

prof. dr hab. inż. Jarosław Mizera  
Wydział Inżynierii Materiałowej  
Politechnika Warszawska

Warszawa, 6 maja 2018 r.

## OCENA ROZPRAWY DOKTORSKIEJ

**mgr inż. Anny Wąsik**

pt. „Kształtowanie mikrostruktury i właściwości kompozytów na osnowie aluminium i jego stopu Al4Cu umacnianych cząstkami SiC”

### Uwagi ogólne

Opiniowana praca powstała pod opieką prof. Beaty Leszczyńskiej-Madej na Wydziale Metali Nieżelaznych Akademii Górniczo Hutniczej w Krakowie. W zespole prof. Beaty Leszczyńskiej-Madej od wielu lat prowadzone są badania podstawowe i użytkowe nad rozwiązaniami materiałowymi we współpracy z przemysłem.

Postęp jaki dokonuje się między innymi w przemyśle lotniczym, motoryzacyjnym i elektronicznym jest ściśle związany z rozwojem nowoczesnych materiałów, innowacyjnych rozwiązań konstrukcyjnych oraz nowych technologii. W ostatnich latach wzrosło zainteresowanie spiekanyymi materiałami metal-ceramika ze względu na możliwość wytworzenia struktur o większej sztywności i jednocześnie lepszej integralności strukturalnej w porównaniu z ceramiką. Dotyczy to szczególnie zapotrzebowania na kompozyty na osnowie metali lekkich w celu redukcji masy elementów stosowanych np. w lotnictwie.

Motywacją Autorki rozprawy dojęcia badań w tym obszarze było doskonalenie procesu technologicznego wytwarzania kompozytów metalicznych na osnowie stopów aluminium wzmacnianych cząstkami ceramicznymi.

Doktorantka w swojej rozprawie podjęła się wytworzenia materiałów kompozytowych na osnowie aluminium i stopu Al4Cu wzmacnianych cząstkami węgla krzemu SiC przy zastosowaniu metody metalurgii proszków przy założeniu redukcji kosztów wytwarzania

i zachowaniu dobrych właściwości mechanicznych, wysokiej odporności na zużycie ściernie oraz wysokiej gęstości (porowatości nie przekraczającej 10%).

Recenzowana praca dotyczy, moim zdaniem, zagadnień o istotnej wartości poznawczej i przede wszystkim praktycznej. Podjęto w niej bardzo aktualny wątek badawczy w inżynierii materiałowej – doskonalenie dotychczas stosowanych materiałów oraz procesów technologicznych ich wytwarzania.

### **Uwagi redakcyjne**

Recenzowana praca jest kompletna i napisana w sposób komunikatywny. Rozprawa ma klasyczny układ. Autorka wyodrębniła w niej osiem części. Po wprowadzeniu (rozdział 1) Doktorantka przedstawiła analizę literaturową zagadnień związanych z kompozytami metalicznymi umacnianymi cząstkami ceramicznymi. Ostatnia część tego rozdziału została poświęcona krytycznej analizie stanu zagadnienia, w którym wskazano na potrzebę kontynuacji badań nad kompozytami z grupy Al-SiC. Dało to Doktorantce postawę do sformułowania tezy i celów pracy (rozdział 3), które dotyczą doboru parametrów wytwarzania kompozytów na osnowie Al i stopu Al<sub>4</sub>Cu metodą metalurgii proszków charakteryzujących się wystarczającą gęstością, dobrymi właściwościami mechanicznymi oraz wysoką odpornością na zużycie ściernie. Rozdział 4-ty rozprawy zawiera propozycje rozwiązania postawionych celów i weryfikacji sformułowanej tezy. W kolejnych (rozdział 5 i 6) Autorka pracy przedstawiła metodykę badań i wyniki przeprowadzonych eksperymentów. Krytyczna analiza otrzymanych wyników badań w odniesieniu do postawionej tezy pracy stanowi treść rozdziału 7-go. W ostatnim, ósmym, Doktorantka zebrała wnioski płynące z zrealizowanych badań w odniesieniu do aktualnego stanu wiedzy.

Pracę czyta się z dużym zainteresowaniem tym bardziej, że jest ona napisana bardzo dobrym językiem i praktycznie nie zawiera błędów redakcyjnych. Na uwagę zasługują liczne, trafnie dobrane i aktualne powołania literaturowe.



## Teza, cel i zakres pracy

Autorka pracy bazując na analizie danych literaturowych oraz w oparciu o przeprowadzone badania wstępne sformułowała następującą tezę:

„Przez dobór parametrów wytwarzania, w szczególności warunków spiekania, w tym atmosfery i temperatury spiekania oraz udziału i wielkości fazy umacniającej SiC jest możliwe wytwarzania kompozytów na osnowie aluminium i stopu Al4Cu techniką metalurgii proszków. Kompozyty te spełniają wymagania stawiane materiałom konstrukcyjnym stosowanym w węzłach tarcia, tzn. odznaczają się wystarczającą gęstością, dobrymi właściwościami mechanicznymi oraz wysoką odpornością na zużycie ściernie”

Doktorantka jako cel badań postawiła „wytworzenie materiałów kompozytowych na osnowie aluminium i stopu Al4Cu umacnianych ceramicznymi cząstkami węgla krzemu SiC przy zastosowaniu konwencjonalnej metalurgii proszków, która pozwala na redukcję kosztów wytwarzania, przy jednoczesnym zachowaniu dobrych właściwości mechanicznych oraz wysokiej odporności na zużycie ściernie, a także wysokiej gęstości, czyli porowatości nieprzekraczającej 10%”. Dodatkowo postawiła sobie za cel określenie wpływu parametrów procesu wytwarzania oraz składu chemicznego na właściwości, mechaniczne, fizyczne oraz mikrostrukturę otrzymanych kompozytów.

Autorka pracy przedstawiając „koncepcję rozwiązania tematu pracy” (rozdział 4 rozprawy) określiła zadania badawcze, których celem było uzyskanie nowej wiedzy w zakresie:

- możliwości wytworzenia metodą metalurgii proszków stopowej osnowy kompozytu bazując na elementarnych proszkach miedzi i aluminium,
- określenia mechanizmów umocnienia wytworzonych kompozytów w zależności od zastosowanej atmosfery spiekania,
- identyfikacji i lokalizacji tworzących się tlenków i azotków podczas procesu wytwarzania kompozytów,
- analizy procesów wydzielania faz umacniających w procesie spiekania z elementarnych proszków w stopie Al – Cu,
- mechanizmów zużycia w powiązaniu ze składem osnowy kompozytu i zawartości fazy umacniającej SiC.

Doktorantka poprawnie dobierając techniki badawcze zrealizowała bardzo ambitny program badań obejmujący:

- badania właściwości technologicznych proszków,
- badania gęstości spieków metodą Archimedesesa,
- rentgenowską analizę składu fazowego,
- analizę mikrostruktury (mikroskopia elektronowa, mikroskopia konfokalna),
- określenie właściwości mechanicznych (pomiar twardości, próba wytrzymałości na ściskanie i zginanie),
- analizę fraktograficzną przelomów,
- badania tribologiczne (pomiar współczynnika tarcia, ubytku masy i zmian siły tarcia w funkcji czasu oraz obserwacje powierzchni po tarcu).

Raz jeszcze chciałbym podkreślić duże znaczenie zarówno poznawcze jak i praktyczne tak sformułowanej tezy i celu pracy. Przeprowadzone badania dostarczyły spójnych informacji, które pozwoliły na rzetelne zweryfikowanie postawionej w pracy tezy.

W podsumowaniu należy stwierdzić, że cel i zakres opiniowanej pracy w pełni spełniają wymagania stawiane badaniom będących podstawą rozpraw doktorskich.

### **Najważniejsze wyniki badań**

Bardzo ważne z punktu widzenia poznawczego i aplikacyjnego jest, moim zdaniem, określenie przez Doktorantkę wpływu wielkości cząstek fazy umacniającej SiC na kształtowanie mikrostruktury i właściwości otrzymywanych kompozytów na osnowie Al i Al4Cu. Autorka pracy wykazała, że:

- zwiększenie średniej średnicy cząstek z 2  $\mu\text{m}$  do 40-60  $\mu\text{m}$  powoduje wzrost gęstości względnej wytworzonych kompozytów,
- w kompozytach umocnionych drobnokrystalicznym proszkiem SiC (2  $\mu\text{m}$ ) występuje niekorzystne zjawisko lokalnej segregacji fazy umacniającej,

- wyższe wartości wytrzymałości na zginanie oraz wzrost twardości uzyskuje się dla kompozytów zbrojonych frakcją drobnokrystaliczną,
- zwiększenia rozmiarów cząstek SiC (dla zawartości fazy umacniającej do 5% mas.) powoduje pogorszenie właściwości wytrzymałości na ściskanie i jednocześnie wpływa na zmniejszenie ubytku masy kompozytu podczas testu tribologicznego.

Podkreślając walory praktyczne recenzowanej pracy warto również zauważyć, że Autorka rozprawy wskazała na istotny wpływ atmosfery spiekania podczas otrzymywania kompozytów. Dowiodła Ona, że:

- spiekanie kompozytów na osnowie aluminium w próżni jest niekorzystne z uwagi na powstawanie porów na granicy międzyfazowej metal-ceramika, natomiast zastosowanie próżni do spiekania kompozytów na osnowie Al4Cu wpływa niekorzystnie na ich gęstość,
- spiekanie w próżni kompozytów Al-SiC przejawia się gwałtownym spadkiem ich wytrzymałości na zginanie względem spiekania w azocie,
- spiekanie w atmosferze azotu wpływa na formowanie się azotków aluminium, które lokując się na granicach ziaren wpływają korzystnie na właściwości mechaniczne kompozytów.

Niewątpliwie wymiernym osiągnięciem Doktorantki w oparciu o przeprowadzone badania jest wykazanie, że:

- wraz ze wzrostem zawartości cząstek SiC wzrasta twardość kompozytów, przy czym efekt ten jest bardziej widoczny po spiekanii w azocie,
- dodatek miedzi do aluminium pozwala na zwiększenia wartości wytrzymałości na zginanie niezależnie od zastosowanej atmosfery spiekania,
- dodatek 4% mas. miedzi do osnowy aluminium powoduje obniżenie siły tarcia,
- głównym mechanizmem zużycia w kompozytach jest zużycie ścierne przy udziale zużycia adhezyjnego i zmęczeniowego,
- kompozyty z dodatkiem cząstek umacniających SiC wymagają zastosowania odmiennych warunków obróbki cieplnej w stosunku do stopu Al4Cu wytworzony metodą metalurgii proszków.



## Uwagi

1. W rozdziale 2.3 „Krytyczna analiza stanu zagadnienia” Doktorantka deklaruje podjęcie próby „ujednoczenia wiedzy na temat wpływu stosowania zmiennych parametrów procesu wytwarzania – rozmiaru cząstek fazy umacniającej oraz jej udziału wagowego, ale również atmosfery spiekania, a także dodatku 4% wagowych miedzi do aluminiowej osnowy na właściwości mechaniczne oraz tribologiczne materiałów kompozytowych Al-SiC”. Czy w świetle otrzymanych wyników badań oraz mnogości wysuniętych wniosków (17) Autorka pracy uznaje, że udało się Jej „ujednoczyć” tę wiedzę?
2. Na podstawie dogłębnej analizy stanu wiedzy oraz własnych badań wstępnych Doktorantka sformułowała tezę stwierdzając, że „dobór parametrów wytwarzania, w szczególności warunków spiekania, w tym atmosfery i temperatury spiekania oraz udziału i wielkości fazy umacniającej SiC jest możliwe wytwarzania kompozytów na osnowie aluminium i stopu Al4Cu techniką metalurgii proszków. Kompozyty te spełniają wymagania stawiane materiałom konstrukcyjnym stosowanym w węzłach tarcia, tzn. odznaczają się wystarczającą gęstością, dobrymi właściwościami mechanicznymi oraz wysoką odpornością na zużycie ściernie”. Uważam, że pierwsze zdanie w postawionej tezie jest truizmem – dobór odpowiednich warunków wytwarzania zawsze prowadzi do otrzymania zaprojektowanego wyrobu. Z kolei w drugim zdaniu Autorka pracy twierdzi, że kompozyty „spełniają wymagania stawiane materiałom konstrukcyjnym...”. Takie stwierdzenie nie jest możliwe bez uprzedniej weryfikacji, a więc postawione post factum. Należało zatem napisać „spełniają wymagania...”.
3. W postawionej tezie mowa jest o spełnieniu konkretnych wymagań użytkowych. Czy zdaniem Doktorantki któryś z otrzymanych kompozytów spełnił je? Czy możliwe jest, po analizie otrzymanych wyników badań, sformułowanie wytycznych technologicznych (parametrów) otrzymywania kompozytów na osnowie aluminium i stopu Al4Cu spełniającym wymagania eksploatacyjne „tzn. odznaczające się wystarczającą gęstością, dobrymi właściwościami mechanicznymi oraz wysoką odpornością na zużycie ściernie”. Czy została zweryfikowana teza pracy?

## Opinia końcowa

Wysoko oceniam pracę doktorską mgr inż. Anny Wąsik. Autorka pracy trafnie wybrała tematykę badań, umiejętnie sformułowała cel i zakres pracy oraz wnikliwie przeprowadziła analizę otrzymanych wyników badań. Należy podkreślić, że przeprowadzone przez Doktorantkę badania nad procesem doskonalenia procesu technologicznego wytwarzania kompozytów metalicznych na osnowie stopów aluminium wzmacnianych cząstkami ceramicznymi poparte zostały bogatym materiałem dowodowym.

Na podstawie przeprowadzonej oceny pracy doktorskiej pt. „Kształtowanie mikrostruktury i właściwości kompozytów na osnowie aluminium i stopu Al4Cu umacnianych cząstkami SiC” przedłożonej przez mgr inż. Annę Wąsik stwierdzam, że spełnia ona wymagania stawiane rozprawom doktorskim zawarte w obowiązujących przepisach i wytycznych Centralnej Komisji ds. Tytułu Naukowego i Stopni Naukowych.

Wnioskuje zatem o dopuszczenie tej pracy do publicznej obrony przed Radą Wydziału Metali Nieżelaznych Akademii Górniczo Hutniczej w Krakowie.

