

Wrocław, 29.07.2019 r.

dr hab. inż. Krzysztof Naplocha, prof. uczelni  
Katedra Odlewnictwa, Tworzyw Sztucznych i Automatyki  
Politechnika Wrocławska  
ul. Łukasiewicza 7-9,  
50-371 Wrocław

### **Recenzja**

rozprawy doktorskiej Pani mgr inż. Elżbiety Przełóżyńskiej pt.:  
„Odlewnicze tworzywo magnezowe z cząstkami tytanowymi”,

której promotorem jest prof. dr hab. Katarzyna Braszczyńska-Malik

#### **1. Podstawa opracowania recenzji**

Recenzja została opracowana na podstawie pisma R-WiPiTM-407/2019 Dziekana Wydziału z dnia 26 czerwca 2019 r. oraz uchwały Rady Wydziału Inżynierii Produkcji i Technologii Materiałów Politechniki Częstochowskiej podjętej na posiedzeniu w dniu 18 czerwca 2019 r.

#### **2. Tematyka pracy i jej cel**

Przedłożona do recenzji praca doktorska Pani mgr inż. Elżbiety Przełóżyńskiej zawiera oryginalne wyniki badań tworzyw kompozytowych typu metal-metal na osnowie magnezu wytworzonych metodą odlewniczą. Metalowe materiały kompozytowe są projektowane głównie w celu podwyższenia wytrzymałości bądź określonych właściwości fizycznych zachowując przy tym małą gęstość. Niestety umacniane zazwyczaj cząstkami ceramicznymi charakteryzują się obniżonymi właściwościami plastycznymi, a nawet kruchością. W związku z tym umocnienie stopów magnezu cząstkami metalicznymi o małej gęstości, dobrze zwilżanymi przez ciekłą osnowę może być dobrym sposobem na rozwiązanie tego problemu. Doktorantka przeprowadziła gruntowne rozpoznanie literaturowe i precyzyjnie zaprojektowała skład takich materiałów oraz najkorzystniejszy sposób ich połączenia. Określiła korelację pomiędzy uzyskanymi eksperymentalnie wynikami właściwości mechanicznych materiałów kompozytowych, a

parametrami opisującymi cząstki umacniające, mikrostrukturę oraz granicę rozdziału pomiędzy fazą zbrojącą a osnową.

Na podstawie dokonanego przeglądu literatury w rozdziale „I.1 Metalowe Materiały Kompozytowe” Autorka przedstawiła ogólną charakterystykę oraz założenia projektowe tworzyw kompozytowych typu metal-metal. Choć jest to stosunkowo młoda grupa materiałów do ich wytworzenia można wykorzystać znane techniki łączenia, a dobra zwilżalność cząstek metalowych zapewnia prawidłowe połączenie i zwartą strukturę. W kolejnym podrozdziale słusznie poświęcono wiele uwagi zjawiskom zachodzącym podczas odlewania i powstawania granicy rozdziału pomiędzy fazą zbrojącą a osnową. Kluczowy w tym względzie kąt zwilżania, dla pary metal-metal jest znacznie mniejszy niż  $90^\circ$ . Autorka trafnie powiązała czynniki technologiczne takie jak temperaturę metalu, czas kontaktu ciekłego metalu z umocnieniem, stężenie dodatków stopowych czy nawet geometrię umocnienia z jakością połączenia i finalnymi właściwościami materiału kompozytowego. W kolejnej części badań literaturowych zawężyła swoje studia do tworzyw kompozytowych typu magnez-tytan podając ich liczne przykłady i najważniejsze problemy z którymi spotykali się inni badacze. Choć zazwyczaj są wytwarzane metodą metalurgii proszków opracowania wnoszą szereg istotnych informacji na temat formowania się mikrostruktury, powstających faz oraz zjawisk zachodzących pomiędzy zastosowanymi komponentami. Opis jest przejrzysty, postawione problemy są umotywowane trafnymi argumentami, a tok rozważania prowadzi do jednoznacznych konkluzji. Ostatecznie Doktorantka definiuje kluczowe zagadnienia, które należy uwzględnić przy projektowaniu kompozytów i które staną się tematem badawczym przedłożonej pracy. Między innymi słusznie podkreśla znaczenie takich zagadnień jak:

- zjawiska fizykochemiczne kształtujących strukturę materiałów kompozytowych,
- wpływ sferycznych cząstek oraz dodatków stopowych na zmiany strukturalne osnowy magnezowej,
- korelacja pomiędzy mikrostrukturą materiałów a ich właściwościami.

Uwzględniając powyższe zagadnienia Doktorantka sformułowała następującą tezę, zgodnie z którą: *Wprowadzenie cząstek tytanowych do ciekłej osnowy magnezowej powoduje podczas krystalizacji heterogeniczne zarodkowanie fazy  $\alpha$ -Mg na cząstkach tytanowych skutkujące rozdrobieniem struktury materiału osnowy przyczyniając się do podwyższenia twardości i właściwości wytrzymałościowych materiału finalnego a metoda odlewnicza umożliwia otrzymanie kompozytów metal-metal o równomiernym rozmieszczeniu cząstek.*

Tak sformułowana teza o charakterze naukowym i użytecznym, jak również wytyczenie celów oraz zakresu pracy w moim przekonaniu zawiera pierwiastek nowości i będzie stanowić oryginalny wkład do inżynierii materiałowej kompozytów o osnowie metalowej. Zakres badań przedstawiony w formie schematu blokowego w sposób zwięzły i zrozumiały określa cel badań, które zostały podzielone na dwa zasadnicze bloki: badania struktury oraz badania właściwości materiałów kompozytowych.

### **3. Ocena redakcyjnej formy rozprawy**

Przedłożona do recenzji praca doktorska liczy 154 strony i została podzielona na dwie zasadnicze części: studium literaturowe oraz badania własne. Studium literaturowe łącznie ze streszczeniem w języku polskim, spisem treści i wprowadzeniem obejmuje 36 stron. Zawiera 3 podrozdziały wprowadzające czytelnika do tematyki badawczej i czwarty ostatni niejako podsumowujący przegląd literaturowy i uzasadniający podjęcie tematu pracy. Nadaje to pracy dużą przejrzystość i pozwala w łatwy sposób zrozumieć problem badawczy i możliwości jego rozwiązania. Badania własne, które zajmują ok. 2/3 całości, są przedstawione w kilku rozdziałach, logicznie ze sobą powiązanych i nawzajem uzupełniających. Czytelnik bez trudu może rozróżnić kolejne etapy badań, zapoznać się z ich wynikami i interpretacją. Niemal każda część jest podsumowana graficznie dając możliwość szybkiego wglądu w uzyskane wyniki. Całość dysertacji choć jest starannie opracowana i napisana z użyciem właściwej terminologii nie ustrzegła się pewnych niejasnych sformułowań, czasem zawiłych konkluzji czy zwyczajnych ograniczeń drukarskich. Jako przykład takich sformułowań można przywołać fragment celu pracy: „Celem naukowym prezentowanej rozprawy było poznanie i analiza zjawisk kształtujących strukturę kompozytów typu Mg-Ti w funkcji zmienności czynników strukturalnych”. Pewną niedogodnością są też braki w opisach niektórych rysunków np. II.67-69, II.71-73 czy też słaba jakość wydruku i stąd nieczytelny opis rozkładu pierwiastków na rysunkach II.29 i II.35. Zasadniczo jednak układ pracy jest poprawny, przekaz jest jasny, a czytelnik może szybko zapoznać materiałem badawczym i osiągniętymi wynikami.

### **4. Wyniki badań oraz wnioski**

Wyniki badań własnych można podzielić na dwa kluczowe obszary: badania mikrostruktury oraz badania właściwości mechanicznych materiałów kompozytowych. Doktorantka z godną uznania konsekwencją wykorzystuje zaawansowane metody badawcze

tworząc spójną, wzajemnie się uzupełniającą całość. Mikroskopia świetlna i metalografia ilościowa pokazała, że wytworzone kompozyty charakteryzują się równomiernym rozmieszczeniem cząstek fazy zbrojącej w różnych obszarach odlewu. Nie zaobserwowano segregacji grawitacyjnej czy też aglomeratów cząstek, typowych wad materiałów kompozytowych. Udział cząstek na podstawie przeprowadzonej analizy ilościowej mieścił się w niewielkim przedziale 13-13,7%. Potwierdza to właściwy dobór parametrów procesu, ich precyzyjną kontrolę i praktyczną umiejętność Doktorantki poruszania w trudnym warsztacie metalurgicznym i odlewniczym. Charakterystykę samej osnowy oraz oddziaływania cząstek na jej krystalizację wyrażono między innymi mierząc odległości pomiędzy ramionami dendrytów czyli tzw. wskaźnik DAS. Wyniki potwierdziły rozdrobnienie mikrostruktury i wskazały, że następuje heterogeniczne zarodkowanie fazy  $\alpha$ -Mg na cząstkach tytanowych, co jest treścią postawionej tezy i stanowi oryginalny wkład własny Pani mgr inż. Elżbiety Przełoczyńskiej w rozwój materiałów kompozytowych typu metal-metal.

Użycie skaningowej mikroskopii elektronowej wraz z analizą składu chemicznego pozwoliło na dokładne badania bardzo istotnej granicy pomiędzy komponentami kompozytu. Nie zaobserwowano dyfuzji pierwiastków z cząstek do magnezowej osnowy i odwrotnie, z osnowy do cząstek. Opracowany przez Doktorantkę proces wytwarzania zapewnia stabilne, bez rozpuszczania i reakcji chemicznych, wprowadzenie cząstek do ciekłej osnowy co jest gwarancją uzyskania dobrego efektu umocnienia. W zależności od składu chemicznego cząstek i rodzaju osnowy zaobserwowano formowanie się typowych dla danego stopu faz oraz ich specyficzne rozmieszczenie warunkowane przez sposób krystalizacji i obecność stałych cząstek umacniających. Wykonując badania cienkich foli z wykorzystaniem transmisyjnego mikroskopu elektronowego wyposażonego w przystawkę EDX Doktorantka wnikliwie przeanalizowała granicę pomiędzy metalowymi komponentami kompozytu. Ustalenie, że podczas krystalizacji nie powstają inne fazy niż wyjściowe oraz, że w przypadku osnowy z ze stopów zawierających jako dodatek stopowy mangan na umacniających cząstkach tytanu tworzy się związek międzymetaliczny  $Al_8Mn_5$  należy uznać za znaczące osiągnięcie naukowe. Spostrzeżenia te zostały dodatkowo potwierdzone rentgenowską analizą fazową (XRD), która została wykonana zarówno dla materiałów wyjściowych jak i dla wszystkich rodzajów materiałów kompozytowych. Umiejętność analizy wykonanych dyfraktogramów fazowych oraz skojarzenie ich wyników z pozostałymi danymi badań mikroskopowych świadczy o dojrzałości naukowej Doktorantki i gotowości do samodzielnej pracy badawczej.

W dalszej części pracy przedstawiono wyniki badań właściwości mechanicznych obejmujące pomiar twardości, statyczną próbę ściskania, statyczną próbę rozciągania oraz badania tribologiczne. Dla wszystkich badanych materiałów kompozytowych uzyskano ok 25-30% wzrost twardości w stosunku do nieumocnionej osnowy. Interesujące i cenne jest

stwierdzenie, że twardość kompozytów o tej samej osnowie umacnianej różnymi rodzajami cząstek tj. Ti lub Ti6Al4V, jest podobna. Bardziej złożony wpływ cząstek umacniających na właściwości wytrzymałościowe został starannie określony na podstawie pomiarów oraz badań fraktograficznych. Analiza procesu pęknięcia, w tym topografii powierzchni przełomów próbek kompozytowych, pokazała, że przełomy powstają w wyniku działania mechanizmu pęknięcia transkrystalicznego oraz międzykrystalicznego. Cząstki przyczyniając się do rozdrobnienia struktury korzystnie wpływają na właściwości wytrzymałościowe zwłaszcza kompozytów na osnowie czystego technicznie magnezu. W ostatnim etapie badań tribologicznych wykonano równie staranie cały zestaw prac poczynając od pomiarów zużycia, obserwacji mikroskopowych powierzchni próbek, a kończąc na charakterystyce topografii powierzchni tarcia za pomocą profilografometru. Doktorantka przeprowadziła trudną i złożoną analizę mechanizmów zużywania się materiałów kompozytowych definiując procesy zużycia wywołane zmęczeniem warstwy wierzchniej i wykruszaniem się oraz łuszczeniem jej fragmentów. Po raz kolejny korzystny efekt umocnienia potwierdził prawidłowo przyjęte założenia przy projektowaniu materiału kompozytowego typu metal-metal i ich wysoki walor aplikacyjny.

Podsumowując, na podstawie przeprowadzonej analizy przedłożonej pracy, do najważniejszych osiągnięć naukowych Doktorantki zaliczam:

- analizę wpływu cząstek tytanowych na proces krystalizacji osnowy magnezowej, w tym przebiegu heterogenicznego zarodkowania fazy  $\alpha$ -Mg, studia zwilżalności oraz oszacowanie wartości niedopasowania stałych sieciowych pomiędzy tytanem a magnezem,
- wnikliwe badania mikrostruktury na granicy rozdziału cząstka tytanowa – osnowa magnezowa przy zastosowaniu techniki skaningowej oraz transmisyjnej mikroskopii elektronowej,
- przemyślany plan badań obejmujący reprezentatywną grupę materiałów, w tym 3 typowe osnowy i 2 rodzaje umocnienia oraz wyczerpującą charakterystykę strukturalną i badania najważniejszych właściwości mechanicznych,
- uzyskanie istotnej poprawy właściwości wytrzymałościowych kompozytów typu metal-metal, a także stwierdzenie, że skład chemiczny cząstek Ti lub Ti6Al4V ma niewielki wpływ na twardość kompozytu,
- przedstawienie, po analizie wyników badań, potencjalnych obszarów zastosowań oraz korzyści wynikających z użycia opracowanej technologii i umacniania osnowy magnezowej cząstkami tytanu.

Należy podkreślić, że wymienione osiągnięcia naukowe są wynikiem starannie dobranej ścieżki badawczej oraz wielokierunkowych, dogłębnych obserwacji i pomiarów. Doktorantka zastosowała odpowiednie metody badawcze w tym mikroskopię skaningową, transmisyjną, dyfrakcję rentgenowską oraz pomiary twardości, właściwości wytrzymałościowe i tribologiczne. Wykorzystanie tych wszystkich narzędzi jest dowodem bogatego warsztatu badawczego jaki zdobyła Doktorantka, a umiejętność dogłębnej analizy otrzymanych wyników świadczy o jej dużej wiedzy i dojrzałości naukowej.

Analizując przedłożoną pracę, którą oceniam bardzo pozytywnie, pragnę również wymienić zagadnienia, które moim zdaniem wymagają dopracowania lub które przyczyniłby się do osiągnięcia jeszcze lepszych rezultatów w przyszłości. Uwagi, które nie podważają merytorycznej wartości pracy, są następujące:

- Autorka w uzasadnieniu podjęcia tematu pracy zaznacza, że w przeciwieństwie do umacniania cząstkami ceramicznymi, kompozyty typu metal-metal charakteryzują się wyższymi właściwościami plastycznymi. W pracy poświęcono tym zagadnieniom zbyt mało miejsca. Ponadto wartościowe byłyby badania właściwości wytrzymałościowych w szerokim zakresie temperatur oraz odporności na pełzanie, o czym Autorka wspomina w podsumowaniu pracy,
- brak jest opisu ograniczeń procesu czy też wad materiałowych. Analizując rozdział „II.6 Wytworzenie materiałów kompozytowych” odnosi się wrażenie, że technologia jest bardzo prosta, nie wymaga wysiłku, specjalnego ulepszenia, a wytworzone materiały są doskonałe,
- brak jest informacji jaką osłonę gazową zastosowano podczas wytwarzania materiałów kompozytowych, jak długo trwało krzepnięcie metalu w kokili z cylindrycznymi kanałami o średnicy 17 mm. Czy obserwowane jednorodne rozmieszczenie cząstek osiągnięto by również w odlewach o grubszych ścianach,
- Autorka zaznacza, że materiały zastosowane na osnowę, odlewane grawitacyjnie, „cechowały się niższym poziomem właściwości wytrzymałościowych w porównaniu do ich komercyjnych odpowiedników odlewanych ciśnieniowo”. Nie podaje jednak tych wartości, a dałoby to pogląd jak korzystny jest efekt umocnienia i czy wytworzone materiały kompozytowe są konkurencyjne,
- wyniki pomiarów zużycia tribologicznego podano w procentach masy próbki wyjściowej, co może być mylące i trudne do porównania z wynikami innych prac. Zwykle wyraża się zużycie w  $\text{mm}^3$  lub  $\text{mg}$  na metr drogi tarcia ( $\text{mg/m}$ ). Ponadto brak głębszej analizy wyników pomiarów zużycia, np. nie wyjaśniono dlaczego zaobserwowano mniejsze zużycie (procentowy ubytek masy) kompozytu w stosunku do próbki nieumocnionej po 1500 m drogi tarcia, a porównywalny po 3000 m (rys II.70.b i c –AM50/Tip),

- Analizę mikroskopową powierzchni próbek po testach trybologicznych powinno się uzupełnić obserwacjami struktury warstwy wierzchniej, w płaszczyźnie prostopadłej do powierzchni ścieranej. Mogą one wnieść istotne informacje, jaki jest stopień odkształcania tej warstwy, czy umocnienie jest rozdrabniane przy powierzchni, czy też następuje wcieranie produktów zużycia i tworzenie się nowej strefy rozdzielającej parę trącą,
- badania wytrzymałości na ściskanie zawierają cenną analizę ścieżek pęknięcia graficznie przedstawioną na rys. 65. Równie wartościowa byłaby analiza powierzchni przelomów próbek po statycznej próbie rozciągania.

## 5. Wniosek końcowy

W oparciu o analizę przedłożonej pracy należy stwierdzić, że Pani mgr inż. Elżbieta Przełoczyńska po przedstawieniu tezy i celu badań konsekwentnie realizowała spójny i przemyślany plan badań. Posługując się rozbudowanym i nowoczesnym aparatem badawczym przeprowadziła całościową analizę otrzymanych wyników badań stawiając zrozumiałe i jednoznaczne wnioski. Doktorantka osiągnęła postawione cele i potwierdziła słuszność sformułowanej tezy pracy. Podsumowując recenzję stwierdzam, że przedstawiona do oceny rozprawa doktorska pt. „Odlewnicze tworzywo magnezowe z cząstkami tytanowymi” spełnia wymagania określone w ustawie o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz. U. nr 65 z dnia 16.04. 2003 r.). Praca stanowi nowatorskie rozwiązanie problemu naukowego i potwierdza ogólną wiedzę teoretyczną Doktorantki w zakresie dyscypliny naukowej „Inżynieria materiałowa”. Wnioskuje zatem o dopuszczenie Pani mgr inż. Elżbiety Przełoczyńskiej do publicznej obrony rozprawy doktorskiej przed Radą Wydziału Inżynierii Produkcji i Technologii Materiałów Politechniki Częstochowskiej. Biorąc pod uwagę przedstawioną argumentację wnoszę również o wyróżnienie Autorki opiniowanej pracy przez Radę Wydziału.

*Krzysztof Naplocha*