



Prof. dr hab inż. Gabriel Wróbel

Kierownik Zakładu Przetwórstwa
Materiałów Metalowych
I Polimerowych
Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych
ul. Konarskiego 18a, 44-100 Gliwice
Politechnika Śląska




DZIEKAN
Wydział Mechaniczny i Technologiczny
prof. dr hab. inż. Arkadiusz Mężyk

Gliwice, 27.02.2014 r.

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Zbigniewa TROJNACKIEGO
pt.: „Ocena wytrzymałości mechanicznej laminatów na podstawie pomiarów
przewodności cieplnej”

Podstawą formalną opracowania niniejszej recenzji jest zlecenie Dziekana Wydziału Mechanicznego-Technologicznego Politechniki Śląskiej Prof.dra hab.inż. Arkadiusza MĘŻYKA (pismo RMT0-603/D/006/13/14 z dnia 19.02.2014 r.). Wstępna analiza treści rozprawy przesłanej mi przez Pana Dziekana pozwala mi stwierdzić, że jej tematyka oraz metodyka odpowiada moim zainteresowaniom naukowym i że ze względów merytorycznych mogę podjąć się opracowania recenzji tej rozprawy. Jednocześnie oświadczam, że nie prowadziłem i nie prowadzę z Doktorantem żadnych wspólnych badań naukowych.

1. Znaczenie tematyki, zakres i dyscyplina naukowa rozprawy

Przedmiotem pracy są badania współzależności zmian własności cieplnych oraz wytrzymałościowych wybranej grupy laminatów w warunkach degradacji termicznej w aspekcie oceny możliwości wykorzystania stwierdzonej korelacji do badań diagnostycznych wykorzystujących nieniszczące procesy cieplne. Przesłanką przedstawienia problemu diagnostyki zmian starzeniowych jest stwierdzenie, że wszelkie procesy materiałowe, rozumiane jako procesy zmian strukturalnych, mają aspekt energetyczny. Wszystkie rzeczywiste procesy, w szczególności zachodzące w układach wielkich, mają charakter nieodwracalny. Wynika to z ich termodynamicznego charakteru, niezależnie czy rozgrywają się na poziomie makro lub nano, w obszarze techniki czy biologii. Taki charakter mają też materiałowe procesy starzenia. Ten aspekt energetyczny to zmiana charakterystyk materiałowych wpływających na poziom energii wewnętrznej w stanach ustalonych oraz na przebieg procesów wymiany ciepła, w stanach nieustalonych. To bardzo ważne spostrzeżenie w inżynierii materiałowej respektowane jest i rozwijane w miarę rozwoju wiedzy, w obszarze projektowania i prowadzenia procesów technologicznych. Wszechstronność zastosowań materiałów polimerowych dostarcza również problemów z różnorodnych dziedzin nie tylko wytwarzania ale użytkowania, spożywania czy recyklingu, w których charakterystyki cieplne materiałów są narzędziem ich oceny.

Do podstawowych charakterystyk cieplnych materiałów należą: ciepło właściwe oraz przewodność cieplna. Ciepło właściwe jest wielkością skalarową, podczas gdy przewodność cieplna ma własności kierunkowe i w szczególności dla materiału anizotropowego posiada cechy tensora drugiego rzędu. Procesy cieplne uwikłane są na wiele możliwych sposobów z wszelkimi innymi procesami fizycznymi zachodzącymi w obszarze materiału. Przebieg każdego z procesów uzależniony jest od budowy materiału, jego składu, struktury, rozkładu energii wewnętrznej. Analiza przebiegu tych procesów może być narzędziem diagnostycznym wykorzystywanym do wyznaczania poszukiwanych, często niedostępnych charakterystyk, nie kojarzonych w sposób prosty z własnościami cieplnymi materiału. Dobrze poznane metodologicznie oraz oprzyrządowane są metody analizy termicznej wykorzystujące zmiany wybranych właściwości substancji pod wpływem zmieniającej się w zadany sposób temperatury do badania przemian strukturalnych. Materiały polimerowe, z ich bardzo urozmaiconą budową wewnętrzną i wynikającą stąd różnorodnością i specyfiką charakterystyk cieplnych, w obszarze często obejmującym zakres warunków środowiska czy eksploatacji są wdzięcznym obiektem badań tego typu. Badania takie nie dają jednak możliwości bezpośredniego określenia własności mechanicznych.

Znane są powszechnie wykorzystywane, dla jakościowego opisu tworzyw, parametry termiczne, jak temperatura zeszklenia, topnienia, rozkładu, określonych ubytków masy czy przemian polimorficznych, ciepła przemian fazowych oraz ciepła właściwego. Wyniki analiz tymi metodami wykorzystywane są w procesie identyfikacji tworzyw, ich składu i struktury. Znacznie bardziej złożonym jest problem powiązań parametrów i charakterystyk cieplnych z własnościami odmiennej natury, np. charakterystykami użytkowymi materiału, technologicznymi (ale nie cieplnymi) czy wytrzymałościowymi tworzywa. Znaczenie tych powiązań może przy tym mieć dwojaki charakter. Po pierwsze procesy cieplne mogą towarzyszyć (jako przyczynowe, lub wynikowe) procesom innego typu - np. wytwarzanie ciepła i procesy przepływu w warunkach deformacji plastycznej. Po drugie, wymuszone procesy cieplne, przebiegając niezależnie od innych procesów, mogą być narzędziem wyznaczania charakterystyk cieplnych materiału (sprzężonych przykładowo z parametrami wytrzymałościowymi) w celach diagnostycznych. Przedmiotem programu badań podjętych w opiniowanej pracy jest ten drugi przypadek. Metodę badawczą, wykorzystującą zadane warunki stacjonarnego przepływu ciepła, należy zaliczyć do aktywnych.

Jako cel badań postawiono wykazanie istnienia silnej korelacji pomiędzy współczynnikiem przewodności cieplnej a wytrzymałością na zginanie laminatów na osnowie żywic poliestrowych, wzmocnionych matą lub tkaniną z włókna szklanego, poddanych procesowi starzenia w warunkach stacjonarnego przepływu ciepła.

To ogólne sformułowanie problemu wyznaczyło programowy zakres pracy obejmujący opracowanie metodologii przyspieszonego starzenia próbek laminatów badanej klasy, wyznaczenia materiałowego obszaru badań określonego doborem osnowy, wzmocnienia oraz udziału i rodzaju napełniacza, wreszcie wyboru metod eksperymentalnego określenia charakterystyk, których korelacja była przedmiotem badania.

Według podziału przedstawionego w *Uchwale Centralnej Komisji do Spraw Stopni i Tytułów* z dnia 23 czerwca 2003 r. w sprawie określenia dziedzin nauki i dziedzin sztuki oraz dyscyplin naukowych i artystycznych (M.P. z dnia 14 sierpnia 2003 r., nr 40, poz. 586) rozprawa ta kwalifikuje się do dziedziny nauki: **14. Nauki Techniczne**, dyscyplina naukowa: **14.12 Inżynieria Materiałowa**, w zakresie związanym z szeroko pojętymi metodami badań materiałów polimerowych.

2. Cele rozprawy

Dokonany przegląd literaturowy problematyki laminowanych materiałów kompozytowych na osnowie polimerowej, w szczególności stosowanych żywic, napełniaczy, wzmocnień strukturalnych, wreszcie technologii wytwarzania wykorzystany został jako wprowadzenie do sformułowanej tezy badawczej. Jako ważna jej przesłanka wskazane zostały również, przytoczone na podstawie danych literaturowych, dane dotyczące strukturalnych aspektów procesów starzenia laminatów wzmocnionych włóknami, szczególnie dekohezji i delaminacji. Wyprowadzono stąd hipotezę o współwystępowaniu zmian charakterystyk wytrzymałościowych będących skutkiem degradacji cieplnej badanych kompozytów ze zmianą własności cieplnych, co może stanowić o efektywności metod diagnostycznych wykorzystujących tę korelację.

Jako cel badawczy rozprawy, warunkujący osiągnięcie sformułowanego również celu użytecznego, postawiono *„wykazanie istnienia silnej korelacji między własnościami termicznymi a mechanicznymi laminatu poliestrowo szklanego poddanego destrukcji termicznej”*.

Dla jego osiągnięcia zaprojektowano i wykonano stanowisko pomiarowe współczynnika przewodności cieplnej dla płaskich próbek materiału oraz stanowisko cieplnego starzenia próbek badanych materiałów w warunkach ekspozycji na działanie usytuowanego w bezpośredniej bliskości promiennika. Opracowana została metodyka wyznaczania charakterystyk, których badanie współzależności przewidziano w końcowej części pracy.

Ostatecznym celem rozprawy jest stworzenie podstaw eksperymentalnych oraz opracowanie metodyki badań nieniszczących służących ocenie stanu degradacji termicznej materiałów kompozytowych na osnowie polimerowej. Tak sformułowany cel wpisuje się w szerszy program badań podstawowych prowadzonych w ZPMMiP IMiB nad efektywnością nieniszczących metod diagnostyki polimerowych materiałów konstrukcyjnych w warunkach różnorodnych czynników degradacji.

3. Układ rozprawy

Praca liczy 100 str, 77 rysunków, 32 tablic zawartych w 6 rozdziałach. Zawiera spis literatury liczący 102 pozycje anglo- i polskojęzyczne, w tym karty techniczne wykorzystanych w badaniach materiałów oraz normy określające warunki prowadzonych badań. W liczącym 34 str. Załączniku do pracy autor zamieścił 32 tablice zawierające dane materiałowe wykorzystanych do przygotowania próbek produktów oraz wyniki badań. Zestawił również na 109 rysunkach w graficznej formie – wykresy lub fotografie, rezultaty przeprowadzonych, objętych programem badań.

Sformułowany w sposób ogólny we Wstępie pracy problem badawczy został rozszerzony w Rozdziale 2 poświęconym analizie literatury w zakresie dotyczącym przeglądu materiałów, ich własności oraz metod badawczych wykorzystywanych do wyznaczania charakterystyk materiałowych. Opisano procesy adhezji i degradacji wskazując na okoliczności uzasadniające potrzebę badań diagnostycznych, a z drugiej strony stwarzających przesłanki rozwijanej metodyki. Na tej podstawie w Rozdziale 3 sformułowano tezę pracy oraz cele: badawczy i użyteczny. Określono również wynikający stąd zakres badawczy pracy dzieląc programowe badania na wstępne, służące wyznaczeniu warunków i pełnego zakresu badań i zasadnicze, mające dać podstawę oceny postawionej tezy.

Rozdział 4, zasadniczy dla oryginalności i wartości pracy, poświęcony jest omówieniu prowadzonych badań. Przedstawiono ich plan, opisano przygotowany materiał badawczy,

zestawiono wyniki badań w postaci tabelarycznej oraz na wykresach, dokonano podsumowania w formie zestawienia wniosków sformułowanych na podstawie uzyskanych wyników, odrębnie dla badań wstępnych i zasadniczych.

W Rozdziale 5 zawarto wnioski końcowe wynikające z przeprowadzonych badań oraz opracowanych wyników. Pracę kończy podsumowanie zawarte w Rozdziale 6, zestawienie literatury oraz streszczenia w języku polskim i angielskim.

Dobór i układ treści odpowiada sformułowanemu problemowi oraz celowi pracy. Szczegółowy opis metod i stanowisk badawczych, sposób opracowania i zestawienia wyników oceniam dobrze. Obszar badawczy wynika z zakresu przedmiotowego badań – wybranych do badań kompozytów, programu starzenia próbek, programu badań współczynnika przewodności cieplnej oraz wytrzymałości na zginanie. Dokonano wyznaczenia wstępnych wartości współczynnika przewodności cieplnej metodą doświadczalną oraz porównano z uzyskanymi obliczeniowo z zastosowaniem reguły mieszanin. Jako pomocnicze wykonane zostały badania wpływu zawartości napelniaczy na temperaturę HDT (*head deflection temperature*).

W części zasadniczej wyznaczono zawartość wzmocnienia tkaniną i matą szklaną. Włączając program destrukcji termicznej prowadzono pomiar ubytku masy poszczególnych typów kompozytów. Wykonano zasadnicze badania przewodności cieplnej w kierunku normalnym do powierzchni ułożenia wzmocnienia próbek laminowanych. Przeprowadzono niszczące próby zginania określając granicę wytrzymałości na zginanie próbek badanych materiałów. **Systematyka opracowanego programu badań oraz sposób jego wykonania w złożonym obszarze różnorodnych strukturalnie materiałów wyznacza naukowy poziom pracy i dowodzi dojrzałości doktoranta do podejmowania zadań naukowo-badawczych.**

Zgromadzony bogaty materiał badawczy, doświadczenie metodologiczne oraz uzyskane wyniki stanowią wartościowy rezultat pracy.

4. Ocena merytoryczna rozprawy

Rozprawa obejmuje sformułowanie problemu naukowego i podejmuje zadanie wskazania sposobu jego rozwiązania. Problem wyznaczenia charakterystyk wytrzymałościowych materiałów konstrukcyjnych jest podstawowym w dziedzinie projektowania i eksploatacji elementów konstrukcyjnych. Coraz powszechniejsze stosowanie materiałów polimerowych jako materiałów konstrukcyjnych stawia zadania poszukiwania nowych rozwiązań materiałowych i strukturalnych, czego wyrazem jest popularność i różnorodność materiałów kompozytowych. W tej grupie laminaty na osnowie żywic poliestrowych z wzmocnieniem strukturalnym z włókien szklanych to klasyka. Otwartą sprawą pozostaje aktualny dla materiałów polimerowych problem trwałości własności użytkowych, w szczególności tych nie poddających się ocenie organoleptycznej - własności wytrzymałościowych. Poszukiwanie możliwości takiej oceny, szczególnie w sposób nie wymagający niszczącej procedury poboru próbek, to kierunek badań wychodzący naprzeciw potrzebie pozyskania takiej wiedzy.

Rozwiązanie podjętego zadania badawczego i związana z tym ocena postawionej tezy rozprawy jest krokiem w kierunku rozwiązania zadania praktycznego wykorzystania wiedzy podstawowej wynikającej z opracowanych wyników badań eksperymentalnych.

Należy podkreślić, że zasługą doktoranta jest budowa, konfiguracja oraz cechowanie stanowisk badawczych. Obszar badań wyznaczony został przez wybór możliwych komponentów, skład kompozycji oraz rodzaj zastosowanego wzmocnienia.

Badania podzielono na wstępne, którym poddano kompozycje jednej z czterech żywic z jednym z dwóch napelniaczy proszkowych w jednym z czterech udziałów wagowych i zasadnicze. W etapie wstępnym dokonano doświadczalnego wyznaczenia przewodności cieplnej badanych kompozycji porównując wyniki z uzyskanymi z zastosowaniem reguły

mieszanin. Badania te pozwoliły na ustalenie początkowych wartości przewodności materiałów oraz potwierdziły zadawalającą dokładność drogi eksperymentalnej – stanowiska pomiarowego oraz metody pomiarowej. W zewnętrznym laboratorium dokonano pomiaru HDT badanych kompozycji. Wyznaczono również moduł sprężystości, wytrzymałość oraz odkształcenia przy maksymalnym naprężeniu w warunkach próby zginania zestawiając wyniki na wykresach obrazujących rozrzut wyników pomiaru dla badanych zawartości napełniaczy, oddzielnie dla każdej z badanych żywic.

Sformułowane wnioski z badań wstępnych potwierdzają poprawność pomiaru współczynnika przewodności, co jest wnioskiem konstruktywnym w aspekcie badań zasadniczych, choć sformułowanie takiej oceny na podstawie średniej różnicy przewodności, wyznaczonej w drodze algebraicznego zsumowania błędów każdego z przypadku nie jest dobrą statystyczną podstawą takiej oceny. Wnioski dotyczące wpływu napełniacza na pozostałe badane charakterystyki nie wiążą się z zasadniczą tezą i celem pracy.

Badania zasadnicze objęły wykonanie próbek z wybranych kompozycji z dwoma rodzajami wzmocnienia – tkaniną i matą z włókna szklanego. Próbkę została poddana programowi starzenia w warunkach ekspozycji na działanie promieniowania cieplnego umieszczonego w bezpośredniej bliskości promiennika. Uzyskany w wyniku starzenia materiał badawczy poddany został badaniu:

- zawartości włókna szklanego w laminacie,
- ubytku masy,
- przewodności cieplnej,
- wytrzymałości na zginanie.

Uzyskane wyniki pomiaru przewodności cieplnej i wytrzymałości na zginanie zostały zestawione w postaci wykresów rozrzutu w zależności od czasu destrukcji. Na podstawie tych zależności utworzone zostały korelacyjne wykresy rozrzutu przewodności cieplnej i wytrzymałości na zginanie i poddane badaniu korelacji w aspekcie wykorzystania tej relacji w badaniach diagnostycznych. Wartości wyznaczonych współczynników korelacji Pearsona potwierdziły siłę korelacji, którą dla materiałów kompozytowych, charakteryzujących się z natury technologii znacznym rozrzutem własności, należy ocenić jako wysoką.

Na podstawie przeprowadzonych badań sformułowano wniosek o efektywności metody pomiaru przewodności cieplnej jako diagnostycznej dla wytrzymałości resztkowej badanej klasy materiałów w procesie starzenia cieplnego. Dodatkowo sformułowano możliwe wnioski wynikające z porównania efektywności zastosowanych rodzajów wzmocnienia.

Przegląd uzyskanych wyników badawczych przekonuje, że temat oraz zakres recenzowanej rozprawy zostały określone trafnie pod względem naukowym, co zasługuje na wysoką ocenę. Wyniki badań przedstawione w rozprawie są w pełni oryginalne i stanowią istotną wartość naukową, otwierającą możliwości podejmowania szczegółowych zadań z zakresu diagnozy styki badanych kompozytów polimerowych w warunkach laboratoryjnych oraz w środowisku eksploatacji nośnych, laminowanych konstrukcji powłokowych. Wyniki badań przyspieszonych mogą posiadać wartość porównawczą i użytkową w fazie projektowania tego typu materiałów oraz konstrukcji.

Zrealizowany program badań odpowiada postawionemu celowi dysertacji. Świadczy o dojrzałości naukowej Doktoranta i o dobrym przygotowaniu do prowadzenia prac naukowo-badawczych.

Oceniając pracę nie można jednak pominąć uwag krytycznych. Tekst pracy zawiera liczne usterki, które być może są wynikiem pośpiechu redakcyjnego, w efekcie sprawiają wrażenie niestaranności redakcyjnej. Poniżej kilka przykładów:

21⁸ *Pomiar* charakteryzujący się stałą temperaturą - chodzi chyba o *Przepływ...*

24² odległość próbki jest równa $\Delta T = \dots$ (różnicy temperatur?)

24¹⁰ Miarą przepływu ciepła ... jest dyfuzyjność (???)

30₁ ... podjęto próbę badania ... destrukcji ... występującej z jednej strony laminatu. – raczej ... *wywołanej jednostronnym opromieniowaniem (nagrzewaniem)*.

41 Rys.13 Co oznacza zawartość % na wykresie analizy termogravimetrycznej?

50⁴ rys.9 - rys.19

69₆ Ustalono temperaturę destrukcji termicznej na 350°C. – to chyba temperatura promiennika?

79 Rys.49. ...przewodności cieplnej... - ...*wytrzymałości na zginanie...*

91₅ ... teza została zweryfikowana... - ...*prawdziwość tezy została udowodniona*
Nie brakuje tzw. literówek i błędów interpunkcyjnych.
Schemat blokowy z rys.19 jest niestaranny, a przez to nieczytelny – dlaczego nie zamieszczono fotografii stanowiska?
Na str.52: Z przeprowadzonego (chyba –ych) pomiarów testowych ustalono, że dokładność pomiarowa ... wynosi 95%. – Dlaczego nie podano sposobu ustalenia?
Na str.57, pod tabelą 19 podano „ogólną różnicę” przewodności teoretycznej i mierzonej – ta charakterystyka nie jest miarą korelacji. Na wykresach zestawionych na rys.29, str.61 nie zostały podane miary na osi rzędnych. Zabieg ten nie znajduje uzasadnienia, wszak można było podać 3 miary, dla każdej z wielkości inną. Tłumaczenie, że „mieszczą się one w różnych rzędach” jest niezrozumiałe. Są to różne, nieporównywalne wielkości. Brak informacji dotyczącej liczby próbek w pomiarach ubytku mas – tablica 30.
Na str.79⁵ znalazło się stwierdzenie – Jeżeli laminat jest częścią zbiornika bądź kadłuba ... jest narażony na jednostronne działanie naprężeń. – chyba chodzi o działanie obciążeń zewnętrznych, parcia wywołującego stan zginania powłoki?
Począwszy od str.79 na wielu wykresach wykorzystane są wyniki próby zginania kompozytów. Dlaczego w pracy ani w dodatku nie zamieszczono żadnego wykresu próby zginania ze wskazaniem sposobu interpretacji ilościowej?
We wnioskach końcowych (str.90) brak uściślenia, jakich zbiorów danych dotyczy stwierdzona korelacja, czyli: uzyskanych w procesie starzenia cieplnego.
Uwaga do wszystkich rysunków z wynikami pomiarów: naniesione łamane łączące punkty pomiarowe nie znajdują interpretacji eksperymentalnej ani statystycznej. Zestawione w sposób graficzny wyniki pomiarów należy traktować jako korelacyjne wykresy rozrzutu – kolerogramy. Wprowadzenie graficznej zależności ciągłej wymaga określenia funkcji korelacji, np. liniowej. Dla przyjętego planu badań linie łączące punkty o współrzędnych (przewodność, wytrzymałość na zginanie) odpowiadających ustalonym czasom starzenia można interpretować jedynie jako ilustrujące kierunek ewolucji czasowej zmian skorelowanych własności, przypadkowość kształtu pozostaje jednak w mylącej sprzeczności z wynikami analizy statystycznej.

6. Wnioski końcowe

Podsumowując można stwierdzić, że sformułowany problem diagnostyki zmian własności wytrzymałościowych laminatów poliestrowo szklanych z wykorzystaniem pomiaru zmian współczynnika przewodności cieplnej jest postawiony poprawnie, a sformułowana w jego kontekście teza badawcza nadaje pracy charakter naukowy. Zastosowano poprawne metody badawcze, wykorzystano oryginalne, samodzielnie wykonane i przetestowane stanowiska: do badań starzeniowych i pomiarowe. Przeprowadzone i opracowane badania eksperymentalne dostarczyły podstaw do oceny prawdziwości postawionej tezy. Ponadto pozwoliły na sformułowanie wniosków wykraczających poza problem diagnostyki, dotyczących użytkowych i technologicznych charakterystyk badanej klasy kompozytów.

Nie wpływające w sposób istotny na merytoryczną ocenę pracy uwagi krytyczne, zamieszczone powyżej, związane są z starannością redakcyjną pracy. Na podkreślenie

zasługuje samodzielność przygotowania materiału badawczego, wykorzystanych materiałów badawczych oraz stanowisk badawczo pomiarowych. Uzyskane wyniki zostały opracowane w postaci zestawień tabelarycznych, charakterystyk, wykresów. **Można stwierdzić, że wynikające z założeń dysertacji zadania wykonane zostały w pełni bardzo dobrze. Doktorant wykazał się przy tym dużą wiedzą z zakresu metodologii badawczej, znajomości technik pomiarowych i badawczych oraz inżynierii materiałowej, w szczególności kompozytów poliestrowych, a także wiedzą z zakresu planowania eksperymentu.** Recenzowana rozprawa doktorska ma charakter **oryginalnej pracy naukowej**, zawierającej ważne elementy poznawcze. Została wykonana i przedstawiona zgodnie z metodologią prowadzenia oraz prezentowania prac naukowych.

Uzyskane i opracowane wyniki badań dostarczają cennej wiedzy o charakterze poznawczym i użytkowym, z punktu widzenia rozwoju metod diagnostyki cieplnej.

Na podstawie szczegółowej analizy przedłożonej mi do recenzji rozprawy doktorskiej Pana mgra inż. Zbigniewa TROJNACKIEGO pt.: „*Ocena wytrzymałości mechanicznej laminatów na podstawie pomiarów przewodności cieplnej*” oceniam, że rozprawa ta spełnia wszystkie warunki określone w Ustawie z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz. U. z dnia 16 marca 2003 r., poz. 595). Upoważnia mnie to do przedstawienia wniosku o dopuszczenie Pana mgra inż. Zbigniewa TROJNACKIEGO, po spełnieniu pozostałych wymogów, do publicznej obrony tej rozprawy.

/Prof. dr hab. inż. Gabriel Wróbel/

