

Warszawa, 30.11.2023 r.

Prof. dr hab. inż. Joanna Ryszkowska  
Wydział Inżynierii Materiałowej  
Politechnika Warszawska  
02-507 Warszawa  
ul. Wołoska 141

## Recenzja

rozprawy doktorskiej pani mgr inż. **Piotra Olesika**  
pt. „ **The effect of addition of glassy carbon particles at different grain size on properties of heterophase HDPE matrix composites made by FDM 3D-printing**”

Podstawą do wykonania recenzji była uchwała nr 142/2023 Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Śląskiej z dnia 24 października 2023 r

### Informacje o ocenianej rozprawie doktorskiej

Rozprawa mgr inż. Piotra Olesika „**The effect of addition of glassy carbon particles at different grain size on properties of heterophase HDPE matrix composites made by FDM 3D-printing**”, została wykonana pod opieką promotora dr hab. inż. Mateusza Koziola prof. Pol. Śl. i promotora pomocniczego dr inż. Tomasza Pawlika.

### Ocena układu rozprawy doktorskiej

Praca została napisana po angielsku. Jest to praca o objętości 95 stron, w tym 88 stron to opis pracy uzupełniony o spis rysunków i tabel oraz wykaz publikacji, których współautorem jest autor rozprawy oraz streszczenie po polsku i angielsku.

Praca zawiera 5 części: podstawę teoretyczną, cel pracy, część doświadczalną, podsumowanie i wnioski oraz spis literatury.

Praca została przedstawiona w układzie typowym dla rozpraw doktorskich. W pracy brak poszerzonego streszczenia po polsku wymaganego w przepisach przedstawionych w Monitorze prawnym Politechniki Śląskiej poz. 1095 w sprawie Regulaminu w zakresie nadania stopnia doktora ( § 7 punkt 4).

Część z opisem podstawy teoretycznej to 10 stron. Udział część literaturowej to ok. 13% pracy, co stanowi o niewłaściwej proporcji część literaturowej i badawczej.

Praca jest napisana poprawnym językiem. Znaczna część rysunków w pracy jest za dużych rozmiarów (rysunki: 1, 2, 12, 13, 20, 21, 28, , 29, 30, 31, 33, 39, 40, 41, 42, 43, 44, 45, 49, 52, 53, 54, 55). Rysunki zostały przygotowane starannie.

W rozdziale 1 podrozdział 1.2 zawiera podrozdział: HDPE composites, a w nim znajdują się podpunkty: Ceramic reinforcements, Carbon fillers oraz 3D printing of HDPE. Podpunkt 3 D printing of HDPE raczej powinien być podrozdziałem z numerem 1.4.

Wyniki badań kompozytów HDPE z węglem szklistym zawarto w podrozdziałach 3.2. „Composites for tribological applications” oraz 3.3. “Piezoelectric composites”. Taki Układ prezentowania wyników badanych materiałów utrudnia czytającemu analizę wyników badań osiągniętych w pracy. Korzystne byłoby umieszczenie wyników badań kompozytów HDPE z węglem szklistym o różnym rozmiarze cząstek w podrozdziale pt. „HDPE composites with glassy carbon”, a osobno kompozytów hybrydowych do aplikacji trybologicznych oraz kompozytów piezoelektrycznych.

### **Ocena zastosowanego piśmiennictwa**

Autork rozprawy w bibliografii zawarł 93 pozycje. Jedynie jedna pozycja jest po polsku, a pozostałe są publikacjami po angielsku. Publikacje te dotyczyły: węgla szklistego, jego zastosowań i kompozytów z jego zastosowaniem, kompozytów HDPE z wypełniaczami ceramicznymi i węglowymi oraz procesowi druku 3D polietylenu HDPE.

Zacytowane przez Doktoranta pozycje literatury zostały dobrane we właściwy sposób, a ich zawartość została wykorzystana poprawnie.

### **Ocena celu rozprawy**

Autor rozprawy sformułował tezę, że możliwe jest wytworzenie filamentów kompozytów HDPE z dodatkiem węgla szklistego do druku 3D techniką FDM oraz filamentów o cechach trybologicznych po modyfikacji tych kompozytów dodatkiem nano tlenku aluminium ( $Al_2O_3$ ) oraz o właściwościach piezoelektrycznych po modyfikacji dodatkiem nano włókien jednosiarczku antymonu ( $SbSI$ ).

Doktorant za cel pracy przyjął zbadanie wpływu węgla szklistego na właściwości kompozytów o osnowie z HDPE. Mgr inż. Piotr Olesik w pracy skoncentrował się na wyjaśnieniu wpływu rozmiaru cząstek węgla szklistego na właściwości kompozytów HDPE z tymi cząstkami. W kolejnym etapie pracy Doktorant wytworzył filament z tych kompozytów i zbadał właściwości próbek z tych materiałów wytworzonych drukiem 3D techniką FDM. Aby potwierdzić tezę pracy Doktorant wykonał badania kompozytów hybrydowych o cechach trybologicznych o osnowie z HDPE z węglem szklistym i dodatkowo nano  $Al_2O_3$  oraz kompozytów hybrydowych o właściwościach piezoelektrycznych o osnowie z HDPE z węglem szklistym i dodatkowo jednosiarczkiem antymonu.

Hipoteza i cel rozprawy zostały właściwie i jasno sformułowane, z uwzględnieniem aktualnych kierunków badawczych. Zakres przeprowadzonych prac służących potwierdzeniu hipotezy i zrealizowaniu celów pracy przedstawiono prostym schematem, wskazującym że został on właściwie zaplanowany.

### **Ocena zastosowanych metod badawczych**

Autor rozprawy przeprowadził charakterystykę cech węgla szklistego z zastosowaniem: metody dyfrakcji laserowej, obserwacji z zastosowaniem skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM) oraz piknometru. Określił też rozmiar cząstek, ich morfologię i gęstość. Oceniono też cechy kompozytów. Obserwacje ich struktury przeprowadzono z zastosowaniem SEM, oraz metodami pośrednimi: metody dyfrakcji rentgenowskiej (XRD) oraz różnicowej kalorymetrii skaningowej (DSC). Właściwości wytrzymałościowe kompozytów oceniono z użyciem statycznej próby rozciągania, cechy reologiczne określono z użyciem plastomeru. Kompozyty o właściwościach trybologicznych zbadano w warunkach tarcia suchego przy użyciu trybotestera. Zbadano też przewodność kompozytów i testy odpowiedzi piezoelektrycznej kompozytów o właściwościach piezoelektrycznych.

Do realizacji pracy mgr. inż. Piotr Olesik wykorzystał właściwie dobrane techniki badawcze, w tym też te z obszaru zaawansowanych technologii.

### **Ocena merytoryczna pracy**

Technologie szybkiego wytwarzania są istotne dla rozwoju przemysłu. Są to technologie będące elementem czwartej rewolucji przemysłowej, umożliwiające wytwarzanie elementów o skomplikowanych kształtach, przy małoseryjnej produkcji, z użyciem taniego oprzyrządowania. Technologie te rozwijają się równolegle z postępem w obszarze wytwarzania przyrostowego nazywanego drukiem 3D. Wytwarzanie przyrostowe umożliwia wytwarzanie wyrobów o wysokiej jakości, co jest wynikiem rozwoju różnych metod druku 3D, wdrażaniem tych nowych rozwiązań i nowych materiałów dedykowanych do tych procesów. Jedną z grup nowych materiałów do druku 3D są kompozyty polimerowe.

Przedmiotem rozprawy są kompozyty HDPE z różnego typu napełniaczami dedykowanych do przetwarzania technikami druku 3D. Tematyka rozprawy należy więc do aktualnych trendów badawczych.

Zagadnienia poruszane w rozprawie jej Autor przedstawił w rozdziale „Theoretical background”, który zawiera opis: węgla szklistego, jego charakterystykę, i zastosowania oraz opis kompozytów z jego zastosowaniem. Ponadto zawiera też opis kompozytów HDPE

z napelniaczami ceramicznymi i węglowymi oraz opis procesu druku 3D polietylenu HDPE i jego kompozytów techniką FDM. Opisy w tym rozdziale zamyka podsumowanie.

Tematyka badań podjęta w rozprawie mgr inż. Piotra Olesika związana z kompozytami termoplastów z węglem szklistym jest podejmowana od niewielu lat, jest to więc bardzo aktualna tematyka badań. Opis zawarty w tym rozdziale zawiera informacje potrzebne do sformułowania hipotezy i celu pracy.

Hipoteza i cel pracy, zakres pracy oraz zastosowane metody badawcze zostały ocenione we wcześniejszych częściach recenzji.

Metodykę badań oraz ich wyniki Doktorant przedstawił w kolejnej części pracy nazwanej „Experimental part”.

W pierwszym podrozdziale w tej części pracy „Milling of glassy carbon” opisano zarówno proces wytwarzania cząstek mikro- i submikro- węgla szklistego, jak i metodykę badań uzyskanych cząstek, wyniki tych badań i ich interpretację. Opisy te zostały przedstawione we właściwy sposób.

W drugim podrozdziale pt. „Composites for tribological application” opisano metodę wytwarzania kompozytów HDPE z węglem szklistym i nano-  $Al_2O_3$ . W podrozdziale opisano surowce do wytwarzania kompozytów, proces mieszania HDPE z proszkami, opis składu pięciu kompozytów, proces wytlaczania filamentu z tych kompozytów i HDPE oraz proces wytwarzania próbek z filamentów metodą prasowania na gorąco jak i metodą druku 3D techniką FDM. Ponadto w tym rozdziale zamieszczono opis metodyki badań wytworzonych próbek, oraz wyniki przeprowadzonych badań i ich interpretację. Przedstawiono też propozycję opisu zjawisk zachodzących w trakcie testu trybologicznego.

W trzecim podrozdziale pt. „Piezoelectric composites” opisano metodę wytwarzania kompozytów HDPE z węglem szklistym (11 próbek) wytwarzanych zarówno metodą prasowania na gorąco jak i metodą druku 3D techniką FDM. Próbki te przeznaczone do badań przewodności elektrycznej. Ponadto opisano proces wytwarzania pięciu kompozytów HDPE, węglem szklistym i jednosiarczkiem antymonu (SbSI) i HDPE do formowania próbek do testów odpowiedzi piezoelektrycznej. W podrozdziale opisano skład tych kompozytów, proces wytlaczania filamentu z tych kompozytów i HDPE. Ponadto w tym podrozdziale zamieszczono opis metodyki badań przewodności i odpowiedzi piezoelektrycznej wytworzonych próbek oraz wyniki przeprowadzonych badań i ich interpretację.

W rozdziale czwartym „Summary and Conclusions” podsumowano pracę i sformułowano główne wnioski. Stwierdzono, że możliwe jest wytworzenie filamentów z kompozytów HDPE z węglem szklistym o różnym rozmiarze cząstek oraz uformowanie

kształtek z tych filamentów drukiem 3D techniką FDM. Możliwe jest też wytworzenie filamentów z kompozytów hybrydowych HDPE z węglem szklistym i nano tlenkiem aluminium oraz HDPE z węglem szklistym i nano jednosiarczkiem antymonu. Tym samym Doktorant potwierdził hipotezę pracy. Mgr inż. Piotr Olesik wykazał wpływ cząstek węgla szklistego o różnym rozmiarze cząstek na właściwości ich kompozytów z HDPE tym samym zrealizował cel pracy.

Kierunek badań podjętych w rozprawie został dobrany właściwie. Wartość merytoryczną pracy oceniam jako dobrą.

### **Ocena omówienia wyników badań**

Wyniki badań Doktorant przedstawił, zinterpretował i omówił we właściwy sposób, co potwierdzają także pozytywne recenzje dwóch opublikowanych prac związanych z rozprawą doktorską. W procesie omawiania i dyskusji wyników badań Doktorant posługuje się pojedynczymi odnośnikami do publikacji innych naukowców, co może wynikać z niewielkiej ilości publikacji dotyczących tematyki rozprawy.

Doktorant nie ustrzegł się jednak błędów. Na stronie 37 pod rysunkiem 22 Autor stwierdza, że HDPE jest silnie polarnym polimerem, co nie jest prawdą. HDPE jest polimerem niepolarnym.

W tabeli 12 przedstawiono wyniki analizy DSC. Warto zwrócić uwagę, że w trakcie analizy nie możliwe jest uzyskanie dokładności pomiarów temperatury takiej jak przedstawił to Doktorant. Błąd pomiaru temperatury to  $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$ .

Tendencje zmian stopnia krystaliczności HDPE i jego kompozytów z węglem szklistym o różnym rozmiarze cząstek obliczone na podstawie dyfrakcji rentgenowskiej i DSC są różne. Co wskazuje, że korzystne byłoby wykonanie większej ilości pomiarów DSC każdego rodzaju materiałów.

### **Ocena oryginalności rozwiązania problemu naukowego**

Problem naukowy postawiony przez Doktoranta to oryginalne rozwiązanie dotyczące kompozytów HDPE z węglem szklistym i kompozytów hybrydowych z dodatkiem nano - tlenku aluminium lub nano - jednosiarczku antymonu.

### **Pytania dotyczące rozprawy**

- Pojawia się pytanie, co do interpretacji wyników oceny efektów procesu rozdrabniania przedstawionych w rozdziale 1.3.1. Autor rozprawy używa sformułowania: ... In the graph presenting impact of milling time with Pulverisette 6 (Fig. 7) is visible that most optimal is 1.0 h of milling. .... Na jakiej podstawie Autor rozprawy stwierdza, że jest to optymalny czas mielenia.
- Które kompozyty mają szansę na wdrożenie do praktyki przemysłowej i dlaczego.

**Ocena czy rozprawa doktorska prezentuje ogólną wiedzę teoretyczną kandydata w dyscyplinie oraz umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej**

Rozprawa doktorska mgr inż. Piotra Olesika jest bardzo interesującą pracą naukową. Doktorant wykazał się wiedzą teoretyczną, doświadczeniem badawczym i umiejętnością samodzielnego prowadzenia pracy naukowej. Wyniki badań związanych z rozprawą doktorską przedstawił w dwóch recenzowanych publikacjach z listy JCR. Doktorant jest też współautorem łącznie 17-tu innych publikacji z listy JCR.

**Podsumowanie oceny rozprawy doktorskiej**

Biorąc pod uwagę przedstawione powyżej opinie i uwagi stwierdzam, iż praca **mgr inż.**

**Piotra Olesika pt. „ The effect of addition of glassy carbon particles at different grain size on properties of heterophase HDPE matrix composites made by FDM 3D-printing”**, odpowiada wymogom stawianym rozprawom doktorskim przez obowiązującą ustawę.

Doktorant potwierdził hipotezę pracy i zrealizował jej cele. Dlatego wnoszę o dopuszczenie jej do publicznej obrony przed Radą Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Śląskiej.

