

dr hab. inż. Rafał Chatys, prof. uczelni
Katedra Mechatroniki i Uzbrojenia
Wydział Mechatroniki i Budowy Maszyn
Politechnika Świętokrzyska w Kielcach
Al. 100-lecia Państwa Polskiego 7, 25-314, Kielce

Kielce, dn.21.08.2022

Recenzja

Rozprawy doktorskiej mgr inż. Jakuba Skoczylasa nt.:
„Odporność na pękanie połączeń klejowych materiałów kompozytowych”
wykonanej pod kierunkiem dr hab. inż. Sylwestra Samborskiego, prof. uczelni
i promotora pomocniczego dr inż. Mariusza Kłonicy
z Wydziału Mechanicznego Politechniki Lubelskiej

Podstawę do opracowania recenzji pracy doktorskiej mgr inż. Jakuba Skoczylasa stanowi pismo dra hab. inż. Jarosława Bieniasia Z-cy Przewodniczącego Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Mechaniczna Politechniki Lubelskiej z dnia 28 czerwca 2022r.

1. Uwagi ogólne o rozprawie

Rozprawa doktorska pod wymienionym wyżej tytułem, została napisana na 108 stronach wraz ze spisem 151 pozycji literaturowych (włączając 5 norm) i wykaz najważniejszych symboli i oznaczeń. Praca podzielona została na dwie części. W części teoretyczno-przeglądowej (tj. pierwsze 4 rozdziały) omówiono stan wiedzy dotyczący wybranych zagadnień z mechaniki pękania (jak form zniszczenia nie tylko połączeń klejowych z materiałów kompozytowych) z możliwością ich diagnostyki metodą emisji akustycznej EA (w wyniku analizy opartej na analizie Falkowej lub analizie parametrów jak liczba zdarzeń jako liczba amplitud, liczba zliczeń, czy czas trwania sygnału akustycznego w transformacie Fouriera – FFT, poziom dyskryminacji, częstotliwość EA oraz energia – rys.7 i rys.8). Piąty i szósty rozdział (z części eksperymentalnej) zawiera odpowiednio metodykę badań i sposób przygotowania próbek. Druga część pracy przedstawia analizę wyników.

Wybór tematu rozprawy jest trafnie dobrany zarówno z teoretyczno-poznawczego jak i przede wszystkim utilitarnego punktu widzenia.



Rozprawa doktorska Pana mgr inż. Jakuba Skoczylasa podejmuje dość złożony i aktualny temat jakim jest określenie odporności na pękanie materiałów szczególnie o osnowie polimerowej (do wybranych, utwardzonych żywic epoksydowych) jako bazy połączeń klejowych laminatów kompozytowych wzmocnionych długimi włóknami. Co z kolei ma pomóc w szacowaniu pęknięć w osnowie polimerowej (defektów, wad) poprzez częstotliwości rozchodzenia się fal sprężystych w wyniku rozpoznania zjawiska.

Należy wyeksponować dobre przygotowanie warsztatowe i merytoryczne Doktoranta rozprawy. Dowodem tego może być informacja mówiąca o przygotowaniu odpowiednio 10 – i 5 – zestawów (po 5 –10 sztuk) próbek belkowych i próbek w formie wiosełek do badań czterech materiałów (o oznaczeniach: M1, M2, M3, M4) w różnych konfiguracjach (tabela 1). A zaprojektowana stalowa przeciwforma dla próbek podwójnej belki wspornikowej (DCB – *Double Cantilever Beam*) dla materiałów M1 i M3 z uwzględnieniem trwałości połączenia żywicy, jest dowodem, iż Doktorant osiągnął dobrą adhezję (na linii kontaktu żywica-płaskownik oraz ukierunkowanie propagacji pęknięcia dokładnie wewnątrz materiału) poprzez obróbkę narzędziem nasypowym o ziarnistości P150, piaskowaniem i trzykrotnym odtłuszczeniem powierzchni środkiem Loctite 7063 płaskownika aluminiowego.

Samo stwierdzenie Autora rozprawy (cytuje: str.54–55 "Zaproponowane rozwiązanie jest wynikiem przeprowadzonych badań wstępnych, które wykazały niedostateczną trwałość połączenia żywicy z płaskownikiem aluminiowym w przypadku niezastosowania piaskowania (po obróbce papierem ściernym) lub z piaskowaniem, ale przy karbie o głębokości kilku mm."), świadczy o dojrzałości naukowej i rozumieniu aspektów technologicznych przy szacowaniu rozrzutu danych eksperymentalnych z punktu widzenia walidacji wyników przeprowadzonych testów.

Dlatego dla materiałów kompozytowych o osnowie polimerowej jako materiału bazowego w połączeniu klejonym (przy wyznaczaniu wytrzymałości i odporności na pękanie) jest tak ważne określenie poziomu utwardzenia systemu żywicznego (o czym nam uświadamia hipoteza rozprawy).

Zagadnienia poruszane w pracy są ciągle aktualne, a rozwiązania ich stanowić mogą nieocenioną pomoc w projektowaniu bazy osnowy nowych materiałów konstrukcyjnych. Nie sposób nie dostrzec zawartych w pracy jej aspektów poznawczych.

Przyjęty przez Autora schemat organizacji pracy nakreślił przejrzystość rozprawy, ale i spowodował pojawienie się pytań dotyczących metod badań, narzędzi niezbędnych do badań oraz weryfikacji wyników.



2. Charakterystyka rozprawy

W części pierwszej rozprawy Doktorant w drugim rozdziale po wstępie, przedstawia wybrane zagadnienia mechaniki pęknięcia, aby zrozumieć zjawisko pęknięcia materiału i uzasadnia potrzebę jego badania. W tym celu przedstawia i analizuje schematy obciążenia (elementu ze szczeliną szczególnie jego wzrostu, frontu i wierzchołka), mikromechanizmy (dla kruchego i ciągliwego materiału) oraz kryteria pęknięcia (poprzez badania stanu energetycznego pęknięć oraz całki J) przyjmując płaski stan naprężeń jako dwuwymiarowe zagadnienie teorii sprężystości (naprężenia i odkształcenia).

Rozdział trzeci zawiera przegląd ciągle rozwijających się zastosowań kompozytów jako materiałów konstrukcyjnych w różnych dziedzinach techniki. Autor rozprawy skupił się na dokładnej analizie właściwości kompozytu, a szczególnie połączeń kompozytowych zawierających konkretne komponenty o osnowie polimerowej, ze względu na szeroką gamę dostępnych żywic epoksydowych i utwardzaczy oraz ich dość znaczące zastosowanie w przemyśle motoryzacyjnym czy lotniczym.

Należy podkreślić, że Doktorant dość głęboko przeanalizował proces powstawania utwardzonych żywic epoksydowych z utwardzaczem, który odbywał się w proporcjach stechiometrycznych w zależności od ilości komponentów i jest proporcjonalny do objętości grup epoksydowych oraz grup funkcyjnych utwardzacza.

Ważnym aspektem w procesie wykonywania połączeń klejowych (z komponentów o osnowie polimerowej), jest odpowiednie przygotowanie warstwy wierzchniej, co ma fundamentalne znaczenie dla trwałości połączenia, a które jest omawiane w wielu pozycjach [53-59] rozprawy.

Klasyfikacja połączeń klejowych związana jest również z podatnością zastosowanych komponentów polimerowych na uszkodzenia w następstwie zjawisk fizycznych (pod wpływem procesów zachodzących samoczynnie w strukturze komponentu) oraz chemicznych (w wyniku zmian materiałowych wywołanych działaniem czynników zewnętrznych lub substancji).

Głównym problemem (co również sugeruje Doktorant) pęknięcia inicjowanego w szczelinie (w wyniku propagacji wewnątrz materiału) są defekty spoiwa oraz defekty powierzchni na granicy osnowa i włókno związane z osłabieniem adhezji i odklejaniem się osnowy od wzmocnienia. Reprezentacja sygnałów jako liniowych kombinacji funkcji bazowych (falek) zostało omówione w rozdziale czwartym rozprawy. Badania naukowe skierowane zostały w stronę alternatywnych metod kontroli komponentów o osnowie

polimerowej w wykrywaniu uszkodzeń do których zaliczamy metodę emisji akustycznej (EA). Posiada ona energię skupioną w czasie dając możliwość prowadzenia jednoczesnej analizy częstotliwości i czasu przy wykorzystaniu odpowiednich rozwiązań matematycznych w szacowaniu najczęściej spotykanych uszkodzeń w komponentach laminatu.

Przy rozwarstwianiu warstw czy uszkodzeniach we wzmocnieniu, towarzyszą odpowiednio mostkowanie włókien (polegające na ich krzyżowaniu podczas odklejania spoiwa) i wyboczenia sprężyste i plastyczne (oraz ich wyrywanie z osnowy) w kompozycie włóknistym (warstwowym). Przegląd literatury jest bardzo zwięzły, ale zawiera wszystkie informacje istotne z punktu widzenia tematyki badań prowadzonych przez Doktoranta, co świadczy o dobrej orientacji w tym zakresie.

Wnioski płynące z analizy I części rozprawy oraz przeglądu literatury pozwoliły na ogólne poznanie zjawiska pęknięcia materiału w projektowaniu bazy osnowy nowych stosowanych utwardzonych żywic epoksydowych, co stało się podstawą do przygotowania założeń do programu badań eksperymentalnych oraz doboru metod badawczych przy realizacji postawionego zadania.

W pracy wskazano również, jak ważna jest metodyka eksperymentalna, podkreślając jej ciągłą ewolucję, co zawiera druga część rozprawy (rozdział 6 i 7) po nakreśleniu celu, hipotezy i zakresu rozprawy w rozdziale 5.

W szóstym rozdziale omówiono procedury przygotowania próbek (belkowych i wioselkowych oraz próbek zwartych) z żywic epoksydowych (Epidian 5 i Epidian 53 z utwardzaczami Z1 i PAC) oraz metod badawczych (jak: próby rozciągania, testy trójpunktowego zginania, oraz testy udarności i testy DCB wsparte badaniami emisji akustycznej i analizą fraktograficzną) dla wybranych czterech komponentów o osnowie polimerowej w różnych konfiguracjach (tabela 1).

W ogólnym ujęciu, zrozumienia zjawisk pęknięcia materiału, a zwłaszcza rozpoznanie charakterystycznych częstości emisji akustycznej, towarzyszących powstawaniu szczelin w danym materiale, ma prowadzić do polepszenia wytrzymałości stosowanych utwardzonych żywic epoksydowych jako bazy osnowy w połączeniu klejowym laminatów wzmocnionych długimi włóknami, co przeanalizowano w rozdziale 7 rozprawy.

Próbki z materiału kompozytowego M4 utwardzone poprzez dodanie większej ilości utwardzacza PAC niż dla materiału M3, były odpowiednio najmniej sztywne i najmniej elastyczne, co dowiodła przeprowadzona próba rozciągania (rys.36).

Należy nadmienić, iż próbki z materiału kompozytowego M4 ulegały zniszczeniu po uplastycznieniu, przy znaczącym naprężeniu (z wyraźną granicą σ_y i wydłużeniem ϵ_y

w zakresie plastycznym), czego nie obserwujemy dla próbek z materiałów M1 - M3. Materiały M1, M2 oraz M3 pękały w sposób kruchy przy najmniejszych odkształceniach. Ponadto Doktorant stwierdził (zgodnie z przypuszczeniami analizy składu chemicznego), iż materiały zawierające w swoim składzie utwardzacz Z1 (M1 i M2) były zdecydowanie mniej podatne na odkształcenia niż materiały zawierające w systemie żywicznym utwardzacz PAC (M3 i M4). Jedynie o odkształceniu plastycznym można mówić w przypadku materiału M4. Doktorant wykazał, że zarówno statyczna jak i dynamiczna odporność na pękanie wzrastała wraz ze wzrostem podatności materiału.

Największy dla statycznej (K_{IC}) i dynamicznej (K_{ID}) wzrost odporności ma pękanie odpowiednio trzy- i dwukrotny odnotował dla próbek z materiału M1 z utwardzaczem Z1. Powyższą (ale nie tak znaczny wzrost) zależność K_{IC} i K_{ID} uwidacznia się dla próbek z materiału M4 z utwardzaczem PAC. Wyjątek stanowią próbki z materiału na bazie żywicy Epidian 53 (M1), w którym można przyjąć że $K_{IC} \approx K_{ID}$. Zmiana charakterystyk (tj. różnicy pomiędzy K_{IC} a K_{ID} dla próbek z materiału najbardziej kruchego) jest najprawdopodobniej związana z różnym udziałem proporcji składu zastosowanych komponentów w systemie żywicznym.

Ponadto Doktorant pracy stwierdził niską odporność na pękanie materiału M2 przy analizie wartości energii pękania i udarności (co potwierdza zmiana K_{ID} z odpowiadającą jej zmianą wartości U – rys.41). Cel wyznaczenia charakterystyk mechanicznych materiału klejowego, stosowanego przy projektowaniu połączeń kompozytów jako osnowy dla próbek z czterech badanych materiałów, został osiągnięty. Wyniki badań odporności na pękanie i częstotliwości fal sprężystych (f_{EA} – rys.44), zarejestrowanych przy pękaniu próbek z czterech badanych materiałów podczas testu CT (Test Compact Tension opartego na wykorzystaniu I schematu pękania), odpowiednio zwiększały i malały zgodnie z zależnością $M2 < M1 < M3 < M4$. Obserwacje zjawisk pękania zachodzących na powierzchni przełomów zostały wsparte badaniami emisji akustycznej, polegającymi na rejestracji parametrów fal sprężystych emitowanych wewnątrz materiału z rozpoznaniem częstotliwości rozchodzenia się fal sprężystych towarzyszących powstawaniu i rozwojowi pęknięć w osnowie polimerowej. Należy nadmienić, iż największą liczbę zdarzeń i zliczeń dla próbek z czterech badanych materiałów podczas testów CT i DCB (określających I schemat pękania), również potwierdziły powyższą zależność $M1 < M3 < M4$ pomijając najbardziej kruchy materiał (M2). Pękanie próbek w zastosowanych konfiguracjach komponentów o osnowie epoksydowej jako struktur kruchych wynikało z występowania defektów w postaci porów, prążków zmęczeniowych (na krawędziach których pojawiły się mikropęknięcia ułożone poprzecznie i wzdłużnie –

rys. 63), czy uskoków na płaszczyźnie tzw. mikro – i makrodorzeczy na powierzchni badanych przełomów (potwierdzone badaniami fraktograficznymi).

Pomimo że współczesne badania eksperymentalne szczególnie struktur kompozytowych z punktu procesu technologicznego są tak złożona, to nie wszystkie dane materiałowe są dostępne (nie są ujawniane przez producentów). Dlatego są potrzebne własne testy eksperymentalne dla weryfikacji wartości parametrów materiałowych, które charakteryzują się wieloma parametrami (takimi jak grubość warstwy, kąt orientacji wzmocnienia, kolejność układania,...itd.), a które wpływają na złożone zjawiska czy weryfikacje obliczeniowe właściwości wytrzymałościowe w porównaniu z materiałami jednorodnymi.

3. Oryginalność rozprawy

Oryginalnymi i istotnymi osiągnięciami naukowymi Autora rozprawy doktorskiej, przedstawionymi w recenzowanej rozprawie są:

- Wyniki z rozległego przeglądu literatury, wzbogacone wiedzą związaną z poznaniem zjawiska pęknięcia komponentu/ów jak i samego kompozytu w projektowaniu bazy osnowy stosowanych utwardzonych żywic epoksydowych jako nowych struktur kompozytowych w połączeniach klejowych ze względu na odmienne mechanizmy degradacji kompozytów w różnych skalach i przy różnym obciążeniu.
- Wyniki analizy poznania zjawiska pęknięcia komponentu jak i samego kompozytu dają cenne kompendium wiedzy dotyczącej szacowania właściwości mechanicznych osnowy stosowanych utwardzonych żywic epoksydowych w połączeniach klejowych (tj. przygotowanie założeń do programu badań eksperymentalnych oraz doboru metod numerycznej analizy).

Dlatego przy projektowaniu bazy osnowy stosowanych utwardzonych żywic epoksydowych jako nowych struktur kompozytowych w połączeniach klejowych, Doktorant w rozprawie opracował program badań eksperymentalnych (zgłoszenie patentowe) oraz dobór metod badawczych z wykorzystaniem analizy Falkowej.

Pomimo niewątpliwych zalet rozprawy, Doktorant nie ustrzegła się w niej także niedomówień. Zaliczam do nich:

- Brak w rozprawie wartości parametrów technologicznych dotyczącego poziomu utwardzenia (wybranych, utwardzonych żywic epoksydowych) jako bazy połączeń

klejowych laminatów kompozytowych wzmocnionych długimi włóknami, jak określenie temperaturowego piku egzotermicznego dla zastosowanego systemu żywicznego jako bazy połączeń klejowych komponentów włóknistych).

- Nie jest jasno sprecyzowane kryterium jednorodności przygotowanych próbek odpowiednio w 10 – i 5 – zestawach (po 5 –10 sztuk próbek belkowych i próbek wioselkowych) do badań czterech materiałów w różnych konfiguracjach dla każdej partii próbek, które przygotowano w przeciągu jakiegoś czasu.
- W pracy pojawiają się niedociągnięcia redakcyjne, a mianowicie:
 1. na str.56, podpis na rys.24 błędny (jest użyty podwójnie termin „górny uchwyt maszyny”) – raz powinno być "dolny uchwyt maszyny" zamiast „górny uchwyt maszyny”;
 2. na str.23, dobrze widziane objaśnienie parametru c^* (wzór 13).
- Brak dorobku publikacyjnego Doktoranta w przedstawionej rozprawie. Pomimo braku odniesienia się przez Doktoranta do autorskich prac, stwierdzam, że Doktorant jest współautorem następujących prac naukowych o zasięgu międzynarodowym:
 - Skoczylas J., Kłonica M., Samborski S.: A study on the FRP composite's matrix damage resistance by means of elastic wave propagation analysis. Composite Structures, vol.297, 2022 pp.1-21 – 140 pkt.
 - Skoczylas J., Samborski S., Kłonica M.: A multilateral study on the FRP Composite's matrix strength and damage growth resistance. Composite Structures, vol.263, 2021 pp.1-7 – 140 pkt.
 - Samborski S., Józwik J., Skoczylas J., Kłonica M.: Adaptation of Fracture Mechanics Methods for Quality Assessment of Tungsten Carbide Cutting Inserts. Materials, vol.14, N.13, 2021 pp.1-13 – 140 pkt.
 - Skoczylas J., Samborski S., Kłonica M.: Experimental Study on Static and Dynamic Fracture Toughness of Cured Epoxy Resins. Advances in Science and Technology Research Journal, vol.13, N.1, 2019 pp.122-127 – 100 pkt.

Ponadto Doktorant jest współautorem dwóch patentów:

- „Obudowa uchwytu do badania próbek”, Nr patentu B1 240588, 2022.
- „Obudowa uchwytu do badania próbek rozciąganych”, Nr patentu B1 240589, 2022.

Prosiłbym o weryfikację pozostałych prac Doktoranta.



4. Ocena końcowa rozprawy

Powyższe uwagi krytyczne nie zmieniają ogólnej **wysokiej oceny** przedstawionej do recenzji rozprawy. Uważam, że zaproponowana przez Doktoranta metodyka (procedury) i program badań eksperymentalnych oraz dobór metod badawczych przy realizacji postawionego zadania wzajemnie się uzupełniają. W przedstawionych analizach wyczuwa się doświadczenie i umiejętność w zakresie rozwiązywania postawionych celów i problemów.

W podsumowaniu stwierdzam co następuje.

Rozprawę doktorską mgr inż. Jakuba Skoczylas oceniam **wysoko**, gdyż przedstawia oryginalne własne osiągnięcia naukowe. Doktorant wykazał się nie tylko obszerną wiedzą z mechaniki (teoretycznej i doświadczalnej), fizyki, inżynierii materiałowej, technologii formowania wybranych, utwardzonych żywic jako bazy połączeń klejowych laminatów kompozytowych wzmocnionych długimi włóknami w dziedzinie definiowanej jako „mechanika stosowana rozwoju pęknięcia”, ale również dużym wyczuciem i dojrzałością naukową w formowaniu zagadnień i realizacji rozważań. Stanowi to podstawę do stwierdzenia, że mgr inż. Jakub Skoczylas ma bardzo dobre przygotowanie merytoryczne i doświadczalne do samodzielnej pracy naukowej. Uważam, że niniejsza rozprawa **spełnia wszystkie wymagania** stawiane pracom doktorskim przez aktualnie obowiązującą ustawę o Stopniach i Tytule Naukowych (z dnia 20 lipca 2018r. "Prawo o szkolnictwie wyższym") i wnoszę do Komisji Rady Naukowej Dyscypliny o dopuszczenie mgr inż. Jakuba Skoczylasa do publicznej obrony recenzowanej pracy.

