

dr hab. inż. Grzegorz Lesiuk, prof. uczelni
Politechnika Wrocławska we Wrocławiu
Wydział Mechaniczny
Katedra Mechaniki, Inżynierii Materiałowej
i Biomedycznej ul. Smoluchowskiego 25,
50-370 Wrocław

Wrocław, 2025-03-16

RECENZJA

rozprawy doktorskiej **mgr. inż. Jakuba Smolenia**
pt. *„Odporność laminatów polimer-włókno na działanie promieni ultrafioletowych”*

Opis identyfikacyjny: komputeropis na prawach rękopisu, stron 212, pozycji literatury 352.

Promotor rozprawy doktorskiej: dr hab. inż. Mateusz Koziół, prof. Pol. Śl.

Zleceńodawca: Przewodniczący Rady Dyscypliny „Inżynieria Materiałowa” Politechniki Śląskiej - prof. dr hab. inż. Adam Grajcar, pismo-uchwała z dnia 21 stycznia 2025 r.

OGÓLNA OCENA ROZPRAWY: TEMATYKA, CEL ORAZ ZAKRES PRACY

Doktorant, jako cel pracy postawił sobie zbadanie zjawisk degradacyjnych w materiałach kompozytowych na bazie włókien szklanych i węglowych w osnowie żywic poliestrowych i epoksydowych. Jednym z ważniejszych zagadnień podejmowanych przez Doktoranta jest wyjaśnienie zachodzących zjawisk w trakcie ekspozycji materiału w zróżnicowanych warunkach środowiskowych. Co warto zaznaczyć, Doktorant nie ograniczył się w swojej pracy do badań „sztucznego starzenia”, ale poddał badaniom – obserwacjom materiały na przestrzeni 36 miesięcy – w warunkach „naturalnych”. Dla tak dobranego czasu badań (i wyznaczanych charakterystyk mechanicznych i map degradacji struktur), Doktorant zaproponował alternatywną metodę przyspieszonego starzenia materiałów, która za zadanie miała korespondować z badaniami w warunkach zbliżonych do rzeczywistych. Wybór tej tematyki oceniam jako trafny i ważny naukowo. Zauważyć należy, że tematyka z szeroko rozumianym zagadnieniem „*air degradation of CFRP composites*” wg bazy Google Scholar zawiera co najmniej 27 400 pozycji literaturowych a zawężenie pola wyszukiwania do „*UV degradation of CFRP composites*” daje 17 000 wyników. Świadczy to o aktualności tematyki. Co więcej, zaznaczyć należy, iż pod wspomnianymi hasłami

w większości przypadków odnaleźć można badania wykonywane w warunkach „sztucznych” – laboratoryjnych, mało kiedy dorównujących tak długiemu okresowi obserwacji jak u Autora dysertacji. W mojej ocenie, rozprawa ta podejmuje trudny temat i stanowi nieocenioną pozycję bibliograficzną dla innych badaczy. Poruszana problematyka jest ambitna i ważna naukowo. Autor rozprawy w dostarczonej dysertacji konsekwentnie realizował cel badawczy udowadniając swoją dojrzałość naukową i erudycję w zakresie tematyki degradacji materiałów kompozytowych. Struktura rozprawy jest prawidłowa i typowa dla tego typu opracowań. Praca składa się z 9 rozdziałów oraz spisu bibliografii obejmującego 352 pozycje. Na szczególną uwagę zasługuje pokreślenie tak obszerny warsztat bibliograficzny, który świadczy o dużej erudycji Autora.

W **rozdziale 1.** zatytułowanym *Wprowadzenie* Autor zarysował genezę i cel pracy przedstawiając główne wątki rozprawy.

Rozdział 2. opisuje obecny stan wiedzy. Autor wykazał, iż rosnące zapotrzebowanie na kompozyty włókniste wymagają ciągłego rozwoju wiedzy w obszarze kompozytów – szczególnie w zakresie oceny mechanizmów i analiz procesów degradacji. Wskazał, że istnieją pewne luki badawcze i metodologiczne wymagające uzupełnienia i rozwinięcia. Wobec wielu problemów wynikających z recyklingu kompozytów, wprowadzane się coraz bardziej rygorystyczne uwarunkowania prawne, którym muszą sprostać naukowcy, wynalazcy, projektanci i producenci kompozytów. W rozdziale tym Autor podnosi, iż w przyjętej Dyrektywie Parlamentu Europejskiego i Rady 2008/98/WE z dnia 19 listopada 2008 r. ustalono hierarchię postępowania z odpadami wobec której zapobieganie powstawaniu odpadów poprzez zwiększanie ich żywotności jest najważniejszym celem obecnie i w przyszłości. Wydłużanie czasu użytkowania jest możliwe poprzez zwiększanie odporności materiałów na warunki środowiskowe, w tym fotodegradację. Tak przedstawiona argumentacja bez wątpienia uzasadnia, nie tylko naukowo, ale przede wszystkim utylitarnie wagę podejmowanych działań. Autor rozprawy w sposób bardzo obszerny (bo aż na blisko 64 stronach) przedstawia aktualny stan zagadnienia w zakresie charakterystyk materiałów, mechanizmów degradacji czy metod badawczych. W mojej ocenie rozdział ten jest ważny i porządkuje stan zagadnienia, przy jednoczesnym wskazaniu istniejących luk badawczych, które Autor postanowił wypełnić prowadzonymi badaniami – co szczegółowo przedstawia w rozdziale 3.

Rozdział 3. „Cel i zakres pracy” – zawiera zwięzły opis celów pracy. Autor przedstawia tezę pracy i opisuje zakres prac badawczych niezbędnych do realizacji celu rozprawy. Wartościowym elementem jest jasne i przejrzyste zilustrowanie rys. 3.1 ukazującym sekwencję działań w formie blokowej. Jako cel naukowy Autor wskazał „*nabycie i usystematyzowanie wiedzy w zakresie wpływu promieniowania UV na właściwości fizyczne laminatów polimer-włókno o osnowie poliestrowej i epoksydowej (fotodegradacja), wraz z opisaniem mechanizmów tego oddziaływania, przy zróżnicowanych warunkach ekspozycji*”. Dobór celu oceniam jako trafny z małym zastrzeżeniem, iż warto byłoby uściślić w tym miejscu jakie to zróżnicowane warunki ekspozycji będą występować. W konsekwencji Doktorant przyjął tezę o brzmieniu

„Kompleksowa analiza fotodegradacji laminatów polimer-włókno w zróżnicowanych warunkach pozwala na wartościowe rozszerzenie obecnego stanu wiedzy dotyczącej procesów zachodzących w tych materiałach pod wpływem promieniowania ultrafioletowego oraz opracowanie strategii ograniczających ich degradację”. Teza ta w ocenie recenzenta jest zbyt ogólna, a mając na uwadze zakres przeprowadzonych badań i wartościowe wyniki, z pewnością można byłoby się pokusić o nieco ambitniejszą jej odmianę.

Rozdział 4. zatytułowany „*Metodyka badań*” opisuje zastosowane metody badawcze wykorzystane w trakcie realizacji rozprawy doktorskiej. Autor przedstawił i omówił wszystkie metody badań wraz z opisem technologii wytwarzania wykorzystanych w rozprawie badań. Całość opisana poprawnym naukowo językiem. Wykorzystane narzędzia i dobrane metody badawcze oceniam jako profesjonalne i spójne z obecnymi standardami badawczymi w świecie naukowym.

W **rozdziale 5.** („*Degradacja środowiskowa badanych laminatów*”) Doktorant dokonał oceny mechanizmów chemicznych, opisu degradacji środowiskowej wskazując na to, że prowadzi ona do negatywnych zmian właściwości żywic i laminatów. Zmiany te można obserwować jako procesy degradacyjne powierzchniowe i strukturalne. W przypadku laminatów o osnowie żywicy poliestrowej zmiany wynikały one głównie z podatności na osmozę i hydrolizę. Procesy fotochemiczne w żywicach poliestrowych prowadzą do wolnorodnikowego procesu dosieciowania. W przypadku laminatów o osnowie żywic epoksydowych zjawiska wywołane osmozą i hydrolizą były pomijalnie małe, natomiast największe znaczenie dla przebiegu procesów degradacji miały zjawiska wywołane oksydacją, fotooksydacją i degradacją UV, które prowadzą do rozpadu wiązań w grupach pierścieni benzenowych, grupach izopropylidenowych i alifatycznych wiązaniach C–N.

W **rozdziale 6.** p.t. „*Zmiany starzeniowe zachodzące w laminatach CFRP o osnowie żywic epoksydowych*”, Autor przedstawia wyniki badań starzeniowych, na podstawie których można stwierdzić, że promieniowanie ultrafioletowe prowadzi do wyraźnych zmian powierzchni próbek laminatów CFRP wśród których wyróżnia się utratę transparentności, matowienie oraz zmianę koloru. Jak wskazuje Autor, promieniowanie UV-A i UV-B prowadzą do żółknięcia epoksydowej osnowy. Promieniowanie UV-C prowadzi do płowienia osnowy. Jednocześnie obserwuje się pękanie i wykruszanie żywicy epoksydowej na powierzchni, co prowadzi do osłonięcia włókien wzmacniających. Próbki zanurzone w wodzie wykazują mniejsze zmiany powierzchniowe, co wynika z częściowego odbijania i absorpcji kwantów promieniowania ultrafioletowego przez wodę, jednakże różnice nie są bardzo wyraźne. Sposób podawania wody na powierzchnię laminatu CFRP w czasie testu ma wpływ na charakter zmian powierzchniowych. Okresowy natrysk wody prowadzi do podobnych zmian jak starzenie próbek w warunkach suchych, natomiast stałe zanurzenie próbek pod wodą prowadzi do odmiennych zmian powierzchniowych. Obserwacje te są trafne i w ocenie recenzenta wartościowe ze względu na kompleksowość rozważanych zagadnień.

Rozdział 7. zatytułowany „*Zmiany starzeniowe zachodzące w laminatach GFRP o osnowie żywic*”

poliestrowych”, podsumuje wyniki badań prowadząc do wniosku, iż pod wpływem promieniowania ultrafioletowego ulegają wyraźnym zmianom właściwości fizykochemiczne. Zmiany powierzchniowe obejmują kruszenie żywicy, ekspozowanie włókien, zmianę barwy, a charakter zmian zwiększa się wraz ze wzrostem energii promieniowania ultrafioletowego. Fotodegradacja laminatów zanurzonych pod powierzchnią wody ma odmienny charakter niż fotodegradacja zachodząca w środowisku pozbawionym dostępu do wody. Warstwa wody częściowo zatrzymuje promieniowanie ultrafioletowe, a energia kwantów promieniowania ulega częściowemu odbiciu oraz absorpcji przez cząsteczki wody, co prowadzi do zmniejszenia intensywności promieniowania, a zatem destruktywność promieniowania zmniejsza się wraz z głębokością zanurzenia próbek. Rozdział ten oceniam bardzo dobrze, a sformułowane wnioski jako trafne i ważne naukowo.

Rozdział 8. p.t. „Zmiany starzeniowe zachodzące w laminatach GFRP o osnowie żywicy epoksydowych”, podsumowuje wyniki badań laminatów GFRP o osnowie żywicy epoksydowej poddanych fotodegradacji. Uzyskane rezultaty wskazują na fakt, iż laminaty te ulegają zmianom powierzchni i struktury chemicznej. Zmiana koloru próbki była najbardziej wyraźna w laminatach fotodegradowanych w warunkach suchych. Promieniowanie UV-A prowadziło do małej zmiany koloru, promieniowanie UV-B prowadziło do znaczącej zmiany koloru w wyniku tworzenia się chinonów i semichinonów. Promieniowanie UV-C również prowadzi do pożółknięcia, jednakże zmiana intensywności barwy, pomimo wyższej energii promieniowania, nie jest tak duża jak w przypadku promieniowania UV-B, co prawdopodobnie wynika z tworzenia się pochodnych fenonów, które są skutecznymi absorberami promieniowania UV i mogą zmniejszać efekty fotodegradacji. Intensywność zmian kolorystycznych maleje wraz z głębokością zanurzenia próbek w wodzie. Ubytki żywicy na powierzchni laminatów są tym większe im większa jest energia promieniowania, jednocześnie większe zmiany obserwuje się w próbkach umieszczonych w wodzie, co wskazuje na synergistyczny efekt prowadzący do wzrostu lokalnych naprężeń i intensyfikacji zniszczeń, szczególnie wykruszania osnowy. Podsumowując rozdział ten dostarcza wielu wartościowych informacji i wniosków poprawnie wyciągniętych z przeprowadzonych badań.

Rozdział 9. „Zmiany powierzchni zachodzące w laminatach polimer – włókno pod wpływem promieniowania UV” pozwolił Autorowi na sformułowanie wniosku, że Przeprowadzona ocena zmian chropowatości powierzchni laminatów polimer – włókno zachodzących w czasie fotodegradacji pozwala zauważyć, że skala uszkodzeń powierzchniowych, rozumiana jako zmiana parametrów chropowatości, jest tym większa im większa jest energia promieniowania ultrafioletowego. Oznacza to, że promieniowanie UV-C prowadzi do największych zmian chropowatości, gdzie obserwowano wzrost parametrów Ra, Ry, Rz o około 100 % po 1000 h fotodegradacji. W przypadku ekspozycji na promieniowanie UV-A i UV-B zmiany parametrów chropowatości mieszczą się w granicy statystycznego błędu pomiarowego. Pomimo obserwowanych zmian powierzchniowych laminaty zachowują wytrzymałość, głównie za sprawą dosięgiwywania struktury polimeru

w wyniku fotosieciowania. Jednocześnie, uszkodzenia powierzchniowe, szczególnie wystające włókna wzmacniające powodują, że kompozyt nie powinien być dalej użytkowany ze względów bezpieczeństwa.

Rozdział 10. zawiera wnioski płynące z przeprowadzonych badań. Autor dość szeroko sformułował wnioski – bo aż w 47 (!) punktach, co prawda grupując je w różnych kategoriach. W ocenie recenzenta, można było ograniczyć się do kilku głównych wniosków i ew. komentarza w zakresie innowacji i kierunków dalszych badań. Zauważyć należy, iż Autor trafnie wyciągał wnioski z obserwowanych wyników badań i jednocześnie też potrafił w sposób krytyczny odnieść je do zmian zachodzących w materiale łącząc przy tym różne elementy warsztatu badacza. W mojej ocenie, swoją postawą – sposobem prowadzenia badań, formułowaniem wniosków i głęboką świadomością wad i zalet prowadzonych eksperymentów Autor dowiódł w ten sposób swoją dojrzałość naukową.

Rozprawę zamyka wykaz źródeł bibliograficznych – bardzo obszerny, bo obejmujący 352 pozycje literaturowe.

UWAGI O ROZPRAWIE, PYTANIA MERYTORYCZNE I ZAGADNIENIA DISKUSYJNE

Rozprawa jest napisana poprawnym, zrozumiałym językiem i wykazuje bardzo dobry poziom edytorski – nie dostrzeżono większych usterek, zaś niektóre z nich przedstawiono w dalszej części recenzji. Na szczególne podkreślenie zasługuje bogata dokumentacja graficzna. Rysunki oraz fotografie są wykonane przeważnie starannie i odzwierciedlają szeroki program badań. Tabele są przejrzyste dla czytelnika.

Doktorantowi należy się pochwała za dobór literatury – znajdują się tam nie tylko pozycje najnowsze, lecz także publikacje ważne dla tego obszaru badawczego, opublikowane wcześniej. Spośród 352 pozycji zdecydowaną większość stanowią publikacje w języku angielskim. Jest to odbicie aktualnych wymagań, że publikować należy po angielsku.

Zdaniem Recenzenta, rozprawa wyróżnia się ze względu na podjęcie trudnej tematyki i wykorzystanie nowoczesnych interdyscyplinarnych narzędzi badawczo-analitycznych.

W rozprawie zaprezentowano oryginalne oraz kompleksowe ujęcie zagadnienia, co stanowi niewątpliwie osiągnięcia naukowe Doktoranta. Lektura rozprawy doktorskiej nasuwa również szereg pytań i zagadnień o charakterze dyskusyjnym, które zaprezentowane są poniżej.

Uwagi krytyczne, polemiczne i komentarze:

1. Cel pracy zbyt ogólny, warto było być może nieco go uszczegółowić – przedstawić, wskazać jakie to konkretnie właściwości fizyczne Autor ma na myśli.
2. Teza pracy zbyt ogólna ale sugestywna – na swój sposób nieco trywialna, a przecież dla tak dużego zakresu badań i wielu pytań badawczych z pewnością można było się pokusić o nieco ambitniejszą jej odmianę.
3. Na stronie 82 znajduje się sformułowanie: „*Na potrzeby badawcze zaprojektowano i wykonano statywy do prowadzenia długoterminowych badań starzeniowych.*” – w jaki sposób mocowano próbki, czy sposób ich mocowania („bez możliwości samorzutnej zmiany pozycji”) był na „szybko” i czy autor dokonał analizy kinematycznej oceniając przy tym ryzyko wprowadzenia ew. naprężeń w trakcie montażu?
4. Każdorazowo Autor prezentuje wyniki w formie wykresów słupkowych – co oczywiście ułatwia analizę porównawczą. Warto jednak przedstawić przebieg krzywych z próby zginania, co pozwoliłoby lepiej zobrazować całokształt tych badań. Ponadto, brakuje też dokumentacji fotograficznej uszkodzonych próbek. Analiza przełomu – mechanizmu zniszczenia byłaby wartościowym dodatkiem do uzyskanych wyników.
5. Co z wynikami badań na rozciąganie? Czy dostępne są wykresy rozciągania? Czy Autor wyznaczał moduł Younga w tym badaniu?
6. Autor w badaniach starzenia sztucznego wykazuje „pomiar modułu Younga” – w jaki sposób wyznaczył tę stałą sprężystości w próbie zginania? Czy w próbie rozciągania? Jeśli w próbie zginania to należało to oznaczyć jako moduł sprężystości przy zginaniu np. E_f (z ang. Flexural modulus) który nie jest tożsamy z modułem sprężystości podłużnej takim jaki jest moduł Younga z próby rozciągania - E . Dlaczego nie wyznaczano modułu sprężystości w próbkach starzonych naturalnie?
7. Autor analizuje zmiany zachodzące na powierzchni. Czy prowadzone były jakieś analizy w objętości z wykorzystaniem mikroskopii świetlnej/elektronowej – tomografii celem ujawnienia zmian degradacyjnych we wnętrzu materiału? Zwłaszcza, że w pracy pada jasne stwierdzenie „*Odkształcenie przy maksymalnym obciążeniu przy zginaniu laminatów CFRP wykazuje niewielki spadek z około 1,8 % do około 1,7%, co pozwala stwierdzić, że wewnątrz struktura kompozytu pozostaje nienaruszona, szczególnie w obszarach granic międzyfazowych.*” Proszę o komentarz do tego stwierdzenia i/lub wsparcie ew. wynikami badań struktury
8. Str. 115 – Autor stwierdził, że „Zachowanie badanych materiałów pozwala sądzić, że zastosowany okresowy natrysk mgły wodnej w metodzie normatywnej nie prowadzi do chłonięcia wody przez eksponowane próbki” Dlaczego Autor nie zdecydował się na badania nasiąkliwości materiałów kompozytowych przed i po ekspozycji/starzeniu?
9. Czy rozważał autor badania odporności na pękanie samej żywicy K_{IC} ? Warto rozważyć tego typu badanie w przyszłości.
10. Jakie są Pańskie przewidywania co do możliwości zastosowania Pańskiej metody do oceny np.

materiałów kompozytowych o innych kształtach niż płyty-laminaty – np. pręty i profile wytwarzane metodą pultruzji?

Drobne uwagi o charakterze redakcyjnym:

1. Str 79 – „Dla obydwu żywic czas życia w temperaturze pokojowej wynosił około 30 minut.”- czas życia? A może lepiej czas przydatności od obróbki materiałów reaktywnych.
2. Rys. 5.8. brakuje osi „y”
3. Zakres danych pomiarowych powinien wypełniać cały obszar pola wykresu – np. rys. 9.10

Jeszcze raz w tym miejscu należy podkreślić, że wyżej wymienione uwagi mają jedynie charakter dyskusyjny i w żaden sposób nie umniejszają pozytywnego odbioru wyników pracy oraz osiągniętych przez Doktoranta celów i zostały przeze mnie przedstawione w zgodzie z sentencją *nemo sine vitii est*.

PODSUMOWANIE

Istotny i twórczy wkład **mgr. inż. Jakuba Smolenia** w rozwój inżynierii materiałowej polega na tym, że przedstawił rozwiązanie postawionego problemu badawczego, tj. *Odporność laminatów polimer-włókno na działanie promieni ultrafioletowych*, na podstawie którego można wskazać na następujące osiągnięcia:

1. Skonsolidowanie i uporządkowanie stanu wiedzy w zakresie podstawowych badań dotyczących wpływu promieni UV na właściwości laminatów polimer-włókno w ramach jednego oryginalnego programu badawczego.
2. Opis zjawisk degradacyjnych i powstanie unikatowej wiedzy poznawczej na temat ekspozycji próbek materiałów w naturalnych warunkach środowiskowych (eksploatacyjnych) – szczególnie, że prowadzone były one w okresie trzech lat, co czyni je wiarygodnymi badaniami referencyjnymi dla innych badaczy.
3. Opracowanie innowacyjnej metody badawczej polegającej na nienormatywnej ekspozycji próbek kompozytowych w warunkach stałego zanurzenia. Metoda ta ma znaczący potencjał rozwojowy, a uzyskane wyniki i wyciągnięte przez Doktoranta wnioski pozwalają otworzyć dyskusję na temat konieczności rozszerzenia normatywnych metod ekspozycji materiałów na UV.

WNIOSEK KOŃCOWY
o dopuszczenie do publicznej obrony

Biorąc pod uwagę całokształt dysertacji i osiągnięć Autora rozprawy, stwierdzam, że **rozprawa doktorska mgr. inż. Jakuba Smolenia spełnia** wymagania artykułu 13 ust 1. Ustawy o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki z dnia 14 marca 2003 roku (Dz. U. z 2017 r. poz. 1789 z późniejszymi zmianami) w związku z art. 179 ust. 1 Ustawy z dnia 3 lipca 2018 r. Przepisy wprowadzające ustawę – Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U. z 2018 r., poz.1669 z późniejszymi zmianami). W związku z powyższym, formułuję wniosek o dopuszczenie **mgr. inż. Jakuba Smolenia** do publicznej obrony opiniowanej pracy jako pracy doktorskiej reprezentującej dyscyplinę Inżynieria Materiałowa.

Wrocław, 16-03-2025

**GRZEGORZ
STANISŁAW
LESIUK**

Digitally signed by
GRZEGORZ
STANISŁAW LESIUK
Date: 2025.03.16
19:35:40 +01'00'

dr hab. inż. Grzegorz Lesiuk, prof. uczelni