



Dr hab. PIOTR RYTLEWSKI, prof. uczelni
KIEROWNIK KATEDRY INŻYNIERII MATERIAŁÓW POLIMEROWYCH
UNIwersytet Kazimierza Wielkiego w Bydgoszczy



Bydgoszcz, 26.05.2023 r.

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Piotra Arciszewskiego pt.:

ANALIZA ZMIAN WYBRANYCH WŁAŚCIWOŚCI POLIETYLENU O DUŻYM STOPNIU SPIENIENIA W ZALEŻNOŚCI OD SKŁADU KOMPOZYCJI MATERIAŁOWEJ I CZASU KONDYCJONOWANIA

przygotowana na wniosek Przewodniczącego Rady Dyscypliny Inżynierii Materiałowej Politechniki Śląskiej, prof. dr hab. inż. Marii Sozańskiej

(pismo otrzymane w dniu 8 maja 2023 r, nr RDIMa.RTM.512.6.2023)

1. Dziedzina nauki i dyscyplina naukowa rozprawy

Zasadniczym celem badawczym rozprawy była analiza zmian wybranych właściwości polietylenu o dużym stopniu spienienia w zależności od składu kompozycji materiałowej i czasu kondycjonowania. Zgodnie z podziałem przedstawionym w Rozporządzeniu Ministra Edukacji i Nauki z dnia 11 października 2022 r. (Dz. U. z 2022 r. poz. 2202) rozprawa ta kwalifikuje się do dziedziny nauk inżynieryjno-technicznych i dyscypliny naukowej *Inżynieria Materiałowa*.

Niniejszym stwierdzam także, że tematyka recenzowanej rozprawy jest zgodna z moimi zainteresowaniami naukowymi, wykształceniem i prowadzonymi pracami badawczo-naukowymi w zakresie inżynierii materiałowej. Jednocześnie oświadczam, że nie prowadziłem i nie prowadzę z Doktorantem żadnych wspólnych badań naukowych oraz, że nie jesteśmy wspólnie autorami jakiegokolwiek publikacji naukowej.

Biuro Dziekana

wpłynęło dnia 30.05.2023
RDIMa.RTM.512.6.2023
nr zał.

2. Znaczenie problematyki podjętej w recenzowanej rozprawie

Rozprawa obejmuje tematykę zmiany właściwości pianek polietylenowych o dużym stopniu spienienia (gęstość pozorna 27 lub 35 kg/m³), które zachodzą w trakcie ich kondycjonowania. Pianki te otrzymano z polietylenu małej gęstości spienionego fizycznie izobutanem, a do ich wytworzenia stosowano także środki pomocnicze zawierające kopolimer blokowy polipropylenu, talk oraz monostearynian gliceryny. Dodatkowo, w celu lepszego wyjaśnienia modelowanych zmian pianek, zbadano także ich materiał bazowy w postaci cienkich folii (o grubości około 50 μm) niezawierających gazowego poroforu. Folie te badano szczególnie w zakresie ich przenikalności gazowej dla powietrza i izobutanu, co stanowiło jeden z głównych czynników wpływających na zmiany właściwości badanych pianek.

Podjęta tematyka pracy dotyczy materiałów szeroko stosowanych w przemyśle opakowaniowym i budowlanym, w produkcji wodnych sprzętów wypornościowych, mat do ćwiczeń itp. Dotychczas niewiele uwagi poświęcono modelowaniu zmian właściwości pianek polietylenowych w czasie kondycjonowania, a znane modele koncentrowały się głównie na zmianie właściwości wymiarowych pianek. Nie uwzględniano w nich natomiast naprężenia ściskającego z uwzględnieniem różnych okresów kondycjonowania. Podjęte zagadnienia badawcze są wieloaspektowe ponieważ na zmianę analizowanych właściwości pianek mogą mieć wpływ m.in. takie czynniki jak: skład kompozycji materiałowej, warunki przetwórstwa, otrzymana postać struktury materiałowej, a także warunki kondycjonowania. Z tego względu zagadnienia te obejmują liczne problemy naukowe, które szeroko scharakteryzowano w przeglądzie literatury.

Należy podkreślić, że charakter przeprowadzonych prac badawczych miał szczególne znaczenie praktyczne. Niniejsza rozprawa doktorska została zrealizowana we współpracy z przedsiębiorstwem Jiffy Packaging Sp. z o.o., które jest największym krajowym producentem pianek polietylenowych i jednym z największych w Europie. Podjęta tematyka dotyczy produktów wytwarzanych przez Jiffy Packaging sp. z o.o., dla której zmiana właściwości pianek (wytrzymałości na ściskanie, twardości, odporności na pęcznienie przy ściskaniu, skurcz wymiarowy) stanowiła istotny problem przemysłowy, którego rozwiązanie wymagało opracowania naukowych narzędzi umożliwiających przewidywanie i monitorowanie tych zmian.

Oprócz zagadnień ściśle związanych z badaniami materiałowymi, Doktorant współtworzył nowe stanowiska badawcze, których efektywność działania została pozytywnie potwierdzona m.in. przedstawionymi wynikami badań eksperymentalnych. W mojej opinii tematyka i zakres rozprawy dotyczy problemów nowych i ważnych, a zakres tematyczny, zwłaszcza w

odniesieniu do opracowanej aparatury badawczej, jest bardzo ambitny i przyczynia się do pogłębienia stanu wiedzy w zakresie zmian właściwości pianek polietylenowych, które zachodzą w trakcie ich kondycjonowania.

3. Cele i teza rozprawy

W recenzowanej rozprawie za główny cel eksperymentalny obrano opracowanie metody oceny odporności na pełzanie przy ściskaniu z wykorzystaniem pomiaru sztywności pianek oraz czasu ich kondycjonowania. W mojej opinii bardzo ważnym celem pracy było także określenie zawartości izobutanu w zależności od czasu kondycjonowania oraz wykazanie wpływu zmian zawartości tego poroforu na zmiany właściwości mechanicznych i termicznych (reakcji na ogień) pianek.

Jako tezę przyjęto założenie, że możliwa jest ocena odporności na pełzanie ściskające pianek polietylenowych za pomocą funkcji potęgowej, której współczynniki (proporcjonalności i wykładniczy) są zależne od czasu kondycjonowania i wyznaczonej doświadczalnie sztywności, określonej jako wartość naprężenia przy ściskaniu do 10% odkształcenia.

Cele jak i teza rozprawy określone zostały właściwie. Są one sformułowane w sposób jasny i zrozumiały.

4. Układ rozprawy

Recenzowana rozprawa jest pracą naukową, w której podstawowe znaczenie mają badania eksperymentalne o wyraźnym charakterze aplikacyjnym w przemyśle. Przegląd literatury wykonano bardzo wszechstronnie, analizując dotychczasowe publikacje naukowe z zakresu kompatybilnych mieszanin polimerowych oraz środków pomocniczych stosowanych do wytwarzania pianek. Wyczerpująco przedstawiono najważniejsze aspekty związane z właściwościami mechanicznymi pianek polimerowych, w tym podstawowych czynników wpływających na zmianę ich właściwości mechanicznych w czasie. Wskazano także na podstawowe modele matematyczne, uzasadniając dokonanie wyboru funkcji potęgowej zmiany sztywności w funkcji czasu kondycjonowania. Pozytywne wrażenie wywiera na mnie tak szeroki zakres przeanalizowanej literatury, w którym przywołano liczne pozycje literaturowe.

Układ rozprawy jest właściwie ukształtowany, w sposób typowy dla tego rodzaju rozpraw doktorskich z nauk techniczno-inżynierskich. Rozprawa nie jest długa (liczy 102 strony bez spisu literatury i załączników z danymi tabelarycznymi i wykresami), jest zwięzła, precyzyjnie napisana i zawiera wszystkie niezbędne treści w ramach postawionych sobie celów

badawczych i przyjętej tezy rozprawy. Cytowana literatura zawiera aż 433 pozycje, przy czym zdecydowaną większość z nich stanowią prace anglojęzyczne, stanowiące artykuły naukowe opublikowane w renomowanych czasopism naukowych. Dobór literatury cytowanej jest trafny i obejmuje aktualne pozycje.

5. Ocena merytoryczna

5.1. Pozytywne aspekty pracy

Praca została bardzo starannie napisana. Zwłaszcza przegląd literatury zasługuje na uznanie, ze względu na bardzo szeroką i rzetelną dyskusję z zakresu dotychczas przeprowadzonych badań związanych z tematyką rozprawy. W przeglądzie literatury odniesiono się do licznych pozycji literaturowych, głównie anglojęzycznych artykułów naukowych. Na tle ustalonego stanu wiedzy postawione cele badawcze oraz teza rozprawy są w pełni uzasadnione.

Na uznanie zasługuje także znaczenie przemysłowe podjętych badań i konieczność wytworzenia unikatowej aparatury badawczej, zwłaszcza z zakresu badań przenikalności gazów przez folie oraz zawartości środka spieniającego w piankach polietylenowych. Za szczególnie ciekawy aspekt pracy uznaję opracowanie aparatury do wyznaczenia zawartości izobutanu w badanych piankach. Dostarczony opis wytworzonej aparatury w pełni potwierdza wysokie kompetencje eksperymentalne Doktoranta, który współuczestniczył w procesie projektowania i wytworzenia tej aparatury oraz realizował przy jej użyciu badania naukowe.

Za ważny i słusznie podjęty aspekt badawczy uważam także wytworzenie folii z kompozycji materiałowej odpowiadającej wytworzonym piankom. Pozwoliło to Doktorantowi lepiej uzasadnić badane eksperymentalnie zmiany właściwości pianek w czasie ich kondycjonowania.

Za twórcze podejście uważam także próbę matematycznego modelowania obserwowanych zmian, w którym zastosowano dość prostą funkcję potęgową o charakterze empirycznym. Dla wyznaczonych współczynników funkcji (k_1, k_2) podjęto próbę nadania im znaczenia fizycznego poprzez powiązanie ich z parametrami/stałymi materiałowymi (a, b, c) pianek, jednak nie wskazując sensu fizycznego tych parametrów. Szerszy komentarz polemiczny przestawiam w punkcie 5.2 niniejszej recenzji.

Szczególnie ciekawym wynikiem pracy jest wykazanie wpływu zawartości izobutanu na wartości naprężenia ściskającego pianek (rys. 39). Aby ustalić tę fizyczną zależność lub, jak ostrożnie określa Doktoranta, korelację, należało opracować metodę i unikalne stanowisko

badawcze do określania zawartości pozostałości środka spieniającego. Zadanie to zostało skutecznie zrealizowane.

Realizacja podjętego tematu badawczego wymagała wszechstronnej wiedzy, nie tylko z zakresu inżynierii materiałowej pianek polimerowych, ale również mechaniki i fizyki, zwłaszcza przy projektowaniu aparatury badawczej. Doktorant wykazał się umiejętnością prowadzenia badań eksperymentalnych oraz analizy ich wyników z wykorzystaniem matematycznych modeli aproksymacji. Uzyskane wyniki, oprócz znaczenia naukowego, mają istotne znaczenie użytkowe, gdyż pozwalają w praktyce przemysłowej na lepsze prognozowanie zmian właściwości pianek polietylenowych w czasie ich kondycjonowania. Liczne badania eksperymentalne, w tym przeprowadzone na unikatowej aparaturze, w projektowaniu i wykonaniu której Doktorant uczestniczył, wymagały od Niego szerokich kompetencji badawczych, których nabycie w pełni potwierdza recenzowana rozprawa doktorska.

5.2. Uwagi o charakterze krytycznym/polemicznym

W rozprawie Doktorant nie ustrzegł się drobnych nieścisłości o charakterze merytorycznym (co najmniej braku szerszego wyjaśnienia), do których zaliczam następujące aspekty:

- 1) przyjęcie w rozprawie prostego modelu w próbie pełzania w postaci funkcji kwadratowej z dwoma współczynnikami k_1 i k_2 . Współczynniki te nie mają sensu fizycznego i trudno im przypisać jednostki fizyczne. Model taki ma znaczenie wyłącznie matematycznego dopasowania danych eksperymentalnych. Zmieniając np. jednostkę czasu z dni na godziny, wartości liczbowe współczynników ulegną zmianie. Każdorazowo są one zmienne do takiego czasu kondycjonowania, w którym krzywa pełzania się stabilizuje (od około 63 dnia kondycjonowania). Stabilizacja tych współczynników (k_1, k_2) wskazuje także na inny charakter funkcji zmian odkształcenia niż przyjęta funkcja kwadratowa. Osobiście polecałbym budowę modelu na najczęściej stosowanej zależności funkcyjnej dla pełzania w następującej postaci ogólnej:

$$\varepsilon(t) = A(1 - e^{-\frac{t}{\alpha}})$$

Współczynniki takiej postaci funkcji mogą mieć sens i jednostki fizyczne (A - jednostka odkształcenia, α - jednostka czasu).

Dodatkowo funkcję tą próbowałbym rozszerzyć o parametr proporcjonalny do zawartości izobutanu, ponieważ ten czynnik fizyczny, jak wykazano w badaniach, miał kluczowy wpływ na stabilizację odkształcenia badanych pianek.

- 2) w tezie wskazano, że współczynniki przyjętej funkcji kwadratowej są zależne od czasu kondycjonowania i wyznaczonej doświadczalnie sztywności, określonej jako wartości naprężenia przy ścisaniu do 10% odkształcenia. W ogólności jest to stwierdzenie poprawne, które dowiedziono eksperymentalnie i aproksymacyjnie. Jednak ustalanie zależności parametrów liczbowych funkcji jako zależnych od mierzalnych wielkości fizycznych (sztywności) powinno mieć odwrotną postać: to mierzone/wyznaczone materiałowe wielkości fizyczne powinny być zależne od przyjętych parametrów funkcji, chociaż matematycznie zależność ta jest wzajemna.
- 3) W dyskusji na temat krystaliczności badanych folii jako niepewność pomiarową entalpii krystalizacji wskazano na wartość 5% (str. 69) odwołując się do wcześniejszej pracy z 1991 r. W mojej ocenie, i z własnego doświadczenia eksperymentalnego w tym zakresie, wartość błędu na poziomie 5% wydaje się przesadnie duża. Przyjmując ją jednak za uzasadnioną, dyskusja wyników, w której podawane są wartości krystaliczności z dokładnością dziesiątej części procenta (36,5; 37,2; 32,8 i 37,7%) nie ma wtedy sensu. W kontekście przyjętego błędu trudno też uznać omawiane zmiany za zmiany istotne.

6. Drobne uwagi formalne

W rozprawie Doktorant nie ustrzegł się drobnych nieścisłości formalnych, do których zaliczam:

- 1) Prezentacja wyników eksperymentalnych jest znakomita, jednak proponowałbym na rys. 41 dla uzyskanych krzywych stosować różne kolory lub punktory (tak jak najczęściej stosowano), niż jeden kolor (zielony) o różnej intensywności.
- 2) Na wielu przedstawionych wynikach eksperymentalnych brak jest przedstawienia słupków błędów/niepewności pomiarowej. Należy jednak zaznaczyć, że Doktorant wykonał podstawową analizę statystyczną podając wartości odchyleń standardowych w tabelach umieszczonych w załącznikach. Niemniej, lepiej byłoby na prezentowanych i analizowanych wykresach wskazać oszacowanie niepewności pomiarowych,

przykładowo przez umieszczenie słupków odchyłeń standardowych od wartości średniej.

- 3) We wzorze 37, dla różniczkowego wyrażenia zmiany ciśnienia w czasie, proponowałbym stosować notację przyjętą w matematyce i fizyce, tj. bez umieszczania tych wielkości fizycznych (p, t) w indeksach dolnych.
- 4) w nielicznych miejscach można było znaleźć bardzo drobne błędy literowe/edytorskie, np.:
 - str 48 oznaczenie pianki jest „PecPP35”, a powinno być „PEcPP35”;
 - str. 72 wiersz drugi od góry – jest: „polipropyleniu”: zamiast: „polipropylenu”;
 - str. 76, koniec drugiego akapitu, urwane zdanie bez dokończenia: „Analizując uzyskane wyniki stwierdzono, że w pierwszych”;
 - str. 80, pierwszy wiersz, jest: „wykazuje mniejsze naprężenia ściskającego”;
 - str. 83 trzeci akapit – niezrozumiałe stylistycznie zdanie.;
 - str. 88, wersety 2 i 3 jest: „... oraz stałym obciążenią próby ...”.

7. Wnioski i konkluzja końcowa

Podstawowym warunkiem właściwej realizacji celów i wykazania słuszności założonej tezy rozprawy doktorskiej było wytworzenie próbek folii i pianek, zaprojektowanie i wykonanie stanowisk badawczych do określenia zawartości pozostałości środka spieniającego (izobutanu), przenikalności gazów, spalania próbek i pełzania ściskającego oraz przeprowadzenie wszystkich niezbędnych pomiarów. Wymagało to od Doktoranta dużej wiedzy z zakresu: inżynierii polimerowych materiałów porowatych, technik ich przetwórstwa, inżynierii mechanicznej, w tym projektowania i wykonania aparatury badawczej, a także fizyki i matematyki. Realizacja rozprawy wymagała dużych umiejętności eksperymentatorskich, w tym odpowiedniego wytworzenia badanych próbek, dobru odpowiednich warunków ich przetwórstwa, umiejętności obsługi układów i aparatury pomiarowej oraz analizy i interpretacji wyników badań eksperymentalnych. Według mojej oceny Doktorant spełniła te wymagania w stopniu właściwym.

Recenzowana rozprawa doktorska ma charakter oryginalnej pracy naukowej, zawierającej ważne elementy poznawcze i ma istotne znaczenie przemysłowe. Wyniki przedstawione w rozprawie stanowią istotny wkład Doktoranta w rozwój inżynierii materiałowej w zakresie badań zmian właściwości pianek polietylenowych o dużym stopniu spienienia w zależności od składu kompozycji materiałowej i czasu

kondycjonowania. Sposób przeprowadzenia badań, osiągnięte wyniki oraz forma ich przedstawienia świadczą o dojrzałości naukowej Doktoranta, posiadaniu przez nią ogólnej wiedzy naukowej z zakresu szeroko pojętej inżynierii materiałowej, a także o dobrym przygotowaniu do samodzielnego prowadzenia badań naukowych.

Na podstawie szczegółowej analizy przedłożonej mi do recenzji rozprawy doktorskiej Pana mgr inż. Piotra Arciszewskiego pt.: „Analiza zmian wybranych właściwości polietylenu o dużym stopniu spienienia w zależności od składu kompozycji materiałowej i czasu kondycjonowania”, **stwierdzam, że rozprawa ta spełnia warunki określone w ustawie o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki z dn. 14.03.2003 r. Dz. U. z 2017 r. poz. 1789. Na tej podstawie przedkładam wniosek o dopuszczenie Pana mgr inż. Piotra Arciszewskiego, po spełnieniu pozostałych wymogów, do publicznej obrony rozprawy doktorskiej.**

Z uwagi na wykorzystanie opracowanej metody i aparatury badawczej, zwłaszcza w zakresie badania zawartości pozostałości środka spieniającego, jak również z uwagi na dobry naukowy poziom przeprowadzonych badań eksperymentalnych wraz z ich rzetelną analizą, **w mojej opinii rozprawa ta może zasługiwać na wyróżnienie, o co niniejszym wnioskuję.**

