

Prof. dr hab. inż. Jan Sieniawski
Katedra Nauki o Materiałach
Wydział Budowy Maszyn i Lotnictwa
Politechnika Rzeszowska
ul. Żwirki i Wigury 4
35-959 Rzeszów

Rzeszów, 19 października 2016 r.

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr. inż. Tomasza SKRZEKUTA

**pt.: „Analiza wpływu podwyższonej temperatury na zmiany strukturalne i własności kompozytów $Al-CeO_2$ i $Al(Mg)-CeO_2$ ” - podstawa opracowania recenzji –
pismo Dziekana Wydziału Metali Nieżelaznych z dnia 6.09.2016 r.**

Ogólna charakterystyka rozprawy

Spełniają się wciąż wyobrażenia inżyniera materiałoznawcy, a także pośrednio, inżyniera konstruktora i technologa, i coraz częściej, oprócz konwencjonalnych metali i ich stopów o określonych makroskopowo stałych właściwościach wytwarza się materiały o zadanym kierunku właściwości użytkowych. Wytwarzane są materiały funkcjonalne przeznaczone do wykonywania elementów, podzespołów maszyn i urządzeń – aparatury, spełniających wysokie wymagania współczesnej techniki. Wymusza to jednak pokonywanie wielu barier konstrukcyjnych i technologicznych oraz ciągle i gruntowne rozszerzanie wiedzy o podstawowych zjawiskach fizycznych występujących w procesach ich wytwarzania cechującej dany obszar nauki o materiałach. Wśród materiałów konstrukcyjnych i funkcjonalnych pozwalających utrzymać ekstremalnie wysoki poziom parametrów użytkowych w ustalonych warunkach są kompozyty. Natomiast wśród materiałów konwencjonalnych stosowanych w budowie maszyn i urządzeń stopy aluminium wciąż zajmują miejsce szczególne. Właściwości mechaniczne tych materiałów determinowane są zarówno mechanizmami, jak również kinetyką procesu ich umacniania. Wytwarzanie materiałów łączących lub zwiększających właściwości fizyczne, elektryczne, optyczne

bądź mechaniczne ich składników – komponentów, znajdują się w centrum zainteresowania wielu ośrodków naukowo-badawczych. Podstawy prowadzonych rozważań teoretycznych i zakres badań doświadczalnych nad materiałami kompozytowymi są związane najczęściej zarówno z opracowaniem nowych materiałów, jak i procesów ich wytwarzania, zwykle o prognozowanym składzie fazowym i morfologii składników fazowych ich mikrostruktury. Determinowane są ich właściwościami użytkowymi, jako materiałów funkcjonalnych.

Przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska mgr. inż. Tomasza Skrzekuta pt. „*Analiza wpływu podwyższonej temperatury na zmiany strukturalne i własności kompozytów Al-CeO₂ i Al(Mg)-CeO₂*” zawiera rozwiązanie jednego z podstawowych zagadnień techniki – dobór materiałów – składników (komponentów) i opracowania warunków procesu wytwarzania materiału kompozytowego o cechach funkcjonalnych również charakteryzację składu fazowego i morfologii składników fazowych jego mikrostruktury, także właściwości mechanicznych – rozszerzających zastosowanie aluminium i jego stopów. Aktualny stan zagadnienia w tematyce rozprawy wskazuje, że występuje wiele przyczyn ograniczających wytwarzanie kompozytów o osnowie aluminium umacnianych cząstkami faz międzymetalicznych, także małej ich plastyczności i wciąż małej wytrzymałości na rozciąganie w podwyższonej temperaturze >250°C. Próba użycia mechanicznej syntezy do wytwarzania kompozytów Al-CeO₂ i Al(Mg)-CeO₂, także charakteryzacja ich struktury i mikrostruktury stwarza przesłanki na znaczącą poprawę ich wybranych właściwości fizycznych i mechanicznych w podwyższonej temperaturze ich pracy. Stąd uwzględnienie tej tematyki w rozprawie doktorskiej uważam za w pełni uzasadnione.

Treść opiniowanej rozprawy doktorskiej mgr. inż. Tomasza Skrzekuta podzielono na 10 rozdziałów, w tym streszczenia i wykaz literatury – 114 pozycji – oraz uzupełnienie. Zawiera także rysunków – 82, tablic – 20.

Po wprowadzeniu i zapoznaniu z problematyką rozprawy w jej części monograficznej (rozd. 3 *Wprowadzenie*) omówiono na dużym poziomie ogólności materiały kompozytowe, mechanizmy umacniania stopów metali, mechaniczną syntezę kompozytów (rozd. 4) oraz ich charakterystykę (rozd. 5).

Zaprezentowany przegląd literatury stanowi tło dla planowanych badań oraz początek do przedstawienia własnych rozwiązań, nawet enigmatycznie postawionych przez Doktoranta problemów. Jednocześnie pozwala na ustalenie stopnia odniesienia stanowiącego uzasadnienie dla sformułowania założeń i hipotezy badawczej oraz celu i zakresu planowanych badań. Stwierdzam nadzwyczaj ogólnie sformułowany cel i zakres pracy (rozd. 6), również podobnie uzasadniono dobór materiału do badań. Zdefiniowano problem naukowy i określono podstawowe narzędzia oraz metody badawcze jego rozwiązania. Uznaję, że spełnione zostały warunki formalne ustalone

do pracy naukowej kwalifikowanej, w tym omawianym przypadku rozprawy doktorskiej.

Cześć badawczą rozprawy (rozdz. 7) rozpoczyna opis metodyki badań mikroskopowych dotyczącej metod mikroskopii świetlnej i elektronowej – transmisyjnej i skaningowej, w ocenie morfologii składników fazowych mikrostruktury i ich parametrów stereologicznych oraz analizy składu fazowego metodą dyfrakcji rentgenowskiej, także badania właściwości mechanicznych (pomiar twardości, próba statyczna ściskania). Opis metodyki badań jest zwięzły i nie budzi większych zastrzeżeń, ale np. w próbie statycznej ściskania jak określono podaną wartość prędkości odkształcania $5 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$ (na podstawie przesuwu tawersy maszyny, czy stosowano ekstensometr). W podrozdziale 7.3. *Wyniki badań* wyodrębniono w trzech obszarach: 7.3.1. *Struktura kompozytów Al-CeO₂ i Al(Mg)-CeO₂ po procesie wyciskania*, 7.3.2. *Analiza kalorymetryczna kompozytów Al-CeO₂ i Al(Mg)-CeO₂ oraz* 7.3.3. *Wpływ podwyższonej temperatury na właściwości i strukturę kompozytów Al-Ce i AlMg-CeO₂*. Tytuły tych podrozdziałów cechują się brakiem „wspólnego mianownika”. Stąd moje pytanie o podstawę przyjęcia takiego schematu przedstawienia wyników badań. W tej części rozprawy nie stwierdziłem błędów, ani uchybień w samym warsztacie badawczym – moje uwagi dotyczą sposobu ich przedstawienia Czytelnikowi.

W rozdziale 8. *Analiza wyników badań* Doktorant stara się z powodzeniem potwierdzić sformułowany cel pracy i opiera się na powszechnie akceptowanej wiedzy dotyczącej zagadnień rozprawy. Analiza wyników badań jest prowadzona poprawnie, na dobrym poziomie, szczególnie w obszarze badań mikroskopowych. W rozdziale 9. *Wnioski* – Autor zawarł swoje wnioski sformułowane na podstawie prowadzonej analizy uzyskanych wyników badań. Mają podstawy w wynikach badań, ale jednocześnie mają charakter podsumowania i dalszej ich analizy.

Analiza treści tej części rozprawy pozwala stwierdzić, że Doktorant opanował dobrze metodykę badania struktury i mikrostruktury materiałów. Potwierdza dobre zrozumienie przez Doktoranta zagadnień związanych z tematyką rozprawy. Generalnie uznaję, że Autor prawidłowo i na dobrym poziomie prowadzi dyskusję wyników i dokonuje właściwej ich oceny. Dokonuje jednak tego z takim wysiłkiem, że w niektórych fragmentach analizy nie uwzględnia czynników podstawowych dla tematyki i poziomu rozprawy, a zwraca uwagę na czynniki uboczne – skryptowe (m.in. tłumaczy – definicję kompozytów, metody pomiaru twardości...)

W tekście Autor wprowadza niekiedy określenia – terminologię z dużą swobodą. Stąd moje pytanie: czym są dla Autora – badania strukturalne, zmiany strukturalne, procesy strukturalne, przemiany strukturalne i in. i w jaki sposób rozdrabnia się strukturę... Struktura i mikrostruktura, podobnie jeszcze inne określenia: krystaliczny

i krystalograficzny, nie są synonimami w metaloznawstwie, a na pewno w nauce o materiałach – fizyce metali. W rozprawie wielokrotnie wprowadza się określenie: temperatura podwyższona – brak jej wartości i prośba o wyjaśnienie. Doktorant omawia kolejne zagadnienia z przyjętą pewną „manierą”: opisuje – omawia zagadnienie i w kolejnym zdaniu wskazuje, że „to opisane - omawiane” zagadnienie jest ujęte na rysunku lub w tablicy. Stąd nadużywanie słowa: przykład, przykładowa, itp., także: jak wspomniano, jak wskazują itd. Prowadzi to do sformułowania, że analizuje się tablice, rysunki. W rzeczywistości poddaje się analizie wyniki badań przedstawione w tablicy. Jednocześnie na rysunkach nie ma wyników – są już zależności wielkości opisanych na współrzędnych: odciętej i rzędnej lub obrazy mikrostruktury, dyfraktogramy, spektogramy i termogramy. Stąd m.in. na rys. 21 jest dyfraktogram kompozytu Al-CeO₂, a na rys. 22 jest mikrostruktura, nie struktura i jest rozwiązanie dyfrakcji (niepełne).

W treści wprowadzenia do rozdz. 4. *Mechaniczna synteza kompozytów* Autor stwierdza, że stopy umacniane wydzieleniowo nie mogą pracować w wysokiej temperaturze. Stąd pytanie – dlaczego nadstopy niklu mogą pracować ... W tej części rozprawy wyróżniają się fragmenty dotyczące charakteryzacji materiałów kompozytowych o osnowie metalicznej uzyskanych w procesach mechanicznego wytwarzania. Autor w tej części rozprawy nie przestrzega terminologii i doprowadza do tworzenia niepoprawnych sformułowań np. *ceramiczny materiał o gęstości 7.13g/cm³, charakteryzuje się siecią krystalograficzną typu sieci sześcienną fluorytu CaF₂* (str. 52), *typowe obrazy struktury* (str. 57). Autor nie omawia wyników badań tylko wskazuje gdzie je „pokazano”. Podaję również przykłady niestarannego sformułowania podpisów pod rysunkami – terminologii: rys. 13 – dwuskładnikowy układ równowagi fazowej Al-Pb, rys. 14 – wpływ temperatury (nie podwyższonej) na twardość, jest: średnica ziarna, średnia średnica ziarna, średnica ekwiwalentna – nie ma wielkości ziarna bo nie ma średniej wielkości w μm (tab. 8 – str. 58), rys. 15 – opis niefortunny, rys. 30 i 31 – przedstawienie wyników analizy kalorymetrycznej i na rzędnej nie ma efektu cieplnego, rys. 32 – twardość w zależności od ... - poprawić. Również na rys. 39-42 nie ma porównania i nie ma wielkości powierzchni i wielkości cząstek. Co wnosi przedstawienie wyników liniowej mikroanalizy składu chemicznego w sposób jak na rys. 43 i in. Rys. 65 – nie jest przykładem testu ściskania.

Stwierdzenie, że inni autorzy nie podają wartości obciążenia przy określaniu twardości znaczy tylko, że jest to niepoprawnie... Ponadto norma podaje sposób na przyjęcie obciążenia. Dalszy komentarz dotyczący pomiaru twardości (rys. 74) jest niepoprawny. Rysunek 75 – już sam rysunek znaczy, że jest „graficznie”. Str. 112. jest

– „Ponieważ kinetyka zmian strukturalnych powodujących obniżenie twardości zależy od temperatury wyżarzania...” jakie to są te zmiany struktury?

Wnioski sformułowano w formie uogólnionej i w zasadzie oddają wyniki prowadzonych badań i ich analizy. Pytanie dotyczy metody określania porowatości (wniosek 5) oraz sposobu określenia intensywności reakcji chemicznej na podstawie wyników badań kalorymetrycznych – termogramów (wniosek 7).

Ocena pracy

Doktorant mgr inż. Tomasz Skrzekut zrealizował założony cel pracy. Uzyskał wyniki o znaczeniu poznawczym – określił stopień oddziaływania temperatury na kinetykę procesów wydzieleniowych i zmiany morfologii składników fazowych mikrostruktury oraz twardości i wytrzymałości na ściskanie kompozytów Al-CeO₂ i Al(Mg)-CeO₂ wytworzonych w procesie mechanicznej syntezy. Umiejętnie przeprowadził analizę uzyskanych wyników, mimo że nie wykorzystał wszystkich uzyskanych danych i w moim odczuciu jest ona niepełna. Poprawnie sformułował wnioski, które nie wychodzą poza zakres wykonanych doświadczeń. Praca zredagowana jest również poprawnie, chociaż nie jest pozbawiona usterek. Jej układ jest typowym dla przyjętych w dyscyplinie inżynieria materiałowa.

Niektóre poglądy i sposób ich sformułowania przez Doktoranta budzą w mojej opinii wątpliwości. Przyjmuję jednak, że w tych przypadkach Doktorant w uprawniony sposób sięgnął do poglądów dość powszechnie obecnych w literaturze przedmiotu lub rozpowszechnionych w określonym środowisku naukowym, dotyczy to również terminologii dotyczącej charakteryzacji zjawisk w fizyce metali. Trudno więc czynić zarzut Doktorantowi pogłębiającemu swoją wiedzę w danym środowisku naukowym. Usterki zauważone zaznaczyłem w tekście rozprawy i przekazałem uwagi Doktorantowi do ich stosowania w przyszłości.

W podsumowaniu stwierdzam, że przedstawiona rozprawa doktorska mgr. inż. Tomasza Skrzekuta zawiera oryginalne opracowanie zagadnień określonych w jej celu na wymaganym poziomie naukowym i ma cechy nowości w zakresie kształtowania cech użytkowych materiałów kompozytowych należących do grupy funkcjonalnych. Spełnia w mojej ocenie wymagania stawiane pracy doktorskiej przez właściwą ustawę. Stąd stawiam wniosek o dopuszczenie mgr. inż. Tomasza Skrzekuta do publicznej obrony pracy przed Radą Wydziału Metali Nieżelaznych Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie.

