

Dr hab. inż. Marek Szostak, prof. PP  
Wydział Inżynierii Mechanicznej  
Instytut Technologii Materiałów  
Zakład Tworzyw Sztucznych  
Politechniki Poznańskiej

Poznań, 10 czerwca 2024r.

### *Recenzja*

**rozprawy doktorskiej Pani mgr inż. Moniki SKORUPSKIEJ**  
**pt. „Materiały polimerowe wzmacniane metodą hydroekstruzji”**  
wykonanej pod kierunkiem  
**Promotora Pani prof. dr hab. inż. Joanny Ryszkowskiej**  
**Promotorem pomocniczym był Pan dr hab. inż. Mariusz Kulczyk**

Podstawą do wykonania recenzji było pismo Pani V-ce Przewodniczącej Rady Naukowej  
Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Warszawskiej  
prof. dr hab. inż. Anny Boczkowskiej z dnia 20.05.2024 r.

#### **Dorobek naukowy**

Prowadzone przez Panią Monikę Skorupską badania zaowocowały przygotowaniem 18 artykułów, których była współautorem (jest pierwszym autorem czterech z nich i drugim w kolejnym). Ponadto jest współautorem 1 patentu europejskiego EP37220681A1 oraz brała udział w 12 konferencjach naukowych. Według bazy **Scopus** - **9** publikacji Doktorantki cytowanych było **18** razy a Index Hirscha wynosi **3**, natomiast wg bazy **Google Scholar**: **9** publikacji cytowanych było **24** razy a indeks Hirscha również wynosi **3** (dane na dzień 08.06.2024). Dorobek publikacyjny Pani Moniki Skorupskiej dał łącznie 1130 punktów MEiN i należy ocenić go jako bardzo dobry.

#### **Informacje o ocenianej rozprawie doktorskiej**

Tytuł rozprawy **mgr inż. Moniki Skorupskiej** to: „**Materiały polimerowe wzmacniane metodą hydroekstruzji**”

Promotorem rozprawy jest **prof. dr hab. inż. Joanna Ryszkowska** a promotorem pomocniczym **dr hab. inż. Mariusz Kulczyk**.

## Ocena układu rozprawy doktorskiej

Praca o objętości 154 stron zawiera: streszczenie, wykaz odznaczeń, spis treści, studium literaturowe, przegląd aktualnego stanu wiedzy oraz cztery główne części: cel i zakres pracy, badane materiały i metodyka badań, wyniki badań oraz podsumowanie i wnioski. Kolejne części pracy to: podziękowania, bibliografia oraz zestawienie dorobku.

W rozdziale 1 „Studium literaturowe” Doktorantka przedstawiła metody podwyższania właściwości wytrzymałościowych materiałów polimerowych poprzez ich modyfikację lub przetwarzanie wybranymi metodami przetwórstwa. W rozdziale tym omówiła również budowę, właściwości i zastosowania poliamidów a zamyka go podsumowanie, w którym uzasadnia podjęcie tematu badań procesu wzmacniania polimerów metodą hydroekstruzji.

Część doświadczalną pracy otwiera rozdział drugi: „Cel i zakres pracy”, w którym przedstawiono główny cel pracy: „Opracowanie parametrów procesu podwyższenia właściwości wytrzymałościowych wybranych polimerów konstrukcyjnych z zastosowaniem metody wyciskania hydrostatycznego na zimno oraz analiza struktury i właściwości tych polimerów po procesach prowadzących do zmiennego stopnia odkształcenia oraz prowadzonych przy jednakowym odkształceniu, ale przy zmiennej szybkości wyciskania”. W rozdziale tym Doktorantka przedstawiła też szczegółowo zakres prac wykonanych podczas realizacji doktoratu.

W rozdziale trzecim pt.: „Badane materiały i metodyka badań”, zestawiono w tabeli właściwości materiałów stosowanych w badaniach (PA 6 i PA 6.6) oraz w postaci przejrzystego schematu blokowego, przebieg wykonanych prac badawczych dla obu badanych polimerów. Doktorantka opisała w nim także technologię wyciskania hydrostatycznego poliamidów, metodykę badań właściwości mechanicznych i termofizycznych polimerów, badania mikrostruktury i powierzchni polimerów oraz badania budowy chemicznej polimerów po procesie przetwórstwa.

Rozdział 4 pt.: „Wyniki badań” to najważniejszy i najobszerniejszy fragment pracy doktorskiej, obejmuje 82 strony i przedstawia w postaci wykresów, tabel i zdjęć uzyskane rezultaty badań wraz z ich analizą.

Rozdział 5 to natomiast podsumowanie pracy i wnioski końcowe (10) sformułowane przez Doktorantkę.

Po części doświadczalnej Autorka umieściła podziękowania oraz wykorzystaną do przygotowania pracy bibliografię.

Praca ma więc dość typowy dla prac doktorskich układ obejmujący: opis zagadnień dotyczących przedmiotu badań, przedstawienie celu i zakresu pracy, część dotyczącą materiałów i metod badawczych, przedstawienie wyników badań i ich dyskusję, podsumowanie i wnioski końcowe oraz bibliografię.

Praca napisana jest poprawnym językiem, zredagowana jest starannie i zawiera nieliczne błędy redakcyjne i literowe. Redakcja pracy jest przejrzysta a podział na rozdziały logiczny. Jedynie podziękowania mogłyby znaleźć się moim zdaniem po bibliografii pracy. Treści o charakterze formalnym są sformułowane w sposób ścisły a ponadto dla ich lepszego zilustrowania zamieszczono właściwie dobrane rysunki (88) i tabele (21).

### **Ocena zastosowanego piśmiennictwa**

Autorka rozprawy w bibliografii zawarła 190 pozycji dotyczących tematyki pracy. Zdecydowana większość pozycji literaturowych to odnośniki w języku angielskim (165). Zacytowane przez Doktorantkę pozycje literatury zostały dobrane we właściwy sposób zarówno w analizie literatury, jak i w opisie metodyki badań oraz analizie wyników.

### **Ocena celu rozprawy**

Głównym celem rozprawy było, jak wspomniano już powyżej, opracowanie parametrów procesu podwyższenia właściwości wytrzymałościowych wybranych polimerów konstrukcyjnych z zastosowaniem metody wyciskania hydrostatycznego na zimno oraz analiza ich struktury i właściwości po procesach prowadzących do zmiennego stopnia odkształcenia oraz prowadzonych przy jednakowym odkształceniu, ale przy zmiennej szybkości wyciskania. Przeprowadzone badania pozwoliły ponadto na określenie właściwości mechanicznych, termofizycznych, mikrostrukturalnych oraz budowy chemicznej poliamidów PA 6 i PA 6.6. przed procesem wyciskania hydrostatycznego a także charakterystykę powyższych poliamidów po procesach przeróbki plastycznej w procesie HE.

Przedstawione w pracy wyniki badań poliamidów PA 6 i PA 6.6 oraz opisane zależności pomiędzy ich właściwościami a parametrami procesu wytłaczania hydrostatyczne należy uznać za ważne z praktycznego punktu widzenia, gdyż mogą być podstawą do projektowania procesów wytłaczania hydrostatycznego dla przetwórstwa innych materiałów polimerowych. Równie istotny jest opis samego procesu wyciskania hydrostatycznego poliamidów oraz zjawisk zachodzących podczas jego prowadzenia a także problemów technologicznych mogących pojawiać się przy przetwórstwie poliamidów tą metodą.

Przedmiotem badań były dwa niemodyfikowane polimery semikrystaliczne PA6 oraz PA6.6. zakupione w postaci prętów wytłoczonych w firmie MEGA-TECH (Grodzisk Mazowiecki, Polska) a do badań procesu wyciskania hydrostatycznego zastosowano oba materiały w postaci prętów o średnicy 15.6 mm.

Dynamiczny rozwój zastosowań poliamidów w różnych gałęziach przemysłu sprawia, że opracowywanie nowych sposobów ich modyfikacji podczas przetwórstwa specjalnymi technologiami, w tym dedykowanymi do technologii wyciskania hydrostatycznego posiada niezaprzeczalne cechy innowacyjności. Oceniana rozprawa poświęcona jest więc aktualnej, ważnej i ciekawej tematyce badawczej.

Cel pracy uważam za właściwie sformułowany i uwzględniający aktualne trendy badawcze.

### **Ocena zastosowanych metod badawczych**

Do realizacji celu badań Autorka rozprawy zastosowała w badaniach stosowanych materiałów: spektroskopię w podczerwieni z transformatą Fouriera FTiR, szerokokątne rozpraszanie rentgenowskie WAX, skaningową kalorymetrię różnicową (DSC), badania na mikroskopie optycznym w świetle spolaryzowanym, Skaningową mikroskopię elektronową (SEM), badania mechaniczne: twardość, wytrzymałość na rozciąganie, udarność, ściskanie 1-osiowe, zginanie 3-punktowe, udarność metodą rozciągania udarowego, badania jakości powierzchni przy pomocy profilometra optycznego. Ponadto w ramach badań procesu wyciskania hydrostatycznego Autorka zmieniała wybrane wielkości charakteryzujące ten proces, a mianowicie: szybkość wyciskania, ciśnienie wyciskania i temperaturę adiabatyczną.

Powyższe metody badawcze zostały dobrane właściwie, a ich metodyka została opisana poprawnie. Wyniki przeprowadzonych badań również zostały we właściwy sposób wyznaczone i zinterpretowane.

### **Ocena merytoryczna pracy**

Oceniając merytoryczną stronę rozprawy należy stwierdzić, że jej tytuł „Materiały polimerowe wzmacniane metodą hydroekstruzji” adekwatnie oddaje istotę zagadnień, którymi w pracy zajmowała się Doktorantka. W rozdziale pierwszym rozprawy Autorka jasno scharakteryzowała istotę pracy, przedstawiła metody przetwarzania polimerów prowadzące do zwiększenia ich właściwości wytrzymałościowych, opisała budowę, właściwości i zastosowanie poliamidów. Rozdział ten, co ważne, zamykają ustalenia podsumowujące

przeprowadzoną analizę aktualnego stanu wiedzy z zakresu tematyki pracy. Część teoretyczna napisana została w sposób zwięzły i poprawnym językiem.

Celem pracy było opracowanie parametrów procesu podwyższenia właściwości wytrzymałościowych wybranych polimerów konstrukcyjnych z zastosowaniem metody wyciskania hydrostatycznego na zimno oraz analiza struktury i właściwości tych polimerów po procesach prowadzących do zmiennego stopnia odkształcenia oraz dodatkowo prowadzonych przy jednakowym odkształceniu, ale przy zmiennej szybkości wyciskania. Aby zrealizować ten cel Autorka rozprawy wykonała bardzo obszerny zakres prac badawczych.

Doktorantka w wyniku realizacji badań wykazała, że parametry procesu wyciskania mają istotny wpływ na przebieg, stabilność i efektywność procesu wyciskania prętów poliamidowych. Wykazała również, że poprzez dobór odpowiednich parametrów technologicznych procesu wyciskania hydrostatycznego można kształtować wybrane właściwości poliamidów PA 6 i PA 6.6.

Wartym podkreślenia osiągnięciem Autorki jest wyznaczenie zależności opisujących wpływ parametrów technologicznych procesu wyciskania hydrostatycznego na właściwości przetwarzanych poliamidów.

Innymi ważniejszymi rezultatami prac badawczych uzyskanymi przez doktorantkę podczas realizacji doktoratu, są:

- wykazanie, że po procesie wyciskania hydrostatycznego na zimno zaobserwowano silny wzrost właściwości mechanicznych obu materiałów, w tym wytrzymałości na zrywanie oraz zginanie do wartości przewyższającej nawet 500% wytrzymałości materiału przed procesem deformacji plastycznej,
- stwierdzenie, że stałe ciśnienie w trakcie procesu HE pozwala uzyskać profile o gładkiej powierzchni i niskiej chropowatości oraz stabilnej średnicy, takie warunki wyciskania dla PA6 i PA6.6 uzyskano przy odkształceniu nie większym niż 1.57,
- wykazanie, że kiedy parametry procesu HE generują temperaturę adiabatyczną większą niż temperatura początku topnienia fazy krystalicznej dla obu polimerów proces wyciskania przestaje być stabilny,
- pokazanie, że dla PA6 maksymalny wzrost właściwości wytrzymałościowych i twardości uzyskuje się po procesie HE przy odkształceniu rzeczywistym  $\epsilon=1.57$ ,
- wykazanie braku znacznego wpływu szybkości procesu HE na właściwości mechaniczne PA 6 oraz PA 6.6,
- stwierdzenie, że w wyniku odkształcania w procesie HE dochodzi do orientacji makrocząsteczek PA 6 wzdłuż kierunku odkształcania,

- pokazanie, że po różnych odkształceniach w procesie HE zaobserwowano występowanie pasm typowych dla fazy  $\alpha_1$  i  $\alpha_2$  oraz  $\gamma$ . Wraz ze zwiększaniem odkształcenia w procesie HE w zakresie 0.68 – 1.57 obserwuje się zwiększenie udziału fazy  $\alpha$  w PA 6 i PA 6.6,
- stwierdzenie, że w PA 6 oraz w PA 6.6 po procesie HE generującym odkształcenia w zakresie 0.68 – 1.57 zwiększa się udział fazy krystalicznej  $\alpha$ .
- wykazanie, że zmiany właściwości wytrzymałościowych przetwarzanych poliamidów są wynikiem orientacji makrocząsteczek i nieznacznego zwiększenia udziału fazy krystalicznej w tych materiałach.

Analiza wyników przeprowadzonych badań doświadczalnych pozwoliła Autorce na sformułowanie wniosków o charakterze szczegółowym i ogólnym uwzględniających zależności oraz interakcje pomiędzy badanymi wielkościami (parametrami procesu a właściwościami poliamidów). Łącznie we wnioskach końcowych z pracy Doktorantka przedstawiła 10 wniosków poznawczych.

Uzyskane wyniki badań zostały starannie opisane, przeanalizowane i podsumowane. Podkreślić należy fakt, że praca zawiera bardzo obszerny materiał badawczy a uzyskane wyniki przedstawione przez Autorkę mogą stanowić szeroką bazę danych o właściwościach fizyko-mechanicznych poliamidów PA 6 i PA 6.6 uzyskanych w procesie wyciskania hydrostatycznego. Otrzymane wyniki mają więc dużą wartość poznawczą i użytkową dla kształtowania właściwości poliamidów, jak również projektowania procesów ich przetwórstwa za pomocą wykorzystanej w pracy metody wyciskania hydrostatycznego. Praca napisana jest na odpowiednim poziomie naukowym i świadczy o dobrym przygotowaniu doktorantki do prowadzenia samodzielnych badań naukowych

### **Ocena omówienia wyników badań**

Wyniki badań Doktorantka przedstawiła i omówiła we właściwy sposób. Analiza wyników jest dogłębna i odpowiednio poparta wynikami badań przedstawionych w odnośnikach literaturowych pracy.

### **Ocena możliwości praktycznego zastosowania wyników badań**

W ramach rozprawy doktorskiej mgr inż. Monika Skorupska poszerzyła w znaczący sposób wiedzę na temat modyfikacji poliamidów PA 6 i PA 6.6 za pomocą technologii wyciskania hydrostatycznego. Wyznaczone zależności właściwości mechanicznych badanych

poliamidów w funkcji parametrów procesu wyciskania hydrostatycznego mogą być bardzo przydatne do praktycznych działań związanych z projektowaniem i oceną procesu wyciskania hydrostatycznego innych materiałów polimerowych. Wyniki te mogą stanowić również bazę danych, która ułatwi wykorzystanie poliamidów w praktyce przemysłowej. Są one także bardzo istotne z punktu widzenia dalszego doskonalenia procesu technologicznego wyciskania hydrostatycznego.

Należy dodać, że opiniowana rozprawa doktorska ma również korzystny wpływ na popularyzację praktycznego zastosowania poliamidów i technologii wyciskania hydrostatycznego materiałów polimerowych w przemyśle.

### **Ocena oryginalności rozwiązania problemu naukowego**

Problem naukowy postawiony w pracy przez Doktorantkę czyli określenie wpływu modyfikacji dwóch wybranych typów poliamidów poprzez wykorzystanie metody hydroekstruzji na ich właściwości po procesie przetwórstwa - wymagał analizowania wpływu parametrów ich przetwórstwa metodą HE na kształtowanie właściwości analizowanych materiałów polimerowych.

W związku z faktem, że w literaturze światowej brak było pozycji kompleksowo opisujących zagadnienia związane z wyciskaniem hydrostatycznym poliamidów oraz wpływem tego procesu na modyfikację ich właściwości fizyko-mechanicznych, podjętą w rozprawie problematykę należy uznać za aktualną i o istotnym znaczeniu.

Ponadto wykorzystanie procesu wyciskania hydrostatycznego do przetwarzania materiałów polimerowych to na dzień dzisiejszy bardzo rzadko stosowana technologia, co może stanowić o jej innowacyjności.

### **Uwagi krytyczne i redakcyjne**

#### *Uwagi krytyczne*

- Budowa prasy do procesu wyciskania hydrostatycznego powinna zostać opisana bardziej szczegółowo.
- Doktorantka mogłaby podać i opisać różne płyny ciśnieniowe stosowane w metodzie wyciskania hydrostatycznego.
- Rozdział 5 „Podsumowanie i wnioski” powinien być zdecydowanie bardziej rozbudowany, należałoby umieścić tam bardziej opisową i krytyczną analizę wyników

badania a wnioski końcowe można by podzielić na ogólne i szczegółowe oraz poznawcze i użytkowe. Pewnym niedociągnięciem jest również brak w nim wskazanych dalszych kierunków badań.

- Jak wspominałem już wcześniej podziękowania powinny znaleźć się za bibliografią rozprawy.

#### *Uwagi redakcyjne*

- Str. 17 Jest: „Przed wszystkim są to tworzywa termo - oraz chemoutwardzalne”. Powinno być „...są to tworzywa termoplastyczne”!
- Str. 28 Jest: „... zaowocowały wypuszczeniem na rynek...”, powinno być: „...wprowadzeniem na rynek...”,
- Str. 28 Jest: „PA 610” powinno być „PA 6.10.”
- Str. 101-104, 106, 108, 109, 118-121, 126-129 na rys. 63-67; rys. 69-71; rys. 83-84; rys. 87-88 na osiach X wykresów brak jednostek dla wielkości mierzonych.
- Str. 105, 109 Jest „PA66” powinno być „PA 6.6”
- W pracy pojawiają się nieliczne błędy literowe i stylistyczne oraz dość częste interpunkcyjne: brak przecinków przed - „który”; „że”; „gdy” i „jak”.

Wymienione powyżej drobne uwagi krytyczne i redakcyjne, nie zmieniają jednak faktu, że oceniana praca z nadmiarem spełnia wszystkie wymagania stawiane rozprawom doktorskim. Proces konstytuowania i opracowywania parametrów przetwórstwa za pomocą wyciskania hydrostatycznego dla modyfikacji dwóch gatunków poliamidów (PA 6 i PA 6.6) oraz badań ich właściwości przed i po modyfikacji obejmuje bardzo wiele obszarów, stąd bardzo wysoko oceniam osiągnięcia niniejszej pracy doktorskiej, zrealizowanej na wysokim poziomie poznawczo-użytkowym w zakresie dyscypliny naukowej – Inżynieria Materiałowa.

#### **Pytania dotyczące rozprawy**

- Proszę o wyjaśnienie, co było podstawą decyzji o wyborze technologii wyciskania hydrostatycznego jako czynnika modyfikującego właściwości poliamidów?
- Prosiłbym o przeanalizowanie, jaki może być wpływ gęstości płynu ciśnieniowego na przebieg procesu wyciskania hydrostatycznego oraz na możliwe do uzyskania właściwości przetwarzanego w tym procesie materiału polimerowego?



- Czy może Pani wskazać najważniejsze zastosowania analizowanych w pracy modyfikowanych prętów poliamidowych?
- Czy wyznaczone przez Panią zależności mogą być również przydatne do projektowania procesu wyciskania hydrostatycznego innych materiałów polimerowych i ich kompozytów?
- Które z uzyskanych przez Panią wyników badań uważa Pani za najistotniejsze z punktu widzenia naukowego i praktycznego? Proszę wskazać tylko po jednym osiągnięciu.

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

Rozprawa doktorska Pani Moniki Skorupskiej jest bardzo interesującą pracą naukową dotyczącą modyfikacji poliamidów za pomocą przetwarzania metodą wyciskania hydrostatycznego. Uzyskane w trakcie realizacji pracy i zamieszczone w rozprawie wyniki badań są ciekawym i oryginalnym osiągnięciem Doktorantki, które osiągnęła między innymi dzięki zastosowaniu zaawansowanych technik badawczych.

Uważam, że cel rozprawy został zrealizowany, a uzyskane wyniki stanowią zestaw bardzo cennych informacji o kształtowaniu właściwości poliamidów za pomocą metody wyciskania hydrostatycznego. Doktorantka podczas realizacji pracy doktorskiej wykazała się dużą wiedzą i doświadczeniem badawczym a wyniki badań ściśle związanych z rozprawą doktorską przedstawiła w dwóch wysoko punktowanych (2 x 140pkt.) recenzowanych publikacjach z listy JRC.

### **Podsumowanie oceny rozprawy doktorskiej**

Biorąc pod uwagę przedstawione powyżej moje opinie stwierdzam, iż praca mgr inż. Moniki Skorupskiej pt. „*Materiały polimerowe wzmacniane metodą hydroekstruzji*” w pełni odpowiada wymogom i spełnia wszystkie warunki stawiane rozprawom doktorskim przez obowiązującą Ustawę, dlatego wnoszę o dopuszczenie jej do publicznej obrony przed Radą Dyscypliny Inżynierii Materiałowej Politechniki Warszawskiej.

*Marek Szostak*

Dr hab. inż. Marek Szostak, prof. PP