

Recenzja

pracy doktorskiej mgr inż. Grzegorza Janowskiego pt.: „Wytwarzanie i ocena właściwości mechanicznych biokompozytów polimerowych o osnowie PHBV z celulozowymi napełniaczami włóknistymi”

1. Podstawa opracowania recenzji

Recenzję opracowałem na pisemne zlecenie Dziekana Wydziału Budowy Maszyn i Lotnictwa Politechniki Rzeszowskiej, Pana prof. dr hab. inż. Jarosława Sępa z dnia 16 lipca 2018 r. wraz z załączonym egzemplarzem rozprawy doktorskiej. W ocenie rozprawy przyjąłem kryteria wynikające z postanowień obowiązującej ustawy z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz. U. z 2014 r. poz. 1852 ze zmianą Dz. U. z. 2015 r. poz. 249, poz. 1767).

2. Charakterystyka rozprawy

Rozprawa doktorska obejmuje spis treści, wykaz skrótów i oznaczeń, wstęp, sześć rozdziałów, bibliografię, spis rysunków, spis tabel oraz streszczenia w języku polskim i angielskim. Całość dysertacji zawarta jest na 199 stronach, na których znajduje się tekst, 138 rysunków, 52 tabele oraz bibliografia, w której wykazano 251 pozycji materiałów źródłowych.

Układ pracy, pod względem struktury, podziału treści, kolejności rozdziałów uważam za prawidłowy. W pierwszej części pracy Autor krótko zarysował tematykę biokompozytów oraz dokonał przeglądu literatury z zakresu podstaw biodegradowalności tworzyw i biotworzyw, charakterystyki polihydroksyalkanianów, ze szczególnym uwzględnieniem poli(kwasu 3-hydroksymasłowego), analizy zastosowania włókien celulozowych jako napełniacza tworzyw polimerowych, w tym włókien konopnych, lnianych oraz drzewnych, jak również przedstawił możliwości prognozowania właściwości kompozytów polimerowych napełnionych krótkimi włóknami. Część ta kończy się wnioskami prowadzącymi do konkluzji uzasadniającej podjęcie zagadnienia naukowego określonego w tytule rozprawy.

Recenzowana rozprawa, w drugiej części rozpoczyna się od poprawnie sformułowanego celu dysertacji i przedstawienia jej zakresu. Na uwagę zwraca brak przyjętych do zweryfikowania tez badawczych, które w tego rodzaju pracach naukowych powinny zostać wyartykułowane.

W rozdziale 4, bardzo obszernym (ponad 90 stron), Kandydat krótko omawia metody badawcze, z których korzysta, a dotyczące wyłaczania, wtryskiwania, analizy termicznej i termogravimetrycznej, wyznaczania krzywej lepkości i charakterystyki pVT, właściwości wytrzymałościowych podczas rozciągania, twardości, wytrzymałości na rozciąganie udarowe, badań mikroskopowych, chłonności wody, skurczu wyprasek, mikrostruktury powierzchniowej i struktury wewnętrznej otrzymanych biokompozytów polimerowych.

W dalszej części rozdziału przedstawiono wyniki badań biokompozytów polimerowych, o osnowie PHBV mających 15% masowej zawartości napełniacza w postaci włókna lnianego, konopnego i drzewnego o długości 1 mm, otrzymanych w procesie współbieżnego wytlaczania dwuślimakowego. Kolejny punkt tego rozdziału dotyczy badań wybranych właściwości biokompozytów z 15% zawartością napełniacza w postaci włókien konopnych i lnianych o długości 1mm alkalizowanych zmiennymi stężeniami (2%, 5% oraz 10%) roztworu wodorotlenku sodu i odniesienia ich do właściwości biokompozytów napełnionych włóknami niemodyfikowanymi. Dalej, Autor porównuje wybrane właściwości biokompozytu z 15% zawartością włókna lnianego i konopnego otrzymanego w procesie wytlaczania dwuślimakowego z biokompozytami o takim samym składzie ale otrzymanymi w procesie wytlaczania jednoślimakowego. Kolejne dwa punkty tego rozdziału dotyczą określenia wpływu zawartości włókien (15%, 30%, 45%, 60%) i ich długości (1 mm, 2 mm) zarówno konopnych, jak i lnianych alkalizowanych odpowiednio 10% i 2% roztworem wodorotlenku sodu na właściwości biokompozytu otrzymanego w procesie wytlaczania jednoślimakowego. Następnie, Kandydat porównuje wybrane właściwości wytrzymałościowe otrzymanego biokompozytu K30mas10rr1mmJedn z polipropylenem i PHBV oraz przeprowadza optymalizację procesu wtryskiwania biokompozytu z użyciem metody Taguci ze względu na minimalizację skurczu przetwórczego (pierwotnego i wtórnego) oraz maksymalizację modułu Younga, wytrzymałości na rozciąganie oraz wydłużenia przy maksymalnym naprężeniu rozciągającym. Na zakończenie tego punktu Autor dokonuje oceny wpływu orientacji włókien na właściwości mechaniczne biokompozytów, wpływu geometrii gniazda formującego i prędkości wtryskiwania na orientację włókien w matrycy polimerowej, jak również przeprowadza ocenę mikrostruktury biokompozytów otrzymanych przy różnej prędkości wtryskiwania.

Prognozowanie wybranych właściwości otrzymanych biokompozytów jest tematem rozdziału piątego rozprawy. W tym rozdziale, Autor zajął się doświadczalnym wyznaczeniem danych wejściowych do analizy numerycznej procesu wtryskiwania, określił charakterystykę reologiczną, zależność pVT, charakterystykę cieplną biokompozytu K30mas10rr1mmJedn oraz na podstawie danych literaturowych i badań własnych zestawiał w tabeli właściwości włókien konopnych. Następnie, dokonał oceny możliwości prognozowania właściwości mechanicznych biokompozytów z uwzględnieniem wyboru geometrii włókien i metody homogenizacji oraz zawartości napełniacza.

W rozdziale 6 rozprawy, stosunkowo krótkim, przeanalizowano możliwości zastosowania wytworzonego biokompozytu do produkcji palet transportowych metodą wtryskiwania, przeprowadzono symulację wypełniania gniazda formującego, w tym analizy mikrostrukturalne wypraski. Dopełnieniem tego rozdziału jest przedstawiona symulacja obciążenia palety wykonanej z trzech różnych materiałów, która wykazała najmniejsze odkształcenie wytworu wykonanego z opracowanego biokompozytu.

Rozdział 7 stanowi podsumowanie wyników przeprowadzonych prac badawczych wraz z wnioskami oraz wskazanie kierunków dalszych badań.

Rozprawa zawiera liczne tabele i ilustracje w postaci rysunków, wykresów oraz zdjęć. Cytowana literatura obejmuje krajowe i zagraniczne publikacje naukowe, materiały konferencyjne, pozycje książkowe, doktoraty, karty informacyjne, strony internetowe oraz

normy. Należy uznać, że jest wyczerpująca. W wykazie literatury znajduje się trzynaście pozycji, których Doktorant jest współautorem oraz jedna, samodzielna.

3. Ocena rozprawy

Rozprawa doktorska mgr inż. Grzegorza Janowskiego jest osiągnięciem autora w zakresie objętym tytułem i zawiera elementy autorskie, istotne w dyscyplinie naukowej budowa i eksploatacja maszyn. Praca dotyczy wytwarzania i oceny właściwości mechanicznych biokompozytów polimerowych na osnowie PHBV z celulozowymi napełniaczami włóknistymi otrzymanymi podstawowymi metodami przetwórstwa tworzyw, jakimi są wytlaczanie jedno- i dwuślimakowe oraz wtryskiwanie, wraz z szeregiem badań pomocniczych ułatwiających interpretację uzyskanych wyników i wyjaśniających zachodzące zjawiska oraz dotyczy zagadnień związanych z analizą numeryczną procesu wtryskiwania opracowanego biokompozytu i prognozowaniem właściwości wytrzymałościowych przykładowego wytworu. W pracy można wyróżnić trzy części: teoretyczną, badawczą i symulacyjną. Jak wspomniano wcześniej, Autor nie sformułował tezy naukowej.

Celem naukowym pracy było wytworzenie, a także ocena właściwości mechanicznych i przetwórczych biokompozytów polimerowych na osnowie poli(kwasu 3-hydroksymasłowego-co-3-hydroksywalerianowego) z włóknistymi napełniaczami celulozowymi oraz opracowanie metodyki prognozowania właściwości wyrobów wytwarzanych z tego biokompozytu w technologii wtryskiwania.

Podczas lektury niniejszej rozprawy doktorskiej zwraca uwagę bardzo duża liczba wykonanych badań laboratoryjnych i co się z tym wiąże ogrom czasu, jaki Doktorant spędził na ich przeprowadzenie i opracowanie uzyskanych wyników.

Można uznać, że tytuł przedstawionej do oceny rozprawy odpowiada jej treści. Poziom edytorski i językowy dysertacji jest wysoki, terminologię techniczną dobrano w większości właściwie i zastosowano w odpowiednich fragmentach rozprawy. Układ pracy jest spójny, jednak studia nad tematem ujęte w poszczególnych punktach nie zawsze opisane są na satysfakcjonującym poziomie szczegółowości, wiele opisów badań zostało pominiętych.

Do niedoskonałości pracy zaliczam:

- brak bliższego odniesienia się do zjawiska mechanodegradacji, występującego w omawianych procesach przetwórczych wytlaczania i wtryskiwania, szczególnie w podsumowaniu punktu 4.6 (wpływ doboru metody wytlaczania na właściwości kompozytów),
- w punkcie 4.5 dotyczącym określenia wpływu metody modyfikacji powierzchniowej włókien celulozowych na właściwości biokompozytów próżno szukać informacji dotyczących metod modyfikacji powierzchniowej tych włókien. Punkt ten opisuje wpływ merceryzacji włókien roztworem wodorotlenku o różnym stężeniu,
- szkoda, że Autor nie pokusił się o określenie efektywności procesu np. wytlaczania opracowywanych kompozytów poprzez określenie chociażby natężenia przepływu tworzywa, sprawności energetycznej procesu i jednostkowego zużycia energii,

Do głównych osiągnięć naukowych, zaliczam:

- przeprowadzenie krytycznej analizy literatury dotyczącej wykorzystania napełniaczy celulozowych w postaci włókien w osnowie PHBV właściwie uzasadniającej sformułowanie problemu badawczego,

- przeprowadzenie metodami naukowymi oceny właściwości mechanicznych i jakości wyprasek wtryskowych i wytłoczn wykonanych z biokompozytów PHBV/włókno celulozowe,
- określenie możliwości przetwarzania biokompozytów PHBV/włókno celulozowe metodami wytłaczania jedno- i dwuślimakowego oraz wtryskiwania w zakresie ich masowego udziału procentowego, parametrów przetwórczych, długości włókien oraz stężenia roztworu NaOH do modyfikacji ich powierzchni,
- wskazanie metodami naukowymi optymalnych parametrów procesu wtryskiwania opracowanego biokompozytu ze względu na minimalizację skurczu przetwórczego i maksymalizację właściwości wytrzymałościowych,
- zaproponowanie procedury obliczeniowej, umożliwiającej prognozowanie właściwości wyrobu wtryskiwanego otrzymanego z opracowanego biokompozytu z uwzględnieniem geometrii napełniacza, metody homogenizacji oraz zawartości napełniacza.

Dysertacja ujawnia umiejętności Doktoranta w zakresie samodzielnego prowadzenia eksperymentu, jak i modelowania numerycznego. Widoczne jest też to, że Doktorant potrafi w poprawny sposób interpretować uzyskane wyniki badań i na ich podstawie budować wnioski końcowe. Należy też zauważyć, że pomimo bardzo szerokiego zakresu zrealizowanych badań Autor nie zamyka problemu i wskazuje na konieczność prowadzenia dalszych badań nad doskonaleniem metod otrzymywania i właściwości biokompozytów o osnowie PHBV z celulozowymi napełniaczami włóknistymi.

Rozprawa jest przedstawiona w sposób dość jasny i przejrzysty. Jednak, pomimo widocznej bardzo dużej staranności opracowania rozprawy, Autor nie ustrzegł się drobnych błędów interpunkcyjnych, jak też dotyczących terminologii, konsekwencji w nazewnictwie, nieścisłości, uproszczeń i niefortunnych wyrażen, które powinny być poprawione w przypadku dalszych publikacji fragmentów lub całości rozprawy. Do nich można zaliczyć na przykład:

- str. 9: zamiast HDPE, powinno być PE-HD,
- str. 9: prawidłowa nazwa PE-HD to polietylen dużej gęstości a nie polietylen wysokiej gęstości,
- str. 11: szybkość ścinania oznaczana jest z kropką nad symbolem,
- str. 14: tworzywa sztuczne to już anachronizm, powinno być tworzywa polimerowe,
- str. 17 i 18: nie powinno stosować się liczby mnogiej, należy używać formy bezosobowej np. zamiast „wyróżniamy następujące metody”: „wyróżniono następujące metody” lub „wyróżnia się następujące metody”,
- str. 24: wyrażenie „Polimery..... mają nieznacznie niższe zużycie energii” nie jest zbyt fortunate,
- str. 25: raczej mała gęstość zamiast niska gęstość,
- str. 28: powinno być właściwości mechaniczne zamiast własności mechaniczne,
- str. 33: wyrażenie „waga elementu” nie jest poprawne,
- tabela 2.5: Autor miał raczej na myśli wydłużenie względne, o czym świadczy jednostka wyrażona w % a nie w mm,
- str. 35: w przetwórstwie tworzyw polimerowych przyjęto oznaczenie średnicy ślimaka przez D, a nie przez małe d, tym bardziej, że symbolem d oznaczono średnicę włókien napełniacza,
- rys. 4.2: rysunek nie jest czytelny,

- str. 78: lepkość podobnie jak gęstość jest mała a nie niska,
- str. 93: wyrażenie „wytłoczyna ma formę stałą z dużą tendencją do kruchości” nie jest zbyt fortunne, podobnie jak „wytłoczyna o podobnej formie”,
- str. 102: wyrażenie „średnica kanału cylindra” jest niezrozumiałe,
- str. 104: użycie wyrażenia „faza wtryskiwania” nie jest właściwe, gdyż proces wtryskiwania składający się z kilku faz nie może obejmować fazy wtryskiwania.
- str. 113: wyrażenia „wytlaczanie na wytłaczarce”, czy wcześniejsze „badania na maszynie” nie są właściwymi,
- str. 146: nazwa natężenie przepływu nie jest precyzyjna, czy chodzi o objętościowe czy masowe natężenie przepływu, brak jednostki przy symbolu,
- str. 149: stan stopiony nie występuje,
- str. 165: wyrażenie „zadano pytania, których wyniki przedstawiono na rysunkach” nie jest zbyt fortunne.

Wymienione i inne niedociągnięcia nie wpływają jednak istotnie na wartość merytoryczną rozprawy oraz jej osiągnięcia i nie obniżają mojej ogólnej bardzo dobrej oceny rozprawy doktorskiej. Mają bowiem charakter porządkowy i pewnych nieporadności.

Rozprawa doktorska jest oryginalna, wnosi naukową, teoretyczną i technologiczną wartość dodaną do zagadnień związanych z dziedziną nauk technicznych i dyscypliną naukową budowa i eksploatacja maszyn, zwłaszcza w zakresie wytłaczania i wtryskiwania biokompozytów polimerowych na osnowie PHBV z włóknistymi napełniaczami celulozowymi.

4. Wniosek końcowe

Opiniowana rozprawa doktorska ma charakter oryginalnej pracy naukowej, łączącej w sobie elementy poznawcze oraz użytkowe. Zrealizowana i przedstawiona jest zgodnie z metodologią wykonywania prac naukowych a uzyskane wyniki badań potwierdzają słuszność przyjętego celu rozprawy. Sformułowane wnioski mają duże znaczenie dla przetwórców tworzyw, zwłaszcza zajmujących się wytłaczaniem i wtryskiwaniem kompozytów polimerowych.

Autor wykazał się **umiejętnością samodzielnego prowadzenia pracy naukowej oraz znajomością**, niezbędnej do realizacji tematu rozprawy, **ogólnej wiedzy teoretycznej**, którą wykorzystał w należyтым stopniu podczas analizy i syntezy wyników badań oraz prowadzenia doświadczeń w warunkach laboratoryjnych.

W związku z powyższym oraz biorąc pod uwagę aktualność tematyki rozprawy doktorskiej, jej wysokie znaczenie poznawcze i użytkowe oraz umiejętności Autora, stwierdzam, że opiniowana rozprawa doktorska mgr inż. Grzegorza Janowskiego pt.: **„Wytwarzanie i ocena właściwości mechanicznych biokompozytów polimerowych o osnowie PHBV z celulozowymi napełniaczami włóknistymi”** stanowi **oryginalne rozwiązanie problemu naukowego** określonego w tytule rozprawy, w dyscyplinie naukowej „Budowa i eksploatacja maszyn” oraz spełnia – w świetle obowiązujących przepisów – wymagania stawiane rozprawom doktorskim. Tak więc, stawiam wniosek o przyjęcie rozprawy doktorskiej i dopuszczenie jej do publicznej obrony.

