

Prof. zw. dr hab. Maciej Hajduga
AKADEMIA TECHNICZNO-HUMANISTYCZNA
Wydział Budowy Maszyn
Katedra Podstaw Budowy Maszyn
ul. Willowa 2, 43-309 Bielsko-Biała
tel. 0-338279205, e-mail: mhajduga@ath.bielsko.pl

Bielsko-Biała, 12.07.2013

Ocena rozprawy doktorskiej mgr inż. Katarzyny Nowak
p.t. "STRUKTURALNA I MECHANICZNA CHARAKTERYSTYKA ALUMINIDKU
ŻELAZA FeAlCrZrB UTLENIONEGO W PODWYŻSZONEJ
TEMPERATURZE"

Ocenę opracowano na podstawie zlecenia Dziekana Wydziału Informatyki i Nauki o Materiałach Uniwersytetu Śląskiego w Chorzowie

Przedstawiona do oceny rozprawa doktorska mgr inż. Katarzyny Nowak zawiera 89 stron. Materiał ilustracyjny obejmuje 32 rysunki i 10 tabel. Wykaz literatury zawiera 152 pozycje (w tym 122 publikacje zagraniczne). Taki zestaw literatury świadczy, że w pracy podjęto próbę przeanalizowania i opisanie aktualnego stanu wiedzy w kraju i zagranicą, a poruszana problematyka jest aktualna i szerzej badana zagranicą.

Przedmiotem rozprawy są **badania dotyczące wpływu modyfikacji powierzchni aluminiidku żelaza na zmniejszenie kruchości środowiskowej poprzez izotermiczne utlenianie i wytworzenie w ten sposób ochronnej warstwy tlenkowej – bariery dyfuzyjnej dla wodoru.**

Do badań zastosowano stop FeAlCrZrB charakteryzujący się najlepszą plastycznością z pośród badanych wcześniej aluminiidków żelaza o strukturze B2. Stop przygotowano w piecu próżniowym na bazie żelaza ARMCO i czystych dodatków stopowych. Ciekły metal odlewano do form ceramicznych w próżni, tak aby uniknąć tworzenia się żużla. Otrzymane wlewki poddawano wyżarzaniu ujednorodniającemu w temperaturze 1273K i czasie 72h, w atmosferze argonu. Po ochłodzeniu z piecem z wlewków wykonywano próbki o średnicy 20mm i wysokości 10mm (badania metalograficzne), 2mm (utlenianie – na innych próbkach wyznaczano kinetykę i wytrzymałość na ściskanie – $\phi 6 \times 9 \text{mm}$). Po szlifowaniu i polerowaniu próbki utleniano izotermicznie w temperaturze 700-1000 °C (doktorantka stosuje w pracy obydwie skale temperaturowe w pracy – powinna być tylko jedna skala - K), w czasie do 200h. Kinetykę utleniania określano na podstawie pomiarów przyrostu masy w czasie. Materiał zarówno przed, jak i po utlenianiu poddawany był różnym badaniom: badania mikroskopowe, mikro i nano-twardość, statyczna próba ściskania, rentgenowska analiza fazowa, badania morfologii powierzchni i EDS – mikroskop skaningowy, badania dylatometryczne i akustyczne (rozszerzalność cieplna, moduł Younga), badania adhezji, badania odporności na ścieranie. Uzyskane wyniki pozwoliły na sformułowanie sześciu wniosków przedstawionych na końcu pracy, z których tylko jeden dotyczy postawionej tezy.

Tematyka omawiana w rozprawie mgr inż. Katarzyny Nowak dotyczy nowej grupy materiałów konstrukcyjnych, jakim są aluminiidki, a w szczególności kruchości tego typu materiałów spowodowanej oddziaływaniem wodoru. Badane materiały są perspektywiczne i prace związane z ich doskonaleniem zasługują na uwagę. Możliwość zastosowania tego typu materiałów, jako zamienników stali chromowo-niklowych w wysokotemperaturowych aplikacjach sprawia, że prezentowaną pracę należy uznać za interesującą lokującą się w

zakresie inżynierii materiałowej. Wybrany temat jest właściwy i odpowiada wymogom dalszego rozwoju wiedzy.

Rozprawa doktorska składa się z dziesięciu rozdziałów (w numeracji rozdziałów jest błąd, przez co w pracy mylnie podano ich ilość jako dziewięć). Układ rozprawy jest właściwy i logiczny, chociaż brak jest streszczenia i podsumowania części teoretycznej, z którego powinien wynikać cel i zakres pracy.

Wstęp do prezentowanej pracy przedstawia uzasadnienie podjętych badań – dążenie do zmniejszenia kruchości aluminidków w temperaturze pokojowej oraz w przeróbce plastycznej, a w szczególności określenie wpływu warstwy tlenkowej na plastyczność stopu FeAlCrZrB

W rozdziałach 2-4 opisano podstawowe właściwości aluminidków oraz możliwości ich zastosowania, przedstawiono również charakterystykę faz międzystalicznych Fe₃Al i FeAl wraz ze stopami, w których stanowią one osnowę. W rozdziale 4 opisano czynniki wpływające na proces odkształcania i właściwości plastyczne aluminidków. Rozdział 5 opisuje zjawisko kruchości środowiskowej aluminidków żelaza, mechanizm kruchości środowiskowej oraz sposoby zmniejszania efektu kruchości środowiskowej.

W rozdziale 6 przedstawiono badania własne, począwszy od wyników badań wstępnych poprzez sformułowanie tezy pracy, charakterystykę badanego materiału, metodykę badań. Wyniki badań zostały przedstawione w rozdziale 7, natomiast ich dyskusja została opisana w rozdziale 8 (błędnie oznaczonym, jako 7). Sformułowane wnioski wymienione są w rozdziale 9 (oznaczonym, jako 8).

Wykaz literatury przedstawiony w ostatnim punkcie pracy jest obszerny i obejmuje 9 stron.

Rozprawa doktorska mgr inż. Katarzyny Nowak posiada, w moim przekonaniu, szereg aspektów oryginalnych:

1. Dotyczy relatywnie nowej grupy wysokotemperaturowych materiałów konstrukcyjnych, które dzięki specyficznym właściwościom mogą być stosowane, jako alternatywa dla stali chromowo-niklowych. Poprawa właściwości mechanicznych w tym zmniejszenie kruchości analizowanych materiałów może się przyczynić do znacznego zwiększenia ich aplikacji.
2. Zaproponowany rodzaj obróbki cieplnej – wysokotemperaturowe izotermiczne utlenianie znacznie zwiększa plastyczność oraz odporność na ścieranie badanego stopu FeAl.
3. Zastosowana metodyka oraz urządzenia badawcze w pełni umożliwiają właściwą ocenę uzyskanych rezultatów.

Opiniowana rozprawa nasuwa też następujące uwagi krytyczne i porządkowe, a także skłania do sformułowania pewnych pytań przedstawionych poniżej :

1. W strukturze pracy brak jest pewnych zasadniczych elementów, szczególnie dotyczy to podsumowania części teoretycznej, z którego powinien wynikać cel pracy. Ewentualnym czytelnikom pomocne byłoby również streszczenie, które zapewne przyspieszyłoby proces analizy prezentowanej pracy.
2. W numeracji rozdziałów jest błąd – rozdział 7 jest oznakowany dwukrotnie.
3. Doktorantka stosuje w pracy dwie skale temperaturowe – Celsjusza i Kelvina – przykładowo str. 33, str. 37. Temperaturę należałoby podawać jednolicie wg skali Kelvina.
4. Badania i pomiar adhezji budzi wątpliwości – str. 40, rys. 12 również – prośba o wyjaśnienie

5. Jaki jest cel prowadzenia badań odporności na ścieranie warstw tlenkowych? – str. 41
6. Ocenę twardości warstwy tlenkowej wystarczyło oprzeć o metodę Knoop lub Mohsa
7. Struktura na rys. 16 jest nieczytelna, a przecież dotyczy materiału przeznaczonego do badań.
8. **Kinetyka utleniania – str. 48 – dlaczego nie mierzono średnicy próbek, jakie było usytuowanie próbek w piecu, jakiego rodzaju piec stosowano, jak prowadzono proces nagrzewania i wygrzewania?**
9. Zła jakość zdjęcia na str. 57 - obraz zbyt ciemny – zdjęcie nie wnosi rzetelnej informacji
10. „Powierzchnia warstwy tlenkowej była jednorodna i równa” – str. 58 – niewłaściwe określenia – patrz nazewnictwo i określenia warstwy wierzchnia
11. „Węzłki, grudki” – str. 59, a może powierzchnia o strukturze gąbczastej
12. „Chropowata powierzchnia” – str. 60 – czy jest to domniemanie, czy też wykonano pomiary chropowatości? Co to oznacza – „nie zdążył się utlenić”? Czy materiał chłodzono z piecem, czy też na spokojnym powietrzu, w temperaturze otoczenia – pokojowej?
13. „Przekrój stopu zgorzeliny” – str. 63 – powinno być „przekrój poprzeczny warstwy metalicznej i zgorzeliny”
14. Rys. 31 – str. 72 – na ile prezentowane różnice właściwości plastycznych, które są bardzo małe, są istotne? Czy pomiary były wykonywane wielokrotnie? (jakie jest odchylenie standardowe?) Czy pomiary właściwości wykonano tylko dla czasu $t=200h$? Jak to wygląda dla innych czasów utleniania? Dlaczego nie zastosowano w pracy znanych metod planowania doświadczeń?
15. **Dyskusja wyników – str. 74 – świadczy o potwierdzeniu wyników badań uzyskanych wcześniej przez autorów cytowanych publikacji – czyli nie wnosi nowych informacji – prośba o komentarz.**
16. **W jaki sposób założona teza – str. 32 – została potwierdzona, czy badano zawartość wodoru w próbce w stanie wyjściowym i po wysokotemperaturowym utlenianiu. Utworzona warstwa tlenkowa ma tworzyć barierę dla wodoru wprowadzanego do aluminidku, zatem jego zawartość powinna być zbliżona w próbce wyjściowej i utlenianej (próbki były wyżarzane ujednorodniająco) – prośba o wyjaśnienie.**

Wymienione uwagi krytyczne oraz uchybienia redakcyjne zawarte w rozprawie doktorskiej nie zmniejszają w istotny sposób osiągnięć naukowych mgr inż. Katarzyny Nowak. Przedstawione wyniki mają istotne znaczenie w skomplikowanej i szerokiej tematyce związanej z wdrażaniem nowoczesnych materiałów konstrukcyjnych i co najważniejsze mają aplikacyjny charakter. Mgr inż. Katarzyna Nowak wykazała dużą i interdyscyplinarną wiedzę oraz umiejętność precyzowania i rozwiązywania postawionych przed nią problemów. Udowodniła, że w pełni opanowała umiejętność zastosowania aparatury badawczej. Przedstawiona do oceny praca jest wykonana starannie pod względem edytorskim.

Poziom opiniowanej pracy mgr inż. Katarzyny Nowak oceniam jako wysoki, jednocześnie uważam, że spełnia ona w zupełności ustawowe wymagania stawiane rozprawom doktorskim (zgodnie z Ustawą „O stopniach naukowych i tytule naukowym...” z dnia 14.03.2003r., Dz. U. 2003, nr 65, poz. 595) i w związku z tym może być przedmiotem publicznej obrony.


Maciej Hajduga