

dr hab. inż. Witold LUTY
Sieć Badawcza Łukasiewicz –
Przemysłowy Instytut Motoryzacji
03-301 Warszawa
ul. Jagiellońska 55

Warszawa 29.07.2022r.

RECENZJA ROZPRAWY DOKTORSKIEJ pt.

Badania właściwości mechanicznych kompozytu polimerowo-gumowego z opon samochodowych

Autor rozprawy: mgr inż. Paweł Pioś

Promotor: dr hab. inż. Jarosław Pytko

Miejsce złożenia rozprawy: Politechnika Lubelska

1. Podstawa prawna recenzji

Podstawę opracowania recenzji stanowi decyzja Rady Dyscypliny Naukowej Inżynieria Mechaniczna z 20.04.2022r. oraz umowa o dzieło z dnia 23.05.2022r. zawarta z Politechniką Lubelską.

2. Ogólna charakterystyka redakcyjna

Zasadnicza część przedstawionej do oceny rozprawy doktorskiej zawiera 7 rozdziałów, w tym Wstęp i Wnioski końcowe. Zamieszczono również dodatkowe elementy struktury pracy takie jak Wykaz ważniejszych oznaczeń, Literatura, Spis rysunków, Spis tabel, Streszczenie (w wersji polskiej i angielskiej). Całość pracy obejmuje 138 ponumerowanych stron. W spisie literatury zamieszczono 92 pozycje. Wśród nich przywołano głównie publikacje naukowe, a także popularno-techniczne, źródła prawne oraz opisy patentowe.

3. Analiza treści rozprawy

We **Wstępie** Autor zasygnalizował problem wzrostu zapotrzebowania na surowce niezbędne do zabezpieczenia stale rosnącej produkcji samochodów na świecie. Wskazał, że już dzisiaj to właśnie surowce z odzysku stanowią istotny udział w budowie pojazdów. Autor zwrócił uwagę na problem recyklingu materiałów gumowych pozyskiwanych głównie w procesie przetwarzania zużytych opon, których ponowne zastosowanie w budowie pojazdów jest znacznie bardziej utrudnione w porównaniu z innymi materiałami, a szansą na

zagospodarowanie odpadów gumowych w sposób inny niż poprzez spalanie jest ich wykorzystanie jako składnik kompozytu polimerowo-gumowego. Tu Autor, na podstawie dokonanej analizy źródeł literaturowych, wskazał konkretny typ tworzywa sztucznego oznaczanego skrótem PET (Politereftalan etylenu), który jest dostępny w znacznych ilościach jako odpad, a z powodu swoich własności i podatności na przetwarzanie w procesie recyklingu może stanowić dobrą osnowę kompozytu w skojarzeniu z recyklatem gumowym.

Na podstawie danych literaturowych przedstawiono zarys historii kompozytów wytwarzanych z materiałów naturalnych, a następnie z tworzyw wytwarzanych przez człowieka. Zasadniczą część przeglądu stanowi geneza, opis zasadniczych własności oraz możliwych zastosowań tworzywa sztucznego oznaczanego jako PET. Autor zwrócił uwagę, że PET jako tworzywo termoplastyczne jest wyjątkowo podatny na powtórne zastosowanie w procesie recyklingu.

Treść **Rozdziału 2** została poświęcona zagadnieniom recyklingu opon. Wskazano, że zużyte opony stanowią poważny zasób materiału, którego efektywny recykling mógłby rozwiązać poważny problem ekologiczny. Autor wskazał możliwe metody recyklingu zużytych opon, w tym poprzez bieżnikowanie, pirolizę spalanie oraz pozyskanie do ponownego zastosowania konstrukcyjnych opony oraz samej gumy w postaci granulatu. Tu Autor wspominał o metodach rozdrabniania opon oraz wskazał klasyfikację granulatu w zależności od wielkości cząstek wydzielonej frakcji oraz metody rozdrabniania i granulowania gumy pozyskanej z opon.

W **Rozdziale 3** Autor zebrał i przedstawił podstawową wiedzę o kompozytach z uwzględnieniem ich klasyfikacji proponowanej w literaturze. Szczególną uwagę zwrócono na rosnące wykorzystanie recyklatów gumowych w kompozytowych materiałach stosowanych w budownictwie drogowym, w szczególności jako wypełniacz asfaltów.

Wyniki analizy stanu zagadnienia Autor wykorzystał do sformułowania **celu naukowego i zakresu rozprawy**. Cel pracy określono jako: *opracowanie metody wytwarzania kompozytu polimerowo-gumowego oraz określenie jego wybranych właściwości fizycznych technologicznych, a także mechanicznych*. Zaproponowany cel uzupełniono celami szczegółowymi które właściwie stanowią ogólny opis ścieżki prowadzącej do osiągnięcia celu rozprawy. Zakres pracy został wyraźnie podzielony na części poświęcone w kolejności jako analiza stanu wiedzy, dobór składu i opracowanie laboratoryjnej metody wytwarzania kompozytu, badania eksperymentalne wybranych cech mechanicznych, analiz wyników badań i wnioski.

W rozdziale **Technologia otrzymywania kompozytu polimerowo-gumowego** Autor przedstawił autorską metodę wytwarzania kompozytu polimerowo-gumowego w warunkach laboratoryjnych. Metoda zawiera opis wyposażenia technicznego i pomiarowego, opis oprzyrządowania oraz warunki formowania polimeru (temperaturę , i czas nagrzewania oraz siłę ściskania

przygotowanej mieszanki). We wstępnym etapie przygotowano różne wersje kompozytu z zastosowaniem wypełniacza w postaci wybranego granulatu gumowego (4-6mm) i osnowy w postaci różnych rodzajów polimeru (polietylen i 2 wersje polipropylenu) przy zastosowaniu dodatkowego składnika wiążącego. Do badań wybrano kompozyt na bazie polimeru PET z granulatem gumowym w udziale masowym od 30% do 70%. Przygotowane próbki kompozytu zostały poddane wstępnym badaniom potwierdzającym ich powtarzalność w ujęciu geometrycznym oraz strukturalnym, a także ich porowatość. Zastosowano tu technologie skanowania 3D oraz mikrotomografii. Tu Autor stwierdził, że stan jakościowy próbek jest zadowalający.

W **Rozdziale 6** Autor przedstawił wyniki badań próbek wykonanych z przygotowanych wersji kompozytu. Badania przeprowadzono w aspekcie różnych cech o charakterze mechanicznym, takich jak: gęstość, elastyczność, ścieralność (różnymi metodami, w tym w testach trybologicznych), nierówność powierzchni, izolacyjność akustyczna, własności wibroakustyczne. Wyniki pomiaru zestawiono w odniesieniu do rodzaju kompozytu oraz poddano obróbce statystycznej w celu pokazania wartości średnich oraz innych składników analizy statystycznej w tym miar rozrzutu wyników pomiaru. Zasadniczo, w badaniach wykorzystano dostępne przyrządy pomiarowe i stanowiska badawcze. W badaniach izolacyjności akustycznej próbek, Autor zastosował autorskie stanowisko, na które uzyskał ochronę patentową w zespole, jako współautor.

W rozdziale pt. **Wnioski końcowe** Autor podsumował zrealizowane zadania oraz ponownie syntetycznie opisał wyniki poszczególnych badań wstępnych i zasadniczych, wykazując mniej lub bardziej przewidywalny wpływ modyfikacji składu kompozytu na jego wybrane własności fizyczne z grupy własności mechanicznych.

4. Merytoryczna ocena rozprawy

Rozprawa stanowi udokumentowanie wykonania ciągu zaplanowanych działań poczynając od pomysłu na kompozyt poprzez zaprojektowanie urządzenia i procesu technologicznego formowania kompozytu, a kończąc na badaniach podstawowych własności fizycznych próbek kompozytu według przyjętego programu badań.

Problematyka prac jest bardzo aktualna. Pomysł został oparty na dokonanej analizie stanu zagadnienia w ramach której stwierdzono istnienie szczególnego problemu efektywnego i ekologicznego zagospodarowania gumowych odpadów motoryzacyjnych (głównie opon). Autor zaproponował formułę materiału kompozytowego na bazie tworzywa PET z wypełniaczem w postaci granulatu gumowego. Autor zdefiniował cel i zakres pracy, w tym szczegółowe cele pracy.

Opracowana metoda formowania i stabilizacji kompozytu zapewniła uzyskanie próbek o powtarzalnych własnościach geometrycznych i fizycznych co autor potwierdził na podstawie badań wstępnych. To umożliwiło przeprowadzenie ilościowych badań próbek kompozytu w aspekcie różnych własności fizycznych. Wybrane własności należą do grupy cech mechanicznych materiału.

Przeprowadzone liczne testy miały na celu wykazanie wpływu składu kompozytu na jego podstawowe własności fizyczne. Poszczególne testy wykonywano w standardzie licznych powtórzeń, dzięki czemu możliwe było przedstawienie wyników badań w ujęciu statystycznym, głównie w postaci wartości średniej i przyjętej miary rozrzutu wyników pomiaru. To wystarczyło, aby określić wpływ zmian udziału wypełniacza gumowego w składzie kompozytu na jego podstawowe własności mechaniczne. Uzyskane wyniki wskazują, że wzrost udziału wypełniacza gumowego wywołuje zmiany poszczególnych własności kompozytu jednak nie zawsze jest to wpływ o charakterze monotonicznym.

Cel pracy został osiągnięty. Wykonane badania zostały podsumowane syntetycznymi wnioskami, które stanowią podstawę do dalszych prac badawczych nad możliwymi zastosowaniami zaproponowanego kompozytu.

Realizując podjętą pracę, autor zaproponował oryginalne rozwiązanie podjętego problemu naukowego w oparciu o badania własne oraz zastosowaną metodykę prezentacji i analizy wyników tych badań. Doktorant wykazał szeroką wiedzę przypisaną w zasadniczej części do dyscypliny Inżynieria Mechaniczna, w tym o:

- ekologicznych problemach recyklingu materiałów wykorzystywanych w motoryzacji,
- kompozytach i ich klasyfikacji,
- własnościach mechanicznych materiałów, metodach badania i wyposażeniu stosowanym w tych badaniach,
- zasadach projektowania części maszyn pracujących w warunkach wysokich obciążeń mechanicznych.

Podkreślenia wymaga wykorzystanie w pracy stanowiska do badań wibroakustycznych własności materiałów, które zostało opatentowane w zespole z udziałem Doktoranta.

Wysoką wartość stanowią wyniki wykonanych pomiarów. Niosą ze sobą informację o własnościach materiału wytworzonego w różnych opcjach udziału składników. Tym samym zapewniają porównanie tych własności z innymi materiałami, co jest szczególnie ważne w procesie wyboru materiałów w zastosowaniu do konkretnych zastosowań.

Autor podał pomysł, zaplanował i zrealizował program badań w oparciu o dostępne metody badań (w tym metodę autorską), przeprowadził analizę wyników badań z wykorzystaniem podstawowych metod statystyki, a na ich podstawie sformułował wnioski końcowe. Tym samym Doktorant wykazał umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej.

5. Uwagi krytyczne

Niektóre elementy treści rozprawy budzą określone pytania i wątpliwości. Zaplanowane badania mają charakter badań wstępnych.

Do wytworzenia kompozytu Autor przyjął określony typ recyklatu gumowego (4-6 mm), podczas gdy sam wspominał, że można pozyskać również recyklat o mniejszych i większych rozmiarach cząstek. Tu w szczególności można by było spodziewać się zasadniczych zmian własności kompozytu w wyniku zastosowania recyklatu typu miał lub ścier. Autor nie uzasadnił wyboru granulatu w zastosowaniu jako wypełniacz badanego kompozytu.

Zakres zaplanowanych badań oraz ich ukierunkowanie na określone cechy fizyczne wygląda na przypadkowy. Autor nie określił celu możliwego zastosowania badanego kompozytu. Dlatego nie wiadomo jakie właściwie cechy kompozytu powinny być badane oraz w jaki sposób własności materiału powinny być oceniane jako mniej albo bardziej korzystne do określonego zastosowania. Jeżeli kompozyt miałby znaleźć zastosowanie do wytwarzania nawierzchni użytkowych to tylko część z przeprowadzonych badań miałaby sens. Uzasadnione byłyby badania elastyczności, ścieralności i badania tribologiczne. Jednak w takim przypadku korzystne byłoby wykonanie również innych badań zmierzających np. do ustalenia odporności na rozrywanie/rozdzieranie czy współczynnika tarcia w skojarzeniu z innymi materiałami stosowanymi w kołach pojazdów, obuwiu itp. Z kolei, gdyby materiał był dedykowany, jako wypełniacz osłon akustycznych albo izolator drgań to część przeprowadzonych badań byłaby właściwie zbędna, a badania izolacyjności akustycznej czy badania wibroakustyczne powinny prowadzić do szerszych wniosków w kontekście zastosowania tego materiału. Tu oprócz testów oczekiwane by były charakterystyki materiału określające zdolność pochłaniania dźwięku lub drgań w funkcji grubości przegrody.

Z wymienionych powodów Autor nie zdołał sformułować wniosków końcowych ukierunkowanych na konkretne zastosowanie. Stąd wnioski zawierają tylko ponowny opis zaobserwowanych zmian własności kompozytu w wyniku modyfikacji jego składu.

Autor, w rozdziale 4.1 przyjął cel rozprawy, ale nie napisał w rozdziale „Wnioski końcowe” czy ten cel został osiągnięty. Natomiast napisał w tym rozdziale, że cel badań był jednak inny niż ten opisany w rozdziale 4.1. Mimo to można uznać, że zaplanowany w rozdziale 4.1 cel badań został osiągnięty, jednak przy

założeniu, że zaplanowane badania mają charakter badań wstępnych w określonych wyżej powodów.

Niektóre wyniki badań mają ograniczone zastosowanie w ujęciu bezwzględnym chociaż można je wykorzystać do względnego porównania własności badanych próbek kompozytu. Dotyczy to w szczególności badań izolacyjności akustycznej oraz wibroizolacyjności kompozytu. Wyniki pomiaru podczas badania izolacyjności akustycznej są skutkiem jednoczesnego oddziaływania własności próbki oraz samego stanowiska i zastosowanych tam urządzeń. Zatem wyniki pomiarów nabierają wiarygodności w ujęciu bezwzględnym o ile Autor:

- zadbał o rozpoznanie własności elementów konstrukcyjnych stanowiska (np. rury PCV wypełnionej pianką PUR) oraz głośnika i mikrofonu bez zastosowania próbki,
- zastosował uzyskane zachowania własne stanowiska i układu pomiarowego do korekty wyników uzyskanych z zastosowaniem badanej próbki,
- sprawdził czy interakcja próbki z głośnikiem nie zmienia charakteru sygnału wymuszenia pochodzącego z głośnika co de facto zmienia sygnał wymuszenia.

Dodatkowo, w odniesieniu do badań wibroakustycznych, nasuwa się pytanie jak relatywnie duża masa czujnika przymocowanego do lekkiej próbki kompozytu wpływa na przebieg uzyskanego widma drań.

Do analizy wyników badań Autor zastosował elementy wskaźników statystycznych. Liczne powtórzenia pomiarów sankcjonują zastosowanie wartości średniej do analizy porównawczej wyników. Nie wiadomo jednak w jakim celu Autor wyznaczał inne wskaźniki, których nie wykorzystywał do analizy uzyskanych wyników badań (np. mediana, wartości ekstremalne). Wątpliwości budzi zastosowanie „współczynnika zmienności” do oceny jednorodności próbki. W pomiarach zaleca się stosowanie innych miar rozrzutu, w tym głównie niepewności pomiaru. Dopiero niepewność pomiaru umożliwia dokonanie właściwej oceny zgodności wyników badań różnych próbek a nawet zastosowanie testów zgodności dla celów oceny istotności widocznej różnicy pomiędzy wartościami średnimi.

Autor nie uzasadnił zastosowanej liczby pomiarów w poszczególnych badaniach. Podobnie nie wiadomo, dlaczego w niektórych pomiarach bezpośrednich dokładność zapisu wyników pomiaru sięgnęła 6 miejsca po przecinku (np. tab. 6.1.) podczas gdy liczby znaczące zaczynają się już przed przecinkiem. W procesie planowania badań zabrakło elementów planowania eksperymentu. Ich brak może częściowo uzasadnić rozpoznawczy charakter badań, typowy dla badań wstępnych.

Sformułowane uwagi do pracy nie mają znaczenie krytycznego, chociaż mogą być przydatne podczas kontynuacji badań. Tu w szczególności będzie potrzebne

precyzyjne ukierunkowanie prac i umotywowanie doboru środków technicznych i metod badań do realizacji założonych celów.

Autor nie ustrzegł się błędów natury redakcyjnej np.:

- strona 18 – „wtryskowa” zamiast „wtryskową”,
- strona 22 – nie podano źródła danych do rysunku 2.1.,
- strona 23 – „tlenków azotów” zamiast „tlenków azotu”,
- strona 24 tabela 2.1. – ścier gumowy „od 0 do 40mm” zamiast prawdopodobnie „od 0 do 0.4mm” (o ile w tabeli zestawiano wielkość frakcji malejąco),
- strona 24, opis rysunku 2.2. – jest „pył gumowy” a w tabeli 2.1. nie ma takiego rodzaju recyklatu,
- strona 33 - jest „podwyższona odpornością” zamiast „podwyższoną odpornością”,
- strona 40m rys 5.5 – nie podano skali rysunku, trudno się odnieść do wielkości obserwowanych frakcji kompozytu,
- strona 58 – na jednej stronie odchylenie standardowe z próby oznaczono na dwa różne sposoby, wartość średnią również,
- strona 59 – oznaczenia wskaźników opisano słownie, a stronę wcześniej wprowadzono ich oznaczenia (choć podwójne).

6. Podsumowanie i wnioski końcowe

Stwierdzam, że przedstawiona do recenzji praca doktorska pana mgr inż. Pawła Piosia, spełnia wymogi stawiane rozprawom doktorskim, określone w art. 13 ust. 1 Ustawy z dnia 14 marca 2003 roku o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki. Niniejszym wnioskuję o dopuszczenie Doktoranta do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

Witold Luty

