

Recenzent:

Dr hab. inż. Przemysław Postawa, prof. PCz
Politechnika Częstochowska
Wydział Inżynierii Mechanicznej
Katedra Technologii i Automatykacji

RECENZJA

Rozprawy doktorskiej

Mgr inż. Bartosz Nowinka

pt: „Kształtowanie struktury i właściwości kompozytów na osnowie poliamidu w procesie mikroporującego wtryskiwania”

Przygotowanej na Wydziale Inżynierii Mechanicznej Politechniki Bydgoskiej, wykonanej pod kierunkiem i opieką naukową dr hab. inż. Dariusza Sykutery, prof. PBŚ oraz dr inż. Piotra Szewczykowskiego pełniącego funkcję promotora pomocniczego.

Podstawa formalna opracowania recenzji

Recenzja została opracowana na zlecenie Przewodniczącego Rady Naukowej Dyscypliny inżynieria mechaniczna, dr hab. inż. Łukasza Muślewskiego, prof. PBŚ pismem 2/RNCS.520.16.2024 z dnia 16 grudnia 2024r.

Ogólna charakterystyka rozprawy

Do oceny przedstawiono pracę doktorską, która obejmuje:

- 161 numerowanych stron, 21 tabel, 105 rysunków oraz odniesienia do 144 pozycji literaturowych takich jak artykuły w czasopismach naukowych, pozycje książkowe opublikowane w latach 1973-2022 oraz normy.
- streszczenia pracy w języku polskim i angielskim.
- podział na 6 głównych rozdziałów.

Pracę podzielono wyraźnie na dwie części stanowiące przegląd literatury kończący się podsumowaniem i następującym po nim rozdział, w którym wskazano cel i zakres pracy oraz opis realizowanych prac badawczych z podziałem na badania wstępne i badania główne.

W rozdziale 1 dokonano analizy stanu wiedzy z zakresu materiałów polimerowych i po krótko scharakteryzowano wszystkie technologie przetwórstwa tworzyw termoplastycznych. W dalszej części skupiono się na technologii wtryskiwania wysoko ciśnieniowego jako jednej z najbardziej popularnych metod przetwórstwa o największym zróżnicowaniu produkowanych wytworów.

Autor opisał poszczególne parametry procesu wtryskiwania z uwzględnieniem z uwzględnieniem poszczególnych faz procesu. Opisując parametry odnosił się do literatury opisującej badania w zakresie ich wpływu na właściwości formowanych wyprasek wtryskowych. W kolejnej części pracy opisał najczęściej występujące wady w procesie wtryskiwania z podziałem na czynniki dotyczące materiału, maszyny, narzędzia (formy wtryskowej) i nastaw procesu wtryskiwania. Opisano również ograniczenia co do kształtu i zalecenia konstrukcyjne jakie posiadają wypraski dedykowane do tej metody przetwórstwa.

Kolejny rozdział dotyczy metod wtryskiwania wyprasek o obniżonej gęstości pozornej. Opisano tu wtryskiwanie wspomagane gazem, wodą oraz metody porowania fizycznego i chemicznego z uwzględnieniem czynników jakie decydują o strukturze tej grupy wytworów. Całość przeglądu literatury podsumowano wnioskami wynikającymi z wyników i obszarów prac realizowanych dotychczas w zakresie wytwarzania wyprasek porowatych.

W rozdziale 2 przedstawiono cel i zakres pracy oraz postawiono hipotezę: *Istnieje możliwość zachowania właściwości mechanicznych i użytkowych grubościennych, porowatych kompozytów PA66 GF30 na poziomie zbliżonym do materiału litego przez dobór parametrów procesu wtryskiwania mikroporującego (MIM), ze względu na ich znaczący wpływ na kształtowanie się struktury porowatej.*

W rozdziale 3 zaprezentowano badania wstępne, których przebieg odbywał się dwuetapowo. Część badań stanowiły rzeczywiste próby wytworzenia wyprasek metodą MIM oraz analiza mikroskopowa SEM uzyskanych przekrojów i wielkości porów gazowych. Równolegle wykonano badania symulacyjne w celu analizy wielkości porów dla pięciu różnych modeli ich wzrostu przedstawionych przez autora na podstawie przeglądu literatury. Na podstawie badań rzeczywistych oraz symulacyjnych wytypowano parametry, które zostaną zastosowane w eksperymencie głównym.

W rozdziale 4 dotyczącym badań głównych rozszerzono zakres o analizę orientacji włókien szklanych w przekroju formowanych wyprasek dla dwóch różnych grubości ścianki. Przeprowadzono badania właściwości wytrzymałościowych, gęstości pozornej, analizy struktury i dogłębnej analizy pomiędzy uzyskaną strukturą a właściwościami otrzymanych wyprasek.

W rozdziale 5 przedstawiono podsumowanie pracy wraz z wnioskami końcowymi oraz kierunkiem dalszych badań.

Ostatnie pozycje pracy to spis literatury i streszczenia w języku polskim i angielskim.

Znaczenie i ocena rozprawy

Od lat pięćdziesiątych ubiegłego stulecia obserwujemy coraz to większe znaczenie materiałów polimerowych i ich kompozytów w naszym życiu. Stały się one materiałem bez, którego trudno sobie wyobrazić nasz otaczający świat właściwie w każdym z aspektów życia codziennego, ale i tych obszarów zaawansowanych materiałów i technologii. Tworzywa sztuczne należą do „młodej” grupy materiałów, ale o największej dynamice przyrostu produkcji w ujęciu objętościowym względem metali i innych materiałów konstrukcyjnych. Powodem tego są unikalne cechy tych materiałów. Niespotykana budowa cząsteczkowa, która determinuje ich właściwości, łatwa modyfikacja fizyczna w procesach przetwórstwa, ogromna różnorodność w budowie struktury przekładająca się na mnogość odmian materiałów o różnych cechach i właściwościach pozwalających je stosować w bardzo zróżnicowanych warunkach otoczenia, obciążenia mechanicznego i cieplnego. Rocznie produkujemy około 413 milionów ton tworzyw sztucznych, ale zaledwie 1/4 tej masy stanowią przedmioty wytworzone z kompozytów czy tworzyw technicznych. Jednak obserwując rynek i produkcję wytworów z tworzyw sztucznych można dojść do wniosku, że wciąż ta grupa materiałowa zyskuje na atrakcyjności wśród wyprasek o zaawansowanych funkcjach i właściwościach fizycznych i użytkowych.

Przyczynia się do tego z jednej strony rozwój nowych materiałów i ich kompozytów a z drugiej strony rozwój technologii ich przetwarzania. Metody takie jak wtryskiwanie wielokomponentowe, wtryskiwanie wspomagane gazem czy wodą lub porujące to wciąż mało eksplorowany obszar z naukowego punktu widzenia tym bardziej godna uwagi jest tematyka podjętej pracy. Proces porowania fizycznego, ale i chemicznego nie należy do łatwych ponieważ tworzywo podczas przepływu zmienia swoje właściwości reologiczne rozgrzewając się lokalnie i ochładzając od nierównomiernej temperatury narzędzia i innych elementów w układzie przepływowym, jak chociażby system gorąco kanałowy. Każda forma wtryskowa powoduje różny stopień rozprężania się tworzyw podczas przepływu co determinuje powstawanie zróżnicowanej i nie do końca przewidywalnej struktury i dystrybucji oraz rozmiarów porów gazowych.

Podjęta tematyka w pracy doktoranta Bartosz Nowinka jest jak najbardziej aktualna i dotyczy złożonej problematyki kształtowania struktury i właściwości kompozytów na osnowie poliamidu 66 w procesie wtryskiwania mikroporującego. Autor wybrał kompozyt na osnowie poliamidu 66 należący do grupy tworzyw częściowo krystalicznych z 30% zawartością włókna szklanego, który zgodnie z postawioną hipotezą można poddać porowaniu w procesie wtryskiwania w taki sposób, aby nie utracić właściwości materiału litego. To bardzo odważna teza na której efekt i wyniki oraz zakres proponowanych parametrów osobiście czekałem czytając rozprawę.

Ponieważ problematyka poruszana w pracy nie należy do łatwych choćby z racji zaawansowanego wyposażenia technicznego jakim jest układ dozowania gazu w stanie

nadkrytycznym w technologii MuCell, dlatego bardzo rozsądnie badania podzielono na dwa etapy, w których autor wykonuje badania dwutorowo oceniając wstępną dystrybucję porów gazowych w badanych próbkach porównując je z wynikami badań symulacyjnych wykonany z wykorzystaniem 5 różnych modeli z których w porównaniu wyników rzeczywistych i symulacyjnych wybrany został model Rosnera do dalszych badań wpływu warunków przetwórstwa na właściwości uzyskanych wyprasek.

Przeprowadzone badania symulacyjne pokazały jak dużo jeszcze pracy jest do wykonania w obszarze symulacji komputerowych i ich odwzorowaniu w rzeczywistych wynikach realizowanych podczas procesów przetwórstwa. Powodem jest fakt, że w klasycznych metodach wtryskiwania symulacja procesu rozpoczyna się od fazy wtrysku i następujących po nich fazach docisku i chłodzenia, z pominięciem fazy uplastyczniania i z jednoczesnym założeniem, że tworzywo przygotowane do wtrysku jest homogeniczne pod względem cieplnym, reologicznym i fizycznym. Jest to niestety bardzo trudne w przypadku procesu MuCell, gdzie w stanie nadkrytycznym wtryskiwany jest gaz do uprzednio uplastycznionego tworzywa. Ta faza jest krytyczna dla tego procesu i uzyskanych właściwości formowanych wyprasek. Autor wyszedł poza klasycznie stosowane próbki badawcze o grubości 4mm co było bardzo słuszną decyzją ponieważ metoda ta jest głównie stosowana do wytwarzania wyrobów grubościennych.

Znaczenie rozprawy polega przede wszystkim, na poszerzeniu wiedzy w zakresie:

- a) mało eksplorowanego przez naukowców obszaru badań wtryskiwania mikroporującego ze względu na małą dostępność wyposażenia w technologię MuCell wtryskarek,
- b) wyboru tworzywa konstrukcyjnego napelnionego włóknem szklanym co dodatkowo utrudnia badania i analizę uzyskanej struktury,
- c) analizy w badaniach symulacyjnych aż pięciu modeli i zweryfikowaniu ich z rzeczywistym eksperymentem wybierając model Rosnera oraz zmodyfikowany Han i Yoo jako najlepiej odzwierciedlające rzeczywisty proces wzrostu małych porów,
- d) Równie ważne są wnioski płynące z badań symulacyjnych, które wskazują jeszcze znaczące odstępstwa pomiędzy badaniami symulacyjnymi a rzeczywistymi wynikami dla całej populacji wytworzonej struktury porowatej. Stanowi to bardzo cenną uwagę i wniosek aby ostrożnie podchodzić przy projektowaniu narzędzi do pracy z wykorzystaniem tej technologii porowania do wytwarzania wyprasek wtryskowych. Powodem tego jak wskazuje autor jest brak ujęcia w analizach procesu uplastyczniania i wtrysku gazu tuż przed fazą wtrysku, co jest kluczowym dla poprawności symulacji dalszych etapów procesu.

Rozprawę przygotowano w niezwykle przejrzystej i estetycznej formie. Rysunki są czytelne, wysokiej jakości. Zastosowane metody i aparatura została opisana na początku

realizowanej głównej części badań co wprowadza czytającego w zakres realizowanych prac, wykorzystanych metod i przygotowania próbek do badań.

Autor poradził sobie z prezentacją wyników w szczególności tych niosących wiele informacji jak chociażby rozkład porów w próbach badanych wykorzystując do tego celu złożone wykresy pudełkowe opisując we wstępie jak należy je czytać. Aspekt wdrożeniowy uzyskanych wyników jest bardzo ważny, gdyż technologia i oprzyrządowanie jest bardzo drogie i nie stosowane często, stąd każda informacja związana z ustawianiem procesu i wpływie parametrów procesu wtryskiwania tworzywa i gazu w stanie nadkrytycznym jest cenna z punktu widzenia oszczędności energii i surowca oraz przygotowania do produkcji.

Autor podczas opisywania uzyskanych wyników prowadzi polemikę z wynikami innych autorów, którzy próbowali prowadzić analizy na innych tworzywach, co dodaje wartości opisywanym wynikom.

Ponadto uzyskane wyniki dają pole do dalszego eksperymentowania z innymi materiałami i kształtami formowanych elementów wtryskowych.

Wnioski z realizacji zadań badawczych w pracy zostały przedstawione w 18-stu punktach, w których autor odniósł się do każdej z poruszanych kwestii i realizowanych badań, co jest bardzo dobrą formą przy tak znacznej liczbie przeprowadzonych badań.

Uwagi krytyczne i dyskusyjne

1. autor w rozprawie bardzo często używa słowa stop jako określającego płynne tworzywo polimerowe. Natomiast stopem nazywamy materiał o właściwościach metalicznych, w którego strukturze, metal jest osnową, a poza nim występuje co najmniej jeden dodatkowy składnik, zwany dodatkiem stopowym. Dodatki są wprowadzane w celu poprawienia wytrzymałościowych właściwości materiału. Zwykle obniżają plastyczność, przewodnictwo elektryczne i przewodnictwo cieplne.
2. W przeglądzie literatury szczegółowo opisał podział tworzyw właściwości polimerów amorficznych i częściowo krystalicznych oraz scharakteryzował wszystkie metody przetwórstwa tworzyw termoplastycznych, co nie do końca było potrzebne. Opisał budowę wtryskarki i jej poszczególnych układów oraz większość parametrów procesu wtryskiwania, ale tylko w formie opisowej, bez podania wykresów pokazujących zmienność tych wielkości w czasie procesu. Również opis 5 rodzajów wad jakie mogą pojawić się w procesie wtryskiwania nie do końca ma odzwierciedlenie w dalszej części pracy czy realizowanych badaniach.
3. W części przeglądu literatury poświęconej charakterystyce procesu wtryskiwania wyprasek o obniżonej gęstości pozornej opisano różne odmiany takie jak wtryskiwania wspomagane wodą czy gazem, porównie chemiczne i fizyczne jednak tylko w jednym przypadku przedstawiono zachowanie się tworzywa w formie. Zabrakło również dla procesu porowania fizycznego opisu modyfikacji układu

uplastyczniającego koniecznej do wtryskiwania gazu w stanie nadkrytycznym w płynne tworzywo.

4. W rozdziale 1.3.5 autor wskazuje na współwytłaczanie jako metodę uzyskiwania wyrobów o zmniejszonej grubości co nie do końca jest prawdą chyba że jedna z warstw posiada dodatek poroforu.
5. Podsumowując przegląd literatury autor stwierdził, że nie ma publikacji i doniesień o wytwarzaniu wyprasek i realizacji badań w zakresie wyprasek grubościennych, co nie do końca jest prawdą ponieważ firmy w branży AGD wykorzystują tą metodą wtryskiwania kompozytów bazujących na wzmocnieniu włóknem szklanym porowanymi metodami fizycznymi. Jednak należy się zgodzić, że publikacji w tym zakresie jest niewiele stąd wyniki pracy z pewnością przyczynią się do szerszego poznania zjawisk występujących w złożonym procesie i złożonym materiale pod względem morfologicznym.
6. Jak na tak złożony, wymagający proces i oprzyrządowanie trochę pobieżnie opisano samo stanowisko badawcze. Brak informacji o sile zwarcia formy, maksymalnej objętości wtryskiwanego tworzywa. Choć to wstępnie można wyliczyć ze średnicy ślimaka i standardowej drodze dozowania około 4D. – **proszę rozwinąć podczas obrony.**
7. Ze średnicy ślimaka 80mm wynika, że przy objętości wtrysku równiej 180 cm^3 ślimak przemieści się na drodze zaledwie 3,58cm, czy to nie za mało na poprawne zadziałanie zaworu zwrotnego?
8. Bark jest zdjęć lub choćby schematu układu uplastyczniającego i kształtu geometrycznego ślimaka.
9. Dlaczego autor wybrał do obserwacji jako najbardziej interesującą część rdzeniową o powierzchni zaledwie 600×200 mikrometrów? W tej części najczęściej pojawiają się jamy skurczowe w szczególności dla wyprasek grubościennych, co może zafałszować ocenę porów w przekroju wypraski? Pokazanie układu włókien i porów we wszystkich warstwach było by cenną informacją w kontekście anizotropii właściwości formowanych wyprasek.
10. Na jakiej podstawie w tabeli 1 określono czas chłodzenia na 60s. Jaka była szybkość obrotowa ślimaka podczas uplastyczniania i czy mogła mieć wpływ na mieszanie gazu w masie płynnego tworzywa?
11. Rozumiem, że przejście z fazy wtrysku na fazę chłodzenia (z pominięciem fazy docisku) było realizowane poprzez położenie ślimaka?
12. Nie wspomniano w jaki sposób zaimplementowano do programu Moldex 3D wspomniane modele wtryskiwania mikroporującego.
13. W tabeli 2 na stronie 55 autor wskazuje, że całkowita objętość siatki modelu 3D to $200\,414 \text{ mm}^3$ co daje wartość ponad 200 cm^3 przy objętości wypraski 180 cm^3 .

Ponieważ mamy do czynienia z systemem zimnokanałowym nie możemy go uznać jako nie będącego częścią wypraski. Skąd zatem objętość siatki jest większa o 20 cm³ od objętości wypraski (wtrysku).

14. Str. 57 tabela 3 – zamiast temperatura stopu powinno być temperatura wtrysku tym bardziej, że w tabeli 1 pojawia się temperatura wtryskiwania.
15. Na rysunku 27 – wewnętrzne jamy skurczowe lub pustki przekraczają 200 mikrometrów. Choć zlokalizowane w masie tworzywa mikropory faktycznie nie są większe niż 20-40 mikro.
16. Co zdaniem autora powoduje tak dużą rozbieżność pomiędzy modelowaniem a rzeczywistymi rozmiarami porów w rdzeniu? - **proszę rozwinąć podczas obrony.**
17. Podsumowanie i wybór parametrów w rozdziale 3.3.2. kłóci się z tabelą 1 w której nie podano ciśnienia docisku i czasu docisku, a podano, że są to najistotniejsze parametry?
18. W badaniach głównych pojawiają się podobne pytania jak we wstępnych. Skąd czas docisku aż 30s? Jak go określono – pozycją ślimaka czy masowo. Jaką zastosowano poduszkę resztkową i czy była podczas wtryskiwania stabilna?
19. Str. 74 – w przypadku badań materiałów porowatych lub z napelniaczami zaleca się stosowanie badań twardości metodami, w których element pomiarowy ma większą powierzchnię (np. metoda Rockwella) niż w przypadku metody Shora w skali D gdzie elementem pomiarowym jest igła.
20. W rozdziale 4.2 w którym analizowano rozkład i orientację włókien szklanych brakło choć dla wybranych przełomów obrazów SEM pokazujących ułożenie włókien w całym przekroju poprzecznym analizowanych wyprasek. Byłoby to bardziej czytelne i dałoby przełożenie na załączone w tym rozdziale wykresy.
21. W badaniach udarności, twardości i gęstości pozornej zabrakło odniesienia do wyprasek litych materiałów PA66 + 30%GF jak dla wyników próby rozciągania zaprezentowanych na stronie 95. Czy te badania były wykonywane??
22. W podsumowaniu zabrakło mi odniesienia się do hipotezy postawionej na początku pracy z której wynika że można uzyskać parametry zbliżone do materiałów litych stosując odpowiednie parametry procesu wtryskiwania mikroporującego MIM. Nie przedstawiono bezpośrednio takiego zestawienia wyników, ani w podsumowaniu ani w części badań właściwości mechanicznych i fizycznych.
23. W rozdziale 4.2.8 gdzie zaprezentowano analizę mikroporowatej struktury uzyskanych próbek badawczych zabrakło mi większej liczby obrazów skaningowych analizowanych obszarów. Przedstawienie wykresów pudełkowych było jak najbardziej cennym rozwiązaniem i daje pogląd w proces kształtowania się struktury porowatej, jednak rzeczywiste obrazy pozwalają nie działać tylko wyobraźni. Tym bardziej, że obrazy przełomów dostarczyłyby również informacje o wzajemnym

rozmieszczeniu porów gazu i włókna szklanego co pomogłoby w analizie uzyskanych wyników i wnioskowaniu.

24. Przydatne również byłoby zestawienie w formie tabelarycznej lub wykresów radarowych najkorzystniejszych wyników lub rekomendacji do stosowania w celu uzyskania najkorzystniejszych właściwości fizycznych badanych próbek.

Szczegółowe uwagi edycyjne i językowe

Str. 42 wiersz 19 od góry – autor często użyta potocznego określenia kształtu gniazda jako geometria gniazda czy geometria wypraski. Geometria to dziedzina matematyki i można używać go tylko mówiąc o kształcie geometrycznym.

We wzorze 5 na obliczanie udarności wg Charpy'ego na stronie 73 brakuje 10^3 przy – materiał w pełni poddający się recyklingowi – materiał sam nie podda się recyklingowi.

Ze względu na dużą liczbę tabel wartości p-value analizy wariacyjnej Anova, zasadnym byłoby przenieść je do załączników tym bardziej, że w tekście autor nie odnosi się do wyników w nich przedstawionych, a ich duża liczba utrudnia analizowanie przedstawionych danych.

Wymienione uwagi i uzupełnienia, nie zmieniają faktu, że praca spełnia wymogi stawiane rozprawom doktorskim.. Pomimo uwag krytycznych, pozytywnie oceniam osiągnięcia niniejszej rozprawy w zakresie dyscypliny Inżynieria mechaniczna. Chciałbym podkreślić jej dużą przydatność w obszarze użytecznego wykorzystania zastosowanych metod analizy wielkości porów i ich opisu oraz analiz wpływu parametrów procesu na wielkości fizyczne uzyskanych wyprasek.

Wnioski końcowe:

W oparciu o przeprowadzoną ocenę pracy doktorskiej stwierdzam, że:

1. Rozprawa doktorska prezentuje ogólną wiedzę teoretyczną doktoranta w dyscyplinie na poziomie zadowalającym. Zagadnienia poruszone w rozprawie należą do dyscypliny Inżynieria mechaniczna i dotyczą procesu wytwarzania wyprasek z kompozytu PA66 z 30% zawartością włókna szklanego poddanych spienianiu fizycznemu z wykorzystaniem technologii MuCell. Podjęcie trudnej tematyki i próba przeanalizowania zależności poszczególnych parametrów procesu wtryskiwania kompozytu PA66 GF30 z jednoczesnym wykorzystaniem technologii MuCell było dużym wyzwaniem od strony badawczej oraz analitycznej.

2. W przedłożonej rozprawie doktorskiej wysoko oceniam umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej doktoranta, konstruktywna polemikę uzyskanych wyników z doniesieniami literaturowymi innych zespołów realizujących badania w zakresie porowania fizycznego tworzyw. Przeprowadzone badania symulacyjne oraz doświadczalne pozwalają stwierdzić, że doktorant opanował w warsztat badawczy z wykorzystaniem zaawansowanej

aparatury oraz wykazał się znajomością przygotowania eksperymentu i analizy zebranych wyników

3. Wysoko oceniam oryginalność rozwiązania w zakresie zastosowania wyników własnych badań naukowych w sferze gospodarczej. Przedstawione rozwiązanie może być z pewnością komercyjnie wykorzystane jako know-how procesu spieniania fizycznego metodą MuCell.

W związku z powyższym uważam, że przedstawiona mi do oceny rozprawa doktorska Pana mgr inż. Bartosza Nowinka pt: „*Kształtowanie struktury i właściwości kompozytów na podstawie poliamidu w procesie mikroporującego wtryskiwania*” spełnia kryteria stawiane pracom doktorskim, zgodnie z Ustawą z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U. z 2024 poz. 157), dlatego wnioskuję do Rady Dyscypliny Wydziału Inżynierii Mechanicznej Politechniki Bydgoskiej o dopuszczenie Doktoranta do dalszych etapów przewodu doktorskiego.



dr hab. inż. Przemysław Postawa, prof. PCz