



prof. dr hab. inż. Teofil Jesionowski
czł. koresp. PAN
WYDZIAŁ TECHNOLOGII CHEMICZNEJ
Instytut Technologii i Inżynierii Chemicznej
ul. Berdychowo 4, 60-965 Poznań
e-mail: teofil.jesionowski@put.poznan.pl

Poznań, 03.08.2022 r.

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr. inż. Michała Piłkowskiego

zatytułowanej

**„Wytwarzanie nanokompozytów o zaprojektowanych właściwościach hydrofobowych
i niskiej adhezji lodu”**

opracowana na zlecenie

Przewodniczącego Rady Dyscyplin Naukowej Nauki Chemiczne

dr. hab. inż. Roberta Góry, prof. uczelni

(pismo o numerze 144/RDND10/2-22 z dnia 23.06.2022 r.)

Rozprawa doktorska Pana mgr. inż. Michała Piłkowskiego została zrealizowana w Sieci Badawczej Łukasiewicz – PORT Polskim Ośrodku Rozwoju Technologii pod kierunkiem Pana prof. dr. hab. inż. Jarosława Myśliwca oraz dr. Jacka Marcza – pełniącego funkcję promotora pomocniczego. Dysertację doktorską wykonano częściowo w ramach projektu LIDER IX (LIDER/47/0194/L-9/17/NCBR/2018), „Opracowanie technologii wytwarzania pasywnych systemów antyoblodzeniowych w postaci innowacyjnych powłok superhydrofobowych na bazie nanokompozytów żywic epoksydowych” finansowanego przez Narodowe Centrum Badań i Rozwoju.

Tematyka poruszana w ramach opiniowanej pracy wpisuje się w zagadnienia związane z rozwojem kompozytów polimerowych o zdefiniowanych funkcjach użytkowych. Dotyczy wytwarzania kompozytów epoksydowych (modyfikowanych), o relatywnie niskiej adhezji i wysokim stopniu hydrofobowości, dedykowanych do zastosowań w produkcji elementów turbin wiatrowych i lotniczych, celem uzyskania właściwości antyoblodzeniowych. Problem gromadzenia się lodu na powierzchniach pojazdów lotniczych – statków powietrznych (samolotów, bezzałogowych statków powietrznych etc.) czy turbin wiatrowych (śmigła/łopaty wirnika, wieża itd.) jest bardzo ważny z punktu widzenia bezpieczeństwa pracy tych pojazdów i urządzeń, jak i ze względów technicznych oraz ekonomicznych. Dodatkowym, ważnym elementem badań, założonych w poprawnie sformułowanym celu, są badania nad oceną wpływu składu kompozycji na finalne właściwości otrzymywanych materiałów, jak również dobrania metody modyfikacji dającej najkorzystniejsze funkcje dyspersyjne – maksymalnie wysoki stopień homogeniczności.

Uważam, że tematyka pracy, jak i zdefiniowany zakres poznawczy są ważne dla rozwoju dyscypliny naukowej (zaryzykuję stwierdzenie, że wielu dyscyplin: chemii, inżynierii chemicznej, inżynierii

materiałowej), jak i działań utylitarnych (zapotrzebowanie na materiały konstrukcyjne, dedykowane do celów lotniczych czy energetyki wiatrowej).

Przedstawiona do oceny dysertacja doktorska została przygotowana w języku polskim i zredagowana na 102 stronach maszynopisu. Chciałbym zaznaczyć, że jej struktura jest mi „obca”. Trudno wyróżnić logiczne jej składowe, które są konsekwencją chronologii przy klasycznej edycji prac doktorskich (tzw. monograficznych). Praca obejmuje: streszczenia w języku polskim i angielskim, cel i zakres pracy, wstęp teoretyczny (liczący tylko 11 stron maszynopisu). Kolejne rozdziały (m.in. takie jak: „modyfikacja powierzchni – podłoża modelowe) itd. zawierają opisy teoretyczne „pomieszane” z danymi doświadczalnymi. Trudno jest czytelnikowi „rozdzielić” aktualny stan wiedzy od założeń i uzyskanych rezultatów własnych Doktoranta. Wspomnę, że zawarte we wstępie literaturowym informacje są bardzo zdawkowe, nie wnoszą istotnych informacji do krytycznego opisu aktualnego stanu wiedzy, a dodatkowo część z nich ma charakter wiedzy podręcznikowej dedykowanej dla studentów pierwszych roczników. Nie mogę także pominąć kilkukrotnego „wkomponowania” celu czy zakresu pracy do opisu teoretycznego, co dodatkowo obniża ocenę tego fragmentu pracy. Kolejne rozdziały dotyczą poszczególnych etapów realizowanych badań, bez rozgraniczenia części eksperymentalnej, z jednoczesnym „powierzchniowym” odniesieniem do stanu literaturowego. Pracę wieńczą rozdziały zatytułowane: „Podsumowanie prac badawczych”, „Bibliografia” i „Załączone publikacje oraz dorobek naukowy”. Przyznam, że w ramach bogatej własnej aktywności recenzenckiej nie spotkałem się z takim modelem pracy, a oceniałem prace licznych jednostek, w tym zagranicznych, zarówno w postaci klasycznych monografii doktorskich, jak i przygotowanych w oparciu o monotematyczny zbiór oryginalnych publikacji naukowych.

Zakres prac badawczych obejmował liczne zadania, które miały być platformą do osiągnięcia założonego, ambitnego celu. Należą do nich m.in.: modyfikacja powierzchniowa modelowych podłoży stosowanych w przemyśle (krzem, szkło, stal, aluminium) wybranymi modyfikatorami, w celu wybrania odpowiedniego środka do doboru najkorzystniejszego składu kompozytów; optymalizacja składu kompozytu oraz procesu piaskowania, w celu otrzymania teksturowanych materiałów kompozytowych o wysokiej hydrofobowości; opracowanie metody modyfikacji objętościowej żywic epoksydowych, wybranymi modyfikatorami z grup fluorowanych dioli, kwasów organicznych, oksiranów oraz niefluorowanej długołańcuchowej alifatycznej aminy; charakterystyka otrzymanych żywic pod kątem określenia skuteczności modyfikacji (spektroskopia FTIR) oraz wpływu modyfikacji na właściwości termiczne materiału (termograwimetria i różnicowa kalorymetria skaningowa); wytworzenie materiałów kompozytowych z użyciem testowanych żywic oraz wybranych modyfikatorów, w celu sprawdzenia ich właściwości hydrofobowych oraz adhezji lodu; sprawdzenie odporności wybranych z wytworzonych materiałów na warunki środowiskowe (testy przyspieszonego starzenia); określenie współczynnika tarcia oraz odporności na zginanie wybranych materiałów; jak również przeprowadzenie testów aplikacyjnych wybranych kompozytów w tunelu aerodynamicznym symulującym warunki oblodzenia oraz podczas lotu dronem.

Wyżej wymieniony zakres badań jest bardzo bogaty i został poprawnie zdefiniowany. Osobiście planując badania, dodałbym do jego uzupełnienia badania morfologiczno-strukturalne (techniki mikroskopowe SEM i TEM, a w szczególności AFM), pozwalające poznać efekt modyfikacji

objętościowej czy powierzchniowej. A dla opisu „chemizmu” modyfikacji niezbędne wydają się techniki spektroskopowe – NMR ciała stałego czy XPS. Sugestia ta nie jest wynikiem umniejszania wartości założonych etapów badań i zakresu, a niejako standardem obowiązującym dla dobrego opisu stanu poznawczego. I tu postawię pytanie, jeżeli oceniana praca doktorska jest efektem programu „Doktoraty wdrożeniowe” to aspekt wdrożeniowy powinien górować nad poznawczym, a jeżeli nie to mam niedosyt tego drugiego. A w doskonałej dysertacji oba te elementy powinny być komplementarne.

Pan Michał Piłkowski wykorzystał żywice epoksydowe jako osnowę w wytwarzanych kompozytach, co uznaję za bardzo właściwy kierunek. Ten rodzaj polimerów dominuje w formułacjach kompozytów lotniczych i innych; ponadto dodam, że nad udoskonalaniem ich właściwości pracują rzesze inżynierów oraz naukowców z licznych ośrodków B+R oraz akademickich. Nie podkreślając uprzednio wyraźnie wagi podjętego problemu przez Doktoranta, stwierdzam, że jest on kluczowy dla zapewnienia bezpieczeństwa, jak i poprawy funkcjonalności użytkowej statków powietrznych czy turbin wiatrowych. Wartym podkreślenia jest fakt, że nie udało się do dnia dzisiejszego rozwiązać tego ważkiego tematu.

W pierwszym kroku Doktorant dokonał modyfikacji powierzchniowej materiałów modelowych (krzem, stal, aluminium, stal) wybranymi modyfikatorami (silany, fluorowane diole, kwasy organiczne, oksirany, etc.). Autor niestety używa anglojęzycznych nazw modyfikatorów co uznaję za niewłaściwe. Dziwi mnie także dobór rozpuszczalników, w szczególności dla silanowych związków wiążących. Badania te są ważne, aby określić właściwy kierunek modyfikacji, choć dobrze byłoby pokazać modyfikację powierzchni wybranej żywicy modelowej. W dalszej części zaproponowano wytwarzanie nanokompozytów dokonując ich modyfikacji w całej objętości. Uważam ten kierunek za bardzo trafny, choć niezwykle złożony i trudny (konceptyjnie i technologicznie). Problem homogeniczności układu przy skomplikowanej kompozycji jest nie lada wyzwaniem. Pozwolę sobie zasugerować, że dobór „optymalny” dodatków nie może być tylko w ujęciu ich udziału wagowego, ale powinien uwzględniać udział objętościowy. Porównywanie wagi dodatków bez uwzględniania specyfiki kształtu cząstek, stopnia zdyspergowania i wielkości cząstek, jak i chemii powierzchni może prowadzić do błędnych interpretacji rezultatów. Doktorant dokonał modyfikacji objętościowej opisując jej efektywność w zależności od czasu trwania procesu, temperatury jego prowadzenia, jak i stosunku wagowego środka sieciującego do modyfikatora. Wartością testowaną, jako kryterium jakości próbek, był parametr kąta zwilżania. Modyfikacjom poddano żywice eteru diglicydowego bisfenolu A oraz bisfenolu A/F, a jako środki sieciujące zastosowano komercyjne środki sieciujące z grupy poliamin i polieteroamin. Mam świadomość, że ten rodzaj żywic jest korzystny technicznie, ale niestety ich oddziaływanie środowiskowe jest powszechnie uznane za niekorzystne. Czy Autor rozprawy bierze ten aspekt pod uwagę i czy zna inne proekologiczne żywice epoksydowe? Celem zweryfikowania skuteczności modyfikacji wykonano badania spektroskopowe FTIR oraz termogravimetryczne (TGA). Przy termogramach wskazano nierealne wartości temperaturowe (m.in. -550°C), jak i „wyeksponowano” surowe opisy (głównie anglojęzyczne). Wyznaczanie wartości kąta zwilżania, jak i swobodnej energii powierzchniowej jest bardzo cenne i uznaję je za celowe. Także badania adhezji lodu, jak i testy starzeniowe oraz mechaniczne (wyznaczenie współczynnika tarcia czy odporności na zginanie) są ważne do opisu zmian cech technicznych wytworzonych kompozytów w wyniku modyfikacji (objętościowej/piaskowania).

Zwieńczeniem części badawczej ocenianej pracy były testy w tunelu aerodynamicznym (zmienna prędkość przepływu powietrza i zróżnicowany tzw. kąt natarcia), jak i ocena oblodzenia dronów w rzeczywistych warunkach atmosferycznych (różne wysokości nad poziomem ziemi). Podczas tych badań odnotowano pozytywne cechy, tj. znikome oblodzenie lub jego brak na skrzydłach testowanych dronów.

Podsumowując wartość poznawczą ocenianej pracy uznaję ją za bardzo ważną, ale wiele pytań zostaje niewyjaśnionych i wymaga wielowątkowego podejścia. Z kolei wartość praktyczna uzyskanych rezultatów ma w mojej ocenie dużo większe znaczenie.

Uważam, że niniejsza praca może stanowić pewien punkt wyjścia do dalszych badań nad ważnym tematem, jakim jest kwestia oblodzenia statków powietrznych czy turbin wiatrowych. Sugerowałbym jednak oddzielne podejście do tych zagadnień, gdyż łączy je głównie podobieństwo materiałowe. Zupełnie odmienne są mimo wszystko funkcje użytkowe i warunki w jakich pracują.

Oceniając pracę w ujęciu edytorskim muszę wskazać na relatywnie dużą ilość niepoprawnych fraz językowych. Nie podaję ich jednakowoż w detalach w niniejszej ocenie.

Przygotowując opinię o dysertacji doktorskiej nie można również nie spojrzeć na całokształt dokonań naukowych Doktoranta. Pan Michał Piłkowski jest współautorem 2 publikacji wydanych w czasopiśmie anglojęzycznych (*Surfaces and Interfaces*, IF= 6,137, wydawnictwo Elsevier i *Journal of Coatings Technology and Research*, IF=2,339, wydawnictwo Springer). Ważnym podkreślenia jest zgłoszenie patentowe, zgłoszone do procedowania do UPRP o nr P.439553 Doktorant prezentował rezultaty badań w formie 3 plakatów. Osiągnięcia te oceniam pozytywnie.

Podsumowując stwierdzam, że przedstawiona do oceny praca doktorska zatytułowana "Wytwarzanie nanokompozytów o zaprojektowanych właściwościach hydrofobowych i niskiej adhezji lodu", mimo licznych sugestii czy uwag, spełnia wymogi formalne i zwyczajowe.

Podkreślam umiarkowany wkład Doktoranta w rozwój dyscypliny nauki chemiczne – dziedzina nauk ścisłych i przyrodniczych. Natomiast zaznaczam dużą wartość użyteczną pracy doktorskiej Pana Michała Piłkowskiego, co przesądza o jej końcowej pozytywnej ocenie. Wniosuję zatem do Wysokiej Rady Dyscypliny Naukowej Nauki Chemiczne Politechniki Wrocławskiej o przyjęcie pracy i przeprowadzeniem dalszych etapów postępowania doktorskiego.

