

Gliwice, 20.04.2025

dr hab. inż. Małgorzata Szymiczek, prof. PŚ
Katedra Mechaniki Teoretycznej i Stosowanej
Wydział Mechaniczny Technologiczny
Politechnika Śląska

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Piotra Augustyna
pt.: **“Termoplastyczne kompozyty polimerowe modyfikowane laserowo
i metalizowane prądowo o właściwościach ekranujących pole
elektromagnetyczne”**

Promotor: dr hab. inż. Piotr Rytlewski, prof. UKW

Podstawa opracowania recenzji

Niniejsza recenzja została opracowana zgodnie z Uchwałą Rady Dziedziny Nauk Inżynierijsko-Technicznych Uniwersytetu Kazimierza Wielkiego w Bydgoszczy z dnia 18.02.2025 roku, o czym zostałam poinformowana stosownym pismem, które zostało podpisane przez Przewodniczącego Rady Dziedziny Nauk Inżynierijsko-Technicznych, Pana dr hab. inż. Mieczysława Cieszkę, prof. uczelni.

Informuję, że tematyka recenzowanej pracy jest zgodna z obszarem moich zainteresowań naukowych. Oświadczam jednocześnie, że nie prowadziłam i nie prowadzę z Doktorantem żadnych wspólnych badań naukowych, a także nie mamy wspólnych publikacji naukowych.

Ogólna charakterystyka rozprawy

Rozprawa doktorska Pana mgr inż. Piotra Augustyna, pt.: “Termoplastyczne kompozyty polimerowe modyfikowane laserowo i metalizowane prądowo o właściwościach ekranujących pole elektromagnetyczne”, została zredagowana w języku polskim jako monografia licząca 203 strony. Praca zawiera spis treści, zestawienie ważniejszych skrótów i oznaczeń, wprowadzenie, analizę aktualnego stanu literatury, która była podstawą postawienia tezy badawczej i określenia celów rozprawy, opis metodyki badawczej, badań wstępnych i zasadniczych, wnioski, streszczenie w języku polskim i angielskim oraz wykaz literatury.

Recenzowana praca doktorska ma typową strukturę dla pracy naukowej. Autor po krótkim wprowadzeniu, w którym wskazuje obszary zastosowań, a także ograniczenia aktualnie stosowanych metod przedstawia możliwości eliminowania ograniczeń przez poszukiwanie nowych alternatywnych technologii metalizacji. Doktorant określił również

główne problemy metalizowania prądowego, a następnie dokonał zwięzłego opisu stanu wiedzy w oparciu o doniesienia literaturowe.

W ramach analizy literatury Pan mgr inż. Piotr Augustyn scharakteryzował warstwę wierzchnią, która znacząco różni się od materiału zasadniczego i zawiera m.in. zanieczyszczenia, co wpływa na jakość połączeń adhezyjnych, również z powłoką metaliczną. Podał metody modyfikacji warstwy wierzchniej tj. chemiczne, fizyczne ze szczególnym uwzględnieniem obróbki plazmowej i laserowej. Omówił metody bezprądowego metalizowania materiałów polimerowych z podziałem na fizyczne osadzanie metalu z fazy gazowej – PVD (Physical Vapor Deposition) i chemicznego – CVD (Chemical Vapour Deposition). Scharakteryzował metody metalizowania prądowego, podając również główne czynniki mające wpływ na powłokę, a także wskazał, że metalizacja tworzyw polimerowych jest możliwa głównie poprzez wcześniejsze przygotowanie powierzchni lub poprzez zmniejszenie rezystywności materiału przy użyciu przewodzących napełniaczy.

Pan mgr inż. Piotr Augustyn w sposób bardzo szczegółowy, jasny i zrozumiały dla czytelnika omówił mechanizm metalizowania polimerów przewodzących, a także najczęściej opisywane w literaturze materiały tj.: poliacetylen (PAC), polianilina (PANi), polipirol (PPy), politiofen (PT), poli (p-fenylen) (PPP), poli (3,4-etylenodioksytiofen) (PEDOT). Wskazał również możliwości domieszkowania wymienionych materiałów, a opracowany wykres przedstawiony na rys. 5 obrazuje zakresy przewodności polimerów nazwanych przez Autora jako przewodzące „wewnętrznie” oraz metali takich jak złoto, srebro i miedź. Jak słusznie zauważył materiały polimerowe, mają wartość przewodnictwa elektrycznego o kilka rzędów niższą niż wspomniane metale. Ma to istotny wpływ na jakość, wydajność i szybkość procesu powlekania.

Doktorant omówił kompozyty przewodzące oraz ich metalizowanie prądowe wskazując najczęściej stosowane napełniacze przewodzące tj. cząstki metalu, włókna metalowe, sadzę, grafit, grafen, nanorurki węglowe i włókna węglowe. Przewodność elektryczna tych kompozytów zależy głównie od udziału objętościowego napełniacza przewodzącego i jego przewodności elektrycznej.

Przegląd literatury został podsumowany wnioskami, które jasno definiują obszary badawcze wymagające uzupełnienia, a także pozwoliły Doktorantowi na postawienie tezy pracy, która brzmi: „... *Zakłada się, że odpowiedni dobór napełniaczy przewodzących oraz ich zawartość w polimerowych tworzywach termoplastycznych umożliwi, poprzez odpowiednie napromienienie laserowe, lokalny wzrost przewodności elektrycznej i metalizację prądową takich kompozytów. Ponadto zakłada się, że opracowane kompozyty będą miały właściwości ekranujące promieniowanie elektromagnetyczne ...*”.

W rozdziale 2.2 Autor określił cele rozprawy z podziałem na cel poznawczy i użytkowy, którym jest opracowanie nowych kompozytów polimerowych modyfikowanych przewodzącymi napełniaczami węglowymi i/lub metalicznymi, które można poddać metalizacji prądowej. Należy zaznaczyć, że przedmiotowe kompozyty przed metalizacją zostały poddane modyfikacji przy użyciu metod laserowych. Rozdział 2.3 przedstawia sposób realizacji pracy. Na uwagę zasługuje fakt, że Autor, celem realizacji badań nawiązał współpracę z innymi ośrodkami, tj.

- Laboratorium EMC firmy ASTAT we Wrześni,
- Laboratorium Ultraszybkich Laserów firmy Fluence we Wrocławiu,
- Laboratorium Podstaw Elektrotechniki i Elektrotechnologii Politechniki Wrocławskiej

- Instytut Inżynierii Materiałów Polimerowych i Barwników - Sieć Badawcza Łukasiewicz w Toruniu.

Rozdział 3 przedstawia metodykę badań. W mojej ocenie w rozdziale tym brakuje związku przyczynowo-skutkowego. Myślę, że warto było na początku tej części pracy, przedstawić diagram ilustrujący zakres badań.

Autor stosuje tu skróty myślowe, które utrudniają w znaczny sposób zaznajomienie się czytelnikowi z pracą. Wskazuje materiały osnowy, napełniacze nie definiując kryteriów ich wyboru. Nie wszędzie również podano normy, wg których przygotowano materiał badawczy i prowadzono badania. Rozdział pt. „Wytworzenie próbek”, w mojej ocenie wymaga znacznego uporządkowania. Autor opisuje metody wytwarzania próbek przez wtryskiwanie, prasowanie, wytłaczanie. Wprowadza rozdrabnianie materiału polimerowego celem uzyskania lepszej dyspersji. Próbkę do badań mają różną geometrię, Doktorant nie podaje dokładnie jak były przygotowane – wtryskiwane, wycinane. W mojej ocenie, sposób przygotowania próbek badawczych wymaga wyjaśnienia.

W rozdziale 3.3 omawia laserowe napromienienie przy użyciu dwóch laserów o różnych parametrach. Badania wstępne prowadzono przy użyciu lasera Nd:YAG FIBER TS-20W, natomiast do zasadniczych testów zastosowano laser Jasper X0-20. Podobna sytuacja ma miejsce w opisie metodyki metalizacji prądowej (rozdział 3.4), Autor stosuje inne parametry w badaniach wstępnych niż w zasadniczych.

Przedstawione w dalszej części rozdziału 3. metody badawcze w mojej ocenie są jak najbardziej uzasadnione, jednak wymagają od czytelnika znajomości tematu, ponieważ Pan mgr inż. Piotr Augustyn nie wyjaśnia jednoznacznie przyjętego toku postępowania, ale omawia:

- analizę termiczną,
- zwilżalność i swobodna energia powierzchniowa,
- właściwości mechaniczne,
- badania strukturalne oraz morfologii powierzchni,
- badania rezystywności elektrycznej,
- badania przenikalności elektrycznej,
- badania ekranowania pola elektromagnetycznego.

W rozdziale 4 Autor omawia badania wstępne, które w pewnym zakresie porządkują czytelnikowi pracę. Celem tej części pracy było wyselekcjonowanie materiałów podatnych na działanie promieniowania laserowego, które poddano modyfikacji przez wprowadzenie napełniaczy umożliwiających prądową metalizację wytworzonego kompozytu. Efektem było wygenerowanie materiałów, wg zdefiniowanych kryteriów, które poddano dalszym analizom.

Badania zasadnicze przeprowadzono na kompozytach o osnowie z akrylonitrylu-butadienu-styrenu napełnionych 25% obj. mieszaniny proszku cyny i włókien miedzi w różnych udziałach objętościowych, które poddano obróbce laserowej a następnie metalizacji prądowej. Określono m.in. właściwości wytrzymałościowe, elektryczne, przeprowadzono analizę termiczną, która pozwoliła na zdefiniowanie wpływu napełniaczy na przemiany fazowe materiału osnowy, omówiono wpływ modyfikacji laserowej na morfologię powierzchni kompozytów, a w efekcie końcowym analizie poddano otrzymane powłoki.

Zarówno w badaniach wstępnych, jak i zasadniczych Doktorant przeprowadził wieloaspektową analizę wyników, co świadczy o jego bardzo dobrej znajomości tematu.

Całość pracy została podsumowana wnioskami, które jednoznacznie wskazują na optymalne rozwiązanie, a w zakończeniu (6.1) Pan mgr inż. Piotr Augustyn wskazuje m.in. dalsze kierunki badań.

Bibliografia dysertacji Pana mgr inż. Piotra Augustyna obejmuje 240 pozycji. W tym, w jednej pracy Doktorant jest współautorem. Większość cytowanych publikacji jest z ostatnich 20 lat z wysokim współczynnikiem IF. W pracy wykazano 14 norm. Szeroka analiza literaturowa świadczy o bardzo dobrej orientacji w temacie. Warto podkreślić, że Autor również sięgnął do starszych pozycji, będących podwalinami rozwiązywanego problemu badawczego.

Tematyka rozprawy i problem badawczy

Podjęta w niniejszej rozprawie tematyka dotyczy alternatywnej metody prądowego metalizowania materiałów polimerowych i ich kompozytów w stosunku do metod bezprądowych, które są drogie, czasochłonne, skomplikowane technologicznie, a także wymagają stosowania odpowiednich kąpieli, negatywnie oddziałujących na środowisko.

W proponowanym rozwiązaniu zastosowanie ablacji laserowej skutecznie zwiększa siłę adhezji pomiędzy materiałem podłoża a nanoszoną powłoką. Opisane dotychczas w literaturze próby nanoszenia powłok metalicznych metodami bezprądowymi nie dawały zadowalającego efektu, co Autor zdefiniował w pracy i wskazał możliwości zapobiegania tego typu problemom, które obejmują m. in. zmianę przewodności elektrycznej będącą istotnym czynnikiem metalizacji prądowej. Opracowane przez Doktoranta rozwiązanie pozwala przypuszczać, że takie podejście znajdzie szerokie zastosowań, m.in. ze względów ekonomicznych, środowiskowych i technologicznych. Wprawdzie Doktorant nie rozwiązuje w pełni problemów metalizacji prądowej kompozytów o osnowie z termoplastycznych materiałów polimerowych modyfikowanych cząstkami przewodzącymi poddanych obróbce laserowej warstwy wierzchniej, ale stanowi znaczący wkład w rozwój przedmiotowej technologii.

Metalizowane materiały polimerowe znajdują zastosowanie w elektronice, elektrotechnice, przemyśle motoryzacyjnym, samolotowym, co jest związane z coraz wyższymi wymaganiami eksploatacyjnymi dotyczącymi np. minimalizacji układów. Osobnym zagadnieniem są osłony chroniące przed oddziaływaniem pola elektromagnetycznego, które wykonuje się z wybranych metali i ich stopów, materiałów oraz kompozytów polimerowych i metalizowane.

W ramach pracy zostały opracowane nowe, termoplastyczne kompozyty polimerowe na osnowie z ABS z cząstkami cyny i miedzi, których warstwę wierzchnią modyfikowano laserowo i metalizowano prądowo. Kompozyty te wykazywały właściwości ekranujące pole elektromagnetyczne, co obecnie, w czasach szumu elektromagnetycznego jest pożądanym rozwiązaniem pozytywnie oddziałującym na środowisko.

Proponowane, przez Doktoranta rozwiązania są nowatorskie i oryginalne, zatem z punktu widzenia walorów naukowych oraz użytkowych należy jednoznacznie uznać, że tematyka przedłożonej do recenzji dysertacji jest ważna oraz aktualna. Spełnia ona wymagania jakie są stawiane pracom doktorskim, które są realizowane w dyscyplinie inżynieria materiałowa.

Analiza i ocena merytoryczna rozprawy

Na podstawie merytorycznej analizy zakresu jak i treści przedłożonej rozprawy należy jednoznacznie stwierdzić, że praca ma charakter interdyscyplinarny, ponieważ wymagała od Autora powiązania zagadnień z obszaru inżynierii materiałowej, fizykochemii polimerów oraz elektrotechniki.

Pan mgr inż. Piotr Augustyn zrealizował postawione zadania badawcze, opracował technologię metalizacji bezprądowej termoplastycznych materiałów polimerowych modyfikowanych cząstkami przewodzącymi, w których siłę adhezji zwiększył przez oddziaływanie laserem. Na podstawie przeprowadzonych badań i analiz wygenerował kompozyty o osnowie z ABSu z mieszaniną proszku cyny i włókien miedzi, które wykazywały niższą rezystywność powierzchniową, a przede wszystkim charakteryzowały się wzrostem skuteczności ekranowania pola elektromagnetycznego.

Za najważniejsze osiągnięcie Pana mgr inż. Piotra Augustyna uważam opracowanie nowych kompozytów przewodzących, wykazujących właściwości ekranujące przed promieniowaniem elektromagnetycznym, które można wytwarzać technologiami przetwórstwa materiałów polimerowych bezpieczniejszymi dla środowiska tj. wtryskiwanie, wytłaczanie, prasowanie. W zaproponowanym rozwiązaniu szczególnie ważne wydaje się być określenie udziału proszku cyny i włókien miedzi w ich mieszaninie, jak również dobór parametrów i rodzaju lasera użytego do modyfikacji warstwy wierzchniej zapewniające skuteczną prądową metalizację powierzchni materiału

Warto zaznaczyć, że założony zakres pracy wymagał od Autora znajomości szeregu metod badawczych. Potrafił uzyskane wyniki właściwie zinterpretować, powiązać i sformułować poprawnie wnioski, co świadczy o jego dojrzałości naukowej,

Recenzowana rozprawa została przygotowana z dużą starannością oraz poprawnie pod względem merytorycznym jak i językowym. Niemniej jednak kilka kwestii poruszonych w dysertacji budzi pewne zastrzeżenia:

- Przeprowadzony przegląd stanu wiedzy zawiera pewne uogólnienia, nieścisłości i skróty myślowe, które utrudniają czytelnikowi zapoznanie się z pracą. Natomiast na uwagę zasługują wykresy przedstawione na rys. 5, 6, 7, które w sposób przejrzysty i jasny pozwalają na porównanie analizowanych materiałów w aspekcie przewodności elektrycznej.
- Myślę, że warto było opracować schemat planu badań, który w dużym stopniu uporządkowałby pracę i wskazał swego rodzaju związek przyczynowo-skutkowy pomiędzy poszczególnymi etapami prowadzonych eksperymentów, a jednocześnie wpłynąłby na czytelność recenzowanej rozprawy. W mojej ocenie rozdział 3 wymaga usystematyzowania.
- Autor stosuje różne oznaczenia próbek, co utrudnia czytelnikowi zaznajomienie się z pracą.
- W rozdziale 3.2 przedstawiono metody wytwarzania kompozytów, jednak opis jest dla mnie niejasny. Autor pisze: „...*W początkowej fazie badań wstępnych...*” i dalej „... *W drugim etapie badań wstępnych, po wyborze osnowy z ABS tworzywo to zostało rozdrobione przy użyciu młynka mechanicznego FW135 (Faithful Instrument, Chiny) na cząstki o*

rozmiarach poniżej 750 μm celem uzyskania lepszej dyspersji napelnacza przewodzącego...”- tzn., że na tym etapie jest już kompozyt?.

Następnie Doktorant pisze: „...*W badaniach zasadniczych próbki zostały wykonane z granulatów przygotowanych przy użyciu współbieżnej wylączarki dwuślimakowej...*” W badaniach wstępnych w ogóle nie wytwarzano materiałów badawczych tą metodą, a może jednak były tak przygotowywane kompozyty? Poza tym uważam, że można było zamieścić zdjęcia przygotowanego materiału badawczego.

- Myślę, że dobrze byłoby wskazać jednoznacznie kryteria wyboru wyselekcjonowanego materiału osnowy i napelnacza. Jednocześnie nasuwa się pytanie, jak były przygotowane napelnicze?
- Autor nie ustrzegł się również drobnych błędów interpunkcyjnych, „literówek”, potocznego słownictwa czy skrótów myślowych.

Wniosek końcowy

Należy podkreślić, że zawarte w mojej recenzji uwagi oraz sugestie nie wpływają na holistyczną ocenę rozprawy doktorskiej, która jest jednoznacznie pozytywna. Autor wykazał się wiedzą, umiejętnością planowania eksperymentu, realizacją badań naukowych, oraz rzetelną oceną i interpretacją uzyskanych wyników, co świadczy o predyspozycjach do prowadzenia eksperymentów przy jednoczesnym bardzo praktycznym podejściu do rozwiązywania problemów i zadań badawczych. Postawiona teza została potwierdzona, a cele osiągnięte.

Oceniana rozprawa doktorska reprezentuje wysoki poziom naukowy i wnosi istotny wkład w rozwój inżynierii materiałowej. Opracowane nowe kompozyty na osnowie z terpolimeru akrylonitryl-butadien-styren modyfikowane proszkiem cyny oraz włóknami miedzi mają potencjał aplikacyjny i skutecznie zwiększają możliwość ekranowania pola elektromagnetycznego. Należy podkreślić, że część rozprawy jest przedmiotem zgłoszenia patentowego o zasięgu europejskim (EP.23168818). Praca w mojej ocenie zasługuje na wyróżnienie.

Podsumowując stwierdzam, że rozprawa doktorska Pana mgr inż. Piotra Augustyna pt.: “Termoplastyczne kompozyty polimerowe modyfikowane laserowo i metalizowane prądowo o właściwościach ekranujących pole elektromagnetyczne”, spełnia wymagania stawiane rozprawom doktorskim przez obowiązujące przepisy prawa, tj. ustawie Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U 2018 poz. 1668 ze zm.) i może być dopuszczona do publicznej obrony w dyscyplinie naukowej inżynieria materiałowa.