

Dr hab. Jan Chojcan, prof. UWrocław
Instytut Fizyki Doświadczalnej
Wydział Fizyki i Astronomii
Uniwersytet Wrocławski
Pl. M.Borna 9
50-204 Wrocław

Wrocław, 24.09.2012

Recenzja rozprawy doktorskiej mgra Dawida Giebel
pt.: "Kompleksowa analiza widm czasów życia pozytonów
oraz jej zastosowanie do badania struktury defektowej
stopów z układu Fe-Al i Fe-Al-X, gdzie $X = \text{Cr}, \text{Ni}$ ",

wykonanej pod kierunkiem dra hab. Jerzego Kansego, prof. Uniwersytetu Śląskiego.

Rozprawa doktorska mgra Dawida Giebel poświęcona jest zbadaniu ewolucji struktury defektowej wybranych stopów krystalicznych Fe-Al i Fe-Al-X ($X = \text{Cr}, \text{Ni}$), podczas ściśle określonych procesów termicznych a w tym starzenia w warunkach zbliżonych do naturalnych. Wiodącą rolę w tych badaniach odgrywa spektroskopia czasów życia pozytonów, za pomocą której pozyskiwane są informacje odnośnie takich pustek o rozmiarach atomowych, które pułapują pozytony przed ich anihilacją.

Istotnym ale nie jedynym celem pracy była kolejna modernizacja już istniejącego programu komputerowego autorstwa prof. Jerzego Kansego, służącego do analizy widm czasów życia pozytonów. Modernizacja ta miała polegać z jednej strony na przystosowaniu programu do działania pod kontrolą najbardziej rozpowszechnionych, współczesnych systemów operacyjnych a z drugiej na rozszerzeniu użyteczności programu przez udostępnienie jego użytkownikowi możliwości łatwego tworzenia modelu dowolnego zespołu widm doświadczalnych, uwzględniającego faktycznie istniejące albo oczekiwane (np. na podstawie danych literaturowych) związki między modelowymi parametrami poszczególnych widm zespołu.

Głównym celem pracy było natomiast, dostarczenie oryginalnych informacji o niektórych składnikach struktury defektowej badanych materiałów a mianowicie tych, które charakteryzuje obniżona w stosunku do otoczenia, gęstość elektronów. W przypadku nierozdrobnionych materiałów krystalicznych są to przede wszystkim różnego typu pojedyncze wakanse i ich zespoły. Bardzo ważnym było to aby wspomniana informacja dotyczyła materiałów o ściśle określonym sposobie wytworzenia oraz dalszej obróbki

mechanicznej i cieplnej, uzasadnionej nie tylko względami praktycznymi ale również oczekiwanymi własnościami strukturalnymi.

Wybór obiektu badań a także głównej metody badawczej nie został dokonany przypadkowo. Stopy na bazie uporządkowanych faz międzymetalicznych Fe_3Al i $FeAl$ mają unikatowe właściwości użytkowe. Łączą dużą wytrzymałość i stabilność strukturalną, także w podwyższonych temperaturach, z doskonałą odpornością na działanie różnych środowisk agresywnych chemicznie i dzięki temu stanowią obiecującą alternatywę dla konwencjonalnych stali i stopów żaroodpornych. Jednocześnie o własnościach powyższych materiałów w znacznym stopniu decydują defekty strukturalne a w tym wakanse odpowiedzialne za proces dyfuzji atomów. Wspomniane wakanse można badać za pomocą różnych technik przy czym te wykorzystujące sondy pozytonowe uznawane są za jedne z najskuteczniejszych. Uwzględniając powyższe tematykę rozprawy uważam za aktualną a wybór sposobu realizacji podjętego zadania za właściwy, pozwalający w fazie planowania mieć uzasadnioną nadzieję, iż podjęte zadanie zakończy się sukcesem.

Rozprawa liczy prawie 110 stron. Składa się, poza wstępem poświęconym celom pracy, z trzech zasadniczych części, po których jest podsumowanie i bibliografia czyli jej układ odbiega nieco od typowego dla rozpraw doktorskich, charakteryzującego się dwoma zasadniczymi częściami. Do rozprawy dołączona jest także errata.

Pierwsza część pracy, zawarta na 46 stronach i podzielona na 3 rozdziały, oparta jest na dostępnej literaturze. Przybliży ona czytelnikowi aplikacyjne walory materiałów będących przedmiotem zainteresowania Autora czyli stopów dwuskładnikowych $Fe-Al$ i trójskładnikowych $Fe-Al-Cr$ i $Fe-Al-Ni$ zawierających uporządkowane fazy międzymetaliczne Fe_3Al i $FeAl$. Ponadto zwraca uwagę na bariery, od pokonania których uzależnione jest wzmocnienie pozycji tych stopów na rynku materiałów konstrukcyjnych o dużej odporności na działanie korozyjne ośrodków agresywnych chemicznie. Wśród tych barier wymieniana jest głównie mała plastyczność w podwyższonych temperaturach uwarunkowana między innymi strukturą defektową materiału. W tej części Autor zawarł też odpowiednie informacje szczegółowe odnośnie układów $Fe-Al$, $Fe-Al-Cr$ i $Fe-Al-Ni$ oraz struktury A_2 i nadstruktur DO_3 i B_2 , z którymi mamy do czynienia we wspomnianych układach. Ponadto dużo miejsca poświęcił metodom doświadczalnym badania defektów strukturalnych materiałów krystalicznych, ze szczególnym uwzględnieniem technik opartych na zjawisku anihilacji niskoenergetycznych par elektronowo-pozytonowych a także przytoczył szereg wyników obliczeń teoretycznych dotyczących takich charakterystyk różnych defektów, które ułatwiają interpretacje danych doświadczalnych uzyskanych

metodami anihilacji pozytonów. Chodzi o średni czas życia pozytonów w różnych pustkach o rozmiarach atomowych.

Druga część pracy doktorskiej mgra Dawida Giebel jest dwa razy krótsza od pierwszej. Liczy 23 strony i jest podzielona na 2 rozdziały. Dotyczy ona najnowszej, 10-tej wersji programu LT, którego pierwsza wersja stworzona została prawie 20 lat temu przez prof. Jerzego Kansego. W tej części pracy Autor prezentuje z jednej strony swój wkład do programu w postaci nowych elementów ułatwiających tworzenie modelu zespołu widm czasów życia pozytonów w przypadku istnienia potrzeby ich jednoczesnego opracowywania a z drugiej znane z literatury, określone postacie modelowych funkcji opisujących te widma rejestrowane przez aparaturę pomiarową o skończonej zdolności rozdzielczej. Funkcje te dotyczą zarówno swobodnego pozytonu jak i spułapkowanego w defekcie jakiegoś jednolitego materiału zawierającego jeden typ defektów pułapkujących pozytony. Ponadto znajdują się tutaj schematy blokowe procedur dopasowujących model widm do danych doświadczalnych metodą najmniejszych kwadratów, w których proces znajdowania wartości parametrów liniowych i nieliniowych jest rozdzielony. W końcu sporo miejsca zajmują wyniki testów jakim zostało poddane działanie programu w różnych warunkach. Testy przeprowadzono zarówno dla widm samodzielnie wygenerowanych, o znanych parametrach, jak i rzeczywiście zmierzonych w ramach tej pracy.

Z prezentowanych danych jasno wynika, że podjęty trud modyfikacji programu LT zakończył się podwójnym sukcesem. Z jednej strony poszerzone zostały możliwości programu odnośnie konstruowania modelu zespołu widm czasów życia pozytonów a z drugiej, ważniejszej, okazało się, że wykorzystanie tych możliwości w konkretnym przypadku było nieodzowne do otrzymania wiarygodnych wyników.

Trzecia część pracy doktorskiej mgra Dawida Giebel jest prawie taka samo duża jak druga. Liczy 22 strony. Zawiera opis szerokich działań jakie podjął Autor, żeby osiągnąć wyznaczone cele badawcze. Działania te dotyczyły zarówno otrzymania materiału do badań, który stanowiły cztery próbki stopów o ściśle określonych koncentracjach Fe, Al, Cr i Ni jak i poddania ich wstępnym badaniom temperaturowym, niezbędnym do wyznaczenia temperatur charakterystycznych wytworzonych materiałów i określenia parametrów późniejszej obróbki cieplnej modyfikującej w zaplanowany sposób pierwotną strukturę atomową i defektową. Ostatecznie różne próbki tego samego materiału poddano 6-ciu relatywnie krótkim, kilkugodzinnym, procesom cieplnym, po których miał miejsce jeden dłuższy proces, roczny, będący starzeniem w warunkach zbliżonych do normalnych. Biorąc pod uwagę liczbę różnych stopów i liczbę krótkotrwałych procesów jakim poddano różne próbki każdego z

nich, w naturalnym starzeniu wzięły udział co najmniej 24 próbki. Próbki te zostały zbadane nie tylko za pomocą spektroskopii czasów życia pozytonów ale także metodami dyfraktometrii rentgenowskiej i mikroskopii elektronowej.

Wszystkie uzyskane dane zostały nie tylko szczegółowo omówione ale także odpowiednio przetworzone w celu otrzymania użytecznych informacji. To przetworzenie jest najdalej idące i najszczegółowiej opisane w przypadku widm czasów życia pozytonów co nie pozostawia czytelnikowi żadnych wątpliwości, że to właśnie mgr. Giebel był pomysłodawcą i realizatorem zadań związanych z wykorzystaniem tych widm. W szczególności pokusił się o wyznaczenie entalpii tworzenia monowakansu w stopach $\text{Fe}_{0.75}\text{Al}_{0.25}$, $\text{Fe}_{0.75}\text{Al}_{0.20}\text{Cr}_{0.05}$ i $\text{Fe}_{0.75}\text{Al}_{0.20}\text{Ni}_{0.05}$ oraz koncentracji monowakansów w powyższych materiałach w funkcji ich obróbki cieplnej. Natomiast dla stopu $\text{Fe}_{0.5}\text{Al}_{0.5}$ ocenił koncentrację monowakansów i biwakansów w funkcji obróbki cieplnej tego stopu. Powyższe oryginalne dokonania są bardzo ważnym ale nie jedynym osiągnięciem badawczym Doktoranta. Moim zdaniem, równie wartościowe albo nawet bardziej, są uzyskane przez niego wyniki odnośnie wpływu dodatku stopowego, atomów Cr i Ni, na strukturę defektową badanych materiałów. Wspomniane wyniki bardzo dobrze korespondują z istniejącymi już obliczeniami teoretycznymi *ab initio* odnośnie oddziaływania wakansów z atomami Al, Cr i Ni w matrycy żelaznej. Obliczenia te zostały opublikowane stosunkowo niedawno przez Gorbatova i innych (*Journal of Nuclear Materials* 419 (2011) 248-255). Z obliczeń tych wynika, że energia wiązania pary wakans-atom Cr jest znacznie mniejsza (dokładnie 4 razy) od energii wiązania pary wakans-atom Ni czyli skuteczność zatrzymywania w hartowanym materiale wysokotemperaturowych wakansów termicznych powinna być większa pod obecność w tym materiale atomów Ni a to ostatnie zostało właśnie zaobserwowane przez Doktoranta.

Strona redakcyjna pracy ma kilka mankamentów różnej wagi. Występują w niej np. „niegroźne” błędy literowe lub wieloliterowe, które nie przeszkadzają w poznaniu treści pracy. Oto przykłady niektórych z nich:

- a) nieużywanie indeksów dolnych przy opisie cytowanych pozycji literaturowych nr 10, 17, 22, 40, 41, 46, 57, 64, 70, 81, 112, 165;
- b) stosowanie niepełnych opisów bibliograficznych w przypadku poz. nr 52, 105, 108, 115, 118, 119, 124, 158;
- c) brak określenia rodzaju % na str. 12, wiersz 12 od dołu;
- d) wykorzystywanie różnych liter do oznaczenia tej samej podsięci danej struktury krystalicznej na rys. 6, str. 15 oraz w tabeli 1 na str. 16 i tabeli 3 na str. 49 a także w tekście na str. 17, wiersz 1 i 2 od dołu;

e) pisanie z dużej litery pojedynczych wyrazów w środku zdania – np. str. 28, wiersz 4 od góry, rys. 17 str. 34;

f) „zgubienie” lub użycie niewłaściwej litery – np. str. 56. wiersz 7 od dołu, funkcja eksponentyjna zamiast eksponencjalna; str. 74, rys 38. wiersz 2 podpisu, τ_v zamiast τ_D ; str. 97 wiersz 5 od dołu, „są tej” zamiast „są w tej”;

g) „zgubienie” lub pojawienie się niepotrzebnego jednego lub kilku wyrazów – np. str. 62 wiersz 4 od góry, brak „liczby zliczeń” po słowach „odchylenie standardowe” (obecnie niepewność standardowa); str. 90 wiersz 10 od góry, niepotrzebny wyraz „wakansu” na końcu zdania; str. 98 wiersz 9 od dołu, brak słów „za pomocą PALS” przed słowami „nie można”.

Poza tymi dość licznymi ale „niegroźnymi” są jednak i takie błędy literowe, których czytelnik może nie potrafić sam skorygować jak np. na str. 40 w wierszu 9 od góry, określenie „energii anihilujących kwantów” zamiast „energii anihilacyjnych kwantów”, czy też brak współczynnika normalizacyjnego $1/(N-m)$ przed sumą we wzorze (39) na str. 62 oraz brak zapisania warunku końca pracy pętli modyfikujących parametry modelu widma, na schematach blokowych procedur obliczeniowych przedstawionych na rys. 33 a także stwierdzenie na str. 19 wiersz 11 od góry, które brzmi „poszerzenia dopplerowskiego anihilującego pozytonu” zamiast „poszerzenia dopplerowskiego linii anihilacyjnej”.

Jednak nie błędy literowe rzutują na dość duży niedosyt w kwestii staranności redakcyjnej. Istotnym mankamentem jest szeroko pojęta nieporadność językowa, rozkład znaczących informacji (lub ich brak) w ramach manuskryptu a także sposób prezentacji niektórych wartości liczbowych uzyskanych w ramach tej pracy oraz ich niepewności standardowych.

Jeżeli chodzi o nieporadność językową to ograniczę się tutaj do zwrócenia uwagi na użycie trzech słów – bulk, diwakans oraz prędkość. Pierwszy, bulk, Autor sam lansuje na str. 42 jako taki, który istnieje w języku angielskim a nie ma odpowiednika w języku polskim po czym na następnych stronach 43, 45, 46, 48 i 51 (rys. 26) używa zamiast niego powszechnie znanego polskiego określenia „lity materiał” albo „niezdefektowany materiał”. Drugi z wymienionych wyrazów, diwakans, określający jak to wynika z kontekstu, dwie sąsiadujące ze sobą luki sieciowe, pojawia się na str. 19 wiersz 1 i 2 od dołu, jednak w drugiej części pracy, np. na str. 89 wiersz 1 od dołu czy na str. 96, zostaje wyparty przez powszechnie używany biwakans. W końcu prędkość. W fizyce prędkość jest wielkością wektorową określającą zmianę położenia w czasie jednak w recenzowanej pracy słowo prędkość jest stosowane zamiennie ze słowem szybkość w odniesieniu do dowolnych charakterystyk, np. wychwyty pozytonu przez wakans, str.55 wiersz 14 od góry.

W przypadku rozkładu informacji w ramach manuskryptu zupełnie niezrozumiałym jest fakt, że najbardziej szczegółowe chociaż niekompletne dane odnośnie podstawowej aparatury badawczej użytej w tej pracy, tj. spektrometru do badania widm czasów życia pozytonów, znalazły się w części pracy zatytułowanej „Część teoretyczna” a nie „Część doświadczalna”. Poza tym w całej pracy nic się nie mówi o pochodzeniu (wytwórcy/producentie) wspomnianego spektrometru czy też poszczególnych jego części. Niezależnie od tego należy dodać, że praca nie zawiera też szeregu innych informacji istotnych dla poznania warunków pracy eksperymentatora ale nie tylko. W szczególności zupełnie przypadkowo czytelnik dowiadyuje się, że szybkie chłodzenie materiału badawczego polegało na umieszczeniu go w jakimś oleju.

A teraz słów kilka na temat prezentacji otrzymanych wartości liczbowych. W myśl obowiązujących także nasz kraj (od kilkunastu lat) uzgodnień międzynarodowych, wszystkie niepewności wspomnianych wartości należy przedstawiać za pomocą dwóch cyfr znaczących a zapis wartości, których dotyczą należy dostosować do wielkości tych niepewności. Niestety w recenzowanej pracy ten wymóg praktycznie nie jest wzięty pod uwagę – patrz np. rys. 53 na str. 94 czy tekst na str. 69.

Kończąc swoją wypowiedź, pragnę wyraźnie podkreślić, że powyższe krytyczne uwagi odnośnie strony redakcyjnej pracy nie zmieniają faktu, że zawiera ona bardzo wartościowe i oryginalne wyniki a jej Autor wykazał się odpowiednią wiedzą literaturową, którą właściwie wykorzystał zarówno do określenia celów pracy i sposobów ich realizacji jak i późniejszej interpretacji otrzymanych wyników. Ponadto z ocenianej pracy wynika, że mgr Dawid Giebel jest sumiennym badaczem potrafiącym samodzielnie rozwiązywać istotne problemy naukowe, umiejętnie dobierając narzędzia badawcze.

Reasumując, moim zdaniem, praca mgra Dawida Giebela pt.: "Kompleksowa analiza widm czasów życia pozytonów oraz jej zastosowanie do badania struktury defektowej stopów z układu Fe-Al i Fe-Al-X, gdzie $X = \text{Cr}, \text{Ni}$ ", spełnia warunki stawiane rozprawom doktorskim przez Ustawę o stopniach i tytule naukowym oraz stopniach i tytule w zakresie sztuki (art. 13) i z pełnym przekonaniem wnoszę o dopuszczenie doktoranta do publicznej obrony powyższej rozprawy.

