

Dr hab. inż. Katarzyna Grabowska – Prof. PŁ,

Politechnika Łódzka

Wydział Technologii Materiałowych i Wzornictwa Tekstyliów

Łódź, 23 czerwca 2017r

RECENZJA ROZPRAWY DOKTORSKIEJ

MGR INŻ. ANNY DĄBROWSKIEJ

„AKTYWNE UKŁADY MATERIAŁÓW Z ELEMENTAMI

Z DWUKIERUNKOWYM EFEKTEM PAMIĘCI KSZTAŁTU PRZEZNACZONE

NA ODZIEŻ OCHRONNĄ”

Promotor pracy : Prof. dr hab. inż. Iwona Frydrych

Promotor pomocniczy: dr inż. Grażyna Bartkowiak

Podstawa prawna oceny : Pismo Sekretarza Rady Naukowej CIOPPIB, dr hab. inż. Dariusza Plebana

1. Wstęp

Przetawiona do oceny rozprawa doktorska przygotowana przez Panią mgr inż. Annę Dąbrowską wywarła bardzo pozytywne wrażenie i na wstępie pragnę wyrazić słowa uznania dla doktorantki za wysoki poziom naukowy jej pracy oraz bardzo logiczną metodologię prowadzenia badań, definiowania problemów oraz inteligentne i błyskotliwe ich rozwiązywanie. Zapoznanie się z pracą doktorską pani Anny Dąbrowskiej stanowiło przyjemność dla recenzenta a czas poświęcony na jej przeczytanie stanowił intelektualną przygodę i ugruntował wiarę w rozwój dyscypliny naukowej jaką jest włókiennictwo i inżynieria środowiskowa w Polsce.

2. Określenie trafności wyboru i oryginalności programu badawczego podjętego w rozprawie

Praca doktorska przygotowana przez Panią Annę Dąbrowską dotyczy badań z zakresu inżynierii materiałowej i środowiskowej. Doktorantka dostrzegła potencjał aplikacyjny materiałów inteligentnych z pamięcią kształtu we włókiennictwie, przeprowadziła wnikliwą analizę literatury naukowej w tym temacie i skupiła się na wykorzystaniu właściwości termoregulacyjnych i termoizolacyjnych tych materiałów w odzieży w celu zabezpieczenia komfortu cieplnego pracowników chłodni. Przeprowadzona przez doktorantkę analiza stanu

wiedzy w tym zakresie wykazała, że istnieje zapotrzebowanie na rozwiązanie problemu dyskomfortu cieplnego osób pracujących w niezwykle trudnych warunkach atmosferycznych związanych z wpływem bardzo niskiej temperatury na zdrowie i życie osób narażonych na długotrwałe i niezwykle intensywne wychłodzenie organizmu. Szczególne problemy związane są z intensywną zmianą temperatur, na które ekspozycja jest człowiek zmieniający pomieszczenia pomiędzy chłodnią a przestrzenią z normalnymi warunkami atmosferycznymi. Dotychczasowe rozwiązania tych problemów koncentrowały się na projektowaniu konstrukcji tekstylnych z biernymi układami materiałów włókienniczych i tym samym zabezpieczały one potencjalnie człowieka pracującego w temperaturach w zakresie od łagodnego do chłodnego klimatu. Innymi słowy, w przypadku osób pracujących w niestabilnych warunkach atmosferycznych nie można mówić o odzieży ochronnej, która zapewniałaby bezpieczeństwo długotrwałej pracy. Tak zdefiniowany przez doktorantkę problem, rozpatrzony wielokierunkowo w oparciu o obszerny przegląd literatury stał się punktem wyjścia do rozległych badań zaprojektowanych i prawidłowo przeprowadzonych w przedstawionej do recenzji rozprawie doktorskiej. Doktorantka skupiła uwagę na aktywnych elementach wprowadzanych do odzieży ochronnej, które regulowałyby grubość wysokosprężystej warstwy termoizolacyjnej celem ograniczenia konwekcyjnych strat ciepła i zwiększenia oporu cieplnego układu materiałów. Analiza literatury wykazała, że jak dotąd nie zostały przeprowadzone badania nad wpływem liczby i sposobu rozmieszczenia elementów aktywnych z SMA w konstrukcji układu materiałów w kontekście optymalizacji ich właściwości termoizolacyjnych. Tak zdefiniowana tematyka badań dowodzi bardzo aktualnej problematyki związanej z konstrukcją odzieży ochronnej a zaproponowany przez doktorantkę program badawczy jest rozległy, logiczny i nowoczesny pod względem oryginalności i metodologii. Uzyskane wyniki badań oraz opracowane przez doktorantkę wnioski mają charakter wysoce innowacyjny i jednocześnie aplikacyjny, co dowodzi umiejętności naukowych doktorantki potwierdzających trafność wyboru tematyki badawczej.

3. Ocena poprawności i kompletności celów oraz hipotez badawczych

Doktorantka zdefiniowała 5 głównych celów badawczych dotyczących interdyscyplinarnych badań w zakresie kształtowania właściwości termoizolacyjnych układów materiałów z wysokosprężystym puchem oraz z uwzględnieniem elementów z pamięcią kształtu, numeryczne modelowanie rozkładu pola temperatur, opracowanie i walidację programu przygotowania elementów aktywnych implementowanych do układów tekstylnych a także przeprowadzenie badań dynamicznych zmian właściwości termoizolacyjnych tych materiałów. Obszar prowadzonych badań jest bardzo rozległy i wnikliwy, co budzi uznanie recenzenta doceniającego poświęcenie doktorantki w celu dogłębnego wyjaśnienia zjawisk zachodzących w aktywnych układach termoizolacyjnych. W oparciu o przeprowadzony przegląd literatury naukowej doktorantka postawiła hipotezę badawczą definiującą propozycję rozwiązania problemu związanego z brakiem dostosowania odzieży ochronnej do dynamicznie zmieniających się warunków termicznych w wyniku optymalizacji odpowiednio przygotowanych i rozmieszczonych elementów z efektem dwukierunkowej pamięci kształtu w wysokosprężystej warstwie puchu charakteryzującej się samoistną regulacją właściwości

termoizolacyjnych. Aby zweryfikować zasadność tak postawionej hipotezy badawczej doktorantka postanowiła podzielić tematykę na 6 hipotez cząstkowych, których weryfikację zrealizowała w postaci bardzo interesującej procedury badawczej zaprezentowanej w rozprawie doktorskiej. Jak można zauważyć, rozległość badań przeprowadzonych przez doktorantkę zasługuje na najwyższą pozytywną ocenę. Co więcej, zdokumentowanie badań i ich opis nie jest monotonne i nudne i budziło ciekawość i zainteresowanie u recenzenta. Recenzent docenia pełną kompletność celów oraz postawionych hipotez badawczych, które w pełni definiują zjawiska zachodzące podczas procesu termoregulacji aktywnej odzieży ochronnej.

4. Ocena poprawności struktury rozprawy doktorskiej

Przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska zbudowana jest z 213 stron poświęconych 11 rozdziałów głównych. Pracę poprzedza dwustronicowy wykaz zastosowanych skrótów i symboli. Pracę rozpoczyna wprowadzenie, w którym doktorantka przybliży problematykę badawczą związaną z zapewnieniem komfortu pracy osób przebywających w skrajnie zmiennych warunkach temperaturowych związanych z przemieszczaniem się pomiędzy chłodzią a pomieszczeniami o pokojowej temperaturze i wtedy różnica temperatur, na którą może być narażony pracownik może wynosić nawet 30 stopni w Celsjusza. We Wprowadzeniu doktorantka przedstawia pokrótce zalety i wady aktywnych elementów z pamięcią kształtu sygnalizując jednocześnie ich potencjał związany z ich wykorzystaniem w odzieży ciepłochronnej. Jednocześnie doktorantka dowodzi, że jak dotąd na świecie nie zostały przeprowadzone wyczerpujące badania, które umożliwiłyby ich pełne zastosowanie we włókiennictwie. Recenzent pragnie zwrócić uwagę, że Wprowadzenie (jak zresztą i cała praca) napisane jest mistrzowski sposób, tak że zainteresowanie pracą wzrasta w miarę czytania.

Rozdział drugi pracy dotyczy Przeglądu Literatury i został podzielony na trzy główne tematy dotyczące wymiany ciepła w układzie człowiek – otoczenie zewnętrzne, odzieży ochronnej oraz stopów z pamięcią kształtu. Rozdziale dotyczący odzieży ochronnej doktorantka podzieliła na dwie grupy tematyczne związane z typem biernej odzieży ochronnej oraz aktywnej odzieży ochronnej. W zakresie biernej odzieży ochronnej doktorantka zwróciła uwagę na właściwości termoizolacyjne gęsiego puchu, który został wytypowany jako jeden z podstawowych materiałów badawczych (uzupełniony o materiały SMA). Dokonano również szerokiego przeglądu literatury dotyczącego dostępnych na rynku materiałów aktywnych z pamięcią kształtu i zwrócono szczególną uwagę na właściwości Nitinolu, który następnie został zastosowany jako podstawowy materiał badawczy. Przegląd literatury został wykonany w oparciu o 122 pozycje znacząco reprezentujące współczesne artykuły anglojęzyczne. Ocena stanu wiedzy na temat zagadnienia została wykonana poprawnie i w pełni wyczerpuje doniesienia naukowe w zakresie w/w tematyki. Recenzent bardzo wysoko ocenia stopień zaawansowania zawartej w rozprawie doktorskiej wiedzy teoretycznej i znajomości tematu, którą reprezentuje doktorantka.

W rozdziale 3 w oparciu o przeprowadzony Przegląd Literatury doktorantka precyzuje prawidłowo tezę pracy, która wskazuje na fakt, że: „Aktywne układy materiałów przeznaczonych na odzież ciepłochronną dzięki zastosowaniu odpowiednio przygotowanych i rozmieszczonych elementów z efektem dwukierunkowej pamięci kształtu w wysokosprężystej warstwie puchu charakteryzują się samoistną regulacją swoich właściwości termoizolacyjnych w założonych warunkach temperaturowych w środowisku zimnym”.

W rozdziale 4 i 5 przedstawiono założenia konstrukcyjne aktywnych układów materiałów z wysokosprężystą warstwą puchu przeznaczonych na odzież ciepłochronną. W rozdziałach określono optymalną masę objętościową puchu zastosowanego w układzie aktywnym pozwalającą na osiągnięcie wysokich wartości oporu cieplnego układu tekstylnego. Na podstawie przeprowadzonych wyników badań stwierdzono, że aktywne układy termoizolacyjne powinny zawierać 3,76 gramów puchu i udowodniono, że zastosowanie wysoki sprężystej warstwy puchu pozwala na osiągnięcie wysokich wartości oporu cieplnego oraz szerokiego zakresu jego zmian w zależności od grubości układu w porównaniu do układu materiałów bez puchu, tj. z pustą komorą powietrzną.

W rozdziale szóstym opisano metodę numerycznego modelowania rozkładu temperatur w obszarze aktywnego układu materiałów. Do tego celu wykorzystano metodę elementów skończonych wykonana za pomocą programu Solid Works. Założono, że numeryczne modelowanie rozkładu temperatur w obszarze aktywnego układu materiałów pozwoli oszacować wartości wymaganych temperatur, w których powinno dojść do zmiany kształtu elementów aktywnych z SMA przeznaczonych do zastosowania w układzie materiałów z puchem. Analizę wykonano dla zestawu materiałów o powierzchni odpowiadającej wymiarom próbek przeznaczonych do badań przepływu ciepła na stanowisku typu „model skóry”, tj. o długości 35cm i szerokości 30cm. Zastosowano siedem warstw układów tekstylnych składających się na sposób dobierania ubrań przez człowieka pracującego w niskich temperaturach i odpowiadających: bieliźnie skonstruowanej na bazie dzianiny dwuwarstwowej, odzieży wierzchniej zbudowanej z dzianiny polarowej, tkaniny podszewkowej, włókniny puszystej, układu materiałów z puchem zarówno ściśniętym jak i rozprężonym. Do celów analizy wprowadzono również materiał aktywny składający się z 18 elementów z pamięcią kształtu. W podsumowaniu rozdziału w oparciu o uzyskane wyniki symulacji pola temperatur stwierdzono, że opracowane elementy aktywne z pamięcią kształtu powinny zakończyć proces przemiany w fazę niskotemperaturową po osiągnięciu temperatury około 3 stopni Celsjusza natomiast rozpocząć proces przemiany w fazę wysokotemperaturową po osiągnięciu temperatury około 6 stopni Celsjusza. W wyniku analizy numerycznej wykryto również występowanie mostków cieplnych w miejscu zastosowania elementów aktywnych z pamięcią kształtu, które są wynikiem zwiększonego przewodnictwa cieplnego stopu NiTi w porównaniu do puchu, co powoduje zwiększone straty ciepła.

W rozdziale 7 doktorantka podjęła się kształtowania właściwości fizycznych elementów aktywnych ze stopów z pamięcią kształtu tak aby zapewnić jak najbardziej prawidłowy proces zmiany wymiarów sprężyn ze stopu NiTi i spowodować rozszerzanie się materiału aktywnego w przypadku spadku temperatury i jego zwężenie gdy temperatura otoczenia

rośnie. Efekt ten zapewniono w oparciu o przygotowanie pełnego planu doświadczeń dotyczących parametrów formowania, wygrzewania oraz obróbki termomechanicznej elementów z pamięcią kształtu. Badaniom poddano dwa wybrane stopy NiTinolu różniące się składem procentowym stopu i wyprodukowane przez firmę Memry. Wyniki przeprowadzonych badań dowiodły, że do opracowania elementów aktywnych charakteryzujących się efektem dwukierunkowej pamięci kształtu wykorzystany zostanie stop typu BD wygrzewany w temperaturze 490 stopni Celsjusza. Na uwagę zasługuje logika prowadzonych badań oraz wysoki poziom metodologii badawczej a także pracowitość badań wykonanych z zapewnieniem jak najwyższego poziomu staranności. Do przeprowadzenia obróbki termomechanicznej przygotowano 5 sprężyn o różnej liczbie zwojów i średnicy drutu. Cykliczną obróbkę termomechaniczną elementów z pamięcią kształtu przeprowadzono w pięciu wariantach metodycznych. Na podstawie uzyskanych wyników badań stwierdzono, że zwiększenie średnicy drutu przyczynia się do wzrostu charakterystycznych temperatur przemiany martenzytycznej a ponadto pozwala na uzyskanie większego dwukierunkowego efektu pamięci kształtu oraz większej maksymalnej siły ściskającej. Analiza wyników badań elementów aktywnych pozwoliła również stwierdzić wyraźny wpływ zastosowania prześwitu pomiędzy zwojami sprężyny na kształtowanie charakterystycznych temperatur przemiany martenzytycznej, wielkość efektu pamięci kształtu jak również maksymalną siłę ściskającą i przebieg wykresu siła – odkształcenie. Natomiast, średnica elementu aktywnego nie ma istotnego wpływu na charakterystyczne temperatury przemiany martenzytycznej. Stwierdzono natomiast wpływ tego czynnika na wielkość efektu pamięci kształtu oraz maksymalną siłę ściskającą oraz wykres siła – odkształcenie. Biorąc pod uwagę wyniki badań doktorantka wytypowała do dalszych badań element aktywny o średnicy 15mm, wykonany z drutu o średnicy 0,5mm, bez prześwitu pomiędzy zwojami. Element ten zapewniał bowiem zmianę kształtu w wymaganym zakresie temperatur i charakteryzował się samoistnym odkształceniem towarzyszącym przemianie na poziomie 100% w zakresie zmian długości, który był zbliżony do planowanego zastosowania w aktywnym układzie materiałów przeznaczonych na odzież ochronną.

W rozdziale 8 przeprowadzono walidację programu przygotowania elementów aktywnych z dwukierunkowym efektem pamięci kształtu. W ten sposób opracowano program przygotowania elementów aktywnych z SMA do zastosowania w układach materiałów z puchem przeznaczonych na odzież ciepłochronną, która docelowo powinna zapewnić powtarzalny i trwały dwukierunkowy efekt pamięci kształtu. Program przygotowania elementów aktywnych z SMA podzielono na dwa etapy w trakcie których przeprowadzono nawinięcie drutu NiTi ze stopu BD na trzpień o średnicy 15mm, zapewniający stabilny kształt sprężyny o liczbie 19 zwojów i odległości pomiędzy zwojami wynoszącej 0mm, czyli bez prześwitu (całkowita długość sprężyny wynosiła wtedy 10mm) a następnie wygrzewanie sprężyny w temperaturze 490 stopni Celsjusza w czasie 1 godziny a następnie szybkiego schładzania i rozciągnięcia sprężyny do długości 780mm. Przeprowadzona eksperymentalna walidacja programu potwierdziła słuszność hipotezy, że opracowany w ten sposób program zapewnia powtarzalny i trwały dwukierunkowy efekt pamięci kształtu.

Rozdział 9 rozprawy doktorskiej dotyczy opracowania aktywnych układów materiałów przeznaczonych na odzież ochronną oraz badania dynamicznych zmian ich właściwości. W

celu oceny zdolności opracowanych konstrukcji aktywnych układów materiałów do samoistnej regulacji właściwości termoizolacyjnych w badaniach uwzględniono dwa warianty referencyjne, tzn. zawierające układ materiałów bez puchu z 18 elementami aktywnymi z SMA oraz jeden bierny układ materiałów zawierających puch bez elementów aktywnych. Badania przeprowadzono na zmodyfikowanym stanowisku do pomiaru zmian właściwości termoizolacyjnych i maksymalnej grubości aktywnych układów materiałów w stanie ściśniętym oraz w stanie rozprężonym. Otrzymane wyniki badań zmian właściwości termoizolacyjnych i maksymalnej grubości przeprowadzono w odstępach 600 sekundowych. Wyniki badań poddano jednoczynnikowej analizie wariancji ANOVA a rozkład wyników badań poddano sprawdzeniu normalności za pomocą testu Shapiro – Wilka a także jednorodności wariancji za pomocą testu Levene’a. jeżeli analiza wykazywała istotne różnice statystyczne do jej szczegółowej analizy zastosowano test Tukey’a. W przypadku braku jednorodności wariancji stosowano test nieparametryczny Kruskala - Wallisa a w przypadku występowania różnic istotnych statystycznie do ich szczegółowej analizy stosowano test wielokrotnego porównywania średnicy rang. Wszystko to dowodzi doskonałości naukowej doktorantki nie tylko w zakresie metodologii badawczej ale także w zakresie świadomego stosowania odpowiednich narzędzi statystycznych do interpretacji wyników badań. Analizę statystyczną przeprowadzono z wykorzystaniem programu STATISTICA 12PL. W Wyniku przeprowadzonych badań stwierdzono, że poprzez zastosowanie sześciu opracowanych elementów aktywnych z SMA w wybranych konstrukcjach układów materiałów z puchem możliwe jest uzyskanie przyrostu oporu cieplnego na poziomie o około $0,184\text{m}^2\text{xK/W}$ wyższym w porównaniu do układu materiałów bez elementów aktywnych. Wynik ten okazał się wyższy od oczekiwanego efektu przyrostu oporu cieplnego wyznaczonego na podstawie przeprowadzonych badań wpływu grubości układów materiałów ze stałą masą puchu na jego opór cieplny. Przeprowadzone badania porównawcze zestawów z aktywnym układem materiałów z puchem i 6 elementami aktywnymi a także z 18 elementami aktywnymi dowiodły, że w przypadku wariantu z sześcioma elementami aktywnymi zaobserwowano zdecydowanie wyższy przyrost oporu cieplnego. W związku z powyższym, zaproponowane w ramach rozprawy doktorskiej wprowadzenie wysokoprężystego puchu do aktywnego układu materiałów pozwala ograniczyć liczbę elementów aktywnych niezbędnych do wprowadzenia w celu uzyskania oczekiwanego przyrostu oporu cieplnego.

Rozprawę doktorską kończy podsumowanie oraz 10 wniosków, które potwierdzają słuszność przyjętej w pracy tezy badawczej iż zastosowanie odpowiednio przygotowanych i rozmieszczonych elementów aktywnych z dwukierunkowym efektem pamięci kształtu w wysokoprężystej warstwie puchu pozwala na opracowanie aktywnych układów materiałów przeznaczonych na odzież ciepłochronną, charakteryzującą się samoistną regulacją właściwości termoregulacyjnych w założonych warunkach temperaturowych w środowisku zimnym. Opracowane aktywne układy materiałów stanowią oryginalne rozwiązanie problemu dyskomfortu cieplnego związanego z zastosowaniem odzieży ciepłochronnej o stałej izolacyjności cieplnej w środowisku pracy charakteryzującym się zmiennością termiczną i dowodzą doskonałości naukowej doktorantki.

5. Wnioski końcowe

Recenzent bardzo wysoko ocenia poprawność struktury rozprawy doktorskiej, tj. logiczną kolejność rozdziałów, właściwe proporcje pomiędzy poszczególnymi rozdziałami, zasadność postawionej tezy oraz kompletność hipotez badawczych, wysoki poziom założeń metodologicznych pracy naukowej oraz zasługującą na najwyższe uznanie umiejętność i znajomość zastosowanych technik i narzędzi badawczych. Ponadto, recenzent bardzo wysoko ocenia formalną stronę redakcyjną rozprawy doktorskiej – na wyróżnienie zasługują umiejętności językowe doktorantki, która prowadzi rozprawę doktorską w sposób bardzo interesujący i wyczerpujący wszystkie aspekty badań. Przeczytanie rozprawy doktorskiej Pani Anny Dąbrowskiej stanowiło przyjemność dla recenzenta. Recenzent zwraca uwagę na wysokie umiejętności poprawnego i przekonującego przedstawienia uzyskanych przez doktorantkę wyników, ich zwięzłość i jasność prezentacji a także poprawność weryfikacji przyjętych hipotez i zakładanych celów badawczych. Recenzent nie wykrył żadnych wad i błędów w przedstawionej do oceny rozprawie doktorskiej. Co więcej, na wyjątkową pochwałę zasługują liczne wyżej wymienione zalety pracy badawczej doktorantki nie budzące żadnych wątpliwości co do wysokiej jakości jej pracy naukowej oraz możliwości aplikacyjnych uzyskanych przez nią wyników.

Stwierdzam, że rozprawa doktorska przygotowana przez mgr inż. Annę Dąbrowską spełnia wymagania stawiane rozprawom doktorskim w obowiązujących przepisach i zasługuje na wyróżnienie. W związku z powyższym wnioskuję zgodnie z Ustawą o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz stopniach i tytule w zakresie sztuki z dnia 14.03.2003 roku (z późniejszymi zmianami) roku o dopuszczenie mgr inż. Anny Dąbrowskiej do publicznej obrony jej rozprawy doktorskiej.

Z wyrazami szacunku

Dr hab. inż. Katarzyna Grabowska – Prof. PŁ.

