

Prof. nzw. dr hab. inż. Jerzy Robert Sobiecki  
Wydział Inżynierii Materiałowej  
Politechnika Warszawska  
02-507 Warszawa Wołoska 141

Warszawa 2012-09-09

**Recenzja**  
**rozprawy doktorskiej mgr inż. Katarzyny Nowak**  
**pt. „Strukturalna i mechaniczna charakterystyka aluminidku żelaza FeAlCrZrB**  
**utlenionego w podwyższonej temperaturze”**

**Uwagi ogólne**

Tematyka badawcza recenzowanej rozprawy doktorskiej jest związana z aktualnym kierunkiem rozwoju inżynierii materiałowej w zakresie opracowania nowej grupy wysokotemperaturowych materiałów konstrukcyjnych. W rozprawie przedstawione są wyniki badań nad otrzymywaniem, budową oraz właściwościami ochronnej warstwy tlenku glinu wytworzonej metodą izotermicznego utleniania stopu FeAlCrZrB w celu zmniejszenia kruchości środowiskowej, w szczególności kruchości wodorowej. Wpisuje się ona w trend poszukiwania zmniejszenia wad, jakimi charakteryzują się stopy międzymetaliczne z układu żelazo-glin m.in. kruchością w temperaturze pokojowej oraz trudnością w przeróbce plastycznej.

Rozprawa doktorska dotyczy wytworzenia warstw tlenku glinu metodą izotermicznego utleniania w temperaturach 700°C, 800°C, 900°C, 1000°C, i 1100°C przy niezmiennych innych parametrach procesu oraz określenia zależności pomiędzy temperaturą utleniania a ich budową i właściwościami.

Praca jest kompletna i napisana w sposób komunikatywny. Ma ona klasyczny układ. Autorka po wprowadzeniu dokonała przeglądu literaturowego omawiając zagadnienia związane z charakterystyką faz międzymetalicznych Fe<sub>3</sub>Al i FeAl, przedstawiając między innymi kruchość środowiskową aluminidków żelaza. Należy podkreślić bardzo obszerną i dobrze dobraną bibliografię, co świadczy o dobrej znajomości tematu przez Autorkę.

W dalszej kolejności Doktorantka sformułowała tezę i nakreśliła jej cel. Został on zrealizowany poprzez obszerny program eksperymentalny. Druga część pracy jest prezentacją wyników uzyskanych w toku realizacji badań i poprzedzą ją omówienie metodyki badań. Całość pracy zakończona jest podsumowaniem i wnioskami.

Podsumowując ocenę części literaturowej należy uznać ją za obszerną i wyczerpującą prezentującą ważne zagadnienia dotyczące realizowanej rozprawy doktorskiej.

### **Cel i teza pracy.**

Analiza literaturowa i badania wstępne pozwoliły Autorce sformułować następującą tezę pracy „Modyfikacja powierzchni aluminiadu żelaza poprzez wytworzenie bariery dyfuzyjnej dla wodoru w postaci warstwy utlenionej powinna przyczynić się do zmniejszenia efektu kruchości środowiskowej” W świetle przedstawionych danych literaturowych teza ta jest oczywista. Brakuje jej elementów nowości, W przeglądzie literaturowym autorka wyraźnie stwierdziła, że wytworzenie warstwy tlenku glinu zmniejsza efekt kruchości środowiskowej. Być może sposób wytworzenia tych warstw jest oryginalny. Proszę o wyjaśnienie, co jest nowością tej rozprawy, bowiem nie zostało to określone.

Celem podjętych badań było wytworzenie ochronnej warstwy tlenkowej na powierzchni stopu FeAlCrZrB drogą izotermicznego utleniania i określenie jej wpływu na plastyczność aluminiadu żelaza. Wydaje się, że nie tylko na plastyczność gdyż w pracy zbadano także wiele innych właściwości wytworzonych warstw.

W celu uzasadnienia tezy Doktorantka zrealizowała program badań obejmujący następujące zadania badawcze:

- ♦ dokonanie wstępnej charakterystyki stopu FeAlCrZrB,
- ♦ przeprowadzenie izotermicznego utleniania badanego stopu w zakresie temperatury od 700°C do 110°C w czasie do 200h,
- ♦ określenie składu fazowego otrzymanych warstw zgorzeliny,
- ♦ opisanie kinetyki utleniania badanego stopu,
- ♦ zbadanie morfologii powierzchni i składu chemicznego wytworzonych warstw tlenkowych
- ♦ wyznaczenie wielkości naprężeń cieplnych indukowanych w warstewce tlenkowej
- ♦ zbadanie adhezji odporności na ścieranie i właściwości mechanicznych zgorzeliny

W przedstawionych zadaniach badawczych brakuje badań plastyczności po procesie nawodorowywania w powietrzu oraz katodowego nawodorowywania metodą trójpunktowego zginania, próbek z wytworzonymi warstwami w porównaniu do próbek bez warstw, które pokazałyby, który wariant procesu utleniania jest z tego punktu widzenia najbardziej korzystny. Brakuje także badań na rozciąganie, które są bardzo często stosowane do określenia plastyczności materiału.

## Uwagi

Jak każda praca badawcza wnosząca nowe wartości poznawcze tak i recenzowana rozprawa doktorska nie jest wolna od nieścisłości, a niektóre ze stwierdzeń wymagają uściśleń czy wyjaśnień.

- str. 6. określenie materiałów z układu Fe-Al jako potencjalnych biomateriałów jest niewłaściwe gdyż istnieją zdecydowanie bardziej korzystne biomateriały metaliczne np. stopy tytanu,
- str. 8 dlaczego pod rys. 1 są trzy pozycje literaturowe. Należy podawać pozycję najwcześniejszą, gdyż późniejsze mogły się do niej odwoływać,
- str. 16 rozdział 4 jest zatytułowany „Czynniki wpływające na proces odkształcenia i właściwości plastyczne aluminidków żelaza w temperaturze pokojowej”. Natomiast Autorka w tym rozdziale opisuje mechanizm tworzenia się warstwy ochronnej  $Al_2O_3$  w temperaturach podwyższonych oraz wpływ dodatków stopowych na jej powstawanie i właściwości,

Powyższe drobne uwagi dotyczą części literaturowej i nie umniejszają mojej pozytywnej oceny tej części pracy.

## Uwagi do wyników badań.

- str. 31 rozdział 6.1 jest oczywisty. Autorka realizując te badania potwierdziła jedynie fakt stwierdzony przez wielu autorów, że zarówno wodór z oddziaływania powietrza jak i z katodowego nawodorowania obniżają plastyczność aluminidków żelaza w temperaturze pokojowej. Gdyby Doktorantka przeprowadziła takie badania dla próbek z wytworzonymi warstwami w porównaniu do próbek bez warstw można by było uniknąć słowa „powinna” w tezie pracy.
- str. 37 czy mogło dojść do nawodorowania w powietrzu podczas utleniania próbek w piecu komorowym? Czy badano wilgotność powietrza użytego do badań? Czy nie lepiej było użyć suchego tlenu?
- str. 59 czy nie warto by było wykonać badań chropowatości powierzchni w celu lepszej charakterystyki jej rozwinięcia?
- str. 66 w jaki sposób wyznaczono współczynnik rozszerzalności cieplnej i modułu Younga aluminidku? Autorka stwierdziła, że były one wyznaczone doświadczalnie.
- str. 69 Doktorantka stwierdziła, że obciążenie  $200\mu m$  było tak dobrane aby maksymalna głębokość penetracji mieściła się w przedziale grubości warstwy. Co to

oznacza? W badaniach mikrotwardości należy dążyć do tego aby głębokość wnikania wynosiła 10% grubości warstwy.

- str. 71 nie omówiono wyników mikrotwardości szczególnie bardzo dużych wartości dla warstw wytworzonych w temperaturach 900°C i wyższych.

Kilka uwag redakcyjnych

Rysunek przedstawiony na stronie 45 jest mało czytelny. Należało zwiększyć kontrast i jego jasność. Autorka używa nieprecyzyjnego określenia „powierzchnia bardziej równa”. Nie należy używać określenia badania twardości tylko mikrotwardości.

### **Opinia końcowa**

Chcę zaznaczyć jednak, że powyższe uwagi mają w dużej mierze charakter dyskusyjny i nie wpływają na moją pozytywną ocenę wartości merytorycznej pracy, ogólnej prawidłowości badań i zastosowanych technik badawczych. Należy je traktować, jako sugestie, których uwzględnienie może być pomocne Doktorantce w dalszej pracy naukowej. W podsumowaniu mojej oceny stwierdzam, że mgr inż. Katarzyna Nowak w swojej pracy, dowiodła umiejętności przeprowadzenia i stosowania różnych technik badawczych, wykazała się umiejętnością planowania eksperymentu oraz analizą uzyskanych wyników. Stwierdzam, że recenzowana praca spełnia wszystkie wymagania stawiane rozprawom doktorskim, określone ustawą o stopniach i tytułach naukowych. Wnioskuje, zatem o dopuszczenie Pani mgr inż. Katarzyny Nowak do publicznej obrony przed Radą Wydziału Informatyki i Nauki o Materiałach Uniwersytetu Śląskiego.

