

Wrocław, 01.02.2026 r.

dr hab. inż. Wojciech Błazejewski
 Katedra Mechaniki, Inżynierii Materiałowej i Biomedycznej
 Wydział Mechaniczny, Politechnika Wrocławska
 Laboratorium Kompozytów Polimerowych i Konstrukcji Lekkich
 ul. Smoluchowskiego 25, 50-372 Wrocław,
 e-mail: wojciech.blazejewski@pwr.edu.pl

RECENZJA

rozprawy doktorskiej
 pt. *Struktura i własności wielowarstwowych materiałów kompozytowych
 aplikowanych w warunkach kriogenicznych,*
 mgr inż. **Anna Krzak**

Ścieżka dyplomowania: Doktorat wdrożeniowy
 Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny
 Laboratorium Naukowo-Dydaktyczne Nanotechnologii i Technologii Materiałowych

wykonanej pod kierunkiem: dr hab. inż. Grzegorza Matuli, Prof. PŚI
 Promotor Pomocniczy: dr inż. Agnieszka J. Nowak

Recenzję sporządzono na podstawie uchwały Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Śląskiej w Gliwicach z dnia 28.10.2025 r. w sprawie wyznaczenia recenzentów rozprawy doktorskiej mgr. inż. Anny Krzak w dziedzinie nauk inżynieryjno-technicznych, w dyscyplinie Inżynieria Materiałowa. Na uchwałę powołano się w piśmie do recenzenta nr RDIMa.512.42.2025, z dnia 30.10.2025 r.

1. Wprowadzenie

Głównym celem naukowym podjętym przez Autorkę pracy było opracowanie innowacyjnych materiałów kompozytowych o osnowie duroplastycznej, wzmacnianych materiałami włóknistymi, przeznaczonych do pracy w warunkach kriogenicznych. Ten cel jest w Pracy jeszcze kilkakrotnie odmieniany przez przypadki na potrzeby, czy przy okazji rozpatrywanych w pracy zagadnień, np. w rozdziale o tezach i zakresie pracy, co wskazuje że jest on dogłębnie przemyślany i jasno sformułowany. Sygnalizuje determinację Autorki w opanowaniu sztuki prowadzenia przedmiotowych analiz, ich oceny i możliwości, a także uzyskanego efektu końcowego, co w ocenie recenzenta jest ważne.

W pracy Autorka wyselekcjonowała (zredukowała) według poprawnych kryteriów 3 najlepsze materiały do zastosowań kriogenicznych. Zidentyfikowała problemy badawcze związane z nowoopracowanymi materiałami kompozytowymi, wykorzystując kompozytowe materiały epoksydowo-szklane przygotowała próbki do testów mechanicznych i termicznych. W drugim etapie badań Autorka dokonała kompleksowej charakterystyki trzech wybranych materiałów, laminatów, które wykazały najlepsze właściwości mechaniczne, termiczne i elektryczne. Trzeci etap obejmował wytworzenie wyselekcjonowanego, najlepszego materiału kompozytowego w skali przemysłowej oraz jego wdrożenie. Pracę zakończono wnioskami oraz przedstawieniem kierunków dalszych badań naukowych Autorki nad materiałami kompozytowymi przeznaczonymi do zastosowań w warunkach kriogenicznych.

Autorka równie obszernie określa tezę pracy, poświęca temu obszerny podrozdział 3.1, jednak zdaniem recenzenta teza nie jest podana właściwie. Należałoby powiedzieć, że jest taki materiał, jest możliwe uzyskanie w drodze badań doskonałego materiału, o parametrach określających jego właściwości kriogeniczne np. lepsze od istniejących. Tym bardziej że we wnioskach Doktorantka wskazuje, że teza została udowodniona, tzn. że *wytworzono innowacyjny wielowarstwowy materiał kompozytowy*. Teza podana na str. 29 mówi o tym, ale sformułowanie to nie ma znamion tezy. Niemniej

Biurowo Dziekana

upłynęło dnia 16.02.2026
 RDIMa/42/51/2026
 zał.

jednak czytelnik ma zdefiniowany punkt, do którego Badaczka dąży, a mianowicie widzi autorski, doskonały materiał, określa go „*najlepszym kandydatem do zastosowań w warunkach kriogenicznych*”, chce na drodze badań ten materiał wyznaczyć. Oczywiście Autorka określa parametry, które szczególnie ją interesują. Dodatkowo chce ten materiał dobrze sprzedać, „*prowadząc do wdrożenia na skalę produkcyjną oraz włączenia do oferty handlowej*”. Oczywiście, jak zaznaczono, teza zostaje udowodniona.

Podana przez Autorkę teza została udowodniona, co szczególnie w mojej ocenie jest ważnym czynnikiem w rozwoju polskiej gospodarki, zwłaszcza związanej z energetyką opartą na wodorze. Poprzez realizację obszernych prac badawczych postawiona teza została dogłębnie zweryfikowana, bez pozostawienia niedomówień. Doktorantka wskazuje, jakie aspekty technologiczne i badawcze przemawiają za stosowaniem jej nowych kompozytowych materiałów wzmacnianych włóknami do zastosowań kriogenicznych.

Podjęty temat i problem badawczy jest bardzo ważny, ponieważ kompozytowe materiały kriogeniczne, jak definiuje Autorka, użytkowane są w temperaturach poniżej -150°C , nawet poniżej punktów wrzenia tlenu, azotu, wodoru i helu. Nowo opracowany materiał znajdzie zastosowanie w wielu branżach, od motoryzacji, lotnictwa i żeglugi po chłodnictwo spożywcze, medycynę i przemysł chemiczny. Szersza dostępność tych materiałów może wspierać modernizację konstrukcji petrochemicznych czy ciekłowodnorodowych oraz rozwój kriochirurgii, rehabilitacji i transportu materiałów biologicznych. Ale co szczególnie interesuje recenzenta, nowe i doskonalsze rozwiązania do których dąży Autorka, mogą być zdolne do spełnienia restrykcyjnych wymagań projektowych w zakresie zbiorników kriogenicznych na ciekły wodór jako paliwo, czy zasobnik czystej, a nawet zielonej energii. Przeprowadzone badania i analizy własne Doktorantki pozwoliły na realizację założonych celów, wnosząc szereg nowych aspektów do dyscypliny inżynierii materiałowej, dzięki wykorzystaniu i połączeniu wiedzy oraz technik badawczych z zakresu mechaniki materiałów, chemii polimerów i inżynierii materiałowej. Jest to ważna osiągnięta wiedza interdyscyplinarna dotycząca kompozytowych materiałów kriogenicznych. Założone obszerne cele zostały osiągnięte poprzez przeprowadzenie szeregu badań i analiz na oryginalnych stanowiskach badawczych, unikatowych w skali kraju. Niniejsza praca dotyczy najnowszych technologii do zastosowań samochodowych, lotniczych, petrochemicznych i nie tylko. Przeprowadzone przez Doktorantkę szerokie analizy wyników badań porównawczych dostarczyły wartościowych osiągnięć wnoszących wkład w rozwój technik wytwarzania kompozytowych materiałów kriogenicznych. Wyniki swoich prac Doktorantka zebrała, jak również szeroko omówiła w bardzo obszernym podsumowaniu i wnioskach.

Podsumowując na wstępie, dokonania Autorki wskazują na raczej eksperymentalny charakter przedstawionej pracy wzbogaconej dużą dawką wnikliwej i szerokiej analizy teoretycznej popartej danymi literaturowymi, własnymi przemyśleniami, spostrzeżeniami i pomysłami w poszukiwaniu dróg interpretacji otrzymanych wyników i kierunków dalszych badań. Tematyka badawcza podjęta w pracy jest oryginalna, o silnym znaczeniu poznawczym w zakresie inżynierii materiałowej, o znamionach pracy interdyscyplinarnej. Autorka twardo stąpa w dyscyplinie inżynieria materiałowa, także w zakresie mechaniki materiałów i chemii polimerów, ale praca zawiera też elementy technologii chemicznych wykorzystanych w analizie LCA, a w niej możliwości recyklingu. Oczekiwane rezultaty wynikające z postawionej tezy oraz realizacji założonych celów wniosą szereg nowych aspektów do dyscypliny inżynieria materiałowa, dzięki wykorzystaniu i połączeniu wiedzy oraz technik badawczych z zakresu mechaniki materiałów, chemii polimerów, a w tym inżynierii i technologii chemicznej.

Narzędzia i metody badawcze wykorzystane przy realizacji postawionych i osiągniętych celów są nowoczesne i unikatowe w skali kraju. Należy zaznaczyć, że wspomniane zagadnienia badawcze są kluczowymi, aktualnymi i ważnymi problemami w zakresie badań rozwojowych, przemysłowych, a nawet podstawowych. Podejście Doktorantki do badań, projektowania, planowania eksperymentu, analizy wyników poprzedzonych wnikliwym przeglądem literatury jest trafne, rzeczowe i efektywne; użyte metody badawcze i wyposażenie technologiczne są oryginalne i profesjonalnie dobrane. Powyższe pozwala łącznie stwierdzić, że wybór tematyki badawczej, zawartej w przedłożonej rozprawie jest aktualny naukowo, ale głównie aplikacyjnie, oraz zawiera się w obszarze szeroko rozumianej inżynierii materiałowej jako dyscypliny naukowej.

2. Charakterystyka pracy

Rozprawa doktorska pt. „*Struktura i własności wielowarstwowych materiałów kompozytowych aplikowanych w warunkach kriogenicznych*”, liczy 192 strony wraz z towarzyszącymi spisami literatury, wykazem oznaczeń, skrótów, akronimów oraz podziękowaniami i pustymi stronami np. 174, 139, 53. Składa się z siedmiu rozdziałów, spisu treści i literatury. Spis literatury, poprawny i dobrze dobrany, liczy 173 prace zestawione w kolejności cytowania, w tym ok. 30 stron internetowych. W spisie literatury znaleziono 10 prac z udziałem Autorki (we wszystkich na pierwszym miejscu!) i promotorów o zasięgu międzynarodowym opublikowanych w dobrych i adekwatnych do tematyki czasopismach. W bazach internetowych można doszukać się więcej, aż 22 opracowań współautorskich Doktorantki. Sposób cytowania literatury standardowy, w nawiasach kwadratowych, liczby zgodne z kolejnością cytowania. Jest to wygodne dla Autora, ale uciążliwe dla czytelnika, recenzenta, który woli zestaw w kolejności alfabetycznej.

Praca nie zawiera streszczenia, jednak sam dwustronicowy wstęp pełni rolę streszczenia oraz w Internecie na stronach Politechniki Śląskiej można znaleźć doskonale i zwięźle, dwustronicowe streszczenie zarówno w języku polskim, jak i angielskim. Praca nie ma załączników. Średnio na każdą stronę części merytorycznej pracy przypada jeden znaczący rysunek lub tabela, co dobrze świadczy o pracy, ponieważ sygnalizuje, że jest ona bogato ilustrowana. Należy zaznaczyć, że wszystkie rysunki, zdjęcia, wykresy i tabele są perfekcyjnie wykonane z niespotykaną starannością w tego typu pracach. Zamieszczono ponad 11 formuł obliczeniowych, równań (niektóre bez numeru). Symbole z równań wyjaśnione w opisie przy równaniu, nie przygotowano osobnego spisu symboli, co jest uchybieniem.

Rozdział 1 wstęp, jak wspomniano, zajmuje dwie strony, z których druga strona pełni również rolę streszczenia. Autorka określa wagę problemu, charakteryzuje materiały kompozytowe pod kątem pracy oraz opisuje co w pracy zostało zrobione.

Rozdział 2 dotyczy przeglądu piśmiennictwa z podziałem na podrozdziały treścią dopasowane do zagadnień związanych z pracą, a mianowicie omówiono technologie i przemysł kriogeniczny, scharakteryzowano materiały kompozytowe i metody ich wytwarzania pod kątem później przeprowadzonych badań. Następnie omówiono obecne użytkowane materiały kompozytowe w warunkach kriogenicznych, a także ich recykling.

W rozdziale 3 nakreślono kierunki badań własnych. Przedstawiono tezę pracy oraz zakres, a także główne cele badań. Określono materiał stanowiący przedmiot badań i planowany sposób jego przygotowania w postaci próbek. W sposób szczegółowy opisano składy kompozycji żywicznych użytych w badaniach, wraz z ich wzorami strukturalnymi i sposobami wyznaczania udziałów kompozycji w laminowanych próbkach badawczych. Podano metodologię zrealizowanych badań w etapach I i II, także w sposób graficzny, za pomocą doskonale przygotowanych schematów blokowych – rys. 7 i 8. Szczegółowo i wyczerpująco opisano sposoby przeprowadzania bardzo obszernej gamy badań w warunkach kriogenicznych, tzn. badania wytrzymałościowe z użyciem kriostatów przy zanurzeniu w ciekłym azocie. W szczególności, czego autorka nie ujawnia w spisie treści, a może warto, przeprowadzono takie badania jak:

1. Badanie uderności metodą Charpy'ego.
2. Statyczna próba trójpunktowego zginania.
3. Statyczna próba rozciągania.
4. Statyczna próba rozciągania (Moduł Younga).
5. Statystyczna próba czteropunktowego zginania.
6. Odporność na pękanie.
7. Obserwację mikroskopową.
8. Dynamiczna analiza termomechaniczna (DMTA).
9. Różnicowa kalorymetria skaningowa (DSC).
10. Analiza termogravimetryczna (TGA).
11. Przewodność cieplna.
12. Emisyjność cieplna.
13. Badanie właściwości elektrycznych.
14. Ślad środowiskowy lub ocena cyklu życia żywic epoksydowych (LCA).

Sposób przedstawienia powyżej wymienionych i przeprowadzonych prób badawczych nie pozostawia wątpliwości czytelnikowi, że zostały one przeprowadzone rzetelnie.

W rozdziale 4, omówiono szczegółowo wyniki czternastu badań zestawionych powyżej z podziałem na mechaniczne, termiczne, elektryczne oraz oceny cyklu życia LCA, np. „*od kołyski do grobu*” (str. 24, rys. 5). Jest to najobszerniejszy rozdział pracy liczący 85 stron, bogato ilustrowany własnymi rycinami bardzo dobrej jakości i z przemyślaną treścią obrazu i opisem. Wykresy są duże, wyraziste, przemyślane w każdym calu.

W rozdziale 5 omówiono wyniki badań dla wdrożonego wariantu materiałowego, tzn. uruchomiono linię produkcyjną dla materiału EP_4_2 w przedsiębiorstwie IZO-ERG. Uzyskane wyniki przeanalizowano i zestawiono z wynikami uzyskanymi dla tego samego materiału kompozytowego wytworzonego w warunkach laboratoryjnych. Trzeba dodać, że niniejsza praca została zrealizowana w ramach tzw. doktoratu wdrożeniowego. Rozdział 5 jest świadectwem ścisłego związku z przeznaczeniem wdrożeniowym zawartych w rozprawie prac. Jest to kolejna mocna strona tego doktoratu. Przedstawiona analiza, oprócz esencjonalności, jest wzbogacona doskonałymi rycinami, tabele wykresy, utrzymane w wysokim standardzie niniejszej pracy.

Rozdział 6 stanowi obszerny, liczący 15 stron podsumowanie pracy, w którym znalazło się wszystko, na wstępie podkreślono rolę kompozytowych materiałów do zastosowań kriogenicznych oraz wskazano najważniejsze aplikacje. Są to kompozytowe zbiorniki wysokociśnieniowe i instalacje do przechowywania oraz transportu gazów skroplonych, elementów dla przemysłu kosmicznego, urządzeń chłodniczych, kriogenicznych systemów medycznych oraz nadprzewodnikowych komponentów elektroenergetycznych. Dalej scharakteryzowano technologie rozważane w pracy oraz oceniono je ze względu na ślad węglowy czy wyniki przeprowadzonych badań LCA. Zwrócono też uwagę na przeprowadzony przegląd literatury, który jest wykonany rzeczowo i rzetelnie. Następnie Autorka scharakteryzowała przeprowadzone badania omawiając szczegóły kuchenne badań, składniki badanych materiałów kompozytowych i metody badań. Omówiła uzyskane wyniki badań wytrzymałości mechanicznej, wskazała przyczyny uszkodzeń oraz najlepsze konfiguracje materiałowe w powiązaniu z uzyskanymi strukturami chemicznymi. Przytoczyła wyniki dynamicznej analizy mechaniczno-termicznej, badań przewodnictwa cieplnego, elektrycznego. Podkreśliła uzyskanie wartościowych wyników, w tym potwierdzając kluczową dobrą elektroizolacyjność. Obszerny fragment podsumowania jest poświęcony wykonanej przez Autorkę ocenie cyklu życia dwóch żywic epoksydowych, „*od kołyski do bramy*”. Uzyskane wyniki porównała do doniesień literaturowych, których autorzy oceniali żywice epoksydowe i wykazali wyższy wpływ środowiskowy dla formułacji o bardziej złożonych składach chemicznych. Autorka określiła wpływ środowiskowy żywic A i B, wskazała obszary wymagające poprawy parametrów przetwórstwa. Żywica A, pomimo prostszego procesu produkcji, oferuje bardziej zrównoważone rozwiązanie w kontekście zastosowań przemysłowych. Żywica B, choć bardziej obciążająca dla środowiska, może być lepsza w aplikacjach wymagających wyższej wytrzymałości mechanicznej. Autorka podkreśliła, że dalsze prace nad najlepszymi kompozycjami, wyselekcjonowanymi na podstawie badań, trwają, lecz na ten moment rozprawa doktorska musi zostać zakończona. Dalej Autorka wskazuje słabe punkty przeprowadzonych badań oraz głównie na tej podstawie wyznacza nowe, ale już w warunkach przemysłowych, które dają lepsze wyniki od uzyskanych w laboratorium. Doktorantka w przyszłych badaniach planuje rozszerzenie zakresu o materiały kompozytowe wzmacniane włóknami węglowymi, aramidowymi i bazaltowymi. Końcowa część podsumowania nawiązuje do obszernych badań LCA, które według Doktorantki odegrają także kluczową rolę w kalibracji modeli numerycznych, umożliwiając dokładniejsze prognozowanie wpływu środowiskowego już na wczesnym etapie projektowania materiału. Ze względu na potencjał pozyskanych w pracy wyników, prowadzone są badania symulacyjne, które będą stanowić szerokie pole do badań w ramach kolejnych projektów naukowo-badawczych. Wskazuje, że kluczowe byłoby wykonanie aktualnej i kompleksowej analizy cyklu życia (LCA) zgodnie z podejściem „*od kołyski do grobu*”. Doktorantka przewiduje, że prowadzone będą badania nad kriogenicznym systemem obciążeniowym oraz wpływem chemicznych oddziaływań wodoru na kompozyty, co pozwoli na lepsze zrozumienie wpływu temperatur na mikromechanikę materiału. Podkreśla rolę wykonanych oraz wykonywanych projektów badawczych we współpracy z Politechniką Śląską, University of Bath oraz przy udziale IZO-ERG i GKN Aerospace.

Merytoryczną część pracy zamyka rozdział 7 wnioski, krótkie, dwustronicowe i esencjonalne, w których Autorka zwraca uwagę, że teza pracy została udowodniona, zakres zrealizowany oraz cel osiągnięty. Według recenzenta ze sporym nadmiarowym marginesem i wieloma wartościami dodanymi. W ośmiu punktach Autorka wymienia najważniejsze osiągnięcia swojej pracy doktorskiej.

Całość zamyka szeroki i omówiony powyżej spis literatury – 173 pozycji rozciągnięty na 22 stronach.

Rozprawa jest zredagowana bardzo starannie, brak jakichkolwiek literówek czy niezręczności językowych. Struktura pracy jest poprawna i wyjątkowo przejrzysta. Recenzent jeszcze raz chce podkreślić wielką wagę kolorowych i przemysłowych ilustracji, zdjęcia, wykresy, tabele perfekcyjnie opisane, wnoszą one do pracy kluczowy wkład merytoryczny.

3. Uwagi krytyczne, pytania i sugestie

Ogólnie czytelnik czuje profesjonalizm Doktorantki i sumienne zredagowanie pracy oraz równie sumienne i obszerne wykonanie badań, przedstawionych analiz wyników i wniosków, wspaniałych rycin oraz pozostałych części pracy. Przez to nie zauważalne są drobne, wręcz sporadyczne niedociągnięcia w pracy zestawione poniżej, w celu ewentualnego uwzględnienia przez Autorkę w kolejnym opracowaniu, np. monografii, do którego przygotowania recenzent zachęca.

Uwagi szczegółowe niewymagające wyjaśnienia:

1. W wykazie skrótów *RTM* (ang. *Resin Transfer Molding*) to nie jest formowanie przetłoczone żywicy. Tu bardziej opisowo należałoby zdefiniować.
2. Tytuł „WYKAZ OZNACZEŃ, SKRÓTÓW I AKRONIMÓW”, niepotrzebnie napisano wielkimi literami, przez co odbiega od przyjętego przez Autorkę standardu.
3. We Wstępie, str. 7 w. 3-4 od góry: „w przestrzeni kosmicznej temperatura otoczenia wynosi – 270,44°C”. Tu wymagany jest komentarz, że temperatura to miara tego, jak szybko poruszają się molekuly ośrodka. Aby mówić o temperaturze, potrzebujemy materii, a tymczasem przestrzeń kosmiczna to próżnia bliska absolutnej. Dokładność do drugiego miejsca po przecinku też zastanawia. Ważna jest temperatura danego obiektu w przestrzeni, a ta będzie zależała od naświetlenia, albo od emisyjności – i może osiągać wartości od bardzo niskich do bardzo wysokich. Jeśli mówimy o temperaturach kriogenicznych w kosmosie to też słusznie Autorka w pierwszym rzędzie ma na myśli zbiorniki paliw, np. H₂ i utleniaczy.
4. Tabela 1 (str. 12) – lepiej nie ciężar właściwy, a bardziej naturalna gęstość. Szczególnie w kontekście kosmosu pojęcie ciężaru właściwego traci sens.
5. Str. 12 wiersz 4-5 pod tabelą: „*Tkanina szklana to produkt tkacki uzyskany z przędzy z włókien szklanych*”. Przędza to wyrób włókienniczy o strukturze walcowatej, ciągłej, powstający przez skręcenie wiązki włókien w procesie przędzenia. Większość tkanin szklanych konstrukcyjnych wytwarza się z rowingu, czyli tzw. niedoprzędu, płaskich wiązek rowingowych – pozycja [7] w literaturze pracy.
6. Rozdział 2.4. „*Obecnie stosowane materiały kompozytowe w warunkach kriogenicznych*” jest bardzo długi, porusza wiele różnych tematów i wyglądałby lepiej podzielony na podrozdziały. Podobnie rozdział 4.
7. Rozdział 2.5 „*Recykling materiałów polimerowych*” wymaga uporządkowania na tle pozostałych w pracy. Recenzent sugeruje zapoznanie się z pracami ośrodka szczecińskiego i powołanie się na przeglądowe artykuły prof. Błedzkiego i współautorów:
 - Błedzki, A.K.; Seidlitz, H.; Goracy, K.; Urbaniak, M.; Rösch, J.J. Recycling of Carbon Fiber Reinforced Composite Polymers—Review—Part 1: Volume of Production, Recycling Technologies, Legislative Aspects. *Polymers* 2021, 13, 300. <https://doi.org/10.3390/polym13020300>
 - Błedzki, A.K.; Seidlitz, H.; Krenz, J.; Goracy, K.; Urbaniak, M.; Rösch, J.J. Recycling of Carbon Fiber Reinforced Composite Polymers—Review—Part 2: Recovery and Application of Recycled Carbon Fibers. *Polymers* 2020, 12, 3003. <https://doi.org/10.3390/polym12123003>
 - A.K. Błedzki, R. Jeziórska, J. Kijeński (red.) „Odzysk i recykling materiałów polimerowych”
8. Str. 28: „... wzmocnianych materiałami pochodzenia syntetycznego”. Włókno szklane i bazaltowe nie są materiałami pochodzenia syntetycznego.
9. Str. 35 ostatni akapit: „Ze względu na dostępność na rynku oraz aspekty ekonomiczne, wybrano trzy fazy wzmocniające: tkaninę szklaną (*Joint Stock Company*), tkaninę węglową (*Milar, P.H.P.U. SURFPOL*) oraz hybrydową tkaninę szklano-bazaltową (*Rymatex*) o następujących gramaturach: 205 g/m² i 600 g/m².” *Joint Stock Company* znaczy Spółka Akcyjna. To nie jest nazwa producenta tkaniny szklanej. Przydałyby się oznaczenia zastosowanych tkanin. Dwie podane gramatury nie wiadomo, czego

dotyczą. Tutaj nasuwa się pytanie, czy zwracano uwagę na preparacje proadhezyjne na tkaninach, pokrycia włókien, szlichty itp.? Autorka wspomina przecież na str. 25: „modyfikacje powierzchniowe za pomocą NaOH i silanu”.

10. Str. 37 ostatni akapit „*Lepkość mierzy się za pomocą kubka Forda otworem kalibrowanym $\varnothing 4 \pm 0,015$ mm, zgodnie z normą ISO 2431 „Farby i lakiery.*” Recenzent sugeruje użycie wiskozymetru czy reometru? Kubek Forda służy do, jak wskazuje tytuł normy.

11. Str. 41 – metodologia udarności – nie podano liczby próbek, a to dla udarności bardzo ważne.

12. Str. 42, wiersz 3 pod Tabelą 6 – norma PN-EN 843-1 ma zastosowanie do ceramiki. Do materiałów polimerowych wzmocnionych włóknami właściwą normą jest PN-EN ISO 14125. Dodatkowo nie podano liczby próbek.

13. Str. 45, wiersze 1-2 od dołu: „*W badaniach odporności na pękanie zastosowano próbki z wygięciem jednostronnym (typu SENB)*” – Single Edge Notch Bend to próbka z karbem jednostronnym.

14. Str. 46, ostatni akapit: „*Możliwość przypisania wyznaczonym warunkowym wartościom KQ znaczenia właściwości materiałowej KIC wymaga spełnienia: $h, a, (W-a) > 2.5 (KQ/\sigma_y^2)$. W większości przypadków, dla analizowanego kompozytu nie jest spełniony warunek minimalnej grubości próbek, co oznacza, że w dalszej części prowadzonych analizy porównawczych, odporność na pękanie będzie opisywana jej warunkową wartością KQ .*” – To by wskazywało, że uzyskane wyniki są niemiarodajne. Ponadto nie podano liczby próbek.

15. Str. 47, opis DMTA – ze względu na kriogeniczne zastosowanie badanych materiałów wydaje się zasadne przeprowadzenie badania DMTA od temperatur kriogenicznych, nie od 20 do 300 °C. Podobnie z DSC.

16. Str. 55, Tabela 6 (była już inna Tabela 6 na str. 42) – podano uśrednione wartości udarności, brak odchylenia standardowego lub innej miary rozrzutu – jak np. przedział ufności jak w Tabeli 7 na str. 58. Podawanie różnicy w procentach do drugiego miejsca po przecinku nie jest zasadne.

17. Str. 56, ostatni akapit dot. pozostałości po pęcherzach powietrza. Autorka sugeruje użycie podciśnienia. Może zasugerować dokładniej technikę worka próżniowego, miękkiego RTMu lub wręcz komory próżniowej czy autoklawu. Jak wyczuwa recenzent, Autorka słusznie sugeruje, że najlepsze odgazowanie żywicy i utwardzacza nie pomoże, jeśli później przesyca się nimi arkusze wzmocnienia, zawierające powietrze w kapilarach między włóknami. W podsumowaniu Autorka szerzej o tym mówi, dlatego może tutaj jakiś odsyłacz zastosować?

18. Proponuje się zamianę wielokrotnego użycia słowa: „udarnościowe”, „badanie udarnościowe”, „przełom udarnościowy” – tu raczej przełom kruchy. Ale badania raczej uderowe lub badania udarności, to nawiązanie do powszechnego określenia polskiego „udar”.

19. Str. 61, rys. 19 i ostatni akapit: dyskutowane są różnice udarności między temperaturą pokojową, po 1-dniowej ekspozycji na ciekły azot i 7-dniowej ekspozycji na ciekły azot. Dyskutowane różnice są mniejsze niż słupki błędów na rys. 19. Może rozważyć, czy to jest zasadne (podobnie str. 67-68 są różnice mniejsze niż słupki błędów na rys. 25). Także w jaki sposób dłuższa ekspozycja na ciekły azot miałyby prowadzić do zmian we właściwościach, należałoby to uzasadnić.

20. Str. 67, trzeci akapit: „*Odnotowane zmiany we właściwościach udarnościowych laminatów szklano-epoksydowych, pod wpływem ciekłego azotu, mogą wynikać z osłabienia wiązań chemicznych między tkaniną szklaną a żywicą epoksydową*”. Tu warto myśl połączyć z punktem 9 powyżej, wspomnieć o preparacjach proadhezyjnych na tkaninach o których w pracy się nie mówi, Recenzent odsyła do literatury [7] - W. Królikowski.

21. Str. 74-75, rys. 31-32, zasadne jest podanie argumentu co miała na celu analiza EDS?

22. Str. 76, Tabela 10, Przydałaby się miara rozrzutu próbek (słupki błędów widoczne na rys. 33-34). Podobnie jak w punkcie 19, słupki błędów większe od różnic pomiędzy grupami próbek. Zasadna jest statystyczna analiza istotności uzyskanych różnic.

23. Wielokrotnie w pracy Autorka używa uproszczonego określenia np. str. 161 u góry: „*Materiały te wyróżniają się wszechstronnymi właściwościami, takimi jak wysoka wytrzymałość mechaniczna i udarność oraz odporność zmęczeniowa*”. Jest to określenie mało precyzyjne, ponieważ brak tu odniesienia porównawczego, do jakich materiałów się to stwierdzenie odnosi? W domyśle pewnie do metali, stali, a może kompozytów wzmocnionych włóknem węglowym? W otoczeniu tekstowym nie ma odniesienia. Ponadto udarność i zmęczenie oraz inne podobne badania mieszczą się w grupie wskazanych wytrzymałości mechanicznych. Łatwiej i lepiej też operować pojęciem wysokiej wytrzymałości właściwej, która to odnosi się do masy. Jest to kluczowa właściwość wywyższająca polimerowe materiały kompozytowe wzmocniane włóknami.

24. Na marginesie, to chyba wspomniane włókna węglowe nie mieszczą się w obszarze zainteresowań Spółki IZO-ERG, ze względu na możliwe zabrudzenia innych produktów Firmy, charakteryzujących się wysoką elektroizolacyjnością? To chyba jak wprowadzenie konia trojańskiego.
25. Recenzenta boli, że autorka wśród wymienianych zaawansowanych metod i technologii wytwarzania materiałów kompozytowych, (np. RTM, vacuum bag, procesy autoklawowe) nie wymienia metody nawijania i pultruzji, w których to recenzent się specjalizuje i są one kluczowe przy wytwarzaniu elementów elektroizolacyjnych.
26. Czy powlekarka to układ nasycający w sposób ciągły tkaninę np. szklaną? Jeśli tak to może podać też inne nazwy tego urządzenia? Recenzent spotkał się z określeniami: układ, moduł nasycający, impregnator. W tych konstrukcjach występuje tzw. bębnowy układ nasycający, który w sposób ciągły nasacza wiązki włókien poważnie ograniczając ilość pęcherzy powietrznych, powszechnie stosowany w metodzie nawijania. Ten aspekt może być ważny w kontekście punktu 14 powyżej.
27. Kontynuując sprawę udziału matrycy żywicznej w próbkach, może rozważyć odsączenie kontrolowane w autoklawie? Może jest to pomysł na wspomniane: „*Różnice między wersją przemysłową a laboratoryjną mogą wynikać m.in. z odmiennych grubości laminatu...*” str. 170.
28. Co to znaczy, że „*W ramach współpracy z ośrodkiem akademickim i partnerem przemysłowym do realizacji przyjęto dwa projekty badawcze*”? Należy wprost napisać, że zespół Doktorantki otrzymał dwa projekty badawcze.
29. Źle wyglądają samotne pozostawione 3 wiersze na str. 5 (Może zredukować wykaz skrótów?, CTI, UD w pracy występują tylko 1 raz, są też skróty oczywiste, np. NASA, ISO, ASTM). Puste strony 27, 53, 139, 174 też źle wyglądają.
30. Recenzent proponuje przemysleć dwuwierszowy nagłówek na każdej stronie, zabiera z każdej strony 2 wiersze tekstu. Jeśli już, to lepiej zredukować do jednego wiersza, skrótowno oraz może dodać skrócony tytuł rozdziału którego dotyczy strona.
31. Sugeruje się zastąpienie słowa „zbrojenie” (użyto ok 10 razy w pracy), słowem „wzmocnienie”, w kontekście kompozytu wzmocnionego włóknami. Tym bardziej, że w pracy Autorka używa określenia „przemysł zbrojeniowy”.
32. Rozdział 6, Podsumowanie jest zbyt obszerny, zajmuje 14 stron ciągłego tekstu. Może wprowadzać podrozdziały, oraz zredukować wątki poruszone wcześniej, np. we wstępie albo, redukcja wątków których miejsce jest gdzie indziej, np. że „obecność wilgoci może prowadzić do odparowania w trakcie procesu utwardzania, co skutkuje powstawaniem pęcherzy...”, ten wątek i tym podobne to w metodologii przygotowania próbek, a sprawa wilgoci ze względu na oczywistość może zostać pominięta w pracy. Recenzent zdaje sobie sprawę, że praca zawiera ogromną gamę różnorodnych badań, ale ten rozdział powinien być zredukowany.
33. W spisie literatury znaleziono zaledwie 4 normy ISO, bez norm ASTM, które to słusznie Autorka promuje w pracy. W tekście pracy znajduje się też znacznie więcej norm ISO których brak w spisie literatury. Może mieć to uzasadnienie, gdyż Autorka korzysta z gotowych opracowań dotyczących tych norm i dzięki temu nie rozbudowuje w bardziej spisu treści? Recenzent sugeruje wyszczególnienie wszystkich użytych w pracy norm, a zwłaszcza związanych z wymogami dotyczącymi właściwości materiałów kompozytowych przeznaczonych do pracy w warunkach kriogenicznych.
34. Recenzent sugeruje zrewidowanie podejścia do możliwości zastosowania włókien bazaltowych. Faktem jest, że nie stosuje się włókien bazaltowych do wytwarzania zbiorników wysokociśnieniowych ze względu na ich rozrzuty w wytrzymałości. Nie ma firmy, która zbiorniki wzmocnione bazaltem wytwarza komercyjnie. Przyczynę tego stanu jest zanieczyszczona skała bazaltowa oraz możliwość użycia wadliwego włókna. Ta sprawa powinna być zasygnalizowana w początkowej części żeby nie nastawiać czytelnika przesadnie pozytywnie do włókien bazaltowych, co ma miejsce w naszym kraju. Użycie włókien aramidowych też powinno mieć uzasadnienie w części początkowej pracy. Choć może badania kriogeniczne wspomnianych włókien przyniosą nieoczekiwane spostrzeżenia?
35. Warto wspomnieć o przyjętej technice wycinania próbek oraz skomentować lub sprawdzić wpływ cięcia na powstawanie uszkodzeń na brzegach próbki, które często przyjmuje rolę karbu.

Pytania szczegółowe wymagające wyjaśnienia:

1. Proszę uzasadnić wybór tematyki rozprawy doktorskiej, jeśli to możliwe uchylić kulisy zainicjowania pracy dotyczącej kompozytów polimerowych przeznaczonych do pracy w warunkach kriogenicznych, odnosząc się do aktualnych wyzwań naukowych i technologicznych, ograniczeń istniejących rozwiązań materiałowych oraz potrzeb przemysłowych, potencjalnego znaczenia opracowanych wyników dla rozwoju nowoczesnych zastosowań inżynierskich.
2. Czy rozważała Pani alternatywne, inne materiały (np. inne matryce, włókna, materiały kompozytowe) i dlaczego ostatecznie nie zostały wybrane lub wspomniane, np. wykorzystywana do dziś w Spółce IZO-ERG bawełna, żywice fenolowe, może polietylen wysokocząsteczkowy (Dyneema, Spectra)?
3. Co sprawia, że materiały kompozytowe w temperaturach kriogenicznych stają się bardziej kruche i jakie zjawiska zachodzące w ich strukturze i prowadzą do powstawania mikropęknięć? Czy można coś więcej powiedzieć niż zawarto w pracy?

4. Główne osiągnięcia pracy

Przedłożona do recenzji rozprawa doktorska, pomimo małych niedociągnięć, jest pracą bardzo wartościową, a po drobnej korekcie i uzupełnieniu powinna być opublikowana np. w formie monografii.

Osiągnięciem naukowym niniejszej pracy jest wyselekcjonowanie optymalnego rozwiązania materiałowego spośród przyjętych ośmiu różnych kompozycji żywic, obejmujących żywicę epoksydową, utwardzacz, rozpuszczalnik i katalizator, a także określenie parametrów procesowych prowadzących do wytworzenia laminatu epoksydowo-szklanego o zoptymalizowanych właściwościach mechanicznych, termicznych i elektrycznych. Opracowanie wielowarstwowego materiału kompozytowego o dobrych parametrach użytkowych ma ścisły związek z założeniami ścieżki doktoratu tzw. wdrożeniowego, poszerzyło ofertę handlową firmy, bezpośrednio zwiększając jej konkurencyjność na rynku globalnym. Wprowadzenie nowego asortymentu przez Spółkę IZO-ERG wzbogaciło portfolio w zakresie nowoczesnych materiałów przyszłości wytwarzanych w Polsce, przyczyniając się jednocześnie do wzrostu prestiżu przedsiębiorstwa oraz umocnienia jego pozycji zarówno na rynku krajowym, jak i międzynarodowym. Na te osiągnięcia praca Doktorantki miała wpływ co jest kluczowe w ocenie.

Szczegółowe osiągnięcia recenzowanej rozprawy przedstawiają się następująco:

1. Wyselekcjonowanie na drodze badań optymalnego materiału kompozytowego do kriogeniki, w tym określenie parametrów procesowych prowadzących do wytworzenia materiału epoksydowo-szklanego o dobrych właściwościach jednocześnie mechanicznych, termicznych i elektrycznych, udowadniając postawioną tezę i realizując cel badań.
2. Wykorzystano oryginalne, współczesne metody badawcze stanowiące obszerną paletę ok. 15 różnych typów badań, co znacznie przekracza wymagany zakres pracy.
3. Sformułowano założenia związane z recyklingiem odpadów produkcyjnych badanych żywic i związanych odczynników oraz produktów.
4. Opanowano i przeprowadzono analizę LCA żywic w szczególności np. „*od kołyski do kołyski*” (zamknięty obieg materiałów).
5. Prace badawcze zostały opublikowane w około 22 publikacjach, głównie o zasięgu międzynarodowym.
6. Ubiegano się z sukcesem o granty badawcze, w pracy wspomniano o trzech.
7. Rozwijana jest współpraca z przemysłem i ośrodkami zagranicznymi, zostały odbyte i są planowane staże zagraniczne Doktorantki.
8. Efekty pracy przełożyły się na rozszerzenie zakresu działalności i wdrożeń w Spółce IZO-ERG.

Przeprowadzone badania własne i analizy pozwoliły na realizację założonych celów, wnosząc szereg nowych aspektów do dyscypliny inżynierii materiałowej. Przeprowadzone badania i ich dyskusja stanowią ważny wkład do oceny i wdrożenia kompozytowych materiałów polimerowych do zastosowań kriogenicznych dla szerokiego przemysłu krajowego. Podwyższenia parametrów użytkowych materiałów oraz osiągnięcia znacznych oszczędności wynikających z redukcji masy konstrukcji kriogenicznych. Poprzez wdrożenie wyników badań zebranych w ramach niniejszej pracy, zyskano cenną wiedzę na temat zależności, jakie występują podczas użytkowania materiałów kompozytowych

w warunkach kriogenicznych. Autorka pracy przyczyniła się do zwiększenia wiedzy i świadomości na temat warstwowych materiałów kompozytowych wzmacnianych włóknami do zastosowań w niskich temperaturach i kriogenicznych. Obszerna w pracy analiza oceny cyklu życia oraz analiza śladu węglowego mają kluczowe znaczenie zarówno dla przedsiębiorstw przemysłowych, jak i dla klientów końcowych. Z perspektywy klientów wyniki LCA i obliczenia śladu węglowego stanowią gwarancję, że produkt spełnia określone normy środowiskowe, co potwierdzają certyfikaty i etykiety ekologiczne, a tym samym umożliwiają podejmowanie świadomych decyzji zakupowych.

Niniejsza rozprawa doktorska stanowi istotny wkład w rozwój wiedzy na temat wielowarstwowych materiałów kompozytowych o specjalnych zastosowaniach, wypełniając tym samym istniejącą lukę dotyczącą ich możliwości aplikacyjnych w warunkach kriogenicznych. Założony cel pracy został osiągnięty, jedno z najlepszych nowo opracowanych rozwiązań materiałowych zostało wytworzone w warunkach przemysłowych, przebadane i skierowane do produkcji. Wdrożone rozwiązanie opracowanego materiału kompozytowego przeznaczonego do pracy w ekstremalnie niskich temperaturach na skalę przemysłową nie zakończyło prac badawczych. Planowany jest kolejny cykl badań nad materiałami kriogenicznymi w postaci rur epoksydowo-szklanych. Rosnące zainteresowanie zastosowaniem ww. rur w długotrwałych warunkach kriogenicznych wymaga dostosowania metod badawczych, testowania różnych kompozycji żywicy oraz oceny możliwości modyfikacji linii technologicznej, co wiąże się z koniecznością opracowania nowych procedur badawczych, zapewnienia powtarzalności wyników i dostosowania procesów produkcyjnych do specyficznych wymagań środowiska kriogenicznego.

5. Podsumowanie

Jak już zaznaczono wielokrotnie powyżej, praca jest przygotowana perfekcyjnie, może służyć za wzorzec dla innych doktorantów.

W pracy jasno określono cele, zakres pracy oraz sformułowano tezę, którą ostatecznie udowodniono. Należy tu wspomnieć o przedstawionych doskonałych schematach blokowych przeprowadzonych badań w ramach etapu I i II - rys. 7 i 8 oraz opisowo etap III, który obejmował wytworzenie wyselekcjonowanego, najlepszego materiału kompozytowego w skali przemysłowej oraz jego wdrożenie.

Temat rozprawy doktorskiej podjęty przez Panią mgr inż. Annę Krzak - pt. *Struktura i własności wielowarstwowych materiałów kompozytowych aplikowanych w warunkach kriogenicznych*, jest tematem nowym, oryginalnym, trudnym, ale także o dużym znaczeniu naukowym, przede wszystkim aplikacyjnym, czy wdrożeniowym ze względu na rosnące zapotrzebowanie w powiązanym przemyśle. Wykorzystanie, czy użytkowanie kompozytowych materiałów do zastosowań kriogenicznych ma, szczególnie w Polsce, znamiona *high tech*. Niewiele jest krajowych prac zgłębiających ten temat, a w szczególności o tak dużym i współczesnym aspekcie praktycznym. Dlatego należy mieć dystans do drobnych potknięć Autorki, z których większość przedstawiono powyżej. Należy podkreślić, że w Polsce nie ma dobrych wzorców opracowań dotyczących praktycznego wytwarzania kompozytowych materiałów do zastosowań kriogenicznych i metod ich przetwórstwa. Recenzowana praca doktorska według mojej wiedzy jest pierwszą tego typu, a po pewnym przereklamowaniu i uzupełnieniu mogłaby spełnić znaczącą rolę popularyzacyjną i poznawczą w naszym przemyśle, no i nauce. Doktorantka miała dostęp do unikatowej wiedzy praktycznej zespołu głównie Spółki IZO-ERG i w pełni to wykorzystała. Praca też ujawnia silny związek i zaangażowanie Doktorantki w pracach firmy IZO-ERG. Bardzo często Autorka zwraca uwagę na sprawy wdrożeniowe, a także organizacyjne w Spółce, którą wywołuje w pracy ok. 10 razy. Praca i jej publikacja, może w innej formie, z pewnością przyczyni się do rozwoju zagadnień związanych z zaawansowanym przetwórstwem polimerowych materiałów kompozytowych wzmacnianych włóknami do zastosowań kriogenicznych. Autorka ujawnia że prowadzone będą badania nad kriogenicznym systemem obciążeniowym oraz wpływem chemicznych oddziaływań wodoru na kompozyty, co szczególnie interesuje Recenzenta.

Rozprawa doktorska zawiera oryginalne osiągnięcia techniczne, technologiczne i badawcze Pani mgr inż. Anny Krzak, które zostały opublikowane w 22 znalezionych pracach, zespołowych o zasięgu międzynarodowym, w większości których Autorka jest na pierwszym miejscu wśród autorów. Sumaryczny IF = 32. Doktorantka legitymuje się sporo ponad wymaganym dorobkiem naukowym: liczba cytowań Autorki – 67, indeks H = 4. Mając na uwadze powyższe należy stwierdzić, że dorobek naukowy Doktorantki jest w tym zakresie bardzo wysoki w obecnej rzeczywistości, wyczerpująco

spełniający wymagania stawiane doktorantom. Stąd wniosek, że formalnie Autorka spełnia wyczerpująco kryteria wymagane przy obronie swojej pracy oraz spełnia kryteria wymagań wniosku ubiegania się o wyróżnienie składanym przez recenzenta, o czym forlanie poniżej. Należy podkreślić, że jest to tzw. doktorat wdrożeniowy. Doktoranci tej ścieżki nie legitymują się tak znakomitymi osiągnięciami bibliometrycznymi ze względu na ograniczenia czasowe. Ta sprawa dodatkowo wysuwa Doktorantkę po wyróżnienie.

Autorka ponadto wykazała się umiejętnościami planowania i obsługi eksperymentu oraz prowadzenia zaawansowanych prac laboratoryjnych czy technologicznych z wykorzystaniem nowoczesnych, oryginalnych metod, unikatowych w skali kraju. Podjęta tematyka badawcza jest oryginalna, o dużym znaczeniu poznawczym w zakresie inżynierii materiałowej. Badania wykonane w ramach pracy wykazują, że opracowanie autorskiego rozwiązania materiałowego w postaci kompozytu wielowarstwowego o osnowie duroplastycznej, charakteryzującego się wysokimi właściwościami mechanicznymi, termicznymi i elektrycznymi oraz stabilnością w szerokim zakresie temperaturowym środowiska pracy, przełoży się na wydłużenie czasu eksploatacji i niezawodność gotowych produktów aplikowanych w warunkach kriogenicznych.

6. Wniosek końcowy

Przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska Pani mgr inż. Anny Krzak z Politechniki Śląskiej, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Laboratorium Naukowo-Dydaktyczne Nanotechnologii i Technologii Materiałowych, pt. *Struktura i własności wielowarstwowych materiałów kompozytowych aplikowanych w warunkach kriogenicznych*, **stanowi dorobek naukowy i istotny wkład w rozwój dyscypliny naukowej Inżynieria Materiałowa**. Oceniana praca doktorska jest wystarczająca i **spełnia warunki** dotyczące nadania stopnia naukowego doktora w dyscyplinie **Inżynieria Materiałowa** określone przez Ustawę z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U. 2024r., poz. 1571) Art. 187. **Stawiam wniosek o dopuszczenie Pani mgr. inż. Anny Krzak do dalszych etapów przewodu doktorskiego na podstawie dysertacji pt. *Struktura i własności wielowarstwowych materiałów kompozytowych aplikowanych w warunkach kriogenicznych*, w dyscyplinie naukowej Inżynieria Materiałowa.**

Prof. Wojciech Błażejowski

/podpis odręczny/

7. Wniosek o wyróżnienie Pracy Doktorskiej

Zgodnie z Uchwałą Nr 43/2023 Senatu Politechniki Śląskiej, z dnia 25 września 2023 r. w sprawie Regulaminu w zakresie nadania stopnia doktora, § 13, Wyróżnienie rozprawy doktorskiej, Doktorantka **Pani mgr. inż. Anna Krzak** spełnia niezbędne wymagania, tzn. powyższa recenzja jest wysoce pozytywna, podkreśla wysoką wartość merytoryczną recenzowanej pracy doktorskiej, wyniki zebrane przez Doktorantkę zostały opublikowane w formie prac oryginalnych w recenzowanym czasopiśmie naukowym mającym tzw. Impact Factor, przy czym Autorka w większości opublikowanych prac znajduje się na pierwszym miejscu. Należy zaznaczyć, że takich prac spełniających powyższy warunek znajduje się na koncie Autorki ponad 10.

Podsumowując, na podstawie przedstawionej powyżej recenzji niniejszym stawiam **wniosek o wyróżnienie rozprawy doktorskiej Pani mgr. inż. Anny Krzak z Politechniki Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny Laboratorium Naukowo-Dydaktyczne Nanotechnologii i Technologii Materiałowych, pt. *Struktura i własności wielowarstwowych materiałów kompozytowych aplikowanych w warunkach kriogenicznych*.**

Prof. Wojciech Błażejowski

/podpis odręczny/