

prof. dr hab. inż. Krzysztof Siodła
Politechnika Poznańska
Wydział Inżynierii Środowiska i Energetyki
Instytut Elektroenergetyki
Zakład Wysokich Napięć i Materiałów Elektrotechnicznych
ul. Piotrowo 3A
60-965 Poznań
e-mail: krzysztof.siodla@put.poznan.pl
tel.: 61-665 2279

Poznań, 24.03.2025

SEKRETARIAT
Rady Dyscypliny AEEITK

Wpłynęło dnia 4. 04. 2025

Zarejestrowano pod nr 510-14-F/14

Podpis [signature]

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Anny Dądy pt.:

**„Analiza wpływu wybranych nanonapełniaczy nieorganicznych
na parametry dielektryczne jednorodnych
i modyfikowanych gradientowo nanokompozytów epoksydowych
dla zastosowań wysokonapięciowych”**

1. Podstawa formalna wykonania recenzji

Recenzja pracy doktorskiej mgr inż. Anny Dądy, pod tytułem *„Analiza wpływu wybranych nanonapełniaczy nieorganicznych na parametry dielektryczne jednorodnych i modyfikowanych gradientowo nanokompozytów epoksydowych dla zastosowań wysokonapięciowych”* została przygotowana na zlecenie Przewodniczącego Rady Dyscypliny Automatyka, Elektronika, Elektrotechnika i Technologie Kosmiczne, dr hab. inż. Ryszarda Sroki, prof. AGH, z dnia 7 stycznia 2025 r. Promotorem rozprawy jest dr hab. inż. Paweł Zydrón, a promotorem pomocniczym jest dr inż. Maciej Kuniewski. Pracę do recenzji otrzymałem w dniu 23 stycznia 2025 r.

KS

2. Ocena aktualności podjętej tematyki

Urządzenia elektroenergetyczne wysokiego napięcia, pracujące w systemach energetycznych różnych krajów, budowane są na coraz wyższe napięcia robocze. Obecnie w Chinach eksploatowane są urządzenia (stacje elektroenergetyczne i linie przesyłowe) na napięcia znamionowe o wartości 1,2 MV. Stosowane w nich materiały izolacyjne muszą charakteryzować się coraz lepszą jakością, wytrzymałością elektryczną i, między innymi, odpornością na procesy starzeniowe, co zapewni tym urządzeniom wieloletnią, bezawaryjną eksploatację. W wielu laboratoriach badawczych, zajmujących się inżynierią nanomateriałów, prowadzone są intensywne prace nad opracowaniem nowych materiałów elektroizolacyjnych, o właściwościach, na które można mieć wpływ, prowadząc odpowiedni proces produkcyjny tych materiałów.

Jedną z metod otrzymywania materiałów izolacyjnych o pożądanych właściwościach jest dodanie nanonapełniaczy do materiału bazowego w celu uzyskania materiału kompozytowego o zmodyfikowanych parametrach dielektrycznych, takich jak wytrzymałość elektryczna U_p , rezystywność skrośna ρ_v , współczynnik strat dielektrycznych $tg\delta$, współczynnik przenikalności elektrycznej względnej ϵ_w , obecność (lub nie) wyładowań niezupełnych, obecność (lub nie) ładunku przestrzennego w materiale izolacyjnym itp. Materiałem bazowym była żywica epoksydowa, a nanonapełniaczami cztery materiały o różnych rozmiarach nanocząstek.

Celem wykonanych przez Doktorantkę badań było sprawdzenie wpływu wybranych nanonapełniaczy nieorganicznych na właściwości dielektryczne materiałów izolacyjnych kompozytowych oraz możliwość zastosowania zjawiska elektroforezy w celu uzyskania materiałów izolacyjnych o gradientowo zmieniających się właściwościach. Pozwala to na stopniową zmianę parametrów materiałów elektroizolacyjnych, bez skokowej ich zmiany występującej na granicy dwóch różnych materiałów użytych w urządzeniu wysokiego napięcia. Zastosowanie nanonapełniaczy do wytworzenia polimerowych materiałów o gradientowej zmianie właściwości, jest stosunkowo nowym pomysłem, co wymaga jeszcze wielu badań i analiz. Rozwiązaniem zagadnień związanych z prowadzeniem procesu technologicznego otrzymywania tego typu materiałów, zajęła się Doktorantka w swej działalności naukowej i badawczej. Efektem tego jest praca doktorska będąca przedmiotem obrony.

Reasumując, uważam, że tematyka rozprawy i jej cel obejmuje problemy aktualne i wymagające naukowego wyjaśnienia. **Uważam więc, że podjęcie przez Doktorantkę tej**

tematyki jest trafne i uzasadnione, zarówno z naukowego jak i technicznego punktu widzenia.

3. Cel, zakres i najważniejsze osiągnięcia rozprawy

Przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska należy do grupy prac eksperymentalnych. Praca jest bardzo obszerna i ma łącznie 282 strony. Składa się ze streszczenia w języku polskim i angielskim, wykazu stosowanych oznaczeń i skrótów, 7 rozdziałów oraz spisu literatury, kart katalogowych i norm obejmującego 304 pozycje. Doktorantka jest współautorką 5 z tych artykułów [48-52], w tym dwóch o zasięgu światowym (Energies), dwóch o zasięgu krajowym (Przegląd Elektrotechniczny) oraz jednego referatu opublikowanego w materiałach konferencji krajowej. Rozprawa doktorska zawiera także załącznik, składający się z dwóch rozdziałów (łącznie 40 stron), w których znajdują się wyniki pomiarów zestawione w tablicach, wykresy wykonane na podstawie tych wyników oraz opisana jest procedura numeryczna użyta do oszacowania wartości rezystywności skrośnej.

W swej rozprawie, we wstępie, Doktorantka omówiła zagadnienie wytwarzania i badania nowych materiałów elektroizolacyjnych o modyfikowanych właściwościach. W rozdziale tym znalazły się także dwie tezy rozprawy doktorskiej, które Doktorantka udowodniła w swoich badaniach.

W rozdziale drugim i trzecim Doktorantka szczegółowo opisała nanodielektryki jako materiały, które mogą być użyte w konstrukcji urządzeń elektroenergetycznych wysokiego napięcia. Scharakteryzowała zależności występujące pomiędzy strukturą materiału kompozytowego, a jego właściwościami. Opisała fizyczne podstawy zjawiska polaryzacji dielektryków, przenikalności elektrycznej, stratności dielektrycznej i prądów płynących w materiale izolacyjnym.

W rozdziałach czwartym i piątym Doktorantka opisała sposoby wytwarzania próbek nanokompozytowych oraz stanowiska badawcze używane do pomiarów poszczególnych parametrów używanych materiałów elektroizolacyjnych.

Rozdział szósty zawiera opis wyników uzyskanych badań i ich analizę. Szczegółowe wyniki badań zawarte są w załącznikach wchodzących w skład pracy doktorskiej.

Siódmy rozdział rozprawy to podsumowanie wykonanych badań, wnioski końcowe oraz krótki opis możliwych zastosowań opracowanych i przebadanych materiałów.

Rozprawa doktorska zawiera także spis literatury, oraz dwa załączniki zawierające tabelaryczne zestawienie wyników przeprowadzonych badań i ich opracowanie graficzne, co opisałem na początku tego rozdziału mojej recenzji.

4. Ocena sposobu edycji pracy i uwagi formalne

Przedstawiona do recenzji praca doktorska przygotowana została w sposób bardzo poprawny i staranny, chociaż można w niej znaleźć nieliczne usterki typu edycyjnego. Zamieszczone zdjęcia, rysunki, wykresy i tablice są bardzo wyraźne, przejrzyste i wykonane z należytą starannością. Praca napisana została poprawnie pod względem językowym. Usterki edycyjne, interpunkcyjne i stylistyczne, które zaznaczyłem w otrzymanym egzemplarzu rozprawy doktorskiej, nie podważają pozytywnej oceny pracy. Uwagi formalne dotyczące sposobu napisania rozprawy doktorskiej i jej treści są następujące:

1. Na stronie numer 7, w spisie treści, w punkcie 2.4.4, a potem także w pracy w odpowiednich podrozdziałach, na przykład na stronie 38, Doktorantka używa nazw związków chemicznych zgodnie z zaleceniami IUPAC (ang. *International Union of Pure and Applied Chemistry*, Międzynarodowa Unia Chemii Czystej i Stosowanej), np. tritlenek diglinu, a obok tego używa nazw polskich, np. dwutlenek tytanu, czy tytanian baru. Brak tu jest pewnej konsekwencji w stosowanym nazewnictwie związków chemicznych.
2. Na stronie numer 10, w „Wykazie oznaczeń i skrótów” Doktorantka napisała, że współczynnik ε to „przenikalność elektryczna bezwzględna”. W rzeczywistości współczynnik ε to iloczyn $\varepsilon = \varepsilon_0 \cdot \varepsilon_r$, a przenikalność elektryczna bezwzględna (czyli przenikalność próżni) oznaczana jest jako ε_0 . Poprawnie napisano to na stronie 67.
3. Na stronie nr 21 Doktorantka napisała „...umożliwić zrównoważone zasilanie elektrowni...”. Jak należy interpretować to sformułowanie? To raczej elektrownie zasilają system elektroenergetyczny, a nie odwrotnie. Oczywiście z wyłączeniem sytuacji, gdy po tzw. „blackoucie” należy uruchomić elektrownię zasilając ją z zewnętrznego źródła energii.
4. Na stronie nr 22 rozpoczyna się rozdział numer 2.3, a na stronie nr 24 znajduje się podrozdział o numerze 2.3.1. Jeżeli Doktorantka zaplanowała podział rozdziału na podrozdziały, to numer i tytuł pierwszego podrozdziału powinien pojawić się tuż pod numerem rozdziału głównego. Można było, na przykład wprowadzić podrozdział „2.3.1. Wprowadzenie” i odpowiednio zmienić numerację kolejnych podrozdziałów. To samo

- dotyczy rozdziału numer 2.3.5 i dalszych. Poprawnie zrobiono to na stronie 103, wprowadzając kolejno po sobie numerację rozdziałów 6, 6.1, 6.1.1 i 6.1.1.1.
5. Strona nr 24, druga linia od góry – jest „... przyczynić się dokładniejszego...”. Brakuje słowa „do”.
 6. Strona nr 34, pierwsza linia od góry – sformułowanie „Wokół jądra po orbitach krążą ujemnie naładowane elektrony.” dotyczy modelu atomu zaproponowanego w roku 1913 przez Nielsa Bohra. Obecnie przyjmuje się model atomu zaproponowany w roku 1926 przez Ernsta Rutherforda. Model ten opiera się na pojęciach funkcji falowej i tzw. orbitalach atomowych, czyli przestrzeni wokół jądra atomowego, w której z największym prawdopodobieństwem możliwe jest występowanie elektronów. Elektrony opisywane są zarówno jako cząstki (korpuskuły) oraz fale.
 7. Strona nr 40, Tabela 2.1 – rezystywność skrośna ρ_v , wyrażana jest w jednostkach $[\Omega \cdot m]$, a nie w $[\Omega/cm]$.
 8. Strona 41, Tabela 2.2 – jest „Gęstość w temp. 25°C”. Litera „C” powinna być napisana jako wielka.
 9. Strona 43, szósta linia od góry – napięcie przebicia wyraża się w [kV], natomiast wartość „16,125 kV/cm” należałoby opisać jako natężenie pola elektrycznego (wyrażanego właśnie w [kV/cm]), przy którym nastąpiło przebicie elektryczne badanego materiału.
 10. Strona 45, Tabela 2.3 – jednostka przewodności cieplnej powinna być zapisana jako $[W/(m \cdot K)]$ – metr, a nie centymetr. Ponadto sposób w jaki Doktorantka napisała tę jednostkę można błędnie odczytać jako $\left[\frac{W}{cm} \cdot K\right]$. Podobnie powinien wyglądać zapis jednostki ciepła właściwego, z kilogramem, a nie gramem. Także rezystywność SiO_2 powinna być podana z jednostką $[\Omega \cdot m]$ a nie $[\Omega \cdot cm]$.
 11. Strona 95, wzór 5.8 – w rozwinięciu tego wzoru brakuje w liczniku podstawienia wartości współczynnika $B = 1$.
 12. Strona 104, linia 8 od góry – jest „... pomiarów...”, powinno być „... badań...”.
 13. Strona 170 – jest „...mikroszkodzeń...”, powinno być „...mikrouszkodzeń...”.
 14. Strona 178 – błąd stylistyczny – jest „...i mogą uczestniczą w transporcie ładunku...”.
 15. Strona 187 i dalsze – skoro obszary, w których wykonano pomiary parametrów dielektrycznych w próbkach gradientowych, na rysunku 5.6 oraz w tabeli 6.19 i dalszych (a także w Załączniku Z), oznaczono kolejnymi cyframi w okręgach (①-⑨), to na odpowiadających im rysunkach, od 6.60 i dalszych, w legendach tych rysunków należało

zastosować takie same oznaczenia, to znaczy ①-⑨. W podpisach pod tymi rysunkami brak informacji, co oznaczają kolorowe krzywe opisane cyframi od 1 do 9.

16. Strona 203 – u góry strony, Doktorantka w treści swojej rozprawy, napisała, że mierzyła i opisywała rezystancję skrośną $R_v(t)$ badanych próbek, natomiast w podpisie pod rysunkiem 6.75 znajduje się symbol $R_s(t)$, rezystancja powierzchniowa?
17. Strony 207-210 – w podpisach pod rysunkami, słowo „Rys.” i numer kolejnego rysunku napisano pismem niepogrubionym, podczas gdy w całej pracy te fragmenty podpisów Doktorantka pisała czcionką pogrubioną (ang. *Bold*).
18. Strona 213, wzór 6.3 – w opisie zmiennych występujących w tym wzorze, Doktorantka napisała, że „ T ” jest temperaturą wyrażoną w [°C]. Przyjmuje się jednak, że litera „ T ” oznacza temperaturę bezwzględną wyrażoną w [K], a temperaturę w [°C] powinno się oznaczać małą literą theta „ θ ”. Poprawnie Doktorantka napisała to na stronach 203 i 204. Podobny błąd występuje na rysunkach 6.87, 6.88 i 6.89 – na osi temperatury podano jednostkę w [°C], a w podpisie pod rysunkami opisano temperaturę jako „ T ”.
19. Inne, drobne usterki edycyjne i stylistyczne zaznaczyłem bezpośrednio w tekście rozprawy doktorskiej, którą dostałem do recenzji i mogę ją udostępnić Doktorantce do wglądu.

5. Uwagi dyskusyjne

W trakcie recenzowania przedstawionej rozprawy doktorskiej, nasunęły mi się następujące uwagi, o wyjaśnienie których proszę Doktorantkę.

1. W swej rozprawie doktorskiej na stronie nr 101, Doktorantka opisała sposób przygotowania próbek badanych materiałów. Przygotowując próbki do badań przy użyciu elektronowego mikroskopu skaningowego (FE-SEM), wykonywano tzw. przełomy próbek. Czy wymagało to zamrożenia próbek w ciekłym azocie, jak robi się to na przykład z próbkami materiałów polimerowych, np. polietylenem, czy też łamanie próbek wykonywano w temperaturze pokojowej? Czy przygotowane próbki są na tyle twarde, że w procesie wykonywania przełomów nie następuje zniekształcenie powierzchni próbek w miejscu przełomu? **Proszę o komentarz.**
2. Na stronie nr 170 Doktorantka wymienia i opisuje, powołując się na pozycje literaturowe o numerach [57] i [186], mechanizmy przebicia elektrycznego, które mogą występować w dielektrykach stałych. Wymienia, między innymi, przebicie elektromechaniczne oraz

przebiecie w wolnych objętościach. O mechanizmach tych nic nie piszą inni naukowcy zajmujący się techniką wysokich napięć. Na przykład w książkach:

[1] Florkowska B., Furgał J., Technika wysokich napięć. Podstawy teoretyczne i laboratorium, Wydawnictwa AGH, Kraków 2017,

[2] Flisowski Z., Technika wysokich napięć, WNT Warszawa 2017,

autorzy wymieniają tylko mechanizm elektryczny (przebiecia istotnego), mechanizm cieplny i mechanizm jonizacyjno-starzeniowy, występujący gdy działają wyładowania niezupełne lub następuje starzenie cieplne i elektrochemiczne. Z kolei w książce

[3] Lidmanowski W., Zarys teorii wyładowań w dielektrykach, WNT Warszawa 1988,

autor wymienia cztery mechanizmy przebiecia, mianowicie: elektronowy, cieplny, jonizacyjny (związany z występowaniem wyładowań niezupełnych) oraz elektrochemiczny (starzeniowy).

Czy przytoczone przez Doktorantkę „przebiecie w wolnych objętościach” nie jest tym samym co przebiecie powodowane przez wyładowania niezupełne? **Proszę o komentarz.**

3. Na dole strony nr 184 Doktorantka napisała, cytując: „Lokalizacje trzech badanych charakterystycznych obszarów [...] przedstawiono na rysunku 5.15a w podrozdziale 5.2.1 rozprawy.”. Rysunek 5.15a, znajdujący się na stronie numer 102, przedstawia widok mikroskopu skaningowego, a w rozdziale 5.2.1, znajdującym się na stronie nr 90, opisano układ elektrod pomiarowych użyty do badania próbek jednorodnych. Jak powinien brzmieć ten fragment rozprawy? Czy dotyczy to rysunku 5.6 na stronie 93 i rozdziału 5.22 na stronach 91-93?
4. Podobnie na stronie nr 185, czwarta linia od góry strony, jest „... tabela 6.18),”, powinno być „... tabela 6.19),”. Także na stronie nr 193 Doktorantka napisała „... przedstawiono na rysunku 5.15b”, a powinno chyba być „...rysunku 5.6”?
5. Na stronie nr 192, w akapicie rozpoczynającym się od słów „Podobnie jak w przypadku...”, Doktorantka opisuje wyniki badań uzyskane w układzie elektrod „płaska-płaska”, ale odwołuje się do rysunków 6.66 i 6.70 oraz do tabeli 6.23, dotyczących układu elektrod „ostrze-płaska”. **Jak powinien być zapisany ten fragment pracy?**
6. Na stronie nr 211 Doktorantka pisze, cytując: „... wartość maksymalna i dynamika przebiegu prądu $i_v(t)$ zmieniają się w zależności od przyłożonego napięcia”. Przyłożone napięcie było równe 10 kV, co podano w podpisie i legendzie rysunków 6.76, 6.77 i 6.78. Powinno chyba być „...od czasu przyłożonego napięcia”?

KS

7. Na stronie 214 w tabeli 6.25 Doktorantka podaje, że dla stali nierdzewnej stała dielektryczna ϵ_r (współczynnik przenikalności elektrycznej względnej), wynosi 1. Współczynnik ϵ_r ma wartość równą dokładnie 1 tylko dla próżni! Ponadto dla materiałów przewodzących, jakim jest stal nierdzewna, nie można wyznaczyć współczynnika ϵ_r – materiały przewodzące nie mają tego parametru. Współczynnik ϵ_r wyznaczany jest przez porównanie pojemności kondensatora wypełnionego badanym materiałem dielektrycznym (a nie przewodzącym!), z pojemnością takiego samego kondensatora, ale z próżnią pomiędzy jego okładzinami (elektrodami). Jeżeli pomiędzy okładziny (elektrody) kondensatora włożymy materiał przewodzący (np. próbkę ze stali nierdzewnej), to spowodujemy zwarcie elektrod i nie wyznaczymy pojemności takiego kondensatora.

Przedstawione uwagi dyskusyjne i wskazane usterki edytorskie w najmniejszym nawet stopniu nie umniejszają pozytywnej oceny pracy jako całości. W przedłożonej rozprawie doktorskiej Doktorantka przedstawiła swój dorobek naukowy, wykazała się znacznym zasobem wiedzy na omawiany temat, umiejętnością prowadzenia badań naukowych, logicznego przedstawienia wyników swoich badań oraz naukowego wnioskowania. Rozprawa stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego, a jej część, w której zawarto teoretyczny opis zagadnienia wykazuje, że Doktorantka posiada odpowiednią wiedzę w dyscyplinie naukowej elektrotechnika, w dziedzinie nauk technicznych. Szczególnie podkreślić należy bardzo dużą liczbę wykonanych pomiarów i bardzo staranne opracowanie wyników uzyskanych w rezultacie przeprowadzonych badań. Praca prezentuje wysoki poziom merytoryczny, Doktorantka zastosowała w swojej pracy oryginalne metody badawcze, a rezultaty badań opublikowała w renomowanych czasopismach technicznych o zasięgu międzynarodowym (2x Energies) i krajowym (2x Przegląd Elektrotechniczny). Dlatego też stawiam wniosek o wyróżnienie rozprawy doktorskiej mgr inż. Anny Dądy pod tytułem „Analiza wpływu wybranych nanonapełniaczy nieorganicznych na parametry dielektryczne jednorodnych i modyfikowanych gradientowo nanokompozytów epoksydowych dla zastosowań wysokonapięciowych”. Zagadnienia naukowe opisane przez Panią mgr inż. Annę Dądę oraz wykonane przez Nią badania, w sposób wystarczający zaliczają się do dyscypliny automatyka, elektronika, elektrotechnika i technologie kosmiczne w dziedzinie nauk inżynieryjno-technicznych.

6. Wniosek końcowy

Uważam, że założony przez Doktorantkę cel rozprawy doktorskiej został osiągnięty, a w trakcie realizacji pracy Pani mgr inż. Anna Dąda wykazała się znaczną wiedzą w zakresie tematyki poruszanej w rozprawie. Wykazała się także umiejętnością rozwiązywania problemów naukowych oraz prowadzenia badań, zarówno samodzielnie jak i w zespole badawczym.

Uważam, że przedłożona do recenzji rozprawa doktorska mgr inż. Anny Dądy pt.: **„Analiza wpływu wybranych nanonapełniaczy nieorganicznych na parametry dielektryczne jednorodnych i modyfikowanych gradientowo nanokompozytów epoksydowych dla zastosowań wysokonapięciowych”** spełnia wymagania Ustawy z dnia 20 lipca 2018 roku Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dziennik Ustaw 2024 r., poz. 1571). **Praca doktorska mgr inż. Anny Dądy w sposób wystarczający zalicza się do dyscypliny naukowej automatyka, elektronika, elektrotechnika i technologie kosmiczne w dziedzinie nauk inżynieryjno-technicznych. Wnoszę o dopuszczenie rozprawy doktorskiej mgr inż. Anny Dądy do publicznej obrony. Wnoszę także o wyróżnienie rozprawy doktorskiej mgr inż. Anny Dądy.** Uzasadnienie wniosku o wyróżnienie pracy doktorskiej Doktorantki zawarłem w ostatnim akapicie punktu numer 5 mojej recenzji.



Krzysztof Siodła