

Załącznik nr 2

Dr inż. Konrad Szustakiewicz

Autoreferat

Politechnika Wroclawska

Wydział Chemiczny

Zakład Inżynierii i Technologii Polimerów

Wrocław, 2019

Spis treści

1. Dane personalne	3
2. Wykształcenie i stopnie naukowe.....	3
3. Doświadczenie zawodowe.....	3
4. Wskazanie osiągnięcia stanowiącego podstawę postępowania habilitacyjnego	4
4.1. Tytuł osiągnięcia naukowego	4
4.2. Publikacje i inne prace wchodzące w skład osiągnięcia naukowego	4
4.3. Omówienie celu naukowego prac i osiągniętych wyników wraz z omówieniem ich wykorzystania.....	6
4.3.1. Wprowadzenie.....	6
4.3.2. Cel badań.....	8
4.3.3. Szczegółowe omówienie badań i osiągniętych rezultatów.....	9
5. Omówienie pozostałych osiągnięć naukowo-badawczych.....	24
5.1. Przebieg pracy naukowej.....	24
5.2. Wskaźniki bibliograficzne.....	26
5.3. Konferencje naukowe.....	27
5.4. Patenty i zgłoszenia patentowe.....	29
5.5. Staże w ośrodkach naukowych.....	30
5.6. Wyróżnienia wynikające z prowadzenia badań naukowych	30
5.7. Realizacja projektów badawczych	31
5.8. Działalność recenzencka	33
5.9. Pozostała działalność.....	33

1. Dane personalne

Imię i nazwisko: Konrad Szustakiewicz
Miejsce pracy: Politechnika Wroclawska, Wydział Chemiczny, Zakład Inżynierii i
Technologii Polimerów
Stanowisko: Adiunkt

2. Wykształcenie i stopnie naukowe

10.2007 - 09.2011 **doktorat: Technologia Chemiczna**
dziedzina: nauki techniczne, w zakresie technologii chemicznej,
specjalność: technologia i inżynieria materiałów polimerowych
Politechnika Wroclawska, Wydział Chemiczny, Zakład Inżynierii i
Technologii Polimerów
Tytuł rozprawy doktorskiej "*Struktura i właściwości nanokompozytów z wtórnych tworzyw sztucznych*"
promotor: prof. dr hab. inż. Jacek Pięłowski

10.2002 - 07.2007 **studia magisterskie z Technologii Ochrony Środowiska**
Politechnika Łódzka, Wydział Chemiczny, Instytut technologii Polimerów
i Barwników
Tytuł pracy magisterskiej "*Nowe i przyjazne dla środowiska napelniacze elastomerów*"
promotor: dr Joanna Pietrasik

3. Doświadczenie zawodowe

09.2011 -9.2015 **asystent naukowo – dydaktyczny** w Zakładzie Inżynierii i Technologii
Polimerów na Wydziale Chemicznym Politechniki Wroclawskiej

10.2015 - obecnie **adiunkt naukowo – dydaktyczny** w Zakładzie Inżynierii i Technologii
Polimerów na Wydziale Chemicznym Politechniki Wroclawskiej

4. Wskazanie osiągnięcia stanowiącego podstawę postępowania habilitacyjnego

4.1. Tytuł osiągnięcia naukowego

Osiągnięciem naukowym wynikającym z art. 16 ust. 2 ustawy z dnia 14 marca 2003r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz. U. nr 65 poz. 595, z późniejszymi zmianami), jest jednotematyczny cykl publikacji naukowych pt. „*Wpływ modyfikacji fizycznej na strukturę i właściwości wybranych materiałów polimerowych i kompozytów*” składający się z 9 publikacji naukowych (A1-A9) i 1 patentu (A10).

4.2. Publikacje i inne prace wchodzące w skład osiągnięcia naukowego

[A1] B. Kryszak*, **K. Szustakiewicz***, B. Stępak, M. Gazińska A. Antończak

(* oznacza autora korespondencyjnego lub/i osobę odpowiedzialną za koordynowanie prac)

Structural, thermal and mechanical changes in poly(L-lactide)/hydroxyapatite composite extruded foils modified by CO₂ laser irradiation,

European Polymer Journal, vol. 114, 57-65, **2019**

(IF=3,741, 35 pkt. MNiSW, wkład habilitanta 35%)

[A2] **K. Szustakiewicz***, M. Gazińska, B. Kryszak, M. Grzymajło, J. Pigłowski, R. Wigłusz, M. Okamoto

The influence of hydroxyapatite content on properties of poly(L-lactide)/hydroxyapatite porous scaffolds obtained using thermal induced phase separation technique,

European Polymer Journal, vol. 113, 313-320, **2019**

(IF=3,741, 35 pkt. MNiSW, wkład habilitanta 40%)

[A3] **K. Szustakiewicz***, B. Stępak, A. Antończak, M. Maj, M. Gazińska, B. Kryszak, J. Pigłowski

Femtosecond laser-induced modification of PLLA/hydroxyapatite composite,

Polymer Degradation and Stability, vol. 149, 152-161, **2018**

(IF=3,386, 35 pkt. MNiSW, wkład habilitanta 30%)

[A4] **K. Szustakiewicz***, D. Czycz, R. Steller, J. Pigłowski

Delamination of sodium montmorillonite in the presence of melamine polyphosphate, *Polymers for Advanced Technologies*, 28 (12), 1551-1558, **2017**,

(IF=2,137, 30 pkt. MNiSW, wkład habilitanta 50%)

[A5] **K. Szustakiewicz***, K. Steller, J. Pigłowski,

Struktura i wybrane właściwości nanokompozytów poliamidu 6 z organofilizowanym montmorylonitem, *Polimery*, 7-8, 550, **2013**

(IF=0,713, 15 pkt. MNiSW, wkład habilitanta 80%)

- [A6] **K. Szustakiewicz**^{*}, B. Cichy^{*}, M. Gazińska, J. Pięłowski
Comparative study on flame thermal and mechanical properties of HDPE/clay nanocomposites with MPP or APP,
Journal of Reinforced Plastics and Composites, vol. 32, 1005, **2013**
(IF=1,188, 25 pkt. MNiSW, wkład habilitanta 60%)
- [A7] **K. Szustakiewicz**^{*}, B. Podlasiński, J. Pięłowski,
Nanokompozyty z mieszaniny odpadów PA6, PELD i warstwowych glinokrzemianów,
Przetwórstwo Tworzyw, 18, 666-670, **2012**
(7pkt MNiSW, wkład habilitanta 70%)
- [A8] **K. Szustakiewicz**^{*}, K. Tyrakowski, A. Kisiel, J. Pięłowski,
Wpływ warunków polaryzacji na właściwości piezoelektryczne kompozytów PVDF,
Modyfikacja Polimerów Stan I Perspektywy w roku 2015, Praca zbiorowa pod redakcją
Ryszarda Stellera i Danuty Żuchowskiej, str. 465-470, Wydawnictwo Tempo, Wrocław,
ISBN 978-83-86520-22-0, **2015**
(wkład habilitanta 60%)
- [A9] **K. Szustakiewicz**^{*}, M. Gazińska, M. Żabska, A. Kiersnowski, J. Pięłowski,
Palność nanokompozytów z wtórnych tworzyw termoplastycznych,
Tworzywa Sztuczne w Przemysle, nr 2, str. 46-48, ISSN 2082-6877, 2014
(wkład habilitanta 50%)
- [A10] **K. Szustakiewicz**, M. Gazińska, A. Kiersnowski, M. Żabska, J. Pięłowski, A.
Antończak, K. Abramski,
Nanokompozyty poliamidu 6 z glinokrzemianami warstwowymi oraz sposób ich wytwarzania”, patent polski nr 221190, **2016**
(wkład habilitanta wynikający z karty zgłoszenia patentowego to 25%)

4.3. Omówienie celu naukowego prac i osiągniętych wyników wraz z omówieniem ich wykorzystania

4.3.1. Wprowadzenie

Modyfikację fizyczną materiałów stosuje się w celu nadania im nowych właściwości, innych niż mają one pierwotnie. Modyfikacja fizyczna tworzyw polimerowych obejmuje szereg metod, z których najważniejsze to modyfikacja poprzez domieszkowanie dodatkami, m.in. barwnikami, środkami uniepalniającymi, antystatykami, napelniaczami, pigmentami, środkami przeciwdziałającymi starzeniu oraz utlenianiu, fotosensybilizatorami, modyfikatorami udarności, etc. W tych przypadkach, modyfikację przeprowadza się w stopie polimerowym, w wylączarkach lub mieszalnikach, lub technikami rozpuszczalnikowymi. Jedną z najważniejszych metod modyfikacji fizycznej jest domieszkowanie polimeru innym polimerem, w konsekwencji uzyskanie mieszaniny polimerowej.

Do modyfikacji fizycznej tworzyw zaliczyć należy również modyfikację powierzchni, celem nadania warstwie wierzchniej odpowiedniej zwilżalności (hydrofilowości lub hydrofobowości), chropowatości. W tym przypadku najczęściej stosuje się m.in. techniki laserowe, plazmę mikrofalową [1], lub naświetlanie lampami operującymi np. w zakresie UV [2,3]. Do metod modyfikacji fizycznej materiałów polimerowych zaliczyć należy również działanie pola elektrycznego [4,5], a także nadawanie im właściwości anizotropowych poprzez deformację mechaniczną (ang. *drawing*) [6], lub wylączanie w stanie stałym (ang. *solid state extrusion*) [7].

Główną tematyką badawczą, którą zajmuję się w ramach swojej pracy naukowej jest wprowadzanie dodatków (najczęściej napelniaczy) do polimerów z grupy termoplastów. Wyniki, które uzyskałem i uzyskuję mają charakter praktyczny i dotyczą głównie dwóch zagadnień:

- a) modyfikacji tworzyw termoplastycznych z wykorzystaniem warstwowych glinokrzemianów (nanokompozyty); zagadnienia te poruszam w artykułach [A4-A9], a także patencie [A10].
- b) wytwarzania materiałów do zastosowań w inżynierii tkankowej kości; zagadnienia te opisane są w artykułach [A1-A3],

Mój warsztat pracy obejmuje uzyskiwanie materiałów kompozytowych z wykorzystaniem dwuślimakowego wylączania współbieżnego. Koncepcja wylączania dwuślimakowego powstała jeszcze w latach 40-tych XX wieku, a pod koniec lat 50-tych XX wieku maszyna

została wprowadzona do produkcji [8]. Technika ta jest obecnie bardzo często stosowana zarówno w przemyśle tworzyw polimerowych, jak również w laboratoriach badawczych, dzięki czemu skalowanie procesu jest stosunkowo łatwe. Spośród szeregu zalet wytłaczania dwuślimakowego, wymienić należy intensywne mieszanie, krótki czas procesu, a ponadto jest to proces ciągły, dzięki czemu możliwe jest uzyskanie dowolnej ilości materiału. Wytłaczanie dwuślimakowe znajduje zastosowanie, gdy niezbędne jest uzyskanie równomiernego zdyspergowania i rozdrobnienia napełniaczy w polimerze, stąd bardzo często wykorzystuje się je do wytwarzania nanokompozytów.

Nanokompozyty polimerowe z delaminowanymi napełniaczami warstwowymi zostały pierwotnie wytworzone i opisane pod koniec lat 80-tych XX wieku w laboratoriach Toyoty w Japonii [8]. Od tego czasu zyskały olbrzymią popularność wśród naukowców z całego świata [9,10]. Mianem nanokompozytów określa się materiał polimer/napełniacz, gdzie przynajmniej jeden z wymiarów napełniacza mieści się w zakresie 1-100 nm. Podstawową cechą nanokompozytów jest stosunkowo niewielki udział napełniacza, stanowiący wagowo kilka procent (1-5%) [10], podczas gdy udział konwencjonalnych napełniaczy (mikrometrycznych) jest zwykle kilkudziesięcioprocentowy (20-60% wagowych). Przy niewielkim udziale napełniacza w nanokompozytach, uzyskuje się natomiast znaczny wzrost wskaźników wytrzymałościowych (moduł sprężystości, wytrzymałość na rozciąganie) [11]. Warunkiem uzyskania zwiększonych parametrów wytrzymałościowych jest zdyspergowanie napełniacza na poziomie nanometrycznym [12]. Zagadnienie to poza odpowiednio intensywnym mieszaniem wymaga również modyfikacji powierzchni warstwowych napełniaczy, aby były one bardziej kompatybilne z hydrofobowymi tworzywami polimerowymi. Powszechnie stosowanym minerałem, stanowiącym prekursor nieorganicznego nanonapełniacza jest montmorylonit sodowy (MMT) [13]. By MMT mógł się stać nanonapełniaczem poddaje się go procesowi organofilizacji z użyciem związków organicznych np. czwartorzędowych soli amoniowych [9,14]. Tak zmodyfikowany napełniacz (OMMT) charakteryzuje się zwiększoną kompatybilnością z szeregiem wielkotonazowych polimerów termoplastycznych. Wadą modyfikacji czwartorzędowymi solami amoniowymi jest znaczne obniżenie stabilności [15] termicznej, co w konsekwencji może prowadzić do degradacji napełniacza w trakcie przetwórstwa w wytłaczarce, w szczególności powyżej temperatury 200-220°C. Z tego powodu korzystniejsze byłoby zastosowanie niemodyfikowanego organicznie warstwowego glinokrzemianu jako napełniacza, jednak w większości przypadków uzyskanie delaminowanego kompozytu polimerowego z sodowym glinokrzemianem warstwowym jest

bardzo trudne i nie uzyskuje się efektu wzmocnienia materiału, a wręcz osłabienie, ze względu na silną aglomerację napelnacza w tworzywie.

W materiałach kompozytowych wytworzonych z polimerów bioresorbowalnych do zastosowania w inżynierii tkankowej kości posługiwałem się dwoma technikami otrzymywania – wyłaczaniem dwuślimakowym oraz technikami rozpuszczalnikowymi. W tych układach bardzo istotną rolę pełni osnowa, najczęściej PLLA lub jego kopolimery. PLLA jest poliestrem alifatycznym, który bardzo łatwo degraduje hydrolitycznie, a proces ten jest akcelerowany w warunkach obciążeń termicznych, np. podczas wyłaczania. Po każdej obróbce termicznej, właściwości tego tworzywa zmieniają się. Ze względu na obniżenie ciężaru cząsteczkowego PLLA, zmieniają się charakterystyki wytrzymałościowe oraz czas resorpcji w organizmach. Wady procesu wyłaczania odnoszą się również do innych technik przetwórczych, m.in. wtrysku, a także druku 3D, który powszechnie uważany jest za przyszłość tzw. medycyny regeneracyjnej.

Zaletą technik rozpuszczalnikowych jest znaczne ograniczenie procesu degradacji, ponieważ temperatura obróbki termicznej jest znacznie niższa (ok. 200°C w wyłaczaniu i ok. 60°C w technikach rozpuszczalnikowych). W procesach tych można w łatwy sposób uzyskać materiał o wyższym stopniu krystaliczności, co przekłada się na czas degradacji tworzywa, a także w stosunkowo łatwy sposób można uzyskać materiały porowate.

Do wad procesów rozpuszczalnikowych zaliczyć należy nierównomiernie zdyspergowanie napelnacza, a także pojawiające się duże jego aglomeraty. Ze względu na potencjalne zastosowanie w medycynie regeneracyjnej kości, istotny jest również rodzaj rozpuszczalnika użytego w procesie otrzymywania kompozytów, ponieważ już niewielka jego pozostałość w materiale może być toksyczna dla organizmu.

4.3.2. Cel badań

Podstawowym celem moich badań było pogłębienie wiedzy z zakresu otrzymywania nanokompozytów wytwarzanych z tworzyw termoplastycznych oraz glinokrzemianów warstwowych. Ze względu na potencjalne zastosowanie praktyczne wyników, koncentrowałem się na dwóch grupach materiałów wielkotonazowych – polietylenie oraz poliamidzie 6. W pracy doбираłem czwartorzędowe sole amoniowe oraz warunki modyfikacji glinokrzemianów warstwowych, jak również badałem wpływ parametrów przetwórczych na strukturę i właściwości uzyskiwanych materiałów kompozytowych.

Drugim celem było uzupełnienie i pogłębienie wiedzy dotyczącej układów z poli(L-laktydu) domieszkowanych hydroksyapatytem. Uzyskiwane materiały, również o potencjale aplikacyjnym, uzyskiwałem poprzez wytłaczanie dwuślimakowe, które umożliwiało formowanie materiałów litych, które posłużyły w dalszej kolejności do modyfikacji laserowej warstwy wierzchniej. Badania te miały dać odpowiedź na szereg pytań: czy możliwe jest wykorzystanie technologii laserowych do obróbki biomateriałów a w szczególności ukształtowania tekstury warstwy wierzchniej i możliwości modyfikowania jej zwilżalności. W kontekście praktycznego wykorzystania opracowanych kompozytów w charakterze biomateriałów istotne jest też ustalenie czy i jaki wpływ ma modyfikacja laserowa na cechy wytrzymałościowe oraz przebieg degradacji i resorpcji w organizmach, do których materiał zostanie wszczepiony. Ostatnim etapem badań było uzyskiwanie kompozytów poli(L-laktyd)/hydroksyapatyt w postaci pianek. Celem tego etapu było uzupełnienie i usystematyzowanie wiedzy dotyczącej składu kompozytów, w szczególności wpływu zawartości napelnacza na właściwości kompozytu.

Realizacja postawionych celów badawczych wymagała przede mną opanowania wielu narzędzi badawczych, nawiązania współpracy interdyscyplinarnej, jak również opanowania wiedzy z zakresu inżynierii materiałów polimerowych, przetwórstwa materiałów polimerowych, kompozytów, technik badawczych, fizyki, optoelektroniki, jak również reologii, mechaniki i biologii. W ramach badań stworzyłem warsztat wytwarzania kompozytów z tworzyw termoplastycznych w małej skali laboratoryjnej. Ponadto opracowałem metodykę wytwarzania kompozytów i ich formowania do postaci folii, optymalizując warunki procesu pod kątem ograniczenia niekorzystnej dla wielu właściwości fizykochemicznych degradacji termicznej materiału.

4.3.3. Szczegółowe omówienie badań i osiągniętych rezultatów

4.3.3.1. Kompozyty polimerowe z napelnierzami warstwowymi

Badania nad palnością tworzyw termoplastycznych rozpocząłem pod kierownictwem prof. Jacka Pigłowskiego w Zakładzie Inżynierii i Technologii Polimerów na Politechnice Wrocławskiej w czasie studiów doktoranckich, podczas których zajmowałem się uzyskiwaniem nanokompozytów z wtórnych tworzyw termoplastycznych oraz warstwowych glinokrzemianów modyfikowanych czwartorzędowymi solami amoniowymi (OMMT).

Głównym celem tej pracy było uzyskanie materiałów o zwiększonych parametrach wytrzymałościowych. Z badań wynikało, że kompozyty które uzyskiwałem charakteryzowały się również obniżoną palnością względem tworzyw bez napelniaczy. Odkrycie to stanowiło punkt wyjścia do dalszych badań, które podjąłem po doktoracie. Istotnym aspektem badań było uzyskanie układów kompozytowych polimer/OMMT o delaminowanej strukturze napelniacza. Literatura, jak również badania własne wskazały, iż możliwe jest uzyskanie tzw. delaminacji w układzie PA6 z glinokrzemianami warstwowymi, ale tylko wtedy gdy są one modyfikowane związkami organicznymi. W takim przypadku pojedyncze warstwy napelniacza zdyspergowane są równomiernie w całej objętości tworzywa i przy jego zawartości 1-5% wagowych powodują m.in. wzrost parametrów wytrzymałościowych (moduł sprężystości oraz wytrzymałość na rozciąganie), oraz wpływają na obniżenie palności (rozumianej jako wzrost indeksu tlenowego LOI oraz obniżenie MLR oraz HRR w testach prowadzonych na kalorymetrze stożkowym). W układach poliamidu 6 z niemodyfikowanymi glinokrzemianami, najczęściej w postaci sodowej lub wapniowej, nieznacznie zwiększa się odległość między warstwami glinokrzemianu, ale jego struktura warstwowa nie ulega zniszczeniu, a co za tym idzie, w polimerze rozproszone są znacznie większe domeny (aglomeraty) napelniacza. W takim przypadku, zarówno efekt wzmocnienia, jak również efekt obniżenia parametrów charakteryzujących palność jest nieznaczny. Dane literaturowe dotyczące nanokompozytów z poliolefin i glinokrzemianów warstwowymi wskazują, iż zdyspergowanie napelniacza na poziomie nanometrycznym (uzyskanie pełnej delaminacji) jest znacznie trudniejsze niż w przypadku PA6. W poliolefinach, które są mniej polarne i bardziej hydrofobowe, konieczne jest zastosowanie dodatku polimeru szczepionego bezwodnikiem maleinowym (np. PP-g-MAH, lub HDPE-g-MAH), który pełni rolę kompatybilizatora.

Prace badawcze rozpocząłem od uzyskania nanokompozytów z PA6 i glinokrzemianów warstwowymi. W tym celu opracowałem dwa organofilizowane glinokrzemiany warstwowe, różniące się rodzajem i zawartością czwartorzędowej soli amoniowej użytej do modyfikacji glinokrzemianów. Pierwszy napelniacz, oznaczony jako MMT-MO1 zawierał 25% wagowych soli czwartorzędowej wytworzonej w warunkach laboratoryjnych z wykorzystaniem oleju kokosowego. MMT-MO1 charakteryzował się odległością pomiędzy płytkami napelniacza $d_{001} = 1.8\text{nm}$. Drugi napelniacz, oznaczony jako MMT-MO2 zawierał 35% wagowych kationowego związku powierzchniowego, dostępnego komercyjnie pod nazwą Tequat LC90i. Dyfraktogramy XRD dla tego napelniacza wykazały, że po wymianie jonowej w glinokrzemianie uzyskano trzy populacje organofilizowanego

napelniacza, które różniły się odległością międzypłaszczyznową ($d_{001} = 5.45\text{nm}$, $d_{001} = 1.9\text{nm}$ oraz $d_{001} = 1.4\text{nm}$). Wynik ten jest odbiciem swoistej „niejednorodności” chemicznej związku powierzchniowoczynnego, który otrzymywany jest w reakcji kondensacji mieszaniny kwasów tłuszczowych pochodzenia zwierzęcego i trójetanoloaminy, a następnie czwartorzędowany.

Strukturę kompozytu PA6 zawierającego 5% wagowych MMT-MOI scharakteryzowano wykorzystując pomiary dyfraktometryczne (WAXS) i mikroskopię elektronową (TEM). Badania potwierdziły, iż w tym przypadku uzyskano dyspersyjny nanokompozyt z w pełni delaminowanym glinokrzemianem, o równomiernym zdyspergowaniu. W przypadku kompozytu PA6 domieszkowanego napelniaczem oznaczonym jako MMT-MO2, zdyspergowanie nie było tak dobre. W tym przypadku uzyskano kompozyt interkalowany. Dalsze badania potwierdziły, że uzyskanie odpowiedniego stopnia rozdrobnienia i zdyspergowania (delaminacji) napelniacza wpływa na wzrost parametrów wytrzymałościowych. Dla kompozytu PA6/5%-wag. MMT-MO1, w porównaniu do niemodyfikowanego poliamidu uzyskano wzrost modułu sprężystości przy rozciąganiu i wzrost wytrzymałości na rozciąganie odpowiednio 25% i 10%. Badania palności kompozytów z wykorzystaniem kalorymetru stożkowego potwierdziły, iż dodatek 5% napelniacza MMT-MO1 wpływa w istotny sposób na palność nanokompozytów. Szybkość wydzielania ciepła podczas palenia (HRR) dla PA6/5%MMT-MO1 wynosiła $343,3\text{ kW/m}^2$, co jest wartością o około 50% mniejszą niż dla próbki odniesienia, podczas gdy szybkość ubytku masy (MLR) dla rozważanego kompozytu była mniejsza o ~40%. Indeks tlenowy LOI, często wykorzystywany jako miara odporności na palenie, dla kompozytu wynosił 28,0, podczas gdy dla próbki odniesienia 22,0. Znacząca poprawa wymienionych wyżej wskaźników potwierdza uzyskanie nowego, modyfikowanego nanokompozytu poliamidowego o zwiększonej odporności na palenie.

Uzyskane wyniki potwierdziły doniesienia literaturowe dotyczące delaminowanych nanokompozytów z PA6 i organicznie modyfikowanych glinokrzemianów warstwowych. Szczegółowy opis otrzymywania i właściwości mechanicznych, termicznych, reologicznych oraz palności przedstawiłem w artykule [A5]. Uzyskane wyniki badań, szczególnie w zakresie parametrów palności były znacznie lepsze, niż dotychczas opisywane w literaturze [16]. Warto podkreślić że zarówno czwartorzędowa sól zastosowana do modyfikacji glinokrzemianu, jak i zmodyfikowany glinokrzemian warstwowy nie zostały dotychczas opisane w literaturze, dlatego rozwiązanie zostało zgłoszone do ochrony patentowej [P2-P5 w załączniku 6], same zaś nanokompozyty z PA6 oraz glinokrzemianów warstwowych i sposób ich wytwarzania został opatentowany [A10].

Analogiczne badania jak dla PA6 prowadziłem dla polietylenu małej gęstości (LDPE). W tym przypadku jako napełniacza użyłem NanoBentu ZR2 pozyskanego z Zakładów Metalowo-Górnicych Zębiec, w którym wraz z zespołem uruchamiałem pierwszą w Polsce pilotową produkcję organofilizowanych napełniaczy. NanoBent ZR2 dedykowany jest do zastosowań w poliolefinach. Jako kompatybilizatora polimerowego użyłem dwóch kopolimerów: etylen-co-octan winylu (EVA), jak również etylen-co-akrylan metylu (EMA). Zarówno zawartość napełniacza, jak i glinokrzemianów ustalono po badaniach wstępnych na poziomie 5%. Badania wykazały, iż wprowadzenie dodatkowej zmiennej w postaci polimerowego kompatybilizatora ma istotne znaczenie dla palności materiału. Dla opisywanych układów nie udało się uzyskać struktury delaminowanej, lecz interkalowaną. Badania palności przeprowadzone przy pomocy kalorymetru stożkowego wskazały, iż zarówno kompozyt LDPE/EMA/ZR2 jak i LDPE/EVA/ZR2 mają wyższe wskaźniki charakteryzujące palność na kalorymetrze stożkowym, m.in. maksymalna szybkość ubytku masy podczas palenia w obu kompozytach wynosiła 1159-1235 kW/m², co stanowi 106-111% wartości uzyskanej dla referencji. Podobny wzrost odnotowano w obu kompozytach dla całkowitego ciepła uwolnionego podczas spalania (THR), jak również średniego ubytku masy podczas palenia (avr. MLR). Badania te wykazały, iż nie tylko nie uzyskano efektu opóźnienia i ograniczenia palności, ale wręcz uzyskano efekt odwrotny. Ponadto uzyskane wyniki były sprzeczne z rezultatami uzyskanymi w badaniach indeksu tlenowego (LOI). Wskazały one, iż obydwa badane materiały kompozytowe palą się gorzej (LOI=22,0-22,3) niż referencja (LOI=19,0). Aby wyjaśnić tę rozbieżność opracowałem metodykę spalania próbek w warunkach atmosferycznych w pionie, podpalając od góry podobnie jak w metodzie LOI i prowadzono obserwacje podczas spalania. Zauważono, iż zarówno LDPE, jak i LDPE z polimerowymi kompatybilizatorami (LDPE/EVA oraz LDPE/EMA) palą się małym, ledwie widocznym płomieniem. Roztopiony materiał spływał po krawędziach powodując nagrzanie się, deformację materiału, który spłynął z uchwytu i zgasł po 2 minutach od podpalenia. Zupełnie inaczej zachowywały obydwa materiały kompozytowe LDPE/EVA/ZR2 oraz LDPE/EMA/ZR2. Próbki kompozytów paliły się znacznie wolniej, a materiał nie spływał po krawędziach, lecz ulegał zwęgleniu. Zwęglona warstwa zapobiegała przed przedostaniem się ognia w niższe części próbki, natomiast powierzchnia części zwęglonej stawała się coraz większa, stąd coraz większy i bardziej widoczny stawał się płomień. W efekcie, próbki pozostawały stabilne, a po 2 minutach ciągle ponad połowa kształtki nie była zajęta płomieniem i nie deformowała się. Dodatkowy eksperyment przeprowadzony dla materiału pomógł wyjaśnić rozbieżności pomiędzy wynikami uzyskanymi w dwóch uznanych i

znormalizowanych metodach badania palności tworzyw. Wyniki opisano w artykule oznaczonym jako [A9].

Glinokrzemiany warstwowe zastosowano również do modyfikacji mieszaniny PA6 i LDPE, dwóch niemieszalnych termodynamicznie polimerów. W momencie realizacji tych badań, znany był tylko jeden komercyjnie zrealizowany projekt, w którym uzyskano wzrost kompatybilności mieszaniny dwóch niemieszalnych termodynamicznie polimerów nie stosując żadnego kompatybilizatora polimerowego [17]. Dotyczył on mieszaniny dwóch niepolarnych polimerów; polistyrenu i polipropylenu do których w procesie mieszania w stanie plastycznym dodano modyfikowany montmorylonit o nazwie Nanofil[®], produkowany przez światowego lidera w branży - niemiecką firmę Süd Chemie. Zainteresowałem się mieszaniną PA6 i LDPE w której jeden ze składników jest niepolarny, drugi natomiast polarny i obydwa są semikrystaliczne. Zakładałem przy tym, że gdyby i w tym przypadku stwierdzono kompatybilizujący wpływ napełniacza, to wyniki mogłyby mieć znaczenie praktyczne np. w recyklingu folii PA6/LDPE stosowanych w opakowaniach gdzie wymaga się polepszonych właściwości barierowych. Również w tym przypadku do homogenizacji składników zastosowałem metodę wytłaczania. Jako napełniacze wykorzystałem organofilizowane glinokrzemiany w postaci NanoBentu ZR2 dedykowanego do poliolefin, jak również MMT-MO1, który opisano powyżej jako materiał dedykowany do PA6. W obu przypadkach zastosowano napełnienie na poziomie 5% wag. i dla obu przypadków uzyskano układy interkalowane charakteryzujące się wyższymi parametrami wytrzymałościowymi względem referencji. Dla modułu sprężystości w przypadku kompozytów uzyskano ~55% wyższe wartości niż dla próbki odniesienia. Zastosowanie w dwufazowych mieszaninach PA6/LDPE organofilizowanych montmorylonitów spowodowało wyraźne zmniejszenie fazy zdyspergowanej i poprawę właściwości mechanicznych, podobnie jak w przypadku wspomnianej mieszaniny PS/PP [17]. Szczegółowe wyniki zostały opisane w artykule [A7].

Należy w tym miejscu podkreślić fakt, iż dodatek glinokrzemianów warstwowych i uzyskanie dyspersyjnych nanokompozytów, choć istotnie wpływa na palność tworzyw, to często nie jest wystarczające aby uzyskać materiał, który spełniałby najwyższe klasy palności (np. V0, V1, V2 zgodne z normą branżową PN-EN 60695-11-10). Z tego powodu, w literaturze znaleźć można wiele doniesień dotyczących układów bardziej złożonych, gdzie polimer domieszkuje się dwoma rodzajami dodatków uniepalniających, o różnych mechanizmach działania.

W dalszych badaniach zajmowałem się również modyfikacją poliolefin oraz poliamidu 6 glinokrzemianami warstwowymi (OMMT i MMT) oraz uniepalniaczami fosforowymi.

Kontynuowałem w ten sposób swoje pierwsze doświadczenia w otrzymywaniu nanokompozytów, poszukując sposobu na uzyskanie efektu synergii w przypadku wykorzystania więcej niż jednego czynnika modyfikującego. Badania realizowane były pierwotnie we współpracy z pracownikami Instytutu Włókien Naturalnych Roślin Zielarskich, a następnie zostałem zaproszony przez panią dr Barbarę Cichy z Instytutu Nowych Syntez Chemicznych w Gliwicach do projektu naukowego "*Badania nad otrzymywaniem bezhalogenowych retardantów palenia o strukturze nano i mikro*". Celem projektu było uzyskanie uniepalniaczy fosforowych, ze szczególnym uwzględnieniem polifosforanu melaminy i zastosowanie ich w poliolefinach. Do badań zastosowałem również glinokrzemiany warstwowe, które uzyskiwałem i stosowałem we wcześniejszych etapach swojej pracy.

Następnie zająłem się wytwarzaniem kompozytów z polietylenu dużej gęstości (HDPE) z 20% udziałem wagowym polifosforanu melaminy, oraz 2% udziałem glinokrzemianów warstwowych (NanoBent ZR2 dedykowany do poliolefin oraz NanoBent ZG1 – hydrofilowy glinokrzemian sodowy modyfikowany wodorosiarczanem glinu). W układach zastosowano polimerowy kompatybilizator HDPE-g-MAH, który jest termodynamicznie mieszalny z HDPE. Układy wykonano z użyciem dwuślimakowego wytłaczania współbieżnego według metodyki dwustopniowej, która obejmowała wytworzenie tzw. przedmieszki glinokrzemianu w HDPE-g-MAH w pierwszym etapie i wytłoczenie przedmieszki z pozostałymi składnikami w drugim etapie. Podejście takie miało zapewnić lepszą homogenizację napelniaczy w polimerze. Badania strukturalne (WAXS) wykazały, iż glinokrzemiany w kompozytach nie uległy delaminacji, a tylko częściowej interkalacji. Obserwacja kompozytów w mikroskopie transmisyjnym nie wniosła dodatkowych informacji o ich strukturze, co spowodowane było większą zawartością polifosforanu melaminy niż organofilizowanego montmorylonitu. W badaniach palności zaobserwowano, że dodatek 2% napelniacza ZR2 wpływa na znaczącą (ok. 50%) redukcję maksymalnej szybkości uwalniania energii (PHRR) w czasie testów na kalorymetrze stożkowym, podczas gdy dodatek 2% ZG1 redukuje ten parametr o blisko 65%. Dużo większą redukcję PHRR zaobserwowano dla układu HDPE z 20% MPP, wówczas redukcja wynosiła aż 82% względem referencji, jednak przy dziesięciokrotnie wyższym udziale masowym MPP niż w przypadku glinokrzemianów warstwowych. Kombinacja MPP i glinokrzemianów nie przyniosła znaczącego obniżenia PHRR. W układach HDPE/MPP/glinokrzemiany uzyskano wartości PHRR o 83-84% niższe od referencji, co potraktowano jako efekt addytywny. Podobny trend zaobserwowano dla innych parametrów charakteryzujących palność, m.in. obniżenie średniej szybkości wydzielania ciepła podczas

spalania (avr. HRR) oraz średniego ubytku masy podczas spalania (avr. MLR). Interesujących wyników dostarczyły testy LOI. Zauważono, iż sam dodatek glinokrzemianu ZG1 nie wpływa na zmianę indeksu tlenowego kompozytu względem referencji (19,8 LOI dla obu próbek), a dodatek MPP wpływa na wzrost LOI do 23,0. W przypadku wytworzenia kompozytu z HDPE zawierającego zarówno glinokrzemian warstwowy ZG1, jak również polifosforan melaminy, zaobserwowano wzrost LOI do 23,5. Efekt ten nie jest addytywny i związany jest z lepszym zdyspergowaniem glinokrzemianu w obecności polifosforanu melaminy. Bardziej istotny wzrost LOI zaobserwowano dla glinokrzemianu ZR2. Sam 2% dodatek tego glinokrzemianu spowodował wzrost wartości LOI z 19,8 dla referencji do 20,8 dla układu HDPE/ZR2. W przypadku układu HDPE/20%MPP uzyskano wynik na poziomie 23,0, a dla kombinacji obu wypełniaczy uzyskano wartość LOI na powtarzalnym poziomie 25,2. Efekt w tym wypadku ma również charakter synergii i przypisano go lepszemu rozdrobnieniu i zdyspergowaniu wypełniacza warstwowego w obecności MPP, jakie następuje podczas wytłaczania dwuślimakowego. Szczegółowo badania zostały opisane w artykule [A6].

Wątek kompozytów zawierających dwa rodzaje wypełniaczy (MMT oraz MPP) kontynuowałem w kolejnych pracach badawczych, gdzie jako matrycę zastosowałem PA6. Wybrane, najważniejsze uzyskane wyniki opisałem w artykule [A4]. Kompozyty poliamidu 6 zawierające niemodyfikowany, hydrofilowy montmorylonit sodowy (2%-wag) oraz polifosforan melaminy w ilości 23%-wag. uzyskano przez wytłaczanie dwuślimakowe jednostopniowe. Jako referencje wytworzono układy PA6/2% MMT, PA6/25% MPP oraz nienapełniony PA6. Analiza strukturalna (WAXS) wykazała, iż niemodyfikowany sodowy glinokrzemian charakteryzuje się odległością międzypłaszczyznową $d_{001}=1,2\text{nm}$. W kompozycie PA6/2%MMT zaobserwowano przesunięcie maksimum dyfrakcyjnego pochodzącego od struktury warstwowej glinokrzemianu w kierunku mniejszych kątów, co oznacza wzrost odległości międzywarstwowej do $d_{001}=1,9\text{nm}$. Uzyskany efekt potwierdzał wyniki literaturowe [18]. W przypadku układu PA6/MMT/MPP nie zaobserwowano piku dyfrakcyjnego mogącego pochodzić od struktury warstwowej glinokrzemianu, dlatego postawiono tezę, iż całkowitą delaminację montmorylonitu sodowego można uzyskać podczas wytłaczania dwuślimakowego kompozytów PA6 w obecności MPP. Badania rentgenograficzne uzupełniono o badania TEM, które ze względu na dużą zawartość MPP nie dały jednoznacznej odpowiedzi co do struktury glinokrzemianów. Wobec powyższego, postanowiono pośrednio udowodnić postawioną tezę. W pierwszej kolejności przeprowadzono eksperyment reologiczny zaproponowany przez Wagenera i Reisingera [19] do oceny stopnia delaminacji. Wagener i Reisinger zauważyli, że w układach

kompozytowych zawierających delaminowany napełniacz o budowie płytkowej obserwuje się istotne obniżenie modułu zespolonego lepkości wraz ze wzrostem częstotliwości. Taki efekt pseudoplastyczny nie występuje w kompozytach zawierających zaglomerowany lub interkalowany napełniacz. Obniżenie zespolonego modułu lepkości interpretowane jest w literaturze jako skutek zaniku chaotycznego rozmieszczenia pojedynczych płytek warstwowego napełniacza (struktury „domku z kart”) i przejścia w uporządkowaną strukturę lamelarną. Badanie reologiczne zaproponowane przez Wagenera i Reisingera pokazało znaczne obniżenie lepkości materiału jedynie w przypadku PA6/MMT/MPP, co potwierdziło tezę o delaminacji sodowego glinokrzemianu w układzie. Kolejny dowód uzyskano na podstawie badań reologicznych w eksperymencie pełzania wykonanym przy stałym naprężeniu ścinającym ($\tau=200\text{Pa}$). Dla wszystkich badanych materiałów uzyskano ustabilizowaną lepkość w czasie. Jedynym wyjątkiem był układ PA6/MMT/MPP, dla którego zaobserwowano ogromny wzrost lepkości w czasie. Efekt związany jest z formowaniem się struktury „domku z kart” tworzonej przez, pojedyncze płytki w materiale. Badanie modułu sprężystości wykazało wzrost jego wartości o 30% dla PA6/MMT/MPP względem PA6, podczas gdy dla układów PA6/MMT oraz PA6/MPP wzrost modułu sprężystości wynosił zaledwie 7%. Podobny efekt zaobserwowano w testach palności na kalorymetrze stożkowym. Dla maksymalnej wartości szybkości uwalniania ciepła (PHRR) zanotowano obniżenie o 22% dla PA6/MMT i 37% dla PA6/MPP względem PA6, natomiast w kompozycie PA6/MMT/MPP redukcja PHRR wynosiła aż 65% w odniesieniu do referencji. Uzyskane wyniki potwierdziły efekt synergii w oddziaływaniu dodatków MMT i MPP na właściwości poliamidu 6. Przeprowadzone przeze mnie badania jednoznacznie wykazały, że pożądana delaminacja warstwowego glinokrzemianu warunkująca uzyskanie dyspersyjnego nanokompozytu zależy nie tylko budowy chemicznej napełniacza i polimeru ale jest też efektem innych czynników np. wzrostu lepkości stopu wywołanego „nieaktywnym” napełniaczem jak w przypadku obecności w układzie polifosforanu melaminy. Wyniki nie zostały wcześniej opisane. Szczegóły badań znajdują się w artykule [A4].

Glinokrzemiany warstwowe zastosowano również do modyfikacji poli(fluorku winylidenu) (PVDF) [A8]. Publikacja jest częścią szerszych badań prowadzonych w ramach projektu POIG „*Nanokompozyty i Materiały typu SMART*”. Dodatek glinokrzemianów miał na celu ułatwienie wytworzenia w polimerze polarnej fazy krystalicznej β , która jako jedyna z kilku faz polimorficznych występujących w PVDF jest odpowiedzialna za występowanie w nim efektu piezoelektrycznego. Efekty te mogą się jednak ujawnić dopiero po spolaryzowaniu polimeru. Do wytworzenia materiałów piezoelektrycznych z kompozytów PVDF

zastosowano przebiciową metodę polaryzacji w podwyższonej temperaturze ze względu na jej efektywność (osiągane wartości współczynników piezoelektrycznych) oraz stabilność ładunku w czasie. Warto wspomnieć, że do momentu rozpoczęcia badań opublikowana była tylko jedna praca dotycząca właściwości piezoelektrycznych kompozytów PVDF z dodatkiem montmorylonitu [20]. Badania wstępne wykazały, że domieszkowanie montmorylonitu do PVDF prowadzi do podwyższenia konduktywności materiału zarówno w zakresie niskich (o małej energii aktywacji) jak i wysokich (o dużej energii aktywacji) temperatur, bez większego wpływu na wartość energii aktywacji procesów w obu obszarach temperatur. W artykule [A8] opisano wpływ napięcia polaryzacji kompozytu PVDF/OMMT na współczynnik piezoelektryczny (d_{33}). W badaniach uzyskano wartości d_{33} dochodzące do 18 pC/N przy napięciu polaryzacji 20kV oraz czasie polaryzacji 20s. Wyniki tego wskaźnika uzyskane w moich badaniach były wyraźnie wyższe niż w artykule [20], gdzie uzyskano wartości nieprzekraczające $d_{33} = 6$ pC/N. Badania nie były jednak kontynuowane, ponieważ okazało się, że uzyskiwany wzrost współczynników piezoelektrycznych był hamowany (ograniczany) przez zmniejszenie elastyczności kompozytów.

Kompozyty do zastosowań w inżynierii tkankowej kości

Inżynieria biomedyczna stanowi obecnie jedną z bardziej obiecujących i perspektywicznych dróg rozwoju dla materiałów kompozytowych z polimerów bioresorbowalnych oraz ceramiki. W moich badaniach koncentrowałem się na kompozytach z poli(L-laktydu) (PLLA) oraz hydroksyapatytu (HA). PLLA jest obecnie jednym z ciekawszych polimerów stosowanych w inżynierii tkankowej kości ze względu na dobre parametry wytrzymałościowe, właściwości bioresorbowalne, stosunkowo długi czas resorpcji (do 3 lat). Prace z poli(L-laktydem) rozpocząłem po doktoracie, kiedy zostałem zaproszony przez prof. Celinę Pezowicz z Wydziału Mechanicznego Politechniki Wrocławskiej do realizacji projektu naukowego „*Wpływ parametrów technologicznych procesu laserowego na bio-fizyko-chemiczne właściwości polimerów biodegradowalnych*”. W ramach projektu opracowałem procedurę formowania amorficznych folii z PLLA tak, aby ograniczyć degradację rozumianą jako obniżenie ciężaru cząsteczkowego tworzywa.

Hydroksyapatyt (HA) jest podstawowym składnikiem kości. Zarówno HA pochodzenia odzwierzęcego, jak i otrzymywany syntetycznie jest jednym z ważniejszych materiałów o właściwościach osteokonduktywnych i może być on wprowadzony do PLLA w postaci proszku (napełniacza), tworząc wartościowy substytut tkanki kostnej występującej w naturze. Badania nad hydroksyapatytem rozpocząłem jeszcze w trakcie badań do pracy magisterskiej

realizowanej w Instytucie Technologii Polimerów i Barwników na Wydziale Chemicznym Politechniki Łódzkiej. W owym czasie hydroksyapatyt postrzegany był jako odpad z produkcji mięsa i poszukiwano sposobu na jego utylizację np. jako dodatek do tworzyw elastomerowych.

Wytworzenie kompozytów PLLA/HA było naturalną kontynuacją wątków badawczych, którymi zajmowałem się wcześniej. Pomimo licznych artykułów naukowych dotyczących kompozytów PLLA/HA wiedza na ich temat nie jest kompletna. Brak jest informacji o charakterze podstawowym, np. jaka powinna być zawartość hydroksyapatytu w układzie w materiałach wszczepiennych, czy możliwe jest zastosowanie technologii laserowych do wytwarzania detali z kompozytów, jak zmienia się tekstura powierzchni w wyniku oddziaływania promieniowania laserowego, oraz jak wpływa modyfikacja laserowa na właściwości polimeru w kompozycie? Celem moich prac było uzupełnienie wiedzy głównie w tym zakresie.

Podstawową techniką jaką stosowałem do uzyskiwania materiałów kompozytowych było również wytłaczanie dwuślimakowe współbieżne. Technika ta pozwala na możliwie najlepsze zdyspergowanie napełniacza, jednak nie jest bez wpływu na właściwości PLLA. Badania wstępne wykazały, iż poprzez wytłaczanie możliwe jest wprowadzenie kilkunastu procent wagowych napełniacza do PLLA. Jako technikę uzupełniającą zastosowałem formowanie z roztworu. W badaniach posługiwałem się wyłącznie poli(L-laktydem) posiadającym certyfikaty medyczne. Spośród dostępnych na rynku materiałów wybrałem ten o największym ciężarze cząsteczkowym kierując się potencjalnie oczekiwaną większą odpornością termiczną w warunkach przetwórstwa.

Kompozyty PLLA/HA uzyskałem w postaci granulatu, a następnie formowałem z nich folie, dzięki czemu możliwe było precyzyjne ogniskowanie wiązki lasera na powierzchni materiału.

Pierwsze badania dotyczyły możliwości strukturyzacji powierzchni kompozytu przy pomocy ablacji laserem femtosekundowym generującym drugą harmoniczną ($\lambda = 515\text{nm}$) i operującym impulsem o czasie trwania $\tau = 450\text{ fs}$. Celem badań było wytworzenie równoległych wygrawerowanych w materiale podłużnych struktur o założonej szerokości (50 lub $100\mu\text{m}$), założonej głębokości ($20\mu\text{m}$) i powierzchni charakteryzującej się chropowatością. Wielkość grawerowanych struktur miała być zgrubnie dopasowana do wielkości komórek osteoblastycznych. Drugim celem było uniknięcie degradacji PLLA w trakcie procesu modyfikacji (grawerowania laserowego). Po wielu żmudnych eksperymentach udało się uzyskać założone wymiary struktur (przy fluencji $3,25\text{ J/cm}^2$ i częstotliwości

repetycji impulsu 10kHz). Założona wielkość struktur została potwierdzona za pomocą mikroskopii skaningowej (SEM). Ponadto dno i ścianki wewnętrzne wygrawerowanych struktur charakteryzowały się rozwinięciem powierzchni oraz chropowatością. Stwierdzono nieznaczne różnice w temperaturach przemian fazowych dla materiału przed modyfikacją oraz po modyfikacji laserowej (DSC). Na podstawie badań FTIR/ATR zauważono, że wierzchnia warstwa materiału po procesie grawerowania laserowego charakteryzuje się mniejszym stopniem krystaliczności. Efekt ten nazwałem roboczo „amorfizacją” materiału.

Efekt wyjaśniono w następujący sposób: proces laserowy jest szybki i oddziałuje krótkotrwale na niewielką powierzchnię materiału. Po procesie obróbki laserowej materiał szybko schładza się. Krystalizacja jest procesem powolnym. Duża szybkość chłodzenia ogranicza możliwość krystalizacji materiału. Wbrew oczekiwaniom okazało się, że nawet krótkotrwała obróbka laserowa prowadzi do zmian ciężaru cząsteczkowego polilaktydu. Efekt ten był dotąd w literaturze niezauważany lub uznawany za mało znaczący. Wyniki badań uzupełniono o testy żywotności i szybkości wzrostu osteoblastów. Uzyskane rezultaty potwierdziły, że materiał nie jest cytotoksyczny – dla różnych wariantów testu, przeżywalność komórek za każdym razem była powyżej 70%. Przeprowadzono również obserwacje próbek po posiewie komórkowym. Analiza zdjęć wskazuje, iż osteoblasty chętnie zagnieżdżały się w chropowatych zagłębieniach wytworzonych za pomocą lasera femtosekundowego. Szczegółowe wyniki badań wraz z omówieniem opublikowano w artykule [A3].

Podjąłem też próby laserowej obróbki kompozytów przy pomocy bardziej dostępnego i popularniejszego w warunkach przemysłowych lasera CO₂. Laser ten operuje w zakresie promieniowania podczerwonego ($\lambda = 10,6\mu\text{m}$) i charakteryzuje się mocą maksymalną na poziomie 25W. Wykorzystując zmienne takie jak moc lasera (2,0; 2,5; 3,0 W) oraz szybkość skanowania (7,1 oraz 10,7cm/s) przeprowadzono szereg modyfikacji, które polegały na naświetleniu materiału poniżej progu ablacji. Zmieniając w/w parametry uzyskano szereg materiałów, które umożliwiły badania wpływu fluencji promieniowania w przedziale od 79 do 164 J/cm² na ich właściwości. W szczególności zbadano strukturę semi-krystaliczną kompozytów. Badania strukturalne (WAXS) potwierdziły efekt „amorfizacji”, który obserwowano dla modyfikacji laserem femtosekundowym. W odróżnieniu od oddziaływania lasera femtosekundowego, efekt uzależniony był od zastosowanej fluencji. Badania przy użyciu skaningowej mikrokalorymetrii różnicowej wykazały obniżenie temperatury zeszklenia, temperatury zimnej krystalizacji, temperatury topnienia dla PLLA w kompozytach naświetlanych. Stwierdzono również obniżenie parametrów

wytrzymałościowych. Moduł sprężystości przy rozciąganiu dla materiału referencyjnego wynosił 2,03GPa, dla próbki naświetlanej z fluencją 118 J/cm² wyniósł 1,64GPa, podczas gdy dla największej fluencji (164J/cm²) moduł wynosił zaledwie 1,19GPa. Analogiczne obniżenie wartości zaobserwowano dla wytrzymałości na rozciąganie. Uzyskane wyniki sugerują, iż promieniowanie lasera w zakresie podczerwieni, poniżej progu ablacji powoduje degradację PLLA w kompozytach PLLA/HA, a stopień zdegradowania jest wprost proporcjonalny do zastosowanej fluencji. Wyniki pomiarów rozrzutu ciężarów cząsteczkowych metodą GPC potwierdziły nie tylko obniżenie ciężaru cząsteczkowego, ale również wzrost polidispersyjności w naświetlanych materiałach. Dla przykładu M_w dla materiału referencyjnego wynosi ~270.000g/mol przy PDI = 2,93, a dla materiału naświetlonego fluencją 164 J/cm² zmierzono M_w na poziomie ~170.000g/mol, przy PDI=11,55. Odnotowane zmiany strukturalne, wytrzymałościowe i termiczne nie znalazły jednak odzwierciedlenia w zwilżalności powierzchni materiału wodą. Niezależnie od zastosowanej modyfikacji, kąt zwilżania wynosił 75°_{±3} dla wszystkich badanych próbek. Szczegółowa analiza wyników fizykochemicznych została opublikowana w artykule [A1].

Techniki rozpuszczalnikowe zastosowane do otrzymywania układów kompozytowych PLLA/HA otworzyły szersze możliwości formowania kompozytów, w szczególności pozwalały uzyskiwać bardzo duże stopnie napełnienia, do 90% wag. hydroksyapatytu w kompozycie. Otrzymywaniem tych układów zajmowałem się podczas stażu naukowego u prof. Masami Okamoto w Toyota Technological Institute w Nagoja (Japonia). Jednym z założeń projektu było określenie wpływu zawartości hydroksyapatytu na właściwości uzyskiwanych materiałów. W ramach badań uzyskałem szereg kompozytów PLLA/HA zawierających do 90% wagowych napełniacza (10, 25, 50, 75 oraz 90% wagowych HA w kompozytach). Wykorzystując metodykę indukowanej termicznie separacji faz połączoną z dodatkowym mechanizmem tworzenia porów powstających w trakcie wymywania kryształów chlorku sodu o wielkości ziarna ~350µm, wytworzyłem szereg kompozytów, których gęstość wahała się od 0,0238 do 0,1406 g/cm³, podczas gdy porowatość zmieniała się w przedziale 88 - 98% objętościowych. Obrazowanie przy pomocy elektronicznej mikroskopii skaningowej wykazało obecność dwóch rodzajów porów – o średnicy kilkudziesięciu mikrometrów (~50 µm) oraz o średnicy ok. 400 µm. Pierwszy rodzaj porów powstał w wyniku liofilizacji rozpuszczalnika, podczas gdy drugi pozostał po wymyciu chlorku sodu. Struktura i wielkość porów dla większości materiałów była zbliżona, za wyjątkiem kompozytów zawierających 90% napełniacza. W tym przypadku zdjęcia pokazały, iż materiał zawiera zbyt mało polimeru i pory zapadły się, dlatego ten materiał wykluczono z dalszych badań. Podstawową różnicę w

badanych kompozytach obrazują zdjęcia ścianek porów wykonane w mikroskopie FE-SEM. Stwierdzono, że im większa zawartość napełniacza, tym większe jego aglomeraty widoczne są w ściankach kompozytu, a w konsekwencji materiały charakteryzują się większą chropowatością powierzchni ścianek. Badania wytrzymałościowe przy ścisaniu potwierdziły wzrost modułu sprężystości oraz naprężenia przy ścisaniu wraz ze wzrostem stopnia napełnienia. W tym przypadku największe wartości uzyskano przy napełnieniu 75% wagowych, jednak odchylenie standardowe dla tych wyników było stosunkowo największe, co świadczy o dużej niepowtarzalności właściwości. Badanie zwilżalności powierzchni materiałów przy pomocy wody dowiodło, że im większy dodatek hydroksyapatytu, tym kompozyt zyskuje charakter bardziej hydrofilowy. Dodatkowo przeprowadzono testy proliferacji osteoblastów na badanych materiałach, które jednoznacznie wskazały, iż szybkość namnażania się komórek na materiale jest wprost proporcjonalna do zawartości hydroksyapatytu. Szczegółowy opis wyników badań przedstawiono w artykule [A2].

4.3.3.3. Podsumowanie

W ramach mojej pracy badawczej określonej w tytule wniosku habilitacyjnego uzyskałem następujące rezultaty, które mają istotne aspekty praktyczne:

- Uzyskałem glinokrzemiany warstwowe modyfikowane czwartorzędową solą amoniową, pochodną oleju kokosowego, opracowałem ich metodę wprowadzenia do poliamidu 6, a w efekcie uzyskano dyspersyjny kompozyt charakteryzujący się niższą palnością, niż analogiczne układy z glinokrzemianami dostępnymi handlowo.
- Uzupełniłem wiedzę z zakresu otrzymywania dyspersyjnych nanokompozytów z poliamidu 6 oraz delaminowanych sodowych glinokrzemianów warstwowych w obecności polifosforanu melaminy. Efekt synergii (pomiędzy delaminacją glinokrzemianu i wprowadzonym do kompozytu uniepalniaczem), który opisałem znajduje odzwierciedlenie w m.in. we właściwościach materiału, szczególności w obniżeniu palności i zwiększeniu modułu sprężystości.
- Uzyskałem kompozyty lite z poli(L-laktydu) i hydroksyapatytu oraz wykazałem, iż możliwa jest ich modyfikacja przy pomocy laserów. Modyfikacja powierzchni oraz naświetlanie laserowe otwierają nowe możliwości w otrzymywaniu materiałów do zastosowań w inżynierii tkankowej kości. Technologie laserowe mogą posłużyć nie tylko do strukturyzacji powierzchni (grawerowania) biomateriału, ale również

posłużyć do wytwarzania materiałów gradientowych, w których część materiału obróbka laserem będzie miała inny czas resorpcji niż fragment nienaświetlony. Otwiera to możliwości w sterowaniu degradacją materiału w organizmie.

- Zoptymalizowałem warunki procesu umożliwiające wytworzenie kompozytów piankowych z poli(L-laktydu) i hydroksyapatytu z zawartością hydroksyapatytu do 90% wagowych. Materiały charakteryzowały się porowatością na poziomie do 98% i gęstością $\sim 0,025\text{g/cm}^3$ oraz porami o wielkości do 400 μm . Uzyskane kompozyty mogą być zastosowane jako tzw. *scaffoldy* lub uzupełnienia kostne. Dzięki swojej strukturze porowatej i znacznie rozwiniętej powierzchni umożliwią penetrację osteoblastów w głąb materiału, a jednocześnie charakteryzują się niewielką masą przy dużej objętości, dzięki czemu negatywny efekt degradacji poli(L-laktydu) w organizmie będzie minimalizowany.

4.3.3.4. Bibliografia

- [1] J. Yip, K. Chan, K. Sin, K. Lau, Study of plasma-etched and laser-irradiated polyamide materials, *Mater. Res. Innov.* 6 (2002) 44–50. doi:10.1007/s10019-002-0169-3.
- [2] R.M. Rasal, A. V. Janorkar, D.E. Hirt, Poly(lactic acid) modifications, *Prog. Polym. Sci.* 35 (2010) 338–356. doi:10.1016/j.progpolymsci.2009.12.003.
- [3] N. Nottrodt, D. Leonhäuser, Y. Bongard, E. Bremus-Köbberling, A. Gillner, Local ultraviolet laser irradiation for gradients on biocompatible polymer surfaces, *J. Biomed. Mater. Res. - Part A.* (2014). doi:10.1002/jbm.a.34762.
- [4] A. Jain, K.J. Prashanth, A.K. Sharma, A. Jain, R. P.n, Dielectric and piezoelectric properties of PVDF/PZT composites: A review, *Polym. Eng. Sci.* 55 (2015) 1589–1616. doi:10.1002/pen.24088.
- [5] T. Greeshma, R. Balaji, S. Jayakumar, PVDF phase formation and its influence on electrical and structural properties of PZT-PVDF composites, *Ferroelectr. Lett. Sect.* 40 (2013) 41–55. doi:10.1080/07315171.2013.814460.
- [6] X. Chen, J. Kalish, S.L. Hsu, Structure evolution of alpha prim-phase poly(lactic acid), *J. Polym. Sci. Part B Polym. Phys.* (2011). doi:10.1002/polb.22327.
- [7] X. Jiang, L.T. Drzal, Reduction in Percolation Threshold of Injection Molded High-Density Polyethylene / Exfoliated Graphene Nanoplatelets Composites by Solid State Ball Milling and Solid State Shear Pulverization, (2011). doi:10.1002/app.
- [8] Klemens Kohlgruber, *Co-rotating Twin-Screw Extruders*, 2007.
- [9] A. Leszczyńska, J. Njuguna, K. Pielichowski, J.R. Banerjee, Polymer/montmorillonite nanocomposites with improved thermal properties, *Thermochim. Acta.* 454 (2007) 1–22. doi:10.1016/j.tca.2006.11.003.
- [10] S. Sinha Ray, M. Okamoto, Polymer/layered silicate nanocomposites: A review from preparation to processing, *Prog. Polym. Sci.* 28 (2003) 1539–1641. doi:10.1016/j.progpolymsci.2003.08.002.
- [11] S. Mishra, S.S. Sonawane, N.G. Shimpi, Influence of organo-montmorillonite on mechanical and rheological properties of polyamide nanocomposites, *Appl. Clay Sci.* 46 (2009) 222–225. doi:10.1016/j.clay.2009.07.024.
- [12] D.R. Paul, L.M. Robeson, Polymer nanotechnology: Nanocomposites, *Polymer (Guildf).* 49 (2008) 3187–3204. doi:10.1016/j.polymer.2008.04.017.
- [13] H.H. Murray, Traditional and new applications for kaolin, smectite, and palygorskite: a general overview, *Appl. Clay Sci.* 17 (2000) 207–221. doi:10.1016/S0169-1317(00)00016-8.
- [14] N. Sarier, E. Onder, S. Ersoy, The modification of Na-montmorillonite by salts of fatty acids: An easy intercalation process, *Colloids Surfaces A Physicochem. Eng. Asp.* 371 (2010) 40–49. doi:10.1016/j.colsurfa.2010.08.061.

- [15] W. Xie, Z. Gao, W.-P. Pan, D. Hunter, A. Singh, R. Vaia, Thermal Degradation Chemistry of Alkyl Quaternary Ammonium Montmorillonite, *Chem. Mater.* 13 (2001) 2979–2990. doi:10.1021/cm010305s.
- [16] P. Kiliaris, C.D. Papaspyrides, Polymer/layered silicate (clay) nanocomposites: An overview of flame retardancy, *Prog. Polym. Sci.* 35 (2010) 902–958. doi:10.1016/j.progpolymsci.2010.03.001.
- [17] R.J. Opalko, EVALUATION OF THE EFFECTS OF NANOFIL® NANOCCLAYS IN THE BLENDING OF POLYPROPYLENE AND POLYSTYRENE, Thesis. (2008).
- [18] E. Naveau, Z. Dominkovics, C. Detrembleur, C. Jérôme, J. Hári, K. Renner, M. Alexandre, B. Pukánszky, Effect of clay modification on the structure and mechanical properties of polyamide-6 nanocomposites, *Eur. Polym. J.* 47 (2011) 5–15. doi:10.1016/j.eurpolymj.2010.10.031.
- [19] R. Wagener, T.J.G. Reisinger, A rheological method to compare the degree of exfoliation of nanocomposites, *Polymer (Guildf)*. 44 (2003) 7513–7518. doi:10.1016/j.polymer.2003.01.001.
- [20] Y.Y. Zhang, S.L. Jiang, Y. Yu, G. Xiong, Q.F. Zhang, G.Z. Guang, Phase transformation mechanisms and piezoelectric properties of poly(vinylidene fluoride)/montmorillonite composite, *J. Appl. Polym. Sci.* 123 (2012) 2595–2600. doi:10.1002/app.34431.

5. Omówienie pozostałych osiągnięć naukowo-badawczych

5.1. Przebieg pracy naukowej

Studia magisterskie ukończyłem na Wydziale Chemicznym Politechniki Łódzkiej w 2007r. Badania do pracy dyplomowej realizowałem w Instytucie Technologii Polimerów i Barwników pod opieką dr inż. Joanny Pietrasik w grupie prof. Mariana Zaborskiego.

Studia doktoranckie rozpocząłem w październiku 2007r. w Zakładzie Inżynierii i Technologii Polimerów na Wydziale Chemicznym Politechniki Wrocławskiej pod opieką prof. Jacka Pigłowskiego. W 2008r otworzyłem przewód doktorski. Tytuł mojej rozprawy doktorskiej to: „*Struktura i właściwości nanokompozytów z wtórnych tworzyw sztucznych*”. W trakcie studiów doktoranckich dwukrotnie uzyskałem stypendium Marszałka Województwa Dolnośląskiego, jak również Stypendium Prezydenta Wrocławia za wyróżniające osiągnięcia naukowe. Ponadto moje wystąpienie na konferencji *12th European Meeting on Fire Retardant Polymers*, która odbyła się w Poznaniu w 2009r zostało wyróżnione i zakończyło się zaproszeniem do opublikowania wyników w czasopiśmie *Polymer Degradation and Stability*. Pracę doktorską obroniłem z wyróżnieniem w 2011 r.

Od września 2011 r. do września 2015 r. byłem zatrudniony na stanowisku asystenta naukowo-dydaktycznego. W tym czasie odbyłem staż podoktorski w na University of California Berkeley (Berkeley, USA), który finansowany był w ramach programu *Top 500 Innovators* przez Ministerstwo Nauki i Szkolnictwa Wyższego. W ramach stażu odbyłem szereg szkoleń z zakresu m.in. zarządzania grupą badawczą, komercjalizacji wyników badań, a także odbyłem praktykę w grupie prof. Ting Xu (Department of Materials Science and Engineering, UC Berkeley). Ponadto doskonalilem swój warsztat pracy z zakresu przetwórstwa tworzyw (m.in. wyłaczanie, wtrysk, walcowanie, pulweryzacja, druk 3D), jak również warsztat badawczy (TGA, DSC, FTiR, testy palności, testy wytrzymałościowe, XRD, SEM, TEM, ect.). W tym okresie uczestniczyłem również w realizacji projektów badawczych, m.in. *Badania nad otrzymywaniem bezhalogenowych retardantów palenia o strukturze nano i mikro*, oraz *Wpływ parametrów technologicznych procesu laserowego na bio-fizyko-chemiczne właściwości polimerów biodegradowalnych*, jak również w projekcie *NanoMat: „Nanokompozyty i materiały typu SMART”*. W 2013 r. plakat *„Budowa nadcząsteczkowa poli (fluorku winylidenu) w obecności warstwowych glinokrzemianów”*, którego byłem współautorem został wyróżniony na ogólnopolskiej konferencji *Modyfikacja Polimerów*. W tym okresie opracowałem również dwa autorskie wykłady w języku polskim

dla studentów kierunków Inżynieria Materiałowa: „*Recykling Materiałów*” oraz „*Odzysk i Zagospodarowanie Poużytkowych Materiałów Polimerowych*”. Pierwszy z wymienionych prowadzi również w języku angielskim dla studentów zagranicznych oraz specjalności prowadzonej w języku angielskim.

Od października 2015 r. jestem adiunktem naukowo – dydaktycznym w Zakładzie Inżynierii i Technologii Polimerów na Wydziale Chemicznym Politechniki Wrocławskiej. W tym czasie uczestniczyłem/uczestniczę w czterech kolejnych projektach naukowych:

1. Projekt „*Otrzymywanie i badania biokompozytów na bazie nanoapatytów przeznaczonych do teranostyki*”, którego jestem współautorem finansowany jest z Narodowego Centrum Nauki i realizowany w ramach umowy konsorcjum, którego liderem jest Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych PAN, a konsorcjantami Politechnika Wroclawska oraz Uniwersytet Przyrodniczy we Wrocławiu. W projekcie odpowiadam za badania realizowane na Politechnice Wrocławskiej.
2. Projekt „*Metody i Sposoby Ochrony i Obrony przed Impulsami HPM*”, finansowany przez Narodowe Centrum Badań i Rozwoju; w projekcie pełnię rolę wykonawcy i odpowiadam za wytwarzanie materiałów o właściwościach tłumiących promieniowanie HPM (high power microwave).
3. Projekt „*Przyrostowe wytwarzanie zindywidualizowanych wyrobów medycznych na bazie biomateriałów polimerowych*”, finansowany przez Narodowe Centrum Badań i Rozwoju w ramach konkursu Lider; w ramach projektu pełnię rolę wykonawcy i odpowiadam za wytworzenie materiałów do druku 3D.
4. Projekt „*Wielofunkcyjny materiał kompozytowy o właściwościach przeciwdrobnoustrojowych i pro-regeneracyjnych do odbudowy tkanki kostnej*”, finansowany przez Narodowe Centrum Badań i Rozwoju w ramach konkursu Techmatstrateg II; projekt realizowany jest w ramach umowy konsorcjum przez Instytut Ceramiki i Materiałów Budowlanych (Lider projektu), Uniwersytet Gdański, Politechnikę Wrocławską, Instytut Biotechnologii i Medycyny Molekularnej oraz spółkę SensDX. Jestem współautorem projektu oraz pełnię rolę kierownika części realizowanej na Politechnice Wrocławskiej. Projekt został laureatem konkursu „*Polska Nagroda Inteligentnego Rozwoju 2019*” w kategorii *Innowacyjne Technologie Przyszłości* pod patronatem Prezes Urzędu Patentowego RP.

W 2017 roku zostałem laureatem konkursu japońskiej fundacji *Matsumae International Foundation* (Fundacja finansuje ok. 20-30 projektów badawczych rocznie dla

naukowców z całego świata) i odbyłem sześciomiesięczny staż naukowy w Toyota Technological Institute (Nagoja, Japonia) u prof. Masami Okamoto. W ramach stażu realizowałem projekt pt. „*Cell adhesion and differentiation on PLLA/HA composite scaffolds modified by RGDS peptide*”. Podczas stażu rozszerzyłem swój warsztat badawczy o podstawowe badania biologiczne, m.in. testy proliferacji, cytotoksyczności, badania morfologii komórek osteoblastycznych. Po zakończeniu stażu zostałem zaproszony do pełnienia funkcji ambasadora Fundacji w Polsce.

W 2017r. zaprojektowałem halę technologiczną do przetwórstwa tworzyw polimerowych i kompozytów. Mój projekt został zrealizowany w ramach projektu infrastrukturalnego „*Kompleks GEO-3EM - ENERGIA EKOLOGIA EDUKACJA*”, w ramach którego został zakupiony sprzęt do przetwarzania i badań tworzyw o wartości przekraczającej 8mln PLN.

W ramach zajęć dydaktycznych prowadzę (poza wymienionymi wcześniej) kursy:

1. Przetwórstwo Tworzyw – w ramach kursu prowadzę wykład i zajęcia laboratoryjne;
2. Tworzywa polimerowe – zajęcia laboratoryjne
3. Materiałoznawstwo – wykład
4. Kompozyty – zajęcia laboratoryjne
5. Modyfikacja Polimerów – wykład i laboratorium

Jestem promotorem pomocniczym w jednym przewodzie doktorskim oraz opiekuję się dwoma doktorantami.

Pełnię ponadto funkcję Zastępcy Kierownika Zakładu Inżynierii i Technologii Polimerów na Wydziale Chemicznym Politechniki Wrocławskiej,

W trakcie swojej pracy (od 2011r.) otrzymałem trzykrotnie Nagrodę Rektora Politechniki Wrocławskiej. W 2016r. zostałem powołany do Zespołu ds. Międzynarodowej Współpracy Naukowo-Badawczej przez Rektora Politechniki Wrocławskiej. Od 2013 r. jestem członkiem Stowarzyszenia Top 500 Innovators. Pełnię również rolę recenzenta projektów w Narodowym Centrum Badań i Rozwoju.

W 2018 r. uzyskałem stypendium z Ministerstwa Nauki i Szkolnictwa Wyższego dla Wybitnych Młodych Naukowców.

5.2. Wskaźniki bibliograficzne

Zgodne ze stanem na dzień 10.04.2019, mój dorobek naukowy i naukowo-techniczny przedstawia się następująco:

- Całkowita Liczba publikacji (wg bazy DONA PWi): **61**
 - Publikacje w bazie Journal Citation Reports (JCR): **15***
 - Publikacje w baize SCOPUS (Elsevier): **21**
 - Sumaryczny impact factor (JCR): $\Sigma_{IF} = 36,591$ (w tym **14,617** dotyczy osiągnięcia naukowego)
 - Ogólna Liczba cytowań: **98** (według bazy Web of Science)
 - Liczba cytowań bez autocytowań: **82** (według bazy Web of Science)
 - Liczba cytowań publikacji: **153** (według bazy Google Scholar)
 - Indeks Hirscha: **h= 6** (według bazy Web of Science)
 - Punkty wg MNiSW: **445** (w tym 182 pkt dotyczące osiągnięcia naukowego)
 - Udział w konferencjach:
 - Konferencje na których prezentowane były wyniki powstałe przy moim współudziale: **25** (w tym **18** o zasięgu międzynarodowym)
 - Konferencje w których uczestniczyłem osobiście: **18** (w tym **10** jako prelegent; **5** konferencji o zasięgu międzynarodowym;)
 - Patenty i zgłoszenia patentowe: **6 patentów**
- (*) w bazie niedostępne są na dzień 10.04.2019 publikacje, które ukazały się w 2019r.

Zestawienie porównawcze wskaźników oceny dorobku według bazy Web of Science, Scopus (Elsevier) i Google Scholar:

Źródło danych	Web of Science	Scopus	Google Scholar
Liczba publikacji w bazie	18	22	25
Liczba cytowani ogółem	103	119	153
Indeks Hirscha, h	6	7	8

Lista publikacji dostępna jest w Załączniku 6

5.3. Konferencje naukowe

Wyniki moich badań prezentowane były łącznie na **25** konferencjach:

Przed doktoratem: **12** konferencji (w tym **8** o zasięgu międzynarodowym), gdzie wygłoszono łącznie **6** wykładów oraz przedstawiono **16** plakatów;

Po doktoracie: 13 konferencji (w tym **10** o zasięgu międzynarodowym), gdzie wygłoszono łącznie **6** wykładów i zaprezentowano **11** plakatów;

Konferencje przed doktoratem:

1. IXth International Conference On Frontiers Of Polymers And Advanced Materials, Kraków, 8 – 12.07.2007
2. VII Gliwickie Seminarium Polimerowe, 26.06.2008
3. 7. Środkowo-Europejska Konferencja Recykling I Odzysk Materiałów Polimerowych, Nauka – Przemysł Międzydroje – Kopenhaga, 13 – 16.10. 2008
4. XIX Konferencja Naukowa Modyfikacja Polimerów: Stan i Perspektywy w roku 2009, Wrocław-Karczowiska, 20-23.09.2009
5. 12th European Meeting on Fire Retardant Polymers, FRPM, Poznań, 30.08-3.09.2009
6. Recykling i odzysk materiałów polimerowych, Ustroń-Jaszowiec 4-6.11.2009
7. ECCM14 - European Conference on Composite Materials, Budapeszt, 7-10.06.2010
8. 14th International Scientific Conference „Polymeric Materials“, Halle, 15-17.09.2010
9. XIPS 2010. VIII International Conference on X-Ray Investigations of Polymer Structure, Wrocław, 8-10.12.2010
10. Ko-oper field 2011, Szklarska Poręba 8-11.06.2011
11. PhoBiA Annual Nanophotonics International Conference, Wrocław, 25-27.05.2011
12. XX Konferencja Naukowa Modyfikacja Polimerów, Wrocław, 12-14.09.2011

Konferencje po doktoracie

1. Polymerwerkstoffe 2012 – P2012 Halle (Saale), 12–14.09.2012
2. IUPAC MACRO2012, World Polymer Congress, Blacksburg, USA, 24-29.06.2012
3. XI Środkowo-Europejska Konferencja „Recykling i odzysk materiałów polimerowych, Nauka-Przemysł 2012”, Augustów-Wilno, 30.08.-02.09.2012
4. XXI Konferencja Naukowa Modyfikacja Polimerów, Kudowa-Zdrój, 18-20.09.2013
5. 12. Środkowo-Europejskiej Konferencji Recykling i Odzysk Syntetycznych i Naturalnych Materiałów Polimerowych Nauka - Przemysł 2013, Żagań – Drezno, 10-12.10.2013
6. 2nd International Conference on Photonics, Optics and Laser Technology, Lizbona, Portugalia, 07 - 09.01.2014
7. Conference on Laser-Based Micro- and Nanoprocessing VIII, San Francisco, 04-06.02.2014

8. Fourth International Symposium Frontiers in Polymer Science, Riva del Garda, Włochy, 20-22.05.2015
9. XXII Konferencja Naukowa Modyfikacja Polimerów, Kudowa - Zdrój, 21-23.09.2015
10. Conference on Laser-Based Micro-and Nanoprocessing, Location: San Francisco, USA, 16-18.02.2016
11. XXIII Konferencja Naukowa Modyfikacja Polimerów, Świeradów-Zdrój, 10-13.09.2015
12. 4th International Conference on Bio-Based Polymers and Composites (BiPoCo): Balatonfured, Węgry, 02-06.09.2018
13. Conference on Laser-Based Micro- and Nanoprocessing XII Location: San Francisco, USA, 30.01-1.02.2018

Zestawienie publikacji pokonferencyjnych i/lub tytuły wykładów/plakatów dostępne jest w załączniku 6.

5.4. Patenty i zgłoszenia patentowe

1. **K. Szustakiewicz**, M. Gazińska, A. Kiersnowski, M. Żabska, J. Pigłowski, A. Antończak, K. Abramski, *Nanokompozyty poliamidu 6 z glinokrzemianami warstwowymi oraz sposób ich wytwarzania*”, patent polski nr 221190, **2016**
2. M. Gazińska, A. Kiersnowski, J. Pigłowski, **K. Szustakiewicz**, M. Żabska, polski patent nr 221105. *„Nowe glinokrzemiany warstwowe organofilizowane solami amidoamoniowymi lub protonowanymi amidoaminami pochodnymi N-(3-dimetyloaminopropyl)amidu kwasu 12-hydroksystearynowego oraz sposób ich otrzymywania*”, **2016**
3. M. Gazińska, **K. Szustakiewicz**, A. Kiersnowski, M. Żabska, J. Pigłowski, polski patent, nr 220616, *„Organofilizowane związkami organicznymi glinokrzemiany warstwowe oraz sposób ich wytwarzania*, **2015**
4. M. Gazińska, **K. Szustakiewicz**, A. Kiersnowski, M. Żabska, J. Pigłowski, polski patent nr 220622, *„Glinokrzemiany warstwowe organofilizowane pochodnymi surowców naturalnych oraz sposób ich wytwarzania*”, nr P398754, **2015**
5. J. Pigłowski, A. Grabowiecka, A. Kiersnowski, M. Gazińska, **K. Szustakiewicz**, polski patent, nr 215907, *„Protonowane amidoaminy pochodne N-(3-*

dimetyloaminopropylo)amidów kwasów tłuszczowych wywodzących się z oleju kokosowego oraz sposób ich otrzymywania”, 2014

6. J. Piękowski, A. Grabowiecka, A. Kiersnowski, M. Gazińska, **K. Szustakiewicz**, polski patent, nr 216256, „Czwartorzędowe sole amoniowe pochodne N-(3-dimetyloaminopropylo)amidów kwasów tłuszczowych wywodzących się z oleju kokosowego oraz sposób ich otrzymywania”, 2014

5.5. Staże w ośrodkach naukowych

1. Staż naukowy w Toyota Technological Institute, Nagoya, Japonia, w ramach konkursu Matsumae International Foundation (MIF), w grupie prof. Masami Okamoto, 6 miesięcy, 2017
2. University of California, Berkeley, USA w ramach program “Top 500 Innovators”, staż dotyczył zarządzania grupą badawczą, Prof. Ting Xu, Department of Materials Science and Engineering, 9 tygodni, 2013

5.6. Wyróżnienia wynikające z prowadzenia badań naukowych

1. Polska Nagroda Inteligentnego Rozwoju 2019 pod patronatem Prezes Urzędu Patentowego RP, dr Alicji Adamczuk w kategorii Innowacyjne Technologie Przyszłości za projekt „Wielofunkcyjny materiał kompozytowy o właściwościach przeciwdrobnoustrojowych i pro-regeneracyjnych do odbudowy tkanki kostnej”, którego jestem współautorem i realizowany w ramach programu Techmatstrateg II, NCBiR
2. Laureat konkursu Ministerstwa Nauki i Szkolnictwa Wyższego, Wybitny Młody Naukowiec 2018;
3. Wyróżnienie projektu badawczego przez japońską fundację Matsumae International Foundation (MIF) oraz sfinansowanie stażu w grupie prof. Masami Okamoto, 2017
4. Stypendium Samorządu Wrocławia w roku akademickim 2010/2011
5. Stypendium Urzędu Marszałkowskiego Województwa „Przedsiębiorczy doktorant - inwestycja w innowacyjny rozwój regionu”, 2010/2011
6. Stypendium Urzędu Marszałkowskiego Województwa „Grant – wsparcie prac badawczych poprzez stypendia naukowe dla doktorantów”, 2009/2010

7. Wyróżnienie wystąpienia "Flammability, structure and mechanical properties of PP/OMMT nanocomposites podczas Międzynarodowej Konferencji 12th European Meeting on Fire Retardant Polymers FRPM, Poznań 2009.
8. Wyróżnienie plakatu "Budowa nadcząsteczkowa poli (fluorku winylidenu) w obecności warstwowych glinokrzemianów" podczas Ogólnopolskiej konferencji Modyfikacja Polimerów, Kudowa-Zdrój, 2013

5.7. Realizacja projektów badawczych

W trakcie mojej działalności badawczej i naukowej brałem udział w realizacji następujących projektów:

Projekty międzynarodowe:

1. „Cell adhesion and differentiation on PLLA/HA composite scaffolds modified by RGDS peptide” (kwiecień-wrzesień 2017), Toyota Technological Institute, Nagoja, Japonia; project sfinansowany z funduszu japońskiej fundacji Matsumae International Foundation

Projekty krajowe:

2. (NCBiR: Techmatstrateg II), Wielofunkcyjny materiał kompozytowy właściwościami przeciwdrobnoustrojowymi i pro-regeneracyjnymi do odbudowy tkanki kostnej), 2019-2021. Projekt realizowany w konsorcjum: Instytut Ceramiki i Materiałów Budowlanych, Uniwersytet Gdański, Instytut Biotechnologii i Medycyny Molekularnej, firmy SensDX oraz Politechniki Wrocławskiej. Wartość całego projektu ~7 000 000 PLN, z czego ok. 1 000 000 PLN wynosi wartość części badań realizowana w Politechnice Wrocławskiej. W projekcie pełnię rolę kierownika części projektu realizowanej na PWr.
3. (NCBiR: Lider IX, BioAddMed) „Przyrostowe wytwarzanie zindywidualizowanych wyrobów medycznych na bazie biomateriałów polimerowych”, 2019-2021; w projekcie pełnię rolę wykonawcy
4. (NCBiR: DOB-1-3/1/PS/2014) „*Metody i Sposoby Ochrony i Obrony przed Impulsami HPM*”), 2017-2019, WAT; w projekcie pełnię rolę wykonawcy
5. (NCN: 2015/19/B/ST5/01330): „*Otrzymywanie i badania biokompozytów na bazie nanoapatytów przeznaczonych do teranostyki*„, (2016-2019), Politechnika

Wrocławska; projekt realizowany w konsorcjum: Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych PAN, Uniwersytet Przyrodniczy we Wrocławiu oraz Politechnika Wrocławska; wartość projektu ~1 500 000 PLN, z czego część projektu realizowana na PWr obejmuje ~ 500 000 PLN; w projekcie pełnię rolę kierownika części realizowanej na PWr.

6. (NCN: 2013/09/B/ST/8/02423) „*Wpływ parametrów technologicznych procesu laserowego na bio-fizyko-chemiczne właściwości polimerów biodegradowalnych* (2014-2017); w projekcie pełniłem rolę wykonawcy
7. Projekt POIG 01.01.02-02-002/08 „Wykorzystanie nanotechnologii w nowoczesnych materiałach, finansowany ze środków UE w ramach Programu Operacyjnego Innowacyjna Gospodarka, projekt realizowany we współpracy z Wrocławskim Centrum Badań EIT+(2010-2015). Byłem wykonawcą w części projektu zatytułowanej „*Nanokompozyty i materiały typu SMART*” o budżecie 5 079 833 PLN
8. (N N209 186538) *Badania nad otrzymywaniem bezhalogenowych retardantów palenia o strukturze nano i mikro*) we współpracy z ICHN Gliwice (2010-2012); w projekcie pełniłem rolę wykonawcy
9. PBZ-MNiSW – 5/3/2006 „*Gospodarka i rozwój technicznego wykorzystania odpadów z tworzyw polimerowych w Polsce*”, 2007-2010; w projekcie pełniłem rolę wykonawcy
10. RPDS.01.01.00-02-0001/16-00, Kompleks GEO-3EM - ENERGIA EKOLOGIA EDUKACJA, „Regionalny Program Operacyjny Województwa Dolnośląskiego 2014-2020 Osi Priorytetowej nr 1 „Przedsiębiorstwa i innowacje” Działania 1.1 „Wzmocnienie potencjału B+R i wdrożeniowego uczelni i jednostek naukowych”; w ramach projektu zaprojektowałem halę technologiczną do przetwórstwa tworzyw polimerowych oraz laboratorium badań tworzyw wraz z wyposażeniem. Wartość projektu ~ 108 000 000 PLN, z czego wartość aparatury w laboratorium, którego powstanie koordynowałem wynosiła ~8 000 000 PLN.

Ponadto, jestem współautorem projektu „*Wielofunkcyjne kompozyty aktywne biologicznie do zastosowań w medycynie regeneracyjnej układu kostnego*”, który otrzymał (informacja z dnia 16.04.2019) dofinansowanie w ramach konkursu TEAM-NET Fundacji na Rzecz Nauki Polskiej. Jestem współautorem projektu oraz z ramienia lidera konsorcjum (Politechniki

Wrocławskiej) oraz koordynatorem działań związanych z pozyskaniem finansowania. Wartość projektu ~14 000 000.

5.8. Działalność recenzencka

Recenzowałem artykuły naukowe w następujących czasopismach z Listy Filadelfijskiej:

- Composites Part B,
- Journal of Thermoplastic Composite Materials,
- Materials Research
- Scientific Reports,
- Express Polymer Letters,
- Industrial & Engineering Chemistry Research,
- Journal of Polymers and the Environment,
- Microsystem Technologies,
- Polymers for Advanced Technologies,
- Acta of Bioengineering and Biomechanics.

Ponadto recenzowałem 1 artykuł w periodyku "Drewno". W sumie wykonałem kilkanaście recenzji artykułów naukowych w czasopismach polskich oraz zagranicznych.

Od 2018r jestem recenzentem w Narodowym Centrum Badań i Rozwoju.

5.9. Pozostała działalność

- Zaprosiłem oraz pozyskałem środki (z programu Visiting Professors Wrocławskiego Centrum Akademickiego) na sfinansowanie przyjazdu na Politechnikę Wrocławską światowej sławy profesora Masami Okamoto (Toyota Technological Institute), który w dniach 19.03-23.03.2019 w ramach wizyty na Politechnice Wrocławskiej przeprowadził szereg zajęć dla studentów z zakresu zastosowania polimerów w otrzymywaniu biomateriałów.
- Współorganizowałem (jako Członek Komitetu Organizacyjnego, a w przeszłości również Przewodniczący Komitetu Organizacyjnego) ogólnopolską cykliczną konferencję naukową Modyfikacja Polimerów (od 2009r)
- Pełnię funkcję Zastępcy Kierownika Zakładu Inżynierii i Technologii Polimerów na Wydziale Chemicznym Politechniki Wrocławskiej (od grudnia 2018r);

- Uczestniczyłem w Zespole d.s. budowy i organizacji Laboratorium przetwórstwa polimerowych oraz Laboratorium badań tworzyw polimerowych
- Jestem członkiem Zespołu ds. Rozwoju Międzynarodowej Współpracy Naukowo-Badawczej przy Dziale Współpracy Międzynarodowej Politechniki Wrocławskiej.

Konrad Szustakiewicz