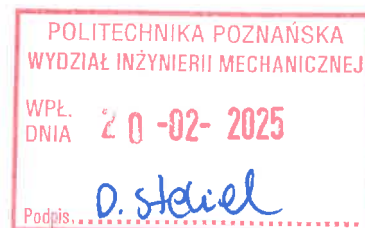


Warszawa, 16.02.2025 r.

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



Recenzja

rozprawy doktorskiej Pana mgr inż. Piotra Szymczaka
pt.

„Opracowanie receptury oraz technologii produkcji folii poliestrowej typu APET o bardzo dobrych właściwościach mechanicznych, z wykorzystaniem maksymalnej ilości surowców wtórnych PET”

Podstawą do wykonania recenzji była uchwała Rady Dyscypliny Inżynieria Mechaniczna Politechniki Poznańskiej z dnia 20 grudnia 2024 r, nr.6/III/12/2024

Informacje ogólne o ocenianej rozprawie doktorskiej

Rozprawa mgr inż. Piotra Szymczaka **„Opracowanie receptury oraz technologii produkcji folii poliestrowej typu APET o bardzo dobrych właściwościach mechanicznych, z wykorzystaniem maksymalnej ilości surowców wtórnych PET”**, została wykonana pod opieką promotora dr hab. inż. Marka Szostaka, prof. PP i promotora pomocniczego dr hab. inż. Jacka Andrzejewskiego, prof. PP. Rozprawa została wykonana w ramach programu „Doktorat wdrożeniowy” finansowanego z budżetu Państwa i realizowanego przy współpracy Politechniki Poznańskiej oraz firmy Eurocast Sp. z o.o. na podstawie umowy nr. DWD/4/22/2020. Opiekunem pomocniczym ze strony firmy był mgr inż. Krzysztof Wiśniewski.

Recenzowana rozprawa doktorska została wydana w formie monografii przedstawionej na 144 stronach. Monografia zawiera krótkie 16-to stronicowe wprowadzenie w temat rozprawy zawierające opis recyklingu PET. Doktorant opisał recykling mechaniczny i recykling chemiczny PET oraz jego perspektywy na przyszłość. Kolejną częścią wprowadzenia w tematykę rozprawy była analiza procesów modyfikacji folii PET i zasady prowadzenia procesu produkcyjnego wraz z oceną efektów modyfikacji. Kolejne części, które zawiera rozprawa to: cel i zakres pracy, prace badawcze, prace wdrożeniowe, kierunki dalszych badań, bibliografia, streszczenie, abstract, spis rysunków, spis tabel i załączniki.

Ocena układu rozprawy doktorskiej

Układ pracy jest typowy dla rozpraw doktorskich prowadzonych w formie doktoratów wdrożeniowych. Udział część literaturowej to ok. 17% pracy, udział tej części jest nieco za mały. Ciekawym jest wprowadzenie rozdziału pt: Analiza procesów modyfikacji folii PET i zasady prowadzenia procesu produkcyjnego wraz z oceną efektów modyfikacji.

Po przedstawieniu celu i zakresy pracy w części badawczej, schematem przedstawiono opis przebiegu prac doświadczalnych, co ułatwia analizę ich opisu oraz ich wyników. Każdy podrozdział z opisem kolejnych etapów pracy zawiera opis badanych materiałów, sposobu wykonania próbek, metodyki badań, wyników badań, ich omówienie oraz wnioski. Taka forma opisu ułatwia analizę pracy. Opis prac wdrożeniowych także został rozpoczęty od schematu przedstawiającego ich przebieg, następnie opisano przebieg prób technologicznych na różnych liniach, wykonanie folii, oraz ich charakterystykę. Wykonane w trakcie prób technologicznych folie przekazano do badań u klientów. Opinie klientów zamieszczono w pracy.

W tekście zauważono błędy stylu, interpunkcji i formy tekstu, np.: we wprowadzeniu skrót GOZ pojawia się kilka wierszy wcześniej niż jego rozwinięcie, wiele razy na końcach wierszy pojawiają się pojedyncze litery : np. i, a, z, czy w. Z błędów interpunkcji warto zwrócić uwagę na niektóre z nich np: przed „który” w środku zdania powinien się znaleźć przecinek. Przykładowe błędy stylu to np.:

- tekst w rozdziale 2.1.1.stwierdzono że:....badania wpływu krotności ..pokazująRaczej wyniki badań pozwalają nam stwierdzić....
- ...Dokonując modyfikacji niewidocznej gołym jak poprawa lepkości, badanie folii ...

W pracy pojawia się wiele skrótów myślowych np:

- Sformułowanie ... Również woda bierze udział w rozrywaniu łańcucha....
- Kolejnym niezbędnym narzędziem do kontroli i pomiaru lepkości jest wiskozymetr, którego celem jest uzyskanie pomiarów porównywalnych z wynikami laboratoryjnymi oraz dostarczenie tych informacji do systemu, który analizuje dokładne wartości w sposób ciągły i bez wpływu na proces.....
- Dzięki specjalnej konstrukcji kanału topliwego...

Ocena zastosowanego piśmiennictwa

Autor rozprawy w bibliografii zawarł 148 pozycji, w tym normy. Zacytowane przez Doktoranta pozycje literatury zostały dobrane we właściwy sposób, a ich zawartość została wykorzystana poprawnie.

Ocena celu rozprawy

W rozdziale: „Cel pracy i zakres pracy” mgr inż. Piotr Szymczak przedstawił cel i hipotezę badawczą. Za cel pracy przyjął opracowanie technologii produkcji kalandrowanej folii poliestrowej z wykorzystaniem do 100 % surowców wtórnych PET cechującej się bardzo dobrymi właściwościami mechanicznymi.

Doktorant postawił hipotezę badawczą, że istnieje możliwość wytworzenia z surowców wtórnych PET wielowarstwowej folii poliestrowej APET o bardzo dobrych właściwości mechanicznych, technologią wytłaczania z kalandrowaniem,.

Cel rozprawy zostały właściwie i jasno sformułowany, Doktorant uwzględnił w celu rozprawy aktualne kierunki badawcze wytyczone w ramach założeń Gospodarki o Obiegu Zamkniętym (GOZ).

Ocena zastosowanych metod badawczych

Wyniki badań Autor przedstawił w rozdziale „Prace badawcze”, podzielonym na trzy podrozdziały. W dwóch pierwszych podrozdziałach w części Metodyka badań Doktorant opisał zastosowane techniki badawcze i sposób prowadzenia badań. W pierwszym z podrozdziałów (5.2.1) opisano metodykę badań: lepkości *in line*, właściwości wytrzymałościowych folii w statycznej próbie rozciągania, przezroczystość folii oceniano za pomocą testów zamglenia, analizę termiczną przeprowadzono z pomocą różnicowej kalorymetrii skaningowej (DSC). W drugim z podrozdziałów (5.2.2) opisano metodykę badań: właściwości mechanicznych próbek kształtowanych wtryskowo i folii w statycznej próbie rozciągania, właściwości optycznych badając: zamglenie, transmisję i przejrzystość folii, analizę termiczną przeprowadzono z użyciem DSC, zmianę koloru próbek przeprowadzono z użyciem spektrofotometru. Oceniono też strukturę próbek obserwowano z pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego. W podrozdziale 5.2.3 oceniono właściwości folii APET wytworzonych przy zmiennej temperaturze przetwarzania, zbadano właściwości optyczne i wytrzymałościowe oraz udarność tych folii. Badania właściwości wytrzymałościowych prowadzono w kierunku zgodnym z kierunkiem formowania folii i poprzecznym do tego

kierunku. Nie napisano, czy metodyka badań właściwości optycznych i wytrzymałościowych jest taka sama jak opisano to w poprzednich rozdziałach. Nie opisano metodyki badań udarności. W części wdrożeniowej Autor rozprawy przeprowadził badania surowców, materiałów w trakcie procesu przetwarzania i otrzymanych próbných nawojów. W tej części pracy prowadził badania zawartość wody w surowcach, zawartości zanieczyszczeń we wtórnym PET, lepkości *in line*, grubości folii, oraz właściwości wytrzymałościowych w kierunku zgodnym i poprzecznym do kierunku formowania folii oraz zamglenia tych folii.

Rodzaj zastosowanych technik badawczych został właściwie dobrany do charakteru prowadzonych badań. Praca zawiera staranny opis badań, opis zastosowanych narzędzi i metodykę ich prowadzenia, poza badaniami udarności.

Ocena merytoryczna pracy

We wprowadzeniu do pracy Doktorant scharakteryzował istotę pracy i uzasadnił potrzebę podjęcia tematyki pracy. Nawiązał do konieczności wytwarzania opakowań podatnych na recykling, co jest zgodne z założeniami GOZ i Strategii dla Tworzyw Sztucznych opracowanej przez Komisję Europejską. Doktorant zwrócił uwagę, że zwiększenie podatności na recykling opakowań wiąże się z opracowaniem i wytwarzaniem opakowań tzw. monomateriałowych to znaczy wytwarzanych z jednego rodzaju polimeru oraz opakowań wytwarzanych z zastosowaniem surowców wtórnych tzw. recyklatów.

W pierwszej części analizy literatury Doktorant omówił procesy recyklingu mechanicznego i recyklingu chemicznego PET, przedstawił także perspektywy na przyszłość związane z recyklingiem tego materiału. Rozdział dotyczący perspektyw na przyszłość recyklingu PET stanowi rodzaj krytycznego podsumowania literatury dotyczącej recyklingu PET.

W drugiej części analizy literatury Doktorant przedstawił analizę procesów modyfikacji folii PET, zasady prowadzenia procesu produkcyjnego wraz z oceną efektów modyfikacji PET. W tej części pracy Doktorant przedstawił opis metod podwyższania masy cząsteczkowej PET, co prowadzi do podwyższenia właściwości wytrzymałościowych folii z tego poliestru oraz metody kontroli efektów tych procesów.

W kolejnym fragmencie rozprawy Doktorant przedstawił jej cel i hipotezę. We wcześniejszej części recenzji odniosłam się do celu pracy. Jego sformułowanie oraz hipotezy badawcze zostały jasno i poprawnie sformułowane.

Doktorant przedstawił szeroki zakres pracy, który po analizie literatury związanej z jej tematyką obejmował: część badawczą i część wdrożeniową.

W części badawczej Doktorant przeprowadził analizę wpływu krotności przetwórstwa, wpływu zawartości wilgoci i stopnia zanieczyszczenia na wybrane właściwości PET, ocenę wpływu modyfikatorów lepkości na właściwości mechaniczne i przezroczystość folii PET, badania wpływu warunków przetwórstwa na strukturę przetwarzanych materiałów PET. Ponadto Doktorant wyznaczył kompleksowe charakterystyki procesów przetwórstwa trójwarstwowych folii APET, przeprowadził też analizę wpływu parametrów procesu wytłaczania folii APET na jej właściwości mechaniczne.

W części wdrożeniowej Doktorant opracował receptury przetwarzanych materiałów poliestrowych (pierwotnych i wtórnych) służących uzyskaniu korzystnych właściwości mechanicznych i funkcjonalnych (przezroczystość, barierowość) folii APET. Doktorant przeprowadził też bardzo istotne dla wyników pracy testy opracowanej technologii i analizę opracowanego prototypu trójwarstwowej folii PET do której zastosowano materiały wtórne. Ponadto przygotowano prototyp folii APET wraz z jej dokumentacją technologiczną i jakościową, zestawiono i przygotowano do pracy zaprojektowaną linię technologiczną opracowano karty technologiczne, karty kontroli jakości i karty produktu. W części wdrożeniowej wykonano też badania właściwości mechanicznych i funkcjonalnych prototypowych folii. Dla oceny pracy istotne jest, że dla wytworzonych folii uzyskano niezbędne atesty i certyfikaty. Wytworzona partia próbna opracowanej folii APET została poddana próbom eksploatacyjnym u kilku wybranych odbiorców.

Do metodyki badań zastosowanych w pracy odniosłam się już we wcześniejszej części recenzji. Metodyka badań została przedstawiona w bardzo przejrzysty sposób. Metody i techniki badawcze zostały właściwie dobrane i opisane, co było trudne ze względu na konieczność zastosowania technik badawczych służących ocenie: opracowywanych receptur folii, surowców, przebiegu procesu formowania folii oraz uzyskanych wyrobów zarówno w części badawczej, jak i wdrożeniowej.

Plan badań przedstawiony w części doświadczalnej potwierdza szeroki zakres badań przeprowadzony przez Doktoranta.

Część dotyczącą opisu procesu reaktywnego wytłaczania Autor rozprawy rozpoczął krótkim wprowadzeniem uzasadniającym potrzebę wykonania pomiarów reologicznych *in-line* recyklatów PET z modyfikatorami. Przebieg reaktywnego wytłaczania przeprowadzono przy zastosowaniu dwóch rodzajów modyfikatorów, użytych do pierwotnego PET i dwóch rodzajów wtórnego PET. Do badań Doktorant przygotował 11 próbek, w tym dwie próbki materiałów referencyjnych. W pracy przedstawił wyniki pomiarów lepkości *in-line*, jedynie jednego z materiałów, pozostałe zostały jedynie omówione. Takie podejście utrudnia ocenę analizy

wyników przeprowadzoną przez Doktoranta. Wyniki badań folii wyprodukowanej w tej fazie pracy zostały przedstawione dla wszystkich wytworzonych materiałów. Przedstawiono wyniki badań wytrzymałościowych folii w kierunku zgodnym i poprzecznym do kierunku formowania folii, wyniki pomiarów współczynnika zamglenia i wygląd próbek. Niestety rozmiar obrazów próbek uniemożliwia ich analizę. W opisie wyników badań Doktorant odniósł się do wyników badań opisywanych przez innych naukowców. Wnioski z badań sformułowano poprawnie.

W drugiej fazie części doświadczalnej służącej analizie wpływu modyfikatora tzw. „chain extender”, rodzaju i ilości recyklatów na właściwości folii APET. Ten rozdział Doktorant także rozpoczyna od wprowadzenia uzasadniającego dodatkową modyfikację recyklatów z wykorzystaniem fazy elastomerowej. Do tej modyfikacji Doktorant używał dwóch rodzajów modyfikatorów i czterech rodzajów odpadów folii z udziałem PET, z których wykonał 9 mieszanek, a z nich wytworzył próbki metodą wtryskową i wytłaczaniem. Doktorant scharakteryzował wytworzone próbki, dyskusję wyników tej charakterystyki przeprowadził w odniesieniu do wyników opisanych w literaturze, rozdział zamknął wnioskami. Przeprowadzone badania były dla Doktoranta badaniami wstępnymi do dalszych prac wdrożeniowych.

W kolejnej części prac badawczych Doktorant przeanalizował wpływ temperatury przetwórstwa kompozycji poliestrowych na właściwości wytrzymałościowe i funkcjonalne folii APET. Badania te przeprowadzono na linii w firmie Eurocast. Do badań przygotowano próbki o takim samym składzie, ale przetwarzanych przy zmiennej temperaturze stref wytłaczarek. Doktorant scharakteryzował właściwości optyczne i wytrzymałościowe w próbie rozciągania i udarności tych próbek. Na podstawie wyników tych badań zaproponowano zmianę temperatury procesu produkcyjnego, która umożliwia obniżenie kosztów procesu wytwarzania folii i w konsekwencji zmniejszenie emisji gazów cieplarnianych do atmosfery, przy zachowaniu wysokich właściwości wytworzonej folii.

Przebieg prac w części wdrożeniowej Doktorant przedstawił schematem. Na podstawie wyników badań przeprowadzonych w części badawczej sporządzono receptury próbnych folii APET, wstępnie dobrano parametry technologiczne linii produkcyjnych tych folii. Doktorant szczegółowo opisał dwie linie do wytwarzania folii oraz ich oprzyrządowanie w urządzenia badawcze do pomiaru lepkości *in line* i grubości folii. Scharakteryzowano surowce do wytwarzania folii.

W trakcie testu 1 wykonano dwa nawoje próbne folii trójwarstwowej, jeden z trzech warstw surowca pierwotnego, a drugi zawierający w warstwie rdzeniowej surowiec wtórny.

W trakcie testu 2 wykonano trzy nawoje próbne folii dwuwarstwowej, pierwszy z nawojów wykonano z surowca pierwotnego, dwa kolejne z surowca pierwotnego i wtórnego.

Próbki z obu testów poddano standardowym badaniom jakościowym, nawoje zaakceptowane na podstawie charakterystyki jakościowej przekazano do testów w laboratorium zewnętrznym, oraz do testów u klientów. Mgr inż. Piotr Szymczak zamknął pracę wnioskami i wnioskami utylitarnymi, wskazał kierunki dalszych badań.

Folie przekazane do testów u klientów oceniono pozytywnie, zarówno ich cechy przetwórcze, jak i użytkowe. Tym samym Doktorant zrealizował cel pracy, opracował recepturę i proces przetwarzania APET ze 100 % udziałem surowca wtórnego w rdzeniu folii wielowarstwowej o wymaganych cechach wytrzymałościowych.

W ramach rozprawy Doktorant skoncentrował się na opracowaniu i wytwarzaniu folii poliestrowej z użyciem surowców wtórnych przeznaczonych dla przemysłu opakowaniowego. Opracowanie takich materiałów jest istotne dla producentów żywności, handlowców i konsumentów oraz ustawodawców promujących ideę GOZ.

Po analizie zawartości pracy można stwierdzić, że mgr inż. Piotr Szymczak podjął w rozprawie bardzo istotną i aktualną tematykę dotyczącą wytwarzania wielowarstwowej folii APET produkowanej z użyciem wtórnego PET przeznaczonych do zastosowania w strukturach dedykowanych do pakowania mięsa

Ocena omówienia wyników badań

Wyniki badań Doktorant przedstawił i omówił we właściwy sposób. W trakcie omawiania wyników znalazły się odniesienia do wyników badań przedstawionych w literaturze. Wyniki analiz zostały we właściwy sposób omówione i zinterpretowane.

Ocena możliwości praktycznego zastosowania wyników badań

Testy folii przeprowadzone u klientów wykorzystujących te folie do wytwarzania opakowań potwierdziły ich przydatność.

Ocena oryginalności rozwiązania problemu naukowego

Problem naukowy postawiony przez Doktoranta: czyli ocena możliwości wytwarzania z surowców wtórnych PET trójwarstwowej folii poliestrowej APET technologią wytłaczania z kalandrowaniem wymagał oryginalnego podejścia do jego realizacji. Konieczne było poznanie wpływu zawartości wilgoci i stopnia zanieczyszczenia na cechy wtórnego PET, wpływu różnego typu, rodzaju i ilości modyfikatorów oraz wpływu parametrów przetwórstwa

na cechy wytwarzanych folii APET. Wiedza techniczna uzyskana w trakcie realizacji pracy unikalna w skali świata, zastosowana w praktyce pozwoliła wprowadzić na rynek europejski folie wielowarstwowe APET przeznaczone do wytwarzania opakowań. Opracowane wielowarstwowe folie z jednego typu polimeru są w pełni podatne na recykling. Takie materiały są zgodne z wytycznymi GOZ. Ponadto wiedza o wpływie parametrów przetwórstwa na właściwości folii APET pozwala na zmniejszenie nakładu energetycznego w procesie produkcji tych folii, co prowadzi do zmniejszenia emisji gazów cieplarnianych.

Uwagi i pytania dotyczące rozprawy

W pracy Autor używa pojęć wymagających wyjaśnienia:

-wytrzymałość na topnienie.....,
- charakterystyka folii wytłaczarki....,
- analiza porównawcza kluczowych właściwości rozciągających....
-PET to materiał półkryształiczny.....
- wielowarstwowe recyklaty zmieszane....

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

Rozprawa doktorska mgr inż. Piotra Szymczaka jest bardzo interesującą pracą naukową i wdrożeniową. 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, których jest pierwszym autorem. Jest też współautorem dwóch innych publikacji, siedmiu prezentacji konferencyjnych, dwóch patentów i dwóch zgłoszeń patentowych.

Podsumowanie oceny rozprawy doktorskiej

Biorąc pod uwagę przedstawione opinie stwierdzam, iż rozprawa mgr inż. Piotra Szymczaka „**Opracowanie receptury oraz technologii produkcji folii poliestrowej typu APET o bardzo dobrych właściwościach mechanicznych, z wykorzystaniem maksymalnej ilości surowców wtórnych PET**”, odpowiada wymogom stawianym rozprawom doktorskim przez obowiązującą ustawę. Doktorant zrealizował cel pracy i potwierdził postawioną hipotezę badawczą. Dlatego wnoszę o dopuszczenie jej do publicznej obrony przed Radą Dyscypliny Inżynieria Mechaniczna Politechniki Poznańskiej.