

Warszawa, 20.02.2023 r.

Prof. dr hab. inż. Joanna Ryszkowska
Wydział Inżynierii Materiałowej
Politechnika Warszawska
02-507 Warszawa
ul. Wołoska 141

Recenzja

rozprawy doktorskiej pani mgr inż. **Jagody Nowak-Grzebyta**
pt. „**Nieniszczące metody oceny połączeń hybrydowych kompozytów polimerowych**”

przygotowanej w ramach projektu Interdyscyplinarne Studia Doktoranckie „NanoBioTech” realizowanego wspólnie przez trzy jednostki: Politechnikę Poznańską, Uniwersytet Medyczny im. Karola Marcinkowskiego w Poznaniu, Instytut Chemii Bioorganicznej Polskiej Akademii Nauk, w ramach Umowy o dofinansowanie nr POWR.03.02.00-00-I011/16.

Podstawą do wykonania recenzji była uchwała **Rady Dyscypliny Inżynieria materiałowa Politechniki Poznańskiej** z dnia 13 stycznia 2023 r

Informacje o ocenianej rozprawie doktorskiej

Tytuł rozprawy mgr inż. Jagody Nowak-Grzebyta „Nieniszczące metody oceny połączeń hybrydowych kompozytów polimerowych”.

Promotorem rozprawy jest prof. dr hab. inż. Ewa Stachowska, a promotorem pomocniczym dr inż. Monika Knitter.

Ocena układu rozprawy doktorskiej

Praca o objętości 104 stron zawiera: streszczenie, abstract, spis treści, wykaz oznaczeń i skrótów, wprowadzenie, cel pracy i postawione zadania. Po tej części pracy Doktorantka w pięciu rozdziałach opisała istotne zagadnienia związane z tematyką pracy: połączenia metal-polimer, fale sprężyste w ciele stałym, holografię, wibrometrię holograficzną oraz szerografię. Kolejne rozdziały pracy związane są z częścią doświadczalną Doktorantka opisała w nich: stanowisko pomiarowe i metody badań, badane obiekty, wyniki badań oraz podsumowanie. Pracę zamyka spis literatury, spis tabel i spis ilustracji oraz dodatek A z opisem stanowiska badawczego do badań szerograficznych.

Doktorantka rozpoczęła pracę wprowadzeniem, w którym przedstawiła uzasadnienie podjęcia tematu. Opisała dotychczas stosowane metody niszczące i nieniszczące analizy połączeń metal-polimer, przeanalizowała zalety i wady tych metod. Uzasadniła wybór holografii do badań defektów w złączach metal-polimer. Przedstawiła założenie dotyczące kształtu analizowanych próbek oraz wynikający z ich kształtu typ propagowanych nano-drgań w postaci fal Lambda. Mgr. Nowak-Grzebyta opisała dotychczasowe zastosowanie fal Lambda wzbudzanych wysokimi częstotliwościami do analizy materiałów. Opisała zagrożenia wynikające z wibracji z zakresu niskich częstotliwości generowane np.: przez urządzenia AGD, alarmy czy transport wewnątrz budynków. Defekty w połączeniach metal – polimer używanych w tych urządzeniach i konstrukcjach może stanowić zagrożenie dla ich użytkowników. Jest to uzasadnienie podjęcia tematyki pracy.

W rozdziale 2 Autorka rozprawy zdefiniowała zjawisko adhezji, opisała techniki łączenia adhezyjnego polimeru z metalem koncentrując się na technikach bez warstwy pośredniej. W rozdziale 3 Doktorantka przedstawiła podstawy fizyczne rozchodzenia się fali sprężystej w ciele stałym opisała fale lambda i fale stojące. W kolejnych trzech rozdziałach Autorka rozprawy omówiła wybrane zagadnienia dotyczące rekonstrukcji obrazu w holografii, interferometrii plamkowej, wibrometrii holograficznej oraz szerografii.

Zabrakło krytycznego podsumowania analizy literatury, zwykle pojawiającego się po części literaturowej. Jednakże za rodzaj podsumowania można uznać znaczną część opisów, które Autorka rozprawy zawarła we wprowadzeniu.

W kolejnych rozdziałach od 7 do 10 tego, Doktorantka przedstawiła część doświadczalną pracy. W tej części rozprawy w rozdziale 7 Autorka rozprawy przedstawiła opis stanowiska badawczego i metod badań. Mgr Nowak-Grzebyta opisała układ pomiarowy, układ mocowania badanego obiektu i zwierciadeł, wzbudnik drgań, zbieranie i archiwizację obrazów oraz metodę i parametry badań. Opis badanych obiektów został zawarty w rozdziale 8, opisano cztery grupy połączeń: próbki z połączeniem adhezyjnym oraz adhezyjnym i mechanicznym wytworzonym w procesie wtryskiwania, próbki z połączeniem adhezyjnym z warstwą pośrednią, próbki z połączeniem adhezyjnym bez warstwy pośredniej wytworzonym poza formą wtryskową, próbki z połączeniem adhezyjnym metal-polimer wytworzonym za pomocą prasowania przy użyciu prasy hydraulicznej. Kolejny rozdział pracy zawierający opis wyników badań kolejnych grup połączeń został zamknięty zestawieniem wniosków z wykonanych pomiarów. Wnioski zawarto też w kolejnych rozdziałach opisujących wyniki, a ich powtórne zamieszczenie nie jest potrzebne.

Część doświadczalną zamyka rozdział Podsumowanie. Po części doświadczalnej Autorka przedstawiła literaturę, spis tabel i ilustracji oraz dodatek A.

Praca ma typowy dla prac doktorskich układ: przedstawienie wprowadzenia, celu i zakresu pracy, opis zagadnień dotyczących przedmiotu i metod badań, część dotyczącą metod badań i badanych obiektów, wyniki badań i ich dyskusję, podsumowanie i literaturę.

Udział części literaturowej stanowi ok. 30% pracy, co stanowi o właściwej proporcji części literaturowej i badawczej. Praca została napisana w zwięzły sposób poprawnym językiem, ale pojawiają się w niej pojedyncze błędy stylistyczne np. obiekty badane zamiast badane obiekty oraz liczne błędy literowe.

Ocena zastosowanego piśmiennictwa

Autorka rozprawy w bibliografii zawarła 136 pozycji dotyczących połączeń metal-polimer, ich wytrzymałości, metod nieniszczących służących do oceny ich jakości oraz podstaw zjawisk wykorzystywanych w tych metodach.

Ponad 90% pozycji literatury to odnośniki w języku angielskim. Autorka rozprawy wykorzystwała kilkanaście odnośników do stron internetowych, w których opisane były badane materiały, oraz metody badań stosowane do wytwarzania i badań połączeń metal - polimer.

Zacytowane przez Doktorantkę pozycje literatury zostały dobrane we właściwy sposób w analizie literatury, a ich zawartość została wykorzystana we właściwy sposób.

Ocena celu rozprawy

Głównym celem rozprawy było opracowanie i zweryfikowanie metody badania połączeń polimer-metal z użyciem cyfrowej laserowej wibrometrii holograficznej. Natomiast celem użytecznym pracy była ocena możliwości wykrywania defektów wewnętrznych i wpływu tych defektów na propagację drgań w próbkach z połączeniem polimer-metal.

W praktyce przemysłowej coraz częściej stosowane są połączenia polimer – metal, zwłaszcza w motoryzacji, lotnictwie, czy produkcji sprzętu gospodarstwa domowego. Według najnowszych wytycznych Unii Europejskiej wszystkie te elementy powinny być podatne na recykling, dlatego korzystnie, żeby były to połączenia adhezyjne, łatwe do demontażu. W praktyce technicznej coraz częściej stosowane są też całe podzespoły z rozbiórki poeksploatacyjnej, które nadal mogą być zastosowane w nowych konstrukcjach. W obu przypadkach jakość połączeń metal - polimer powinna być skontrolowana, dlatego też poszukiwane są szybkie i precyzyjne metody oceny jakości takich połączeń. Korzystnie, żeby

były to metody nieniszczące. Oceniana rozprawa poświęcona jest tej aktualnej, ważnej i ciekawej tematyce badawczej.

Cel pracy został właściwie i jasno sformułowany, uwzględnia aktualne potrzeby badawcze.

Ocena zastosowanych metod badawczych

Do realizacji celu badań Autorka rozprawy zastosowała metodę cyfrowej wibrometrii holograficznej dostosowując komercyjne urządzenie do badań na potrzeby realizacji badań własnych. W ramach rozprawy analizowano połączenia metal-polimer, korzystne jest, aby analiza obu stron tych połączeń prowadzona była jednocześnie, dlatego na potrzeby rozprawy zaprojektowano układ umożliwiający takie badania. W układzie tym zastosowano układ dwóch płaskich zwierciadeł, pomiędzy którymi mocowano próbkę. Zadbano, żeby układ nie był narażony na drgania spoza obszaru badań.

Warto podkreślić, że Autorka rozprawy przy badaniach różnych serii materiałów analizowała je przy takich samych parametrach wzbudzenia, a przed rozpoczęciem badań nowej serii pomiarowej wykonywała wstępne badania. W trakcie tych badań analizowano wpływ elementów układu pomiarowego, występowania różnic w drganiach obu stron próbki jedno- i dwuelementowej, odpowiedź próbki na zmianę kierunku zadawania częstotliwości drgań wymuszających poprzez skanowanie zakresu częstotliwości, zwiększanie lub zmniejszanie częstotliwości wzbudzenia, charakter występujących drgań, możliwość wykrycia granicy złącza części polimerowej i metalowej próbki.

Zastosowana metoda cyfrowej laserowej wibrometrii holograficznej oraz odpowiedź poszczególnych elementów próbek na wymuszenie drgań służyła ocenie możliwości wykrywania defektów w wytworzonych połączeniach metal - polimer. Amplitudy wzbudzanych w próbkach drgań miały wartości nanometryczne (maksymalnie około 50 nm), dzięki czemu próbki nie ulegały zniszczeniu i możliwe było przeprowadzanie wielokrotnych pomiarów. W badaniach zastosowano metodę opartą na lokalnym rezonansie defektu (ang. *Local Defect Resonance* – LDR) ale o znacznie szerszej charakterystyce częstotliwościowej niż w innych badaniach.

Metody badawcze zostały dobrane właściwie, zadbano o ich wysoką powtarzalność wyników badań a metodyka tych badań została opisana poprawnie.

Ocena merytoryczna pracy

We wprowadzeniu do pracy Autora rozprawy jasno scharakteryzowała istotę pracy. Uzasadniła potrzeby podjęcia tematyki pracy wynikające z użytkowania połączeń metal – polimer w konstrukcjach pojazdów, w tym w lotnictwie i sprzęcie AGD oraz potrzeb recyklingu materiałów i elementów konstrukcji.

W części teoretycznej opisała metody analizy połączeń metal – polimer, wskazała na konieczność stosowania metod nieniszczących oraz uzasadniła wybór holografii oraz wybór kształtu analizowanych próbek. Opisała wynikający z kształtu próbek typ propagowanych nanodrgań w postaci fal Lambda. W części literaturowej Doktorantka opisała też zjawiska istotne dla jakości połączeń adhezyjnych i analiz tych połączeń. W tej części znalazł się także opis zagadnień dotyczących rekonstrukcji obrazu w holografii, interferometrii płamkowej, wibrometrii holograficznej oraz szerografii.

Część doświadczalną Autorka rozpoczęła od opisu stanowiska pomiarowego i metody badań. Opisała układ pomiarowy, układ mocowania badanego obiektu i zwierciadeł, wzбудnik drgań, zbieranie i archiwizację obrazów oraz metodę i parametry badań. W trakcie prac laboratoryjnych zadbano o właściwe przygotowanie stanowiska badawczego, przeprowadzając wstępne badania sprawdzające.

Połączenia metal-polimer Autorka rozprawy przygotowała z zastosowaniem trzech rodzajów metali: stali DC04, stopy aluminium AW-6061 i AW-5754. W opisie badanych obiektów Doktorantka uzasadniła wybór tych metali. W badanych połączeniach część polimerową wykonano z dziewięciu grup materiałów: poliamidu 6 (PA6) i jego kompozytów z dodatkiem miki lub talku; mieszanin polietylenu małej gęstości (LDPE) i PA6 z różnym udziałem kompatybilizatora PE-g-MAH; polilaktydu (PLA), polifluorku winylidenu (PVDF) oraz poliwęglanu (PC). Wybór tych materiałów polimerowych także został uzasadniony.

Z zaproponowanych materiałów metalowych i polimerowych wykonano różne typy połączeń: wyłącznie adhezyjne, adhezyjne i mechaniczne, a także adhezyjne z warstwą pośrednią. Do wytworzenia tych połączeń zastosowano cztery techniki łączenia: technologią wtryskiwana, prasowania na gorąco, zgrzewania i klejenia. Techniki te umożliwiają uzyskanie trwałych złącz bez i z defektem połączenia. Wytworzono połączenia metal-polimer o kształtach i wymiarach próbek, które po badaniach nieniszczących mogły być poddane badaniom wytrzymałościowym. Przygotowanie materiałów, kształt i wymiary próbek złącz oraz techniki łączenia zostały starannie opisane przez Doktorantkę.

Aby zbadać połączenia metal – polimer Doktorantka wykonała badania z zastosowaniem metody cyfrowej laserowej wibrometrii holograficznej. Jest to metoda oparta na lokalnym rezonansie defektu (LDR). Z użyciem tych metod badań wykonano wykresy amplitudowe i fazowe, trójwymiarowe animacje drgań i zależności dyspersyjne fal Lambda. Użycie tych metod służyło wykrywaniu defektów złącza i wykrywaniu miejsc krytycznych. W odniesieniu do połączeń aluminium z mieszaniną polietylenu i poliamidu z różnym procentowym udziałem kompatybilizatora PE-g-MAH Autorka rozprawy zastosowała też szerografię w celu lokalizacji defektów próbek. Opis metodyki tego badania znalazł się w dodatku A do pracy. Mimo, że próbki połączeń metal-polimer miały kształt i rozmiary umożliwiające badania wytrzymałościowe, badania takie nie zostały wykonane.

Wyniki badań Doktorantka przedstawiła w podziale na rodzaj analizowanych połączeń metal-polimer. W każdym z podrozdziałów opisała wyniki przeprowadzonych pomiarów, przedyskutowała je i krótko przedstawiła wnioski z tych badań dotyczące: wykresów amplitudowych i fazowych, zależności pomiędzy częstotliwościami zadawanymi przez wzбудnik a rozmiarem defektów, analizę różnic w charakterze tworzących się fal lub różnic w prędkościach propagujących się fal Lamba. Krótko wskazano na podobieństwa lub różnice w wynikach analiz złącz metal-polimer w zależności od rodzaju badanych materiałów. Doktorantka wykonała bardzo szeroki zakres badań.

Całość pracy Doktorantka zamknęła podsumowaniem. Wskazała w nim, że wielokrotne badania wibrometryczne prowadzone według zaproponowanej metodyki nie doprowadziły do uszkodzenia próbek, co potwierdziło nieniszczący charakter opracowanej metody. Doktorantka stwierdziła też, że cyfrowa wibrometria holograficzna umożliwia wykrywanie defektów w złączach polimer-metal z wysoką zdolnością rozdzielczą i przy niskiej energii wzbudzenia. Zastosowana do analiz procedura badawcza pozwalała na szybkie zbadanie połączenia pomiędzy metalem a polimerem złącz.

Ocena omówienia wyników badań

Wyniki badań Doktorantka przedstawiła i omówiła we właściwy sposób. W trakcie omawiania wyników zabrakło odniesień do wyników badań przedstawionych w literaturze. Wyniki analiz zostały we właściwy sposób wyznaczone i zinterpretowane.

Brakuje szczegółowej analizy zależności pomiędzy budową polimerów w złączach, a przebiegiem pomiarów jakości złącz metal-polimer.

Ocena możliwości praktycznego zastosowania wyników badań

Doktorantka potwierdziła, że opracowana metodyka badań wibrometrycznych jest nieniszcząca metodą badań umożliwiającą wykrywanie defektów w złączach polimer-metal z wysoką zdolnością rozdzielczą i przy niskiej energii wzbudzenia. Jest to metoda pozwalająca na szybkie zbadanie połączenia metal-polimer, a zalety opracowanej metody umożliwiają jej zastosowanie do kontroli technicznej połączeń wykonywanych w przemyśle samochodowym, lotniczym i produkcji sprzętu AGD. Ponadto mogą być też wykorzystywane do badań połączeń metal – polimer w podzespołach przeznaczonych do ponownego zastosowania.

Ocena oryginalności rozwiązania problemu naukowego

Problem naukowy postawiony przez Doktorantkę: opracowanie i doświadczalne zweryfikowanie metody badania połączeń metal-polimer z użyciem cyfrowej laserowej wibrometrii holograficznej - wymagał oryginalnego podejścia do opracowania stanowiska i parametrów tej metody.

Uwagi i pytania dotyczące rozprawy

- Autorka rozprawy używa nazwy kompozyty do określenia połączenia metal-polimer, co jest niezgodne z definicją kompozytów.
- Brak szerszej analizy dokładności analiz w holografii w porównaniu do innych technik stosowanych w badaniach nieniszczących.
- Na stronie 8 pojawia się sformułowanie;... Różnica w temperaturach topnienia materiałów metalowych i polimerowych wyklucza stosowanie konwencjonalnych metod spawania w celu ich połączenia.... W tym zdaniu w odniesieniu do polimerów zamiast temperatury topnienia należy użyć sformułowania temperatury płynięcia lub uplastycznienia polimerów.
- W pracy pojawiają się liczne błędy literowe.
- W kolejnych pracach dotyczących podobnej tematyki warto zaproponować inne sposoby przedstawienia wyników, żeby ułatwić czytającemu ich własną analizę i ich weryfikację
- Brakuje analizy wyników badań własnych w kontekście wyników badań uzyskanych przez innych naukowców. Doktorantka odnosi się jedynie do własnych publikacji. Nawet jeśli nie ma wyników badań połączeń tą samą metodą można to zrobić w odniesieniu do wyników uzyskanych z zastosowaniem innych metod badań.

- Proszę o przedstawienie omówienia różnic w metodyce badań połączeń, w zależności od zastosowanego polimeru, oraz metody wytworzenia połączenia metal-polimer.

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

Rozprawa doktorska mgr inż. Jagody Nowak-Grzebyta jest bardzo interesującą pracą naukową dotyczącą nieniszczących metod charakteryzowania jakości połączeń metal-polimer. Zamieszczone w rozprawie wyniki badań są ciekawym i oryginalnym osiągnięciem Doktorantki. Cele rozprawy zostały zrealizowane, a uzyskane wyniki potwierdziły możliwość zastosowania opracowanej metody do badań połączeń polimer – metal.

Doktorantka wykazała się wiedzą, doświadczeniem badawczym i umiejętnością samodzielnego prowadzenia pracy naukowej. Wyniki badań związanych z rozprawą doktorską przedstawiła w czterech recenzowanych publikacjach z listy JCR.

Podsumowanie oceny rozprawy doktorskiej

Biorąc pod uwagę przedstawione powyżej opinie stwierdzam, iż praca mgr inż. Jagody Nowak-Grzebyta pt. „*Nieniszczące metody oceny połączeń hybrydowych kompozytów polimerowych*” odpowiada wymogom stawianym rozprawom doktorskim przez obowiązującą ustawę.

Dlatego wnoszę o dopuszczenie jej do publicznej obrony przed Radą Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Poznańskiej.

