

Warszawa 12.01.2024

Prof. dr hab. inż. Anna Boczkowska

Wydział Inżynierii Materiałowej

Politechniki Warszawskiej

Recenzja

Rozprawy doktorskiej Pani mgr. inż. Barbary Helizanowicz

pt. „Użycie preimpregnatów o niskiej gramaturze do wytwarzania metodą autoklawową płyt z kompozytu polimer-włókno węglowe zawierających krzywizny o małym promieniu”

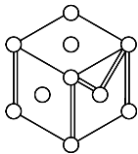
Recenzję wykonano na zlecenie Pani prof. dr hab. inż. Marii Sozańskiej - Przewodniczącej Rady Dyscypliny „Inżynieria Materiałowa” Politechniki Śląskiej z dnia 31.10.2023r.

Ocena tematyki pracy

Przedłożona do recenzji rozprawa doktorska Pani mgr. inż. Barbary Helizanowicz została wykonana w ramach programu „Doktorat wdrożeniowy” pod kierunkiem promotora dr hab. inż. Mateusza Koziola, prof. Pol. Śl. oraz promotora pomocniczego dr inż. Aleksandry Bogdan-Włodek ze Śląskiego Centrum Naukowo Technologicznego Przemysłu Lotniczego Sp. z o.o. (ŚCNTPL).

Tematyka rozprawy doktorskiej dotyczy oceny możliwości wykorzystania prepregów węglowo-epoksydowych o niskiej gramaturze w procesie wytwarzania wielowarstwowych struktur zawierających krzywizny, w technologii autoklawowej. Wpisuje się ona w aktualne trendy rozwoju materiałów kompozytowych przeznaczonych do konstrukcji lotniczych i kosmicznych. Zgodna jest także z profilem firmy ŚCNTPL, w której rozwijane są technologie z wykorzystaniem lekkich prepregów o gramaturze od 30 do 75 g/m² do wytwarzania wyrobów kompozytowych o dużych gabarytach i złożonych kształtach, przeznaczonych dla przemysłu lotniczego, skutniczego oraz kosmicznego. Szczególny nacisk Doktorantka położyła na zbadanie możliwości wykorzystania prepregów o niskiej gramaturze do wytwarzania struktur zakrzywionych, o małym promieniu krzywizny.

Cienkowarstwowe kompozyty to obecnie intensywnie rozwijany kierunek badań w zakresie kompozytów polimerowych o podwyższonych właściwościach wytrzymałościowych. Wpływ rozmiaru pojedynczej warstwy na mechanizm pęknięcia jest związany z jej

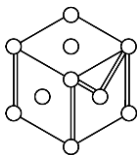


ograniczeniem przez warstwy z nią sąsiadujące. Przy pewnej jej grubości wpływ ten utrudnia lub nawet całkowicie uniemożliwia inicjację i wzrost uszkodzeń, takich jak pękanie poprzeczne i rozwarstwienie. W praktyce takie zachowanie przekłada się na wyższą wytrzymałość i znacznie większą tolerancję na uszkodzenia struktur kompozytowych złożonych z cienkich warstw. Ponadto kompozyty cienkowarstwowe wystawione na działanie agresywnego środowiska degradują znacznie wolniej od ich klasycznych odpowiedników. Oznacza to, że materiał może być dłużej eksploatowany bez konieczności naprawy, bądź jego wymiany. Zmiany właściwości w przypadku kompozytów cienkowarstwowych są również bardziej stabilne, co zwiększa bezpieczeństwo konstrukcji. Istotą jest takie ułożenie wiązek włókien w poszczególnych warstwach, aby nie ulegały one skręceniu. Wymaga to zupełnie nowego podejścia do wytwarzania, a także projektowania struktur kompozytowych z wykorzystaniem cienkich warstw. Kluczowe dla możliwości efektywnego projektowania takich materiałów jest poznanie zależności pomiędzy grubością warstwy, kierunkiem ułożenia włókien, ich właściwościami, mikrostrukturą a właściwościami mechanicznymi.

Największą korzyścią płynącą z zastosowania prepregów o niskiej gramaturze jest zmniejszenie masy wyrobów oraz rozszerzenie możliwości konstrukcyjnych. Zmniejszenie gramatury pozwala uzyskać większą swobodę przy projektowaniu wyrobów kompozytowych poprzez wprowadzenie dodatkowych orientacji i optymalizację ułożenia w zależności od przewidywanych obciążeń. Jednocześnie możliwe jest uzyskanie lżejszych i cieńszych kompozytów o strukturze quasi-izotropowej niż w przypadku standardowych prepregów.

Pomimo tak znaczących zalet kompozytów cienkowarstwowych dostępna wiedza pod względem ich zastosowań, zwłaszcza w przemyśle kosmicznym, jest ciągle ograniczona. Szczególne zachowanie takich kompozytów pod wpływem obciążeń mechanicznych oraz mechanizm zniszczenia nie są jeszcze dokładnie zbadane, co stało się motywacją do podjęcia badań w niniejszej rozprawie doktorskiej. W niektórych przypadkach, dane dostępne w literaturze są sprzeczne. Jednym z nieprzebadanych obszarów dotyczących laminatów cienkowarstwowych, zawierającym się w dość powszechnej problematyce dotyczącej laminatów, jest określenie ich struktury i właściwości w zakrzywionych obszarach wyrobów. Obszary zakrzywione w kompozytach stanowią znaczący problem, począwszy od procesów projektowania i analizy, poprzez technologię, aż po badania właściwości materiału w obszarze krzywizny.

A zatem należy stwierdzić, że zagadnienie badawcze podjęte w rozprawie doktorskiej przez mgr inż. Barbarę Helizanowicz jest aktualne, spełnia cechy nowości naukowej i mieści się w dziedzinie nauk inżynierijno-technicznych w dyscyplinie inżynieria materiałowa.



Wybór tematyki rozprawy, jak i materiałów do badań należy uznać za trafny i uzasadniony w kontekście stanu aktualnej wiedzy na temat konstrukcyjnych materiałów kompozytowych.

Ocena formalna pracy

Recenzowana rozprawa doktorska liczy 227 stron, zawiera 117 rysunków i 47 tabel. Spis literatury oparty jest na 213 pozycjach, w zdecydowanej większości są to artykuły naukowe z ostatniej dekady, a zatem przytoczony stan zagadnienia jest aktualny i dobrze rozpoznany przez Panią Barbarę Helizanowicz. Należy jednoznacznie stwierdzić, że wszystkie pozycje literaturowe są zgodne z tematyką rozprawy.

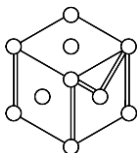
Zamieszczone w pracy rysunki są czytelne, aczkolwiek na niektórych z nich pozostawiono opisy w języku angielskim (np. rys. 1, 3, 8, 10, 12, 13). Zbędne są też tytuły na wykresach, ponieważ i tak pod każdym z nich znajduje się podpis informujący o tym samym co w tytule (rys. 32, 40, 41, 47-50, 60-63, 112, 113, 114, 115, 116).

Do pracy dołączono spis skrótów i symboli, rysunków, tabel, a także załączniki z wybranymi wynikami badań w postaci zdjęć próbek po procesie laminowania (załącznik 1), podczas kontroli jakości wytworzonych próbek zawierających krzywizny (załącznik 2), podczas IrNDT wytworzonych próbek zawierających krzywizny dla obu badanych materiałów i wszystkich układów geometrii (załącznik 3), termogramy próbek zakrzywionych wykonanych z prepregów (załącznik 4) oraz wykresy zależności siły od przemieszczenia, zarejestrowane podczas badania wytrzymałości CBS przy zginaniu zakrzywionych belek (załącznik 5).

Układ rozprawy jest klasyczny, z podziałem na część literaturową i eksperymentalną. Proporcje obu części są bardzo dobre, część eksperymentalna stanowi około 80% rozprawy. Edycja pracy jest staranna, a nieliczne błędy językowe nie wpływają na bardzo pozytywny odbiór całej rozprawy.

Ocena merytoryczna pracy

Stan zagadnienia na temat kompozytów polimerowych wytwarzanych z prepregów, w tym z prepregów o niskiej gramaturze, mgr inż. Barbara Helizanowicz opisała w rozdziałach 2-4. Przedstawiony przegląd literatury stanowi kompendium wiedzy na temat sposobu wytwarzania kompozytów polimerowych z prepregów (rozdział 2), a w szczególności z prepregów o niskiej gramaturze (rozdział 3), właściwości prepregów i ich wpływu na właściwości kompozytów. Doktorantka skupiła się przy tym szczególnie na problemach związanych z wytwarzaniem wyrobów kompozytowych zawierających krzywizny (rozdział 4).

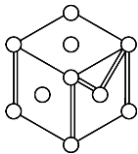


Świadczy on o dobrej orientacji Doktorantki w tematyce kompozytów polimerowych wytwarzanych z prepregów.

Najistotniejsze z punktu widzenia tematyki rozprawy doktorskiej są rozdziały 3 i 4. W rozdziale 3 Doktorantka skupiła się na charakterystyce prepregów o niskiej gramaturze, czyli takich, których gramatura jest mniejsza od 100 g/m^2 , wytwarzanych z takich samych włókien jak prepregi klasyczne. Mają one pozytywny wpływ na mikrostrukturę, wynikający ze zmniejszenia grubości warstwy, co przy większym rozproszeniu włókien pozwala osiągnąć większą jednorodność wyrobu. Wiąże się to ze zmniejszeniem obszarów bogatych w żywicę i obniżeniem udziału pustek, co prowadzi do poprawy wielu właściwości mechanicznych w odniesieniu do kompozytów wykonanych z prepregów klasycznych tj. o większej grubości. Zmniejszenie grubości warstwy ogranicza też powstawanie i rozwój defektów, takich jak mikropęknięcia czy delaminacje. Dla kompozytów wykonanych z prepregów o niskiej gramaturze zaobserwowano też inne modele zniszczenia, niż dla wykonanych z prepregów o standardowych gramaturach. Ponadto wykazują one wyższą wytrzymałość zmęczeniową niż kompozyty o standardowej grubości warstwy. Rozdział ten kończy się stwierdzeniem, że w literaturze niewystarczające są dane dotyczące obciążeń oddziałujących poza płaszczyznę. Nie znaleziono również danych dotyczących wpływu gramatury i grubości warstwy na przebieg procesu technologicznego oraz ewentualnych defektów i zaburzeń powstałych w trakcie utwardzania. Jednym z nieprzebadanych obszarów dotyczących laminatów cienkowarstwowych jest określenie struktury i właściwości takich laminatów w zakrzywionych obszarach wyrobów.

W rozdziale 4 mgr inż. Barbara Helizanowicz omówiła czynniki, które warunkują wytrzymałość kompozytów zawierających krzywizny, a także defekty powstające w obszarach krzywizny podczas wytwarzania kompozytów cienkowarstwowych w technologii autoklawowej. Doktorantka stwierdziła, że w literaturze zbadano wpływ wielu różnych czynników na zmianę kąta krzywizny. Jest to zjawisko złożone, powstające na skutek naprężeń resztkowych w laminacie po procesie utwardzania. Zdolność do odwzorowania danej krzywizny, a także skłonność do powstawania defektów, zależą od indywidualnych właściwości danego prepregu w stanie nieutwardzonym.

Luki w dotychczasowej wiedzy w zakresie wytwarzania kompozytów cienkowarstwowych wzmocnianych włóknami węglowymi, brak informacji na temat wpływu grubości warstwy na ścinanie międzywarstwowe, wpływu gramatury na właściwości materiału w stanie nieutwardzonym, odpowiadające za procesy formowania oraz powstawania defektów, stały się motywacją do podjęcia tematu i stały się podstawą do określenia celu, tezy i zakresu rozprawy doktorskiej. Obrano ścieżkę doktoratu wdrożeniowego w odpowiedzi na problemy



ŚCNTPL w związku z rozwijaniem produkcji i wykorzystaniem prepregów o niskiej gramaturze do wytwarzania zaawansowanych struktur kompozytowych zawierających krzywizny.

Mgr inż. Barbara Helizanowicz przyjęła w pracy tezę, że zastosowanie prepregu węglowo-epoksydowego o gramaturze 75 g/m² do wytwarzania struktur CFRP zawierających krzywizny, pozwoli na uzyskanie lepszej jakości i wytrzymałości wyrobu w stosunku do węglowo-epoksydowego prepregu o gramaturze 150 g/m².

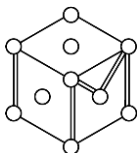
Dla zweryfikowania postawionej tezy Doktorantka przyjęła dwa cele: naukowy i wdrożeniowy. Celem naukowym pracy jest ocena właściwości mechanicznych belek kompozytowych zawierających krzywizny o różnej geometrii, wytworzonych metodą autoklawową na bazie prepregów o niskiej gramaturze. Celem wdrożeniowym doktoratu jest ocena efektywności stosowania prepregów o niskiej gramaturze w autoklawowym procesie wytwarzania kompozytowych struktur zawierających krzywizny.

Dla realizacji celów pracy Doktorantka przyjęła szeroki zakres badań, przedstawiony graficznie w formie schematu blokowego. Zakres prac obejmował:

- badania właściwości prepregów o niskiej oraz standardowej gramaturze w stanie nieutwardzonym, w postaci taśm jednokierunkowych,
- podstawowe badania mechaniczne próbek płaskich, wytworzonych z badanych prepregów o niskiej oraz standardowej gramaturze,
- ocenę procesu wytwarzania w technologii autoklawowej z prepregów o niskiej oraz standardowej gramaturze wyrobów zawierających krzywizny o różnej geometrii, na przykładzie próbek w postaci zakrzywionych belek,
- ocenę jakości wytworzonych zakrzywionych belek za pomocą badań gęstości, aktywnej termografii w podczerwieni oraz tomografii komputerowej,
- porównanie wytrzymałości przy zginaniu zakrzywionej belki (CBS) oraz wytrzymałości laminatu na rozciąganie międzywarstwowe (ILTS) dla zakrzywionych belek kompozytowych wytworzonych z prepregów o niskiej oraz standardowej gramaturze.

Przyjęty dla realizacji celów pracy zakres badań należy uznać za właściwy. Dobór technik badawczych był odpowiedni. Na szczególną uwagę zasługuje staranność prowadzonych przez Doktorantkę pomiarów.

Dobór badanych materiałów wynikał przede wszystkim z prac i zainteresowania ŚCNTPL. Prepregi zostały wytworzone przez jednego z partnerów przemysłowych. Niestety poza gramaturą, prepregi różniły się zawartością masową żywicy, która dla prepregu o gramaturze 75 g/m² wynosiła średnio 37,5%, a dla prepregu o gramaturze 150 g/m² mniej, tj. 32,3%. Ta niewielka z pozoru różnica miała wyraźny wpływ na właściwości mechaniczne. Co więcej prepreg o niższej gramaturze zawierał defekty w postaci bardzo drobnych szczelin,



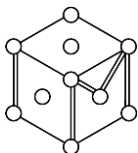
których nie zaobserwowano w prepregu o większej gramaturze, co również miało wpływ na uzyskane wartości pomiarów. Fakt ten został zauważony przez Doktorantkę, która próbowała uwzględnić różny stopień wzmocnienia poprzez normalizację uzyskanych wyników do 55% udziału objętościowego włókien, aby móc porównać uzyskane wyniki.

Wyniki badań wraz z opisem metodyki badawczej mgr inż. Barbara Helizanowicz przedstawiła w rozdziale 8, zaś zbiorczą analizę wyników w rozdziale 9. Badania struktur zawierających krzywizny przeprowadziła dla kątowników o kątach rozwarcia pomiędzy ramionami wynoszącymi 90°, 120° oraz 150° oraz o promieniach krzywizny wynoszących 4 mm, 12 mm i 36 mm dla każdego z kątów.

Przeprowadzone przez Doktorantkę badania pozwoliły na stwierdzenie, iż prepreg o niskiej gramaturze jest bardziej podatny na powstawanie defektów podczas formowania i utwardzania wyrobów zawierających krzywizny. Do typowych defektów Doktorantka zaliczyła defekty powierzchniowe, takie jak zmarszczki w obszarach krzywizny oraz zwiększone odległości pomiędzy warstwami. Wynika to między innymi z większej zmiany jego grubości w trakcie konsolidacji (o 9 ÷ 12%) i mniejszej sztywności przy zginaniu. Ponadto nie wykazuje on zdolności do odkształcenia poprzez ścinanie w płaszczyźnie, jak prepregi klasyczne, a jedynie przez poślizg pomiędzy włóknami i utratę spójności pomiędzy warstwami. Pani Barbara Helizanowicz udowodniła, że kompozyty z prepregów o niskiej gramaturze wykazują wyższą o 34,5% wytrzymałość na rozciąganie w kierunku 90° oraz wyższą o 34% wytrzymałość na ścinanie międzywarstwowe, przy porównywalnej wytrzymałości na rozciąganie oraz zginanie w kierunku 0°. Ponadto porównywalne są maksymalne naprężenia ścinające podczas ścinania w płaszczyźnie.

Prepregi o niskiej gramaturze pozwalają na wytworzenie kompozytów o większej jednorodności struktury, co potwierdziła Pani Helizanowicz badaniami CBS. Ponadto udowodniła, że kompozyty zawierające krzywizny, wykonane z prepregów o niskiej gramaturze wykazują niższą wytrzymałość na rozciąganie międzywarstwowe, a różnica pomiędzy wytrzymałością dla kompozytów wytworzonych z prepregów konwencjonalnych i o niskiej gramaturze jest zależna od geometrii krzywizny i jest mniejsza przy wyższych promieniach krzywizny i wyższych kątach rozwarcia.

Doktorantka uzyskała też szereg ciekawych wyników dotyczących technologii. Stwierdziła, że kształtowanie pojedynczej warstwy jest łatwiejsze dla prepregu o niskiej gramaturze ze względu na mniejszą jego sztywność przy zginaniu. Jednakże cały proces jest bardziej czasochłonny ze względu na większą liczbę warstw, a obecność złożonych kształtów uniemożliwia zastosowanie zautomatyzowanych procesów laminowania.



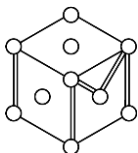
Na podstawie uzyskanych wyników powstały rekomendacje i wytyczne wdrożeniowe co do procesu wytwarzania kompozytowych wyrobów z prepregów węglowych o niskiej gramaturze. Poprzez realizację niniejszej pracy, zyskano cenną wiedzę na temat zależności, jakie występują podczas doboru gramatury materiału do wytwarzania wyrobów zawierających krzywizny, co przyczyniło się do zwiększenia wiedzy i świadomości na temat prepregów o niskiej gramaturze, które są przedmiotem nowych inwestycji realizowanych w ŚCNTPL.

Pani Barbara Helizanowicz w pełni zrealizowała cele pracy. Natomiast nie udało się jednoznacznie potwierdzić postawionej tezy, ponieważ uzyskane wyniki są zróżnicowane w zależności od geometrii krzywizny oraz stanu obciążenia kompozytów. Należy podkreślić, że przyjęty przez Doktorantkę zakres badań eksperymentalnych był obszerny. Doktorantka wykazała się dobrą znajomością zastosowanych technik badawczych i umiejętnością interpretacji uzyskanych wyników. Przeprowadzone badania stanowią oryginalny wkład w rozwój wiedzy o kompozytach cienkowarstwowych.

Uwagi i pytania do pracy

W trakcie recenzji pracy nasunęły się następujące pytania i uwagi:

1. Na str. 21 Doktorantka użyła dwukrotnie sformułowania „rozszerzenie włókien” w odniesieniu do prepregów cienkowarstwowych. Chodzi tu oczywiście o rozszerzenie wiązek włókien, gdyż same włókna rozszerzeniu nie ulegają.
2. Na wszystkich wykresach, na których pokazane są wartości średnie brakuje naniesionych słupków błędów. Również nie we wszystkich tabelach zamieszczono odchylenia standardowe dla wartości średnich (tabele 6, 7, 28, 29, 41, 42, 44).
3. W tabeli 14 wytrzymałość na rozciąganie podana jest z 3 miejscami po przecinku, co wydaje się być zdecydowanie zbyt dużą dokładnością. Jaki jest błąd metody pomiarowej?
4. Zastrzeżenia budzą przeprowadzone badania strukturalne za pomocą tomografii komputerowej, ponieważ charakteryzują się one zbyt małą rozdzielczością, aby na ich podstawie wnioskować o dobrym wypełnieniu żywicą przestrzeni pomiędzy włóknami. Jakich rozmiarów defekty możliwe były do zaobserwowania? Na podstawie zamieszczonych obrazów CT wydaje się, że można było nie wykryć porowatości o małych rozmiarach porów.
5. Na wszystkich zdjęciach zamieszczonych w załącznikach brakuje skali, a także na rys. 73, 74, 84, 89-92, 93-97, 106, 107.
6. Zdjęcia wykonane za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego są średniej jakości, a wyciągnięte na tej podstawie wnioski na str. 125 dyskusyjne. Widoczne są w strukturze kompozytu liczne pustki (rys. 99) i liczne wykruszenia żywicy (rys. 100). W jaki



sposób były przygotowywane próbki do obserwacji mikroskopowych? Czy przedstawione obrazy SEM są reprezentatywne dla wszystkich wytworzonych kompozytów na bazie prepregów klasycznych i tych o niskiej gramaturze?

Ocena końcowa

Pani mgr inż. Barbara Helizanowicz wykazała się dużą wiedzą w dyscyplinie inżynieria materiałowa w zakresie materiałów kompozytowych i dojrzałością naukową, o czym świadczą wyniki przedstawione w niniejszej rozprawie doktorskiej. Zrealizowała cele pracy. Uzyskane wyniki pozwoliły na przygotowanie rekomendacji i wytycznych wdrożeniowych co do zastosowania prepregów o niskiej gramaturze do wytwarzania wyrobów o różnych krzywiznach w technice autoklawowej.

Uzyskane w pracy wyniki są oryginalne i doskonale wpisują się w program doktoratu wdrożeniowego. Rozprawa doktorska mgr inż. Barbary Helizanowicz przedstawia wartościowe wyniki eksperymentalne, a zamieszczone w recenzji uwagi nie umniejszają wartości przedstawionej do oceny rozprawy.

Podsumowując stwierdzam, że przedłożona do oceny rozprawa doktorska wykonana przez Panią mgr. inż. Barbarę Helizanowicz spełnia w mojej opinii warunki stawiane rozprawom doktorskim w dziedzinie nauk inżynierijno-technicznych w dyscyplinie inżynieria materiałowa przez obowiązujące przepisy określone w art. 190 ust. 2 ustawy z dnia 20 lipca 2018r. – Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U. z 2023r., poz. 742 z późn. zm.) i wnioskuję do Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa o dopuszczenie jej do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

Jednocześnie biorąc pod uwagę wysoki poziom merytoryczny rozprawy, aktualność podjętej tematyki, oryginalność uzyskanych wyników wnioskuję o wyróżnienie rozprawy doktorskiej mgr. inż. Barbary Helizanowicz.

ABocianowska