



Dr hab. PIOTR RYTLEWSKI, prof. uczelni
KIEROWNIK KATEDRY INŻYNIERII MATERIAŁÓW POLIMEROWYCH
UNIwersytet Kazimierza Wielkiego w Bydgoszczy



Bydgoszcz, 24.02.2023 r.

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Jagody Nowak-Grzebyta pt.:

NIENISZCZĄCE METODY OCENY POŁĄCZEŃ HYBRYDOWYCH KOMPOZYTÓW POLIMEROWYCH

przygotowana na wniosek Dziekana - Przewodniczącego Rady Dyscypliny Inżynierii
Materiałowej dr hab. Mirosława Szybowicza, profesora Politechniki Poznańskiej

(pismo otrzymane w dniu 1 lutego 2023 r, nr DF – 63/17/2023)

1. Dziedzina nauki i dyscyplina naukowa rozprawy

Zasadniczym celem badawczym rozprawy było opracowanie i doświadczalne zweryfikowanie metody badania połączeń polimer-metal w zdefiniowanych obiektach testowych, z użyciem wzbudzania drgań mechanicznych i cyfrowej laserowej wibrometrii holograficznej. Zgodnie z podziałem przedstawionym w Rozporządzeniu Ministra Edukacji i Nauki z dnia 11 października 2022 r. (Dz. U. z 2022 r. poz. 2202) rozprawa ta kwalifikuje się do dziedziny nauk inżynieryjno-technicznych, wchodzącej w skład dyscypliny naukowej *Inżynieria Materiałowa*. Dyscyplina ta ze swej natury jest interdyscyplinarna i zawiera zagadnienia z innych dyscyplin naukowych, m.in. z nauk fizycznych, co doskonale odzwierciedla recenzowana rozprawa doktorska.

Niniejszym stwierdzam także, że tematyka recenzowanej rozprawy jest zgodna z moimi zainteresowaniami naukowymi, wykształceniem i prowadzonymi pracami badawczo-naukowymi w zakresie inżynierii materiałowej. Jednocześnie oświadczam, że nie prowadziłem i nie prowadzę z Doktorantką żadnych wspólnych badań naukowych oraz, że nie jesteśmy wspólnie autorami jakiegokolwiek publikacji naukowej.

2. Znaczenie problematyki podjętej w recenzowanej rozprawie

Rozprawa odejmuje tematykę złączy adhezyjnych i adhezyjno-mechanicznych metal-polimer, które są obecnie szeroko stosowane w wielu dziedzinach przemysłu, a o ich użytecznych właściwościach decyduje jakość uzyskanego połączenia. Zastosowanie takich złączy pozwala obniżyć masę produktu, przy zachowaniu jego właściwości mechanicznych, często prowadząc także do obniżenia kosztów produkcji. Złącza materiałów metal-polimer znajdują zastosowanie w różnych gałęziach przemysłu, zwłaszcza w lotnictwie, przemyśle motoryzacyjnym i produkcji urządzeń AGD. Określenie, w sposób nieniszczący, jakości uzyskanych połączeń takich materiałów jest kluczowe, zwłaszcza w kontekście ich rosnącej roli we współczesnej produkcji.

W pracy badano połączenia materiałów stalowych lub aluminiowych z różnymi rodzajami termoplastycznych materiałów polimerowych takich jak: poliamid 6 (PA6), PA6 z dodatkiem miki lub talku (10% mas.), mieszanina polietylenu (PE) z PA6 i kompatybilizatorem (polietylenem szczepionym bezwodnikiem kwasu maleinowego), polilaktyd (PLA), polifluork winylidenu (PVDF) oraz poliwęglan. Badaniu poddano różne konstrukcje złączy takich materiałów, przy czym w ich złączu celowo lokalizowano defekt, który następnie był przedmiotem identyfikacji z wykorzystaniem specjalnie opracowanej nieniszczącej metody badań.

W celu identyfikacji wprowadzonych defektów zastosowano innowacyjny układ eksperymentalny, umożliwiający analizę amplitudową i fazową drgań powierzchni badanych złączy, jednocześnie po ich stronie metalowej jak i polimerowej. Należy podkreślić, że badania nieniszczące mają ogromne znaczenie w inżynierii materiałowej, a podjęcie się prac eksperymentalnych w zakresie ich rozwoju dla połączeń metal-polimer jest bardzo ważne i potrzebne, chociaż wymaga dużej wiedzy nie tylko z zakresu inżynierii materiałów, ale także inżynierii mechanicznej oraz fizyki. W mojej opinii tematyka i zakres rozprawy dotyczy problemów nowych i ważnych, a zakres tematyczny jest bardzo ambitny i przyczynia się do pogłębienia stanu wiedzy w zakresie badań nieniszczących złączy metal-polimer.

3. Cel oraz postawione zadania badawcze rozprawy

W recenzowanej rozprawie za cel eksperymentalny obrano opracowanie i doświadczalne zweryfikowanie metody badania połączeń metal-polimer w zdefiniowanych obiektach testowych, z użyciem cyfrowej laserowej wibrometrii holograficznej. Ocena możliwości wykrywania defektów wewnętrznych i ich wpływu na propagację drgań w próbkach z

połączeniem metal- polimer może umożliwić wykorzystanie tej techniki w badaniach kontroli jakości złączy metal-polimer i stanowi użyteczny cel rozprawy.

Jako zadania do rozwiązania Doktorantka postawiła sobie m.in.:

- dobór materiałów umożliwiających wytworzenie trwałego połączenia adhezyjnego między metalem i polimerem,
- opracowanie metod wytwarzania próbek, które umożliwiają uzyskanie połączeń bez defektów oraz z defektami,
- zaprojektowanie i wykonanie dotąd nieproponowanego układu pomiarowego do jednoczesnej rejestracji drgań obu stron próbki w trakcie pojedynczego pomiaru,
- przeprowadzenie badań wstępnych służących dobraniu warunków pomiarowych dla wzbudnika i wibrometru,
- wykonanie badań zasadniczych i ich analiza.

Cel rozprawy jak i zakres postawionych zadań do rozwiązania określone zostały właściwie. Są one sformułowane w sposób jasny i zrozumiały.

4. Układ rozprawy

Recenzowana rozprawa jest pracą o charakterze naukowym, w której podstawowe znaczenie mają badania eksperymentalne. Część teoretyczna pracy dostarcza wszystkich niezbędnych, aczkolwiek podstawowych informacji w zakresie podjętych prac eksperymentalnych, tj. zagadnień teoretycznych dotyczących: fal sprężystych w ciele stałym (fale Lamba, fale stojące), holografii, wibrometrii holograficznej oraz tzw. szerografii. Choć przedstawiono podstawowe zagadnienia teoretyczne stanowiące tło prowadzonych badań eksperymentalnych, to jednak wskazane byłoby uzupełnienie części teoretycznej o analizę dotychczas opublikowanych wyników badań złączy metal-polimer z wykorzystaniem cyfrowej laserowej wibrometrii holograficznej lub innych metod NDT.

Układ rozprawy jest bardzo jasno ukształtowany, w sposób typowy dla tego rodzaju rozpraw doktorskich z nauk techniczno-inżynierskich. Wybór merytorycznych treści rozprawy ułatwiają liczne, dobrze opracowane rysunki i zdjęcia poglądowe, zarówno stanowisk pomiarowych, których opis jest bardzo precyzyjny, jak również rysunków koncepcyjnych (np. rys. 8.1. stanowi bardzo dobre ujęcie całościowe podjętej tematyki eksperymentalnej rozprawy) oraz prezentowanych wyników badań.

Rozprawa nie jest długa (liczy 94 strony bez spisu literatury i informacji pomocniczych), jest zwięzła, precyzyjnie napisana i zawiera wszystkie niezbędne treści w ramach

postawionych sobie celów badawczych. Cytowana literatura zawiera 136 pozycji, przy czym zdecydowaną większość z nich stanowią prace anglojęzyczne, stanowiące artykuły naukowe opublikowane w renomowanych czasopism naukowych. Dobór literatury cytowanej jest trafny i obejmuje aktualne pozycje.

5. Ocena merytoryczna

5.1. Pozytywne aspekty pracy

W ramach postawionego celu i zadań badawczych rozprawy na uznanie zasługuje skonstruowanie, poprzez twórczą adaptację, stanowiska badawczego z cyfrowym laserowym wibrometrem holograficznym, co pozwoliło na badania próbek z różnymi typami złącza z jednoczesną obserwacją obu stron próbki w czasie rzeczywistym. Tak opracowana technika badawcza pozwoliła na pełniejszą ocenę drgań złącza niż zazwyczaj stosowane metody. Należy podkreślić, że obserwowane amplitudy wymuszanych drgań były niewielkie (nie przekraczały 40 nm), a szумы i zakłócenia otoczenia mogły mieć istotne znaczenie na wyniki pomiarów. Doktorantka zwróciła uwagę na ten aspekt realizowanych badań eksperymentalnych i dokonała niezbędnej modyfikacji układu pomiarowego poprzez niezależne zlokalizowanie luster na specjalnych filarach tłumiących. Dzięki podjętym działaniom technicznego usprawnienia układu udało się wyeliminować znaczącą część zakłóceń pomiarowych.

Na uznanie zasługuje nie tylko wysiłek twórczej adaptacji stanowiska pomiarowego, ale również właściwy dobór parametrów eksperymentalnych prowadzonych badań. Wyniki prezentowane są niewielkim wycinkiem wszystkich zrealizowanych badań eksperymentalnych. Dla każdego badania wyodrębniane były, z surowych danych generowanych przez oprogramowanie Vibromap wibrometru, macierze amplitudowe i fazowe, z wykorzystaniem oprogramowania napisanego w języku R. Następnie dokonywano trójwymiarowej wizualizacji tych danych. W realizacji prac doktorskich najczęściej korzysta się z gotowych komercyjnych urządzeń badawczych, których standardowa obsługa nie wymaga szczególnego czasu i zaangażowania badacza, a dopiero interpretacja uzyskanych wyników badań wymaga intelektualnej pracy twórczej. Natomiast w przypadku recenzowanej rozprawy istotne było zarówno techniczne pozyskanie danych eksperymentalnych, ich cyfrowe przetworzenie i zwizualizowanie, i w końcowym etapie ich analiza, co w takim zestawieniu oceniam jako wyzwanie badawcze znacznie bardziej wymagające niż standardowe.

Podjęte w rozprawie zadania koncentrują się w większym stopniu na technice pomiarowej, niż na właściwościach materiałowych wykonanych złączy. Niemniej, nie łatwiejsza wydaje się być interpretacja uzyskanych wyników badań eksperymentalnych, czego Doktorantka podjęła

się z ogólnie dobrym skutkiem, zachowując stosowną ostrożność przed wyciąganiem zbyt daleko idących wniosków.

Doktorantce, w pewnym zakresie, udało się wykazać, że zastosowana technika badań wibrometrycznych umożliwiła w sposób nieniszczący na zlokalizowanie miejsc krytycznych w złączu metal-polimer. Możliwość wykrycia defektu połączenia metal- polimer ustalono m.in. poprzez: ocenę wykresów amplitudowo-fazowych, analizę różnic w charakterze tworzących się fal lub różnic w prędkościach propagujących się fal Lamba. Prędkość fazową fali w danym materiale próbki wyznaczano na podstawie znajomości długości fali oraz częstotliwości drgań.

Doktorantka wykazała, że obserwowane częstotliwości rezonansowe próbek były silnie zależnie od wielkości wady połączenia, co umożliwiło wyznaczenie zakresów częstotliwości wzbudzenia, w których widoczne były defekty o różnej szerokości.

Realizacja podjętego tematu badawczego wymagała wszechstronnej wiedzy, nie tylko z zakresu inżynierii materiałowej, ale również mechaniki i fizyki. Doktorantka wykazała się umiejętnością przetwarzania danych eksperymentalnych oraz ich analizy, co w przypadku tego rodzaju badań nie jest zadaniem prostym. Uzyskanie wyniki drgań powierzchni są pośrednią informacją, w której zawarte mogą być informacje o zlokalizowanych defektach. Nowość układu eksperymentalnego wymagała od Doktorantki przeprowadzenia szeregu eksperymentów w zakresie układu eksperymentalnego, doboru parametrów eksperymentalnych, przetwarzania numerycznego danych i w końcowym etapie ich interpretacji. Wymagało to szerokich kompetencji badawczych, których nabycie w pełni potwierdza recenzowana rozprawa doktorska.

5.2. Uwagi o charakterze krytycznym

W rozprawie Doktorantka nie ustrzegła się pewnych nieścisłości o charakterze merytorycznym, do których zaliczam następujące aspekty:

- 1) Chociaż w części teoretycznej pracy omówiono podstawowe zjawiska fizyczne związane z tematyką prowadzonych eksperymentów, to jednak zabrakło krytycznej analizy publikacji z zakresu badań NDT złączy metal-polimer (co dotychczas udało się w tym zakresie zbadać, dla jakich warunków eksperymentalnych itp.). W rozprawach doktorskich podkreśla się szczególnie, *expressis verbis*, jaki konkretnie wkład wnosi wykonana praca do stanu wiedzy i co stanowi o jej oryginalnym charakterze na tle aktualnego stanu techniki. Informacje te są zawarte w rozprawie, jednak nie są zaprezentowane w sposób wyraźny w kontekście stanu techniki.

- 2) Niektóre wnioski domagają się większego uzasadnienia i dyskusji w odniesieniu do innych wcześniej opublikowanych wyników badań. Przykładem takiej konieczności szerszych wyjaśnień mogą być przykładowo wyniki przedstawione w punkcie 9.1.2. dot. próbek z połączeniem adhezyjnym i mechanicznym. Zastanawiające jest dla mnie, dlaczego od strony warstwy polimerowej, która ma większą charakterystykę tłumienia drgań niż warstwa stalowa rejestrowano silny wzrost amplitudy drgań na granicy defektu, natomiast po stronie warstwy metalowej, która poprzez wykonany w niej otwór utraciła swą strukturalną ciągłość, takiego wzrostu amplitudy nie zarejestrowano. Warto byłoby uzasadnić wyniki i ich interpretację w odniesieniu do innych publikacji naukowych. W części eksperymentalnej rozprawy doszukałem się tylko w jednym przypadku odniesienia do innych publikacji naukowych (poza przywołaniem własnych publikacji naukowych). Z tego względu charakter części eksperymentalnej rozprawy przypomina w pewnym stopniu raport z prac badawczych, a nie szeroką dyskusję naukową z krytyczną analizą porównawczą. Pewnym usprawiedliwieniem braku szerszej dyskusji naukowej, wydaje się być zupełnie nowe ujęcie eksperymentalne, dla którego brak odniesienia w dotychczas opublikowanych pracach naukowych (poza własnymi publikacjami Doktorantki).
- 3) W rozprawie nie doszukałem się informacji o liczebności serii badanych próbek dla każdego rodzaju złącza oraz reprezentatywności przedstawionych wyników. Nie wiadomo tym samym, jaka jest powtarzalność wyników i niepewność pomiarowa zaproponowanej techniki badawczej.
- 4) W rozprawie wskazano, że kształt złączy był dobrany tak, aby można było przeprowadzić klasyczne badania wytrzymałości na rozciąganie. W mojej ocenie, badania te, choć nie są bezpośrednio związane z tematyką pracy, powinny być zaprezentowane, zarówno dla badanych złączy przed badaniem wibrometrycznym, jak również po takim badaniu. Potwierdziłyby one, nie tylko deklaratywne twierdzenie w rozprawie o nieniszczącym charakterze zaproponowanych badań, ale również dobrą i powtarzalną jakość wytwarzanych złączy polimer-metal, tym samym wykazałyby brak dodatkowych, oprócz zaplanowanych, defektów złączy. Wykluczenie innych, niż zdefiniowane defekty, jest kluczowe we właściwej realizacji celu zaproponowanych badań i interpretacji wyników.

6. Drobne uwagi formalne

W rozprawie Doktorantka nie ustrzegła się pewnych nieścisłości formalnych, do których zaliczam:

- 1) Tytuł rozprawy brzmi: „*Nieniszczące metody oceny połączeń hybrydowych kompozytów polimerowych*”. Z grupy badanych materiałów polimerowych takich jak: poliamid PA6, PA6 z dodatkiem miki lub talku, mieszaniny polietylenu (PE) z PA6 i kompatybilizatorem (polietylenem szczepionym bezwodnikiem kwasu maleinowego), polilaktydu (PLA), polifluorka winylidenu (PVDF), poliwęglanu, tylko dwa stanowiły kompozyty polimerowe (PA6 z dodatkiem miki lub talku (10% mas.)). Prawdopodobnie Doktorantka przez *hybrydowe kompozyty polimerowe* miała na myśli złącza materiałów metal-polimer, które właściwiej by nazwać *materiałami hybrydowymi*. Należy mieć na uwadze, że powszechnie przyjęta definicja *kompozytów*, np. według Międzynarodowej Unii Chemii Czystej i Stosowanej (IUPAC, Gold Book), definiuje *kompozyty* jako: „materiał wielofazowy, w którym co najmniej jedna faza jest fazą ciągłą”. Badane złącza materiałów metal-polimer nie mieszczą się w tej definicji (nie można w nich wyróżnić fazy ciągłej) dlatego nie powinny być określone, niezależnie od części przymiotnikowej, jako *kompozyty*.
- 2) Przypuszczam, że na rys. 9.3 w jego przypisie pomyłono kolory oznaczeń obliczonych krzywych wychyleń. Według tego przypisu dolna część próbki – kolor niebieski, górna część próbki – kolor czerwony. Gdyby tak było faktycznie, to wychylenia uśrednione tych drgań zaprzeczałyby tym przedstawionym na rys. 9.2 i byłyby sprzeczne z przedstawioną dyskusją wyników.
- 3) Jednostka osi Y wykresu z rys. 9.12 powinna być w nanometrach (nm), a jest w milimetrach (mm).
- 4) W rozprawie tylko w nielicznych miejscach można było znaleźć bardzo drobne błędy literowe/edytorskie, np.:
 - str. 11 wiersz czwarty od góry – brak literki „z” w wyrażeniu: „...wiąże się trwałym uszkodzeniem...”;
 - str. 17, wiersz drugi od dołu występuje: „Rys.3.3rysunku 3.3”;
 - str. 26, podpis rysunku 5.2 – „*jest proporcjonalna do zaczernienie obrazu*” powinno być: *do zaczernienia obrazu*;
 - str. 44 (po tabelą) - zamiast „*aspektem wejściowym*”, właściwiej stylistycznie jest *aspektem wyjściowym*;

- str. 58, czwarty wiersz od góry: zamiast „wykazywały dużą regularność” powinno być: *dużą regularność*.

7. Wnioski i konkluzja końcowa

Podstawowym warunkiem właściwej realizacji celu i zadań rozprawy doktorskiej było opracowanie innowacyjnego układu eksperymentalnego, przeprowadzenie badań eksperymentalnych, ich numeryczne przetworzenie oraz wnikliwa analiza uzyskanych wyników. Wymagało to od Doktorantki dużej wiedzy, głównie z zakresu: (i) hybrydowych materiałów polimerowo-metalowych, (ii) technik wytwarzania złączy polimer-metal, (iii) projektowania i wykonania układów eksperymentalnych, (iv) przetwarzania danych numerycznych, prezentacji wyników i ich wnikliwej analizy. Realizacja rozprawy wymagała dużych umiejętności eksperymentatorskich, w tym odpowiedniego przygotowania badanych próbek, dobru odpowiednich warunków ich badania oraz umiejętności obsługi unikalnego układu pomiarowego. Według mojej oceny Doktorantka spełniła te wymagania w stopniu właściwym.

Recenzowana rozprawa doktorska ma charakter oryginalnej pracy naukowej, zawierającej ważne elementy poznawcze. Wyniki przedstawione w rozprawie stanowią istotny wkład Doktorantki w rozwój inżynierii materiałowej w zakresie badań nieniszczących złączy metal-polimer. Sposób przeprowadzenia badań, osiągnięte wyniki oraz forma ich przedstawienia świadczą o dojrzałości naukowej Doktorantki, posiadaniu przez nią ogólnej wiedzy naukowej z zakresu szeroko pojętej inżynierii materiałowej, a także o dobrym przygotowaniu do samodzielnego prowadzenia badań naukowych.

Na podstawie szczegółowej analizy przedłożonej mi do recenzji rozprawy doktorskiej Pani mgr inż. Jagody Nowak-Grzebyta pt.: „Nieniszczące metody oceny połączeń hybrydowych kompozytów polimerowych”, **stwierdzam, że rozprawa ta spełnia warunki określone w art. 187 ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. „Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce” (Dz. U. 2018 r., poz. 1668 z p. zm.). Na tej podstawie przedkładam wniosek o dopuszczenie Pani mgr inż. Jagody Nowak-Grzebyta, po spełnieniu pozostałych wymogów, do publicznej obrony rozprawy doktorskiej.**

