiska zostały zapisane w sposób niekompletny, gdyż Doktorant nie podał wartości stałej materiałowej  $K$  dla miedzi ani też wymiaru tej stałej. Z kolei tłumacząc efekt mechanokaloryczny oraz fontannowy za pomocą modelu Tiszy ograniczył się tylko do efektów stacjonarnych tzn. do przypadku gdy  $\partial v_n / \partial t = 0$  oraz  $\Delta T(t)$  i  $\Delta P(t) = \text{const}$ . Wynikające z modelu Tiszy równanie Londonów (3.9) zostało natomiast zapisane bez uwzględnienia odpowiedniego znaku.

W dalszym ciągu tego rozdziału, Doktorant przedstawia wybrane konstrukcje do pozyskiwania  $^3\text{He}$ : kolumnę separacyjną wykorzystującą efekt fontannowy, kolumny rektyfikacyjne Peszkowa, Abela i Van Dycka oraz konstrukcję Reynoldsa i Fairbanka. Dyskutuje także elementarne pojęcia i modele służące do opisu filtrów uwzględniając wybrane zagadnienia związane ze zjawiskami kwantowymi zachodzącymi na filtrach entropowych jak bezstratny i laminarny przepływ składowej nadciekłej, krytyczną prędkość przepływu oraz wzbudzenia, czyli wiry i rotony pojawiające się dla przepływów nadkrytycznych. Rozdział kończy omówienie niektórych rodzajów materiałów stosowanych na filtry entropowe oraz uzasadnienie wyboru do dalszych doświadczeń filtrów wykonanych z wielościennych rurek węglowych MWCNTs dekorowanych nanocząstkami tlenku cyrkonu  $\text{ZrO}_2$  i magnetytu  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  oraz filtra z granularnego nadprzewodnika wysokotemperaturowego YBCO-123. W tej części rozprawy, na rysunku 3.7 pomyłone zostały oznaczenia frakcji składowej nadciekłej oraz normalnej, na rysunku 5.6 niewłaściwie zaznaczono natomiast drogę  $L_K$ . Zostały również podane złe wymiary jednostek występujących we wzorze (5.5). Z kolei na stronie 60, Doktorant błędnie zaliczył magnetyt do rodziny ferromagnetyków. Magnetyt jest ferrimagnetykiem i dlatego może wykazywać pewne spontaniczne namagnesowanie oraz histerezę magnetyczną.

Drugi rozdział poświęcony jest badaniom procesu wzbogacania mieszaniny  $^3\text{He}/^4\text{He}$  w izotop  $^3\text{He}$  przy użyciu wybranych filtrów entropowych. W pierwszym etapie zostały wykonane pomiary gazoprzepuszczalności, które pozwoliły ocenić stan struktury wewnętrznej i zewnętrznej filtrów oraz wyznaczyć ich współczynniki oporu. W drugim etapie zbadano przebieg efektu termomechanicznego oraz wydajność procesu filtracji w zależności od dostarczanego strumienia ciepła. Trzeci etap dotyczył określania skuteczności filtrów entropowych. W rozdziale tym, Doktorant obszernie omówił również procedury przygotowania i montażu filtrów entropowych, procedury pomiarów, a także szczegóły konstrukcji stanowisk do wyznaczania parametrów filtrów oraz stanowiska separatora półprzemysłowego. Tekst uzupełnia dyskusja ekonomicznych aspektów eksperymentu, w tym

nieuniknionych kosztów wynikających z konieczności chłodzenia stanowisk pomiarowych za pomocą mediów kriogenicznych oraz ich schładzania poniżej temperatury przejścia do stanu nadciekłego.

Na moje duże uznanie zasługuje pomysł Doktoranta, aby w wymienniku ciepła w układzie do badania skuteczności filtrów zastosować kapilarę, co pozwoliło z jednej strony ograniczyć straty  $^3\text{He}$  w procesie chłodzenia, a z drugiej zwiększyć zawartość tego izotopu w mieszaninie  $^3\text{He}/^4\text{He}$  wskutek dodatkowego efektu filtracji. Niezbyt wnikliwie zostały natomiast scharakteryzowane materiały użyte w filtrach entropowych, a przecież ich mikrostruktura ma kluczowe znaczenie dla procesu filtracji. W przypadku filtrów z nanorurek węglowych nie wykonano na przykład, pomiarów wielkości ani też histogramu wielkości dekorujących je nanocząstek. Nie określono jak dekoracja ta wpływa na parametry geometryczne filtrów (średnica porów, porowatość, krętość...). Nie wykonano też pomiarów magnetycznych nanorurek dekorowanych nanocząstkami magnetytu. Doktorant nie podał również tak istotnych parametrów jak rozmiary filtrów, tzn. ich grubości i średnicy.

Rozdział trzeci rozprawy zawiera dyskusję uzyskanych wyników oraz podsumowując tę dyskusję wnioski. Do najciekawszych z nich zaliczam:

- wykazanie, że nie można wzbogacić mieszaniny  $^4\text{He}/^3\text{He}$  w izotop  $^3\text{He}$  w układzie wykorzystującym proces chłodzenia oparty na obniżaniu ciśnienia nad powierzchnią cieczy. W układach takich należy stosować wymienniki ciepła z kapilarami,
- zaobserwowanie wzrostu koncentracji izotopu  $^3\text{He}$  w mieszaninie  $^4\text{He}/^3\text{He}$  w procesach filtracji za pomocą filtrów zawierających dekorowane nanorurki węglowe,
- sugestię, że wzrost koncentracji izotopu  $^3\text{He}$  w mieszaninie  $^4\text{He}/^3\text{He}$  występujący w przypadku zastosowania filtra zawierającego nadprzewodnik, czyli materiał o bardzo małym przewodnictwie cieplnym, jest związany z efektem rektyfikacji,
- analizę opłacalności procesu pozyskania izotopu  $^3\text{He}$  przy wykorzystaniu krajowych źródeł helu.

Nie zgadzam się na natomiast z wnioskiem Doktoranta, że efekt Meissnera występujący w nadprzewodnikach może wpływać na proces filtracji. W mojej ocenie, siły odpychania działające pomiędzy momentami jądrowymi  $^3\text{He}$  a powierzchnią nadprzewodnika są w tym przypadku zaniedbywalnie małe.

Uzupełnienie rozprawy stanowi ostatni, czwarty rozdział, w którym Doktorant podał dodatkowe informacje, dotyczące między innymi ciekawej obserwacji występowania wzbudzeń w nadciekłym helu oraz opis spektrometru masowego. Omówienie sposobu działania i budowy spektrometru jest częściowo niepoprawne, gdyż skrót SEM Doktorant tłumaczy, jako Scanning Electron Microscopy zamiast Secondary Electron Multiplier.

Przedstawiona mi do recenzji rozprawa, jak już wspominałem wcześniej, nie jest wolna od niezbyt udanych sformułowań, niezręczności językowych czy też błędów redakcyjnych. Na przykład:

- strona 8: „Wiele instytucji naukowych próbuje dyskutować aktualny kryzys niedoboru  $^3\text{He}$ ... „ Dyskutować to wykorzystywać jakiś fakt, okoliczności pomyślne dla siebie (słownik PWN),
- strona 10: „... dwie fazy ciekłe oddzielone miniskiem...” Poprawna pisownia to menisk,
- strona 23: „... typ dekoracji jest dobrym kandydatem do separacji metanu...” oraz strona 24 „... atom helu przechodzący przez dekorację...” Chodzi oczywiście o membrany grafenowe dekorowane odpowiednimi atomami lub nanocząstkami,
- strona 41: „...efekt mechanokaloryczny przeprowadza się...” Winno być raczej „...efekt mechanokaloryczny występuje...”,
- strona 51: „... jednowymiarowych osobliwości unoszących wirowość składowej nadciekłej.” Chodzi tutaj o rotację wirów kwantowych,
- na stronach 90, 93 oraz 145 występują wyrażenia żargonowe: „moc cieplna odkładana”, „wysokość kotwiczenia termometrów” oraz „początek lambdy”,
- w wielu miejscach tekstu Doktorant używa żargonowego terminu „pik”, określając w ten sposób maksimum danej zależności, czy też funkcji,
- strona 97: „... do prawidłowego funkcjonowania efektu fontannowego.” Poprawne wyrażenie to „przebieg efektu fontannowego”,
- strona 106, w nagłówku kolumny tabeli 9.10 występuje „Procentowa moc do maksymalnej [%]” zamiast „moc unormowana [%]”,
- strona 122: zdanie „Różnica pomiędzy początkowymi stężeniami na omawianych rysunkach została wygenerowana zmianą źródła pozyskiwania ciekłego helu (PHNiG i EuroHel).” jest sformułowane bardzo niezręcznie,

- strona 135: zdanie „Liniowa zależność zostaje również zaburzona w przypadku małej mocy odkładanej na oporniku, co skutkuje ustaniem efektu fontannowego” jest kolejnym przykładem problemów językowych Doktoranta.

Niektóre sformułowania występujące w rozprawie są nieprecyzyjne a podana argumentacja lub wyjaśnienia, niekompletne. Dlatego też bardzo proszę Doktoranta o ustosunkowanie się do następujących pytań:

1. Co to jest „sztywność ruchu cieczy”, o której mowa na stronie 35?
2. Jakie może być wyjaśnienie rozbieżności występujących na Rys. 11.5, pomiędzy wynikami pomiarów wzrostu stężenia  $^3\text{He}$  w zależności od czasu filtrowania a modelem teoretycznym (11.2)?
3. Dlaczego wyraz wolny występujący w zależności wydajności objętościowej od mocy cieplnej (11.3) ma niezerową wartość?
4. Czy zgodnie z modelem Tiszy i Londona (3.8), ruch składowej nadpłynnej w może odbywać się nawet wtedy, gdy nie występują gradienty ciśnienia i/lub temperatury?
5. Jak grubość filtra może wpływać na efektywność procesu filtracji?
6. W jaki sposób można oszacować siłę oddziaływania pomiędzy spinem jądrowym  $^3\text{He}$  a nadprzewodnikiem lub nanocząstką magnetytu w filtrze entropowym?
7. Czy do dekoracji filtra entropowego lepsze byłyby magnetyczne nanocząstki monodomenowe, czy też wielodomenowe (większe niż rozmiar krytyczny)?

Podsumowując, pan mgr inż. Jakub Niechciał wykonał pracę doktorską, która dotyczy bardzo aktualnych zagadnień naukowych oraz technicznych związanych z pozyskiwaniem niezwykle cennego izotopu  $^3\text{He}$ . Praca ta, w przypadku pomyślnego wdrożenia jej wyników do produkcji przemysłowej, będzie miała bardzo duże znaczenie ekonomiczne i gospodarcze.

Rozprawa mgr. inż. Jakuba Niechciała nie jest wolna od mankamentów i błędów, o których wspomniałem wcześniej. Należy jednakże docenić, że do jej zrealizowania Doktorant przeprowadził bardzo rozległy program badawczy, w ramach którego scharakteryzował materiały stosowane do filtrów entropowych, zbudował niektóre z układów pomiarowych, wykonał także badania gazoprzepuszczalności, efektywności oraz skuteczności filtrów. Przeprowadzając wymagające wysokiej kultury technicznej doświadczenia z ciekłym

oraz z nadciężnym helem, Doktorant dowiódł, że jest bardzo zręcznym eksperymentatorem oraz, że posiada sporą wiedzę i umiejętności praktyczne.

Z kolei, przedstawiona w rozprawie doktorskiej analiza oraz zrozumienie zjawisk z zakresu fizyki niskich temperatur i procesów filtracji kwantowej występującej w filtrach entropowych, są dla mnie podstawą do stwierdzenia, że Doktorant „*wykazuje ogólną wiedzę teoretyczną... w danej dyscyplinie naukowej*”.

Stwierdzam, że rozprawa doktorska pana mgr. inż. Jakuba Niechciała “Separacja  $^3\text{He}$  z ciekłego  $^4\text{He}$  w oparciu o efekt termomechaniczny” spełnia wymagania stawiane przez art. 13 Ustawy z dnia 14 marca 2003 roku „o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki” oraz przez stosowne rozporządzenie Ministra Nauki i Szkolnictwa Wyższego i wnoszę o dopuszczenie jej Autora do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

*Bartłomiej Andriejewski*