dr hab. inż. Tomasz Rydzkowski
profesor Politechniki Koszalińskiej
Politechnika Koszalińska
Wydział Mechaniczny
Racławicka 15-17
75-620 Koszalin

Koszalin, 30.08.2023

RECENZJA ROZPRAWY DOKTORSKIEJ

mgra inż. Bartosza Pszczółkowskiego

pod tytułem:
Właściwości użytkowe polilaktydu kształtowane technologią przyrostową FDM

Promotor rozprawy doktorskiej: **dr hab. inż. Mirosław Bramowicz, prof. UWM**
Promotor pomocniczy: **dr inż. Wojciech Rejmer**

Praca realizowana w dziedzinie ***Nauk Inżynieryjno-Technicznych,***
w dyscyplinie ***Inżynieria Mechaniczna***

Podstawą opracowania niniejszej recenzji jest pismo numer WNT-DZ.DR-IM.62.2023 z dnia 12.07.2023 roku skierowane do mnie przez Pana Profesora Adama Lipińskiego, Dziekana Wydziału Nauk Technicznych Uniwersytetu Warmiński-Mazurskiego w Olsztynie.

1. Przedmiot recenzji

Przedmiotem recenzji jest rozprawa doktorska Pana mgra inż. Bartosza Pszczółkowskiego pod tytułem: Właściwości użytkowe polilaktydu kształtowane technologią przyrostową FDM. Praca, wraz z spisem treści, spisem oznaczeń i symboli stosowanych w pracy, dwoma jednostronicowymi streszczeniami, spisem źródeł bibliograficznych ma objętość 137 stron. Sam tekst pracy, rozpoczynający się od Wprowadzenia a kończący Podsumowaniem i wnioskami zajmuje 108 stron, zawiera łącznie 87 rysunków i 17 tabel.

Analiza tematyki, podjętych problemów i zastosowanych metod badawczych pozwala na stwierdzenie, że badanie wpływu temperatury druku na strukturę i właściwości polilaktydu oraz ich wpływ na strukturę geometryczną powierzchni, mieści się na pograniczu dyscyplin naukowych Inżynieria mechaniczna i Inżynieria materiałowa.

Z uwagi na fakt, że zajmuję się zagadnieniami przetwórstwa oraz recyklingu tworzyw polimerowych i kompozytów, budową maszyn a także inżynierią materiałową, to znam tematykę podjętych przez Autora zagadnień, czuję się zatem kompetentny do opracowania zleconej recenzji.

Uważam, że w dobie wzrastających wymagań stawianych elementom urządzeń, dążeń do zrównoważonego rozwoju oraz dynamicznego wzrostu stosowania elementów z biodegradowalnych tworzyw polimerowych w wielu branżach, również chirurgii rekonstrukcyjnej i weterynarii, podjęta tematyka jest ważna i została właściwe wybrana. Można uznać, że temat został w pełni zrealizowany a także potwierdzono postawioną w pracy tezę.

2. Tematyka rozprawy doktorskiej

Tytuł sugeruje, że tematyka rozprawy dotyczy wpływu warunków druku 3d metodą FDM na właściwości i strukturę wyrobu w skali: makro, mikro i nano a po analizie pracy trzeba stwierdzić, że tak właściwie to dotyczy badania wpływu temperatury druku 3d metodą FDM na właściwości i strukturę wyrobu w makro-, mikro- i nanoskali. Druk prowadzono w temperaturze wybranej na podstawie przeglądu literatury, tak właściwe to nie wiadomo jakiej oraz w temperaturze niższej i wyższej.

Przeprowadzono szerokie badania umożliwiające opisanie wpływu temperatury na właściwości (reologiczne, wodochłonność, zmiany składu i budowy molekularnej spokrtoskopią w podczerwieni FTIR, przeprowadzono badania właściwości termodynamicznych techniką różnicowej kalorymetrii skaningowej DSC, pomiary gęstości metodą piknometryczną, właściwości mechaniczne poprzez badanie jednoosiowego rozciągania wyznaczono moduł Younga i Poissona metodą ultradźwiękową, wyznaczenie częstotliwości rezonansowych i tłumienia drgań metodą wzbudzania impulsowego IET, oznaczenie udarności metroda Charpye'go, oznaczenie twardości metodą Brinella a także chropowatość: wyznaczono krzywe Abbotta-Firestone'a, zwane krzywymi nośności, zbadano strukturę geometryczną powierzchni (profilometria i analiza fraktalna), strukturę warstwy wierzchniej (mikroskopia sił atomowych AFM oraz metoda dyfrakcji promieniowania rentgenowskiego XRD, wielkość i dyspersję krystalitów wyznaczono metoda Scherrera, FW 1/5 4/5M) a także podatność wytworów na wodochłonność w warunkach demineralizowanej wody oraz degradacje w warunkach wybranych syntetycznych płynów ustrojowych: kwas żołądkowy oraz osocze krwi.

Zastosowane techniki badawcze umożliwiają ocenę właściwości badanego tworzywa i zmian wywołanych formowaniem w różnej temperaturze. Należy zauważyć, że zakres zastosowanych technik jest bardzo szeroki. Analiza tak szerokiego wachlarza wyników pozwala na bardzo głęboką analizę właściwości i budowy PLA i wytworzonych z niego detali faktycznie w skali makrom, mikro i nano. Stwierdzone zależności są ważnym elementem wiedzy z tym zakresie. Powiązanie struktury wewnętrznej, zewnętrznej

i właściwości wydruków pozwala zrozumieć efekty występujące podczas druku techniką FDM oraz stygnięcia wyrobów. Ta ważny naukowy i utylitarny wkład w naszą wiedzę. Analiza uzyskanych wyników potwierdziła przyjętą w pracy tezę, czego należało się spodziewać.

Podjęta tematyka jest ważna i aktualna. Zrealizowane badania dotyczą możliwości zmian wielu właściwości i jakości powierzchni wydrukowanych techniką FDM detali z polilaktydu poprzez zmianę temperatury druku. Wbrew pozorom nie jest to popularna tematyka w badaniach naukowych, przyjęte techniki badawcze, w znacznej części, są rzadko stosowane do analizy wydruków wytworzonych techniką 3d FDM. Warto również zauważyć, że literatura z tego zakresu jest, ale faktycznie nie jest obszerna.

Należy stwierdzić, ze uzyskane wyniki są istotne zarówno pod względem naukowym jak i utylitarnym, chociaż nie zostało to właściwe sformułowane we wnioskach.

Tematyka pracy zawiera wiele elementów inżynierii materiałowej, ale niewątpliwie mieści się w zakresie dyscypliny naukowej Inżynieria mechaniczna.

3. Opis i ocena struktury recenzowanej rozprawy doktorskiej

Przedstawiona do recenzji dysertacja składa się z pięciu rozdziałów, które można generalnie podzielić na dwie części. Pierwsza z nich to oczywiście przegląd literatury, liczy on 19 stron. Scharakteryzowano w nim dość ogólnie właściwości użytkowe wyrobów oraz czynniki na nie wpływające, opisano cechy badanego materiału - polilaktydu, opisując metody polimeryzacji mechanizm i metody syntezy PLA oraz kształtowanie powierzchni polimerów praz kształtowanie i modyfikację wydruków wytworzonych w technologii FDM. Na trzech i pół strony scharakteryzowano wpływ technologii przetwarzania na właściwości fizyko-mechaniczna PLA oraz Stan wiedzy na temat druku 3D FDM (podrozdział 1.7). Rozdział drugi to *Cel pracy i hipoteza badawcza* zawarte na połowie strony. Rozdział 3. to *Metody i metodyki badawcze*. Rozdział 4 nosi tytuł Wyniki i dyskusja. *Rozdział 5 to Podsumowanie i wnioski.* Po nim następuje licząca 207 pozycji Bibliografia.

W pierwszym rozdziale (Wprowadzenie) zawarto elementy przeglądu literatury, w którym umieszczono siedem podrozdziałów. Pierwszy podrozdział zawiera opis właściwości użytkowych przedmiotów, miejscami przewijają się właściwości typowe dla elementów wydrukowanych techniką 3d. Drugi podrozdział omawia dość skrótowo charakterystykę polilaktydu, z nadmiernie rozwiniętymi elementami poszczególnych typów polimeryzacji, co nie jest tu istotne, oraz nawiązaniem do ogółu tworzyw polimerowych i kwestii środowiskowych, co raczej powinno być wcześniej. Podrozdział trzeci nosi tytuł *Mechanizm i metody syntezy PLA* i ponownie pojawiają się informacje

o polimeryzacji PLA. W podrozdziałach 1.4 i 1.5 Autor bardzo skrótowo i dość nieudolnie opisuje przetwarzanie i kształtowanie tworzyw polimerowych, nawiązując do jakości powierzchni uzyskiwanych metoda FDM i metod jej poprawy. Podrozdział 1.6

przedstawia parametru druku 3d technika FDM. Tu pojawia się między innymi termin „temperatura procesu", który tak właściwie to nie został ostatecznie zdefiniowany i nie wiadomo o którą z temperatur druku chodzi. Termodynamicznie druk 3d technika FDM jest złożonym procesem i można w nim wyróżnić kilka temperatur. Kolejny podrozdział nosi tytuł *Stan wiedzy na temat druku 3d FDM*, zasadniczo omawiane w poprzednich podrozdziałach Rózie dotyczą druku 3d FDM, zatem nie bardzo rozumiem ideę takiego podziału treści pracy. Rozdział ten kończy się krótkim (półstronicowym) podsumowaniem.

Rozdział drugi, *Cel pracy i hipoteza badawcza* również liczy pół stronicy. Niestety nie pojawił się tutaj zakres pracy, co zwykle ma miejsce.

Rozdział trzeci liczy 38 stron, dotyczy metod i metodyk badawczych. To tu pobieżnie opisano technikę wyboru materiału do druku. Wymieniono parametry. Szkoda, że nie podano na jakich zasadach zostały dobrane, nie podano również parametrów zalecanych przez producenta filamentu, który też nie został ujawniony. Nie omówiono tu techniki druku 3d FDM, nie omówiono drukarki i jej możliwości, podano tylko typ - JGAurora A5s. Zamiast tego Doktorant opisał jak tworzy się model detalu do druku, używając terminu „modeluje". Że model wczytuje się do programu CAM itd. Pokazano algorytm procesu wykonania detalu technikami przyrostowymi, niestety nie został on omówiony. Technice druku 3d FDM powinien być poświęcony samodzielny rozdział w przeglądzie literatury. Następnie Doktorant zaprezentował schemat zrealizowanych badań, opatrzył go siedmioma linijkami opisu. Szkoda, że tak skromnie, bo to bardzo ważny element pracy. Na grafie wyróżniono: badania DSC, badania reologiczne, badania właściwości mechanicznych, badania FTIR, Badania degradacji, badania AFM, Badania struktury powierzchni i badania XRD. To bardzo szeroki zakres badań. Szkoda, że Doktorant go nie opisał, nie uzasadnił co chce uzyskać tymi badaniami. Kolejny podrozdział liczy pięć linijek tekstu i dotyczy analizy statystycznej. Uważam, że ten element powinien być omówiony po opisie technik badawczych. Następnie opisano techniki badawcze, część z nich nadmiernie szczegółowo. Ta część pracy jest opisana dość poprawnie, choć oczywiście Doktorant nie uniknął różnorodnych usterek.

Praca została zakończona Podsumowaniem i wnioskami. Podsumowanie symboliczne, pięciowierszowe. Wniosków sformułowano również tylko pięć. Jaka na tak poważny zakres badań, to niewiele. Szkoda, że Autor nie poświęcił więcej czasu na podsumowanie, to ważny element pracy. Nie wyodrębniono wniosków naukowych i utylitarnych, nie wskazano kierunków dalszych badań. Szkoda, bo to typowe elementy prac doktorskich.

Należy stwierdzić, że zasadniczo struktura pracy jest typowa dla prac kwalifikacyjnych. Podział na rozdziały jest logiczny i nie budzi większych zastrzeżeń. Wątpliwości budzi podział na *Wstęp* i *Wprowadzenie*. Podobnie wydzielenie podrozdziału 1.7 *Stan wiedzy na temat druku 3D FDM* w rozdziale 1. *Wprowadzenie*. Moim zdaniem

Wprowadzenie zawiera właśnie opis stanu wiedzy w zakresie tej techniki i taki powinien być tytuł tego rozdziału. Część przeglądowa wskazuje, że w części badawczej Doktorant skupi się na wpływie kilku parametrów druku na właściwości wydrukowanego techniką FDM detalu a w części badawczej analizuje tylko wpływ „temperatury druku", która również nie została jasno zdefiniowana.

W części przeglądowej i metodyce występuje wiele usterek edycyjnych oraz większych i mniejszych merytorycznych. Niewątpliwie jest to najsłabsza część pracy. Bardzo poważnym błędem jest brak konkretnego zdefiniowania badanego materiału, brak podania zaleceń technologicznych od reducenta, który również nie został podany. Brak opisu, przedstawionego na grafie zakresu badań, znacznie utrudnia wstępne zrozumienie idei. Bardzo pozytywnie ocenić natomiast należy zakres zaplanowanych i przeprowadzonych badań. Zawiera on standardowe ale i oryginalne, rzadko stosowane w badaniach polimerów, techniki. Pozytywnie ocenić należy również proporcję ilości stron pracy poświęconych przeglądowi literatury i części badawczej - część badawcza zdecydowanie dominuje objętościowo.

4. Ocena hipotezy naukowej, celu oraz zakresu pracy

Przedstawiona w drugim rozdziale pracy teza brzmi następująco:

> **„Sterowanie temperaturą w procesie druku 3D FDM może determinować właściwości PLA w: nano-, mikro-, i makroskali."**

Cel badań nie został wprost wskazany, w tekście Autor sformułował go następująco:

> „(…) sprawdzenie możliwości skalowego sterowania właściwościami polilaktydu poprzez temperaturę druku makrowyrobów."
>
> Zakres pracy został opisany w wpięciu wierszach tekstu i jest przedstawiony w postaci grafu na rysunku 3.3.

Przedstawiona przez Doktoranta teza oraz cel naukowy są nadmiernie ogólne zawierają pewne oczywistości i skróty myślowe ale dość dobrze definiują obszar objęty niniejszą pracą. Nie określono konkretnie o którą temperaturę w procesie druku 3D FDM chodzi. Nie zdefiniowano również „skalowego sterowania". Ten zakres wymagał by uzupełnień. Uważam, że nie został on wystarczająco przemyślany.

Zakres pracy i zrealizowanych badań jest szeroki, nawet bardzo szeroki, natomiast trzeba stwierdzić, że nie został właściwie opisany i uzasadniony. Szkoda, bo od strony naukowej to bardzo ciekawa praca.

Zrealizowany i opisany w pracy zakres badań również należy ocenić jako prawidłowy. Można zatem zasadniczo pozytywne ocenić zarówno hipotezę jak, cel jak i zakres zrealizowanych prac.

5. Ocena poziomu naukowego rozprawy

Część przeglądowa, zwłaszcza dotycząca polilaktydu i podstawowych badań została opracowana dość pobieżnie. Niestety nie zawiera wprowadzających informacje o technice druku 3D i metody FDM a także o konstrukcyjnych tworzywach polimerowych stosowanych w tej technice. Przegląd literatury dotyczący druku 3D nie jest zbyt obszerny, nie wprowadza podstawowych parametrów i zasad. Dowiadujemy się natomiast o istnieniu „specjalnych programów" do czyszczenia dyszy (s. 33), szkoda, że doktorant nie opisał na czym one polegają i czemu są „specjalne". Słabość części przeglądowej wynika chyba ze zbyt słabego rozpoznania literatury. Wiedza o polimerach i ich przetwórstwie jest dość obszerna i skomplikowana. Wbrew pozorom literatury podręcznikowej i naukowej jest dość dużo, również w języku polskim. Doktorant nie bardzo „czuje" polimery i stad liczne usterki w pracy.
Bardzo poważnym błędem, jest to, że nie scharakteryzowano badanego materiału.

Szkoda, że Autor nie pokusił się o szerszy opis obiektu i planu badań. Przedstawił część podstawowych informacji, ale tylko część i przez to dalsza część pracy jest trudna do odbioru a czasem niezrozumiała. W pracy występują fragmenty, które Doktorant nadmiernie rozwija, jak synteza polilaktydu i opisy technik badawczych, zwłaszcza tych popularnych. Szkoda, że nie opisał dokładniej techniki FDM, badanego materiału i planu badań. Praca była by dużo bardziej zrozumiała. Ewidentnie jest niedopracowana, szkoda.

Zakres zrealizowanych badan jest bardzo szeroki. Zawiera podstawowe, typowe dla badania tworzyw polimerowych techniki ale też wiele technik rzadko lub bardzo rzadko stosowanych. Niewątpliwie wartościowe są analizy struktury geometrycznej powierzchni i struktury warstwy wierzchniej. Zastosowanie analizy fraktalnej w tym zakresie jest nadal oryginalne.

Oceniając analizy uzyskanych wyników należy stwierdzić, że są one dość wnikliwe, pokazują zmiany wartości poszczególnych właściwości. Czasem Autor poszukuje wyjaśnień stwierdzonych zjawisk, szuka korelacji pomiędzy innymi właściwościami, co jest bardzo wartościowe.

Szkoda, że Doktorant nie pokusił się o szersze podsumowanie przeglądu literatury a przede wszystkim wyników swoich badań, mógłby wskazać stan obecny literatury i swoje najważniejsze osiągnięcia, co zwieńczyło by badawcze dokonania Doktoranta.

Dokonując generalnej oceny poziomu naukowego recenzowanego doktoratu stwierdzam, badania i sama praca zostały właściwie zaplanowane. Autor zrealizował szeroki plan badań, dokonał stosownych analiz wyjaśniając mechanizmy stwierdzonych efektów, na ich podstawie osiągnął zakładany cel - potwierdził postawioną bardzo ogólną tezę oraz sformułował trafne wnioski. Poziom merytoryczny wstępu i przeglądu literatury jest niski, ewidentnie jest niedopracowany. Poziom merytoryczny analiz wyników

zawartych w recenzowanej pracy jest na dobrym i dość dobrym poziomie, zasługuje na pozytywną ocenę.

Poziom naukowy recenzowanej pracy spełnia w dobrym stopniu wymagania stawiane pracom doktorskim. Struktura pracy jest właściwa. Dokonano dość skromnego przeglądu literatury. Sformułowano cel, tezę i graficznie pokazano szeroki zakres badań i analiz. Zrealizowano postawione zdania badawcze, potwierdzając że poprzez zmianę temperatury druku jest możliwy wpływ na strukturę geometryczna powierzchni, na strukturę polimeru i związane z nimi różnorodne właściwości wyrobu, co było celem niniejszej pracy.

Doktorant potwierdził zatem, że w stopniu dostatecznym potrafi dokonać analizy literatury, potrafi właściwie dobrać materiał badawczy i stosowne techniki badawcze. Jest pracowity i solidny, potrafi je zrealizować i przeanalizować uzyskane wyniki a na koniec wyciągnąć wnioski. Szkoda, że nie wydzielono wniosków naukowych i utylitarnych, oraz nie wskazano kierunków dalszych badań, to typowe elementy występujące w dysertacjach doktorskich.

6. Merytoryczne uwagi szczegółowe

W trakcie lektury niniejszej dysertacji powstało wiele mniej lub bardziej istotnych uwag i wątpliwości o charakterze merytorycznym, poniżej wypunktowano ważniejsze z nich:

- **W całej pracy nie znalazłem charakterystyki badanego materiału ani jego postaci. Ponieważ w recenzowanej pracy Doktorant opisuje zagadnienie druku 3D, to wiadomo, że materiał był w postaci filamentu, co zresztą w dalszych częściach pracy się pojawia. Nie wiadomo jednak jaki to filament, jakiej średnicy, jakiego producenta, nie podano również jego podstawowej charakterystyki, deklarowanej przez producenta. Nie określono barwy, dodatków, nie pokazano na fotografii. Nie wskazano również zalecanej przez producenta temperatury druku. Uważam, że to bardzo poważne niedopatrzenie.**
- Doktorant skrótowo opisał metodykę wyboru materiału do badań ale nie scharakteryzował ani wybranego ani tych, które ostatecznie zostały odrzucone. Nie wyjaśniono również dokładnie czemu, o czym świadczą wspominane przy tej okazji piki. Szkoda, bo cenna była by charakterystyka porównawcza analizowanych filamentów.
- We wstępie nie zawarto opisu techniki druku 3D oznaczanej jako FDM. Nie pokazano schematu zasady działania ani fotografii urządzenia (drukarki 3D) na którym wytwarzano próbki.

- Nie pokazano fotografii filamentu ani żadnej z próbek. Nawet przy analizie jakości powierzchni.
- Autor w wielu miejscach pracy wspomina o zależnościach pomiędzy „kodowanymi parametrami druku" a jakością uzyskanego wydruku. Nie pokazał niestety procesu druku jako obiektu badań. Nie omówił szczegółowo czynników zmiennych zależnych i niezależnych drukarki 3d FDM, nie wskazał ich zakresów. Nie wspomniał o potencjalnych zakłóceniach wpływających na proces druku. Uważam, że to bardzo istotne.
- Nie rozumiem idei wydzielenie nienumerowanego Wstępu i numerowanego Wprowadzenia. Autor powinien je odpowiednio połączyć.
- We Wstępie Autor wskazuje, że w „(…) pracy podjęto próbę scharakteryzowania wpływu parametrów przetwórstwa na: nano-, mikro- i makrostrukturę wydruków 3D FDM wykonanych z PLA oraz poszukiwanie związków głównie z ich właściwościami mechanicznymi." (s. 14). A tak właściwie to zajmuje się badaniem wpływu tylko temperatury druku na wiele różnorodnych właściwości wytworzonych próbek, w tym i wytrzymałości mechanicznej. Zatem zapowiada co innego, niż faktycznie dalej opisuje.
- Dużym uproszczeniem jest stwierdzenie: „Podsumowując, właściwości finalne produktu zależą nie tylko i wyłącznie od zastosowanego materiału, ale także zmieniają się zależnie od parametrów procesu przetwórczego. Modyfikacja parametrów przetwórczych daje szanse na optymalizację właściwości produktów przeznaczanych do ściśle określonych zastosowań." (s. 17). Właściwości wyrobów z tworzyw zależą od wielu czynników i na dodatek po wytworzeniu są one zmienne w czasie. Nie wspomnę również o warunkach stygnięcia wytworów i przechowywania ich w kontrolowanych warunkach.
- Doktorant najwyraźniej nie rozróżnia sieciowania i polireakcji (s. 18).
- „Zaletą tych materiałów (termoplastów) jest to, że podczas tego procesu (podgrzewanie i chłodzenie) nie podlegają one znacznym przemianom, a zdolność materiału do ponownego przetwarzania zostaje zachowana." (s. 19). To nadmierny skrót myślowy prowadzący do nieprawdziwego zdania. Podczas podgrzewania i chłodzenia termoplasty przechodzą kilka zmian strukturalnych prowadzących do zmiany właściwości: odszklenie, uplastycznienie, topnienie, krystalizacja, rekrystalizacja, zeszklenie. To fundamentalne przemiany będące podstawą przetwórstwa tworzyw i ich użytkowania. Autorowi zapewne chodziło o to, że wielokrotne podgrzewanie i chłodzenie termoplastów nie prowadzi do znacznych uszkodzeń struktury tworzywa i zmian właściwości użytkowych a zatem możemy je wielokrotnie przetwarzać, co jest podstawa recyklingu termoplastów.

- „(…) proces biodegradacji polega na rozpadzie tworzywa w środowisku po określonym czasie od zakończenia jego użytkowania.” (s. 21). To niestety nie jest prawda. Proces biodegradacji rozpoczyna się w momencie wystąpienia warunków sprzyjających biodegradacji, czasem jeszcze w trakcie użytkowania np. degradacja pod wpływem tlenu. Nad tym trudno jest zapanować, bo tlen jest w otaczającym nas powietrzu.
- „Wskaźniki płynięcia wyznaczono jako średnią prędkość przepływu stopionego tworzywa, przy ustalonych warunkach brzegowych parametrów procesu przetwórstwa (temperatury i ciśnienia). Wskaźnik płynięcia determinowany jest przez temperaturę, obciążenie, kształt i rozmiar dyszy oraz właściwości samego tworzywa. Natomiast wartość wskaźnika MFR zależy od szybkości ścinania.” (s. 37). Wskaźniki szybkości płynięcia (masowy i objętościowy) nie są miarą prędkości a szybkości przepływu, a to nie to samo. Prędkość i szybkość nie są synonimami. Szkoda, że Autor nie zauważył, że wskaźniki szybkości płynięcia przede wszystkim zależą od struktury badanego tworzywa. Bardzo daleko idący skrót myślowy.
- Według Doktoranta badania reologiczne przeprowadzono na plastomerze obciążnikowym Reotest 100 HydroLab (Polska) (s. 37). Czy aby jednak nie na plastomerze Reo-100 firmy Hydrapress z Białych Błot w Polsce? Hydrolab, raczej zajmuje się sprzętem do badania wody a urządzenia Reotest nie są produkowane w Polsce i wydaje mi się, że zwykle są plastomerami rotacyjnymi a nie obciążnikowymi.
- W pracy Autor nie rozróżnia PLA jako lite tworzywo i PLA jako wydruk 3D. Wyroby z PLA wytworzone klasycznymi metodami (wtryskiwanie, wytłaczanie) mają zasadniczo jednorodną strukturę, wydruki 3d, o ile wiem nawet te ze 100% wypełnieniem, często zawierają szczeliny i pustki powietrzne w strukturze. Szkoda, że Doktorant oznaczając wodochłonność oraz gęstość (właściwą zatem czy pozorną) nie odniósł się do zagadnienia porowatości wydruków.
- Dlaczego w badaniach wodochłonności i absorpcji wody zastosowano metodykę opisaną przez normę do badania wyrobów włókienniczych PN-72/P-04734? Normy tej nie ma w wykazie literatury. Powszechnie do badania wyrobów z tworzyw polimerowych stosuje się normę Norma PN-EN ISO 62:2008 - Tworzywa sztuczne - Oznaczanie absorpcji wody.
- Oznaczając wodochłonność Doktorant czas immersji próbek w wodzie przyjął jako 12 h. W przypadku tworzyw i kompozytów mamy do czynienia z higroskopijnością oraz występowaniem mikroszczelin i mikropęknięć (zwłaszcza w wyrobach drukowanych techniką FDM), co może dodatkowo sprzyjać przenikaniu cząsteczek wody w głąb materiału, w wyniku tak zwanych sił kapilarnych. Procesy te są powolne

i zwykle czas immersji mierzy się w tygodniach. Zatem przyjęcie 12 godzin moim zdaniem nie jest poprawne.

- Autor analizuje podatność na biodegradację. Oznacza zmiany masy próbek zanurzonych w wodzie demineralizowanej oraz w modelowych płynach ustrojowych - roztworze kwasu solnego, będącego odpowiednikiem kwasu żołądkowego oraz modelowym osoczu krwi. Zastosowanie właśnie tych płynów jest bardzo ciekawe, ale wymagało by szerszego wprowadzenia i uzasadnienia.
- Nie bardzo rozumiem ideę degradacji opakowań w płynach ustrojowych, co prawda jest to faktycznie jedno ze wspominanych zastosowań polilaktydu, ale ich biodegradacja raczej nie będzie przebiegać w płynach ustrojowych. Wymagało by szerszego wprowadzenia i uzasadnienia
- Zastanawiające jest, że 80 ml wody destylowanej nie odparowało w czasie 91 dób w otwartym naczynku, ze swobodnym dostępem powietrza, w temperaturze 30±0,5°C (s. 40).
- Kalorymetr różnicowy Netzsch Phoenix 204 F1 o ile wiem, jest kalorymetrem przepływowym (heat flux) a nie kompensacyjnym (power compensation). Zatem Doktorant niewłaściwe opisał zastosowane w badaniach urządzenie pomiarowe i stosowaną metodę (s. 43).
- „Gęstości próbek po przetworzeniu w różnych temperaturach wyznaczono na podstawie pomiarów objętości rzeczywistej.” (s. 45). Autor wyznaczał gęstość, zatem nie powinno być liczby mnogiej, ale to drobny błąd. Poważniejszym jest to, że chyba nie ma takiej techniki. O ile wiem, to do wyznaczenie gęstości (właściwej lub pozornej) oprócz objętości to potrzebna jest jeszcze zwykle masa próbki – zatem nadmierny skrót myślowy, co zresztą kilka zdań dalej się wyjaśnia.
- Na stronie 63 zidentyfikowano badany materiał jako „polilaktyd o kodzie bazowym PDF 00-064-1623”. Co jest nadmiernym skrótem myślowych, bo jest to kod jednego widm w bazie danych. Niestety nie wyjaśniono również co on oznacza.
- Niepoprawnym jest stwierdzenie „W pracy sprawdzono wpływ poszczególnych temperatur druku 3D na zmianę współczynników płynięcia filamentu.” (s. 71) Filament nie płynie, nie ma zatem wskaźnika szybkości płynięcia. To tworzywo z którego jest wykonany filament charakteryzuje się określonym wskaźnikiem szybkości płynięcia. To kolejny przykład jednego z bardzo licznych nadmiernych skrótów myślowych. W pracy naukowej, zwłaszcza kwalifikacyjnej, należy bardzo precyzyjnie formułować swoje wypowiedzi.
- W analizie właściwości reologicznych Doktorant stwierdza: „Ze względów ekonomicznych zalecanym będzie drukowanie w temperaturze ok. 200°C. Przy takiej temperaturze druku zachowany jest optymalny współczynnik wytłaczania filamentu w stosunku do ilości energii cieplnej dostarczanej do elementów grzejnych w

drukarce.” (s. 71). Aby w tej sytuacji oceniać efektywność procesu wytłaczania pod względem ekonomicznym nie wystarczy tylko uwzględnienie zużytej energii i wydajności. Trzeba by uwzględnić również jakość i trwałość uzyskiwanego wyrobu. Być może nakład energii będzie niższy niż uzyskane efekty choćby trwałości elementu.

- Trudno zgodzić się ze stwierdzeniem, że „W każdym przypadku obecność próbki z polilaktydu w roztworze powoduje obniżenie pH ośrodka ok. 30%. Jest to znacząca zmiana powodująca zakwaszenie rozpuszczalnika.” (s. 74). Obniżenie pH ośrodka nie powoduje jego zakwaszenia. Wartość pH jest tylko wskaźnikiem. Obniżanie się pH świadczy o wzroście kwasowości.
- W podrozdziale 4.9.1 Autor przedstawił analizę fraktalną struktury geometrycznej powierzchni SGP wyrobów. Na rysunkach 4.42 do 4.48 umieścił trójwymiarowe wykresy przedstawiające „Nanostrukturę powierzchni” filamentu i próbek wydrukowanych w różnej temperaturze. Na wykresach nie opisano osi. Nie są to raczej elementy analizy fraktalnej, a tylko trójwymiarowe obrazy powierzchni próbek będące podstawą do analiz.
- Poważny niedosyt budzi szczątkowa dyskusja wyników i efektów stwierdzonych przez Doktoranta z wynikami innych naukowców, co jednak może wynikać z małej ilości prac realizowanych w tym specyficznym kierunku. Moim zdaniem brak również szerszego podsumowania, które, poprzez wskazanie najważniejszych osiągnięć, zwieńczyło by badawcze dokonania Doktoranta.
- Podsumowanie (s. 118) bardzo szerokich i oryginalnych badań zawarto w pięciu linijkach tekstu. Szkoda, moim zdaniem to właśnie tutaj Doktorant powinien pochwalić się swoimi osiągnięciami. Napisać o oryginalności przeprowadzonych analiz. Wnioski napisano również dość nieliczne i nie objęły one całości zrealizowanych badań i analiz. Sformułowano tylko sześć wniosków.
- Pomiędzy wnioskami znajduje się pięć wykresów i cztery obrazy – bez numerów. Niestety Doktorant nie napisał co one przestawiają. Są to dwie mapy „nanoststruktury” z pracy i dwie fotografie makrostruktury, które wcześniej nie pojawiły się w pracy i nie wiadomo co przedstawiają.
- We wnioskach nie wydzielono wniosków naukowych i utylitarnych, nie wskazano również kierunków dalszych badań, co jest standardem w dysertacjach doktorskich.

I sporo drobniejszych uwag merytorycznych

- W Spisie oznaczeń i symboli stosowanych w pracy Autor powtórzył kilka oznaczeń, np. *T* to jest „temperatura oznaczania”, „współczynnik korygujący” a następnie „temperatura”, podobnie *m* oraz *t*, które raz oznacza odstęp czasu odcinania (zapewne przy oznaczaniu MFR/MVR) a drugim razem to samo *t* oznacza głębokość

wnikania promieni rentgenowskich (…). Spis oznaczeń i symboli powinien być uporządkowany, oddzielnie skrótowce, litery greckie, indeksy itp.

- Nie podoba mi się stwierdzenie „Odnotowano przykłady zastosowania tej technologii (czytaj FDM) w procesie edukacji i rozwoju wielu dziedzin naukowych w tym inżynieryjno-technicznych." (s. 13). Uważam, że technika druku 3d jest dziś bardzo popularna w edukacji i gospodarce, zatem pisanie o „odnotowaniu przykładów", jest moim zdaniem co najmniej niezręczne.
- „Jest to (polilaktyd) materiał biodegradowalny, charakteryzujący się dużą biozgodnością z organizmem ludzkim. Stwarza mu to możliwości aplikacyjne w różnych dziedzinach nauki." (s.13). Polilaktyd jest obecnie chyba najpopularniejszym tworzywem biodegradowalnym i znalazł liczne zastosowania gwarantuję, że nie tylko w „nauce", kolejna niezręczność.
- Nie jest poprawnym przywoływanie akronimów technik badawczych (FDM, DSC, FTIR, AFM, XRD) bez ich wcześniejszego wyjaśnienia (s. 13).
- Czy właściwości reologiczne tworzywa są cechą użytkową wykonanego z niego produktu?? (s. 16). To chyba zbyt daleko idący skrót myślowy.
- Czym różni się przywołane przez Autora "warstwowanie" i „delaminacja"?? (s. 16)?
- Niezbyt trafnym wydaje mi się sformułowanie „Związek ten (tworzywo wielkocząsteczkowe) można w uproszczeniu zobrazować jako naszyjnik z perłami, w którym każda perła reprezentuje jeden monomer." (s. 18). Już sam termin „naszyjnik z perłami" nie jest dla mnie jednoznaczny. Chodzi o naszyjnik (sznur) z pereł (co było by poprawniejsze) czy naszyjnik gdzie są między innymi perły??? Autor nie wyjaśnił co to jest druk FDM a teraz obrazuje cząsteczką polimeru jako sznur pereł, jak na rozprawę doktorską nie wydaje mi się to poprawne. Wydaje mi się również, że zbyt dużo miejsca Autor poświęcił na ogólne opisy syntezy polilaktydu, raczej powinien skupić się na jego strukturze.
- Czy sformułowanie „(…) w ostatnich latach produkcja polimerów wzrastała od ok. 250 mln ton w 2007 roku do ok. 300 mln ton w 2013 r. (…)" (s. 19) w 2023 roku jest poprawne? Jak głęboko na osi czasu sięga zakres „ostatnich lat"?
- Czy faktycznie chemiczne wykańczanie powierzchni nie umożliwia obróbki elementów o złożonych kształtach??? Chyba wprost przeciwnie.
- Nie bardzo rozumiem, co Autor miał na myśli pisząc: „W zależności od: pożądanego efektu końcowego, dobieranego rodzaju surowca przetwórczego oraz na podstawie znanych badań empirycznych planuje się modele procesów przetwarzania tworzywa sztucznego." (s. 25).
- Co to są „materiały przyrostowe" (s. 26)???

- Co Autor rozumie przez „temperaturę procesu" i „temperaturę formowania" (s. 28)? Czy chodzi o temperaturę dyszy drukarki czy może temperaturę tworzywa już po nałożeniu na drukowany detal, czy może jakąś inną temperaturę detalu?
- Nie wydaje mi się aby w trakcie druku 3D dochodziło do ponownej polimeryzacji (s. 28).
- Trudno mi się zgodzić ze stwierdzeniem „W technologii addytywnej FDM projektant ma pełną możliwość wpływania na strukturę powierzchni, ponieważ każda zmiana jednego z kodowanych parametrów druku skutkuje zmianą ułożenia ścieżek budujących detal, zmianami fizykomechanicznymi, czy też jakościowymi wytwarzanego elementu." (s. 28). Po pierwsze uważam, że to nadmierny skrót myślowy a po drugie powszechnie wiadomo, że nie jest proste uzyskanie odpowiednio wysokiej jakości powierzchni, zwłaszcza przy większych wydrukach.
- Kolejny nadmierny skrót myślowy: "Samo edytowanie tego parametru (skoku warstwy), np. na skutek zmiany wypełnienia modelu przekłada się na właściwości wytrzymałościowe materiału [98,102]." (s. 28). Co to znaczy edytowanie??? Co w takim razie wpływa na właściwości drukowanego detalu, edycja/zmiana parametru czy może raczej zmiana warunków druku lub zmiana struktury wydruku?
- Jaki ma sens wydzielenie podrozdziału 1.7 Stan wiedzy na temat druku 3d, jeśli wcześniej omawiane były parametry druku 3d itp.?
- „W związku z rozwijającym się wykorzystaniem druku 3D w technologii FDM ukazało się wiele publikacji naukowych dotyczących formowania materiałów termoplastycznych zwanych technologicznie filamentem (…)." (s. 29). Materiały termoplastyczne a tak właściwe termoplastyczne tworzywa polimerowe zdecydowanie nie są „technologicznie nazywane" filamentem. Filament jest to jedną z postaci w jakiej mogą występować termoplastyczne tworzywa polimerowe. To kolejny przykład nadmiernego skrótu myślowego. Praca niestety w nie obfituje.
- „(…) użytkownicy stosują prędkość w zakresie 0,3 m·min-1 posuwu roboczego dyszy." (s. 29). Jeśli piszemy o zakresie, to powinniśmy podać górną i dolną granicę. W tym wypadku Autorowi chyba chodziło o wartość prędkości posuwu roboczego dyszy około 0,3 m·min-1. Stylistyka też do poprawy.
- „(…) dokładne poznanie przestrzennego ukształtowania polimerów oraz możliwości kształtowania struktury geometrycznej wydaje się być bardzo istotną rzeczą i możne znacznie wzbogacić obecny stan wiedzy." (s. 31). Nie wydaje mi się aby „poznanie przestrzennego ukształtowania polimerów" było „RZECZĄ".
- „Wyznaczenie optymalnych parametrów drukowania procesu pozwoli na uzyskanie elementów o właściwościach użytkowych dostosowanych do potrzeb aplikacyjnych." (s. 31). Nadmierny skrót myślowy. To zależy jakie przyjmiemy kryteria.

- Zakres badań przedstawiono w postaci grafu na rysunku 3.3. Opatrzono go siedmioma wierszami opisu. Szkoda, że Autor nie opisał etapów badan i ich celu.
- W technicznej pracy naukowej nie jest poprawnym pisanie „W trakcie testu, oprócz zmian wagi próbki, badano także wpływ (…).” Waga to urządzenie do oznaczania masy próbek.
- „Badania przeprowadzono na 180 próbkach, które zamodelowano i wytworzono w kształcie dysku o średnicy ϕ=40 mm i grubości 1 mm.” (s. 39). Termin „modelowanie” wydaje mi się nieadekwatny, zbyt poważny aby nim określać zaprojektowanie dysku o średnicy ϕ=40 mm i grubości 1 mm.
- Zastanawia również bardzo mała reprezentacja polskich publikacji w wykazie źródeł bibliograficznych. Tylko 16% spośród 207 pozycji jest polskiego autorstwa i większość dotyczy zagadnień materiałoznawstwa lub pomiaru struktury geometrycznej powierzchni. Czyżbyśmy nie prowadzili badań w zakresie druku FDM? Znam dużo więcej opracowań z polskich ośrodków nauki dotyczących wydruku implantów i elementów maszyn a nawet analizy powierzchni polimerów metodą AFM.

7. Ocena strony redakcyjnej pracy

Należy stwierdzić, że praca jest opracowana estetycznie ale pod względem językowym i formalnym niezbyt starannie. W tekście występują liczne błędy edycyjne: literowe, stylistyczne i interpunkcyjne, bardzo często różne nieścisłości i nadmierne skróty myślowe.

W pracy zauważono dość dużo mniejszych i większych usterek redakcyjnych, poniżej wypunktowano część z nich:

- W Spisie treści Autor nie zawarł Spisu oznaczeń i symboli stosowanych w pracy rozpoczynającego się na stronie 7.
- Dość często Doktorant nie stawia spacji przed nawiasami związanymi z treścią lub z odsyłaczami literaturowymi (s. 15, 17, 23, 30…..), nie stawia jej pomiędzy wartością a jej miarą (s. 46). Zgodnie z zasadami pisowni języka polskiego pomiędzy wartością i jej miarą zasadniczo stosujemy spację (np. 5 mm), są jednak wyjątki od tej zasady, np. nie wstawiamy spacji przed jednostkami temperatury (°C, °K itd.), procentami np. 9,2%, miarami kąta i kilkoma innymi. W literaturze obcojęzycznej czasem te wyjątki nie są stosowane.
- Nie znam firmy PelkinElmer (s. 33), która miała udostępnić biblioteki widm do analizy FTIR, domyślam się, że to błąd literowy i chodziło o znaną, amerykańską, firmę PerkinElmer, dawniej Perkin-Elmer.
- W pracy występują bardzo często tzw. „wiszące spójniki” – pozostawione końcu linijki tekstu pojedyncze „a”, „i”, „w”, „z”. Zgodnie z zasadami języka polskiego należy je przenieść do kolejnej linijki tekstu.

- W pracy przywołano „Patent Number: 5,759,473 (Jun.2, 1998)" w spisie literatury niewłaściwie go zapisano rozpoczynając od nazwiska autora. Zwykle zapisuje się: Patent kraj: numer, rok, tytuł… itd.
- Doktorant pomylił numery rysunków na które się powołuje: rys. 1.5/3.3 (s. 22).
- Na wielu rysunkach (Rys. 3.4, 3.10, 3.15, 3.18, 3.19, 3.20 itd.) Autor nie wskazał źródła ich pochodzenia a moim zdaniem są to elementy z innych opracowań. Brak odsyłacza sugeruje, że są to opracowania własne Autora rozprawy.
- Wartość i miara tej wartości powinny znajdować się w jednej linijce tekstu, nie powinno się ich rozdzielać i umieszczać w kolejnych wierszach tekstu (s. 78).
- W spisie źródeł bibliograficznych nie znalazłem normy ASTM D6400-99 (s. 20) ani ASTM E 1876, przywołanej przez Doktoranta na dole strony 48. Doktorant nie wymienił również Polskiej Normy PN-72/P-04734.
- W spisie bibliograficznym brak strony https://physics.nist.gov z której pobrano bazy danych do analizy XRD.
- We wnioskach Autor umieścił pięć ilustracyjnych wykresów i cztery obrazy – bez numerów i bez tytułów osi na trójwymiarowych obrazach powierzchni próbek.
- W Bibliografii Doktorant nie podał żadnych źródeł internetowych. Co w dzisiejszych czasach i wobec wąskiej i mało popularnej tematyki pracy może dziwić.

8. Podsumowanie

Niektóre wymienione powyżej uwagi mogą być dyskusyjne. Nie wyczerpują one również wszystkich, zwłaszcza drobniejszych usterek merytorycznych i edycyjnych napotkanych w tekście recenzowanej pracy a jest ich dużo więcej. Usterki te niestety istotnie utrudniają odbiór opisywanych treści i negatywnie wpływają na generalnie dość pozytywną ocenę recenzowanej pracy.

Wypunktowane uwagi mają na celu wskazanie Doktorantowi poważniejszych usterek napotkanych w tekście jego pracy kwalifikacyjnej, co powinno spowodować stosowne przemyślenia i przykładanie większej uwagi do poprawnego, bardziej precyzyjnego formułowania tekstów w dalszej pracy naukowej Doktoranta.

Rozprawa doktorska pana mgra inż. Bartosza Pszczółkowskiego dotyczy wpływu temperatury druku na różnorodne właściwości elementów wydrukowanych 3d metodą FDM z polilaktydu. Doktorant dokonał dość ograniczonego przeglądu literatury, głównie zagranicznej. Na jego podstawie sformułował cel, tezę oraz bardzo obszerny zakres badań. Szkoda, że nie uzasadnił i nie opisał planu badań. Następnie Doktorant zrealizował zaplanowany zakres badań, uzyskane wyniki poddał analizie, również statystycznej. Na podstawie uzyskanych wyników sformułował tylko pięć dość celnych wniosków. Niestety usterki merytoryczne i strona edycyjna negatywnie wpływają na

ogólnie dobry odbiór pracy. Poziom dysertacji spełnia zatem w stopniu dość dobrym wymagania stawiane pracom doktorskim.

Można zatem uznać, że bez wątpienia niniejsza praca stanowi oryginalne rozwiązanie postawionego problemu naukowego. Poziom naukowy pracy spełnia, w stopniu dość dobrym, wymagania stawiane pracom doktorskim. Słabym elementem pracy jest przegląd literatury, niektóre analizy wyników oraz strona edycyjna, te są mierne. Szkoda, że Doktorant nie poświęcił jeszcze kilkunastu godzin pracy aby przeanalizować i uporządkować tekst swojej pracy kwalifikacyjnej, ewidentnie jest on niedopracowany.

Doktorant potwierdził, że potrafi dokonać analizy literatury, potrafi dobrać materiał do badań i stosowne techniki oznaczeń. Potrafi zaplanować i zrealizować eksperyment, przeanalizować uzyskane wyniki a na koniec wyciągnąć wnioski.

Na dzień pisania recenzji mgr inż. B. Pszczółkowski według bazy Scopus brał udział w opracowaniu 9 wydanych publikacji z listy JCR, w tym 6 w czasopismach z wydawnictwa MDPI. W trzech publikacjach występuje jako pierwszy autor i jest w nich corresponding author. Publikacje te zacytowano 70 razy a indeks H Doktoranta wynosi obecnie 4. Co należy pozytywnie ocenić. Baza WoS (Web of Science) wykazuje zasadniczo takie same wartości, jedynie o pięć mniej cytowań – 65.

Powyżej opisane fakty potwierdzają, że Doktorant, pan mgr inż. B. Pszczółkowski posiadł w stopniu zadawalającym stosowną wiedzę i umiejętności z zakresu prowadzenia pracy naukowej, może zatem ubiegać się o nadanie tytułu doktora nauk technicznych.

Po zapoznaniu się z rozprawą doktorską pana magistra inżyniera Bartosza Pszczółkowskiego pt. *Właściwości użytkowe polilaktydu kształtowane technologią przyrostową FDM* stwierdzam, że opracowanie to uzupełnia naszą wiedzę i stanowi oryginalne rozwiązanie postawionego problemu naukowego a także potwierdza, że Doktorant posiadł, w stopniu zadowalającym, wiedzę teoretyczną oraz nabył umiejętności z zakresu pracy naukowej i jest gotowy do samodzielnego prowadzenia dalszych badań naukowych. Spełnia zatem wymagania stawiane kandydatom do nadania stopnia naukowego doktora nauk technicznych. Recenzowana dysertacja może zatem stanowić podstawę do ubiegania się o nadanie stopnia naukowego doktora w dyscyplinie *Inżynieria Mechaniczna*.

Wobec powyższego, wnoszę o dopuszczenie rozprawy doktorskiej Pana mgra inż. Bartosza Pszczółkowskiego do publicznej obrony.



dr hab. inż. Tomasz Rydzkowski, prof. PK