

dr hab. inż. Grażyna Mrówka-Nowotnik, prof. PRz
Katedra Materiałoznawstwa
Wydział Budowy Maszyn i Lotnictwa
Politechnika Rzeszowska
ul. Al. Powstańców Warszawy 12
35-959 Rzeszów

Rzeszów, 31 lipca 2014 r.

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Katarzyny Stan-Głowińskiej pt. „*Opracowanie i charakterystyka stopów z układu Al-Mn-Fe umacnianych cząstkami kwazikrystalicznymi*” – podstawa opracowania recenzji: pismo Dyrektora Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN w Krakowie nr IMIM/DP/1611/2014 z dnia 9 czerwca 2014 r.

Rozwój przemysłu lotniczego, samochodowego, kolejowego oraz budownictwa jest nierozzerwalnie związany z wytwarzaniem i przetwarzaniem nowych materiałów spełniających wysokie wymagania konstrukcyjne, technologiczne i eksploatacyjne. Powszechność występowania aluminium w skorupie ziemskiej, dobre właściwości mechaniczne, technologiczne oraz umiarkowane koszty produkcji stymulują ciągły rozwój technologii wytwarzania i przetwarzania stopów aluminium. Jednakże uzyskanie lepszych właściwości wytrzymałościowych stopów aluminium, podobnie jak nadstopów niklu lub stopów tytanu, nie jest już możliwe metodami konwencjonalnej metalurgii i technologii przetwarzania. Właściwie wszystkie metody uzyskania lepszych właściwości tych stopów, zarówno przez zastosowanie różnych warunków obróbki cieplnej, jak i modyfikacji ich składu chemicznego, w przyszłości się wyczerpią. Dlatego dalszy rozwój i rozszerzenie zastosowania wyrobów ze stopów aluminium, zależą od opracowania specjalnych technologii wytwarzania, np.: wyciskania hydrostatycznego, szybkiej krystalizacji (*rapid solidification*) oraz *thixoforming*, umożliwiających uzyskanie nowej generacji wysokiej jakości stopów aluminium, często jako nanomateriałów. Od nowo opracowywanych materiałów wymaga się przede wszystkim wysokiej wytrzymałości przy zachowaniu małej masy

i ograniczeniu kosztów ich wytwarzania. Warunki te spełniają m.in. stopy amorficzne, nanokrystaliczne oraz materiały kompozytowe, których elementy mogą być modyfikowane w celu otrzymania struktury charakteryzującej się właściwościami spełniającymi wymagania konstrukcyjne. W ostatnich latach poszerzono zakres badań nad stopami na osnowie aluminium umacnianych cząstkami faz kwazikrystalicznych. Fazy kwazikrystaliczne charakteryzują się wysoką twardością i odpornością na ścieranie, niską wartością współczynnika tarcia powierzchniowego oraz wysoką odpornością na korozję i stabilnością właściwości w wysokiej temperaturze. Stąd należy stwierdzić, że tematyka wybrana przez Doktorantkę jest aktualnie bardzo popularna.

Opiniowana rozprawa doktorska mgr inż. Katarzyny Stan-Głowińskiej pt. „*Opracowanie i charakterystyka stopów z układu Al-Mn-Fe umacnianych cząstkami kwazikrystalicznymi*” stanowi obszerne opracowanie charakterystyki zagadnień uściślonych w jej tytule. Skupia się na tematyce otrzymywania stopów aluminium z układu Al-TM (TM-metal przejściowy) o strukturze składającej się z roztworu stałego aluminium umocnionego mikro lub nano- cząstkami faz kwazikrystalicznych. Tematyka należy do konwencjonalnych zagadnień metaloznawczych o wieloletniej tradycji badawczej. Obejmuje zagadnienia z zakresu nauki o materiałach i inżynierii materiałowej.

Temat pracy i wybór materiału do badań należy uznać za ambitny. Doktorantka już na etapie przygotowania procedur badawczych musiała liczyć się z wieloma trudnościami natury eksperymentalnej oraz metodyki otrzymywania preparatów do badań. Jest to związane z naturą materiałów stanowiących przedmiot badań, tj. złożony skład chemiczny i fazowy stopów.

Treść rozprawy podzielono na sześć rozdziałów, w tym wykaz literatury. W części monograficznej przedstawiono trendy rozwoju stopów aluminium oraz przegląd literatury zawierający charakterystykę zagadnień stanowiących tematykę rozprawy. Omówiono ogólną charakterystykę faz kwazikrystalicznych, podano podstawowe założenia teoretyczne analizy właściwości stopów otrzymywanych w procesie szybkiej krystalizacji, umacnianych cząstkami faz kwazikrystalicznych. Szeroko omówiono strukturę, parametry i morfologię ikozaedrycznej fazy kwazikrystalicznej oraz jej wpływ na stabilność temperaturową stopów aluminium umacnianych cząstkami tej fazy. Przedstawiono klasyfikację kwazikryształów oraz ich właściwości fizyczne i mechaniczne. Dokonano zwięzłego przeglądu rozwoju materiałów umacnianych cząstkami faz kwazikrystalicznych oraz charakterystykę i rolę ich mikrostruktury w kształtowaniu właściwości mechanicznych tych materiałów.

Na podstawie analizy danych literaturowych oraz wyników badań własnych mgr inż. Katarzyna Stan-Głowińska w rozdziale 2 sformułowała cel i tezę pracy.

Założyła, że istnieje możliwość podwyższenia stabilności fazy kwazikrystalicznej wytworzonej metodą szybkiej krystalizacji na obracającym się walcu (*melt spinning*) w stopach $\text{Al}_{91}\text{Mn}_7\text{Fe}_2$ wskutek rozpuszczenia dodatków stopowych z grupy metali przejściowych, które cechuje mała wartość współczynnika dyfuzji w aluminium. Podwyższona stabilność fazy kwazikrystalicznej umożliwi zachowanie właściwości wytrzymałościowych w temperaturze powyżej 350°C . Ikozaedryczna metastabilna faza kwazikrystaliczna podczas wygrzewania w temperaturze powyżej 350°C ulega przemianie w stabilną fazę krystaliczną cechującą się obniżonymi właściwościami mechanicznymi i dużą kruchością. Prowadzone badania mające na celu zwiększenie stabilności cieplnej tej fazy umożliwią zachowanie właściwości mechanicznych materiału umocnionego cząstkami fazy ikozaedrycznej w podwyższonej temperaturze, co zapewni możliwość wytworzenia materiału masywnego z taśm uzyskanych w procesie przechłodzenia na zimnej powierzchni walca.

W rozdziale 3 (Materiał i metodyka) Doktorantka przedstawiła kryteria doboru materiałów do badań, metodologię ich wytwarzania oraz stosowane metody badawcze. Materiały stanowiące przedmiot badań - stopy aluminium z układu Al-TM (TM-metal przejściowy), zostały wytworzone technologią szybkiej krystalizacji na obracającym się zimnym walcu. Materiały masywne do badań otrzymano poprzez prasowanie w podwyższonej temperaturze rozdrobionych taśm ze stopu $\text{Al}_{91}\text{Mn}_7\text{Fe}_2$.

W ramach badań własnych Doktorantka wykonała charakterystykę mikrostruktury oraz właściwości mechanicznych stopów na podstawie $\text{Al}_{91}\text{Mn}_7\text{Fe}_2$. Wykonała obserwacje mikrostruktury za pomocą elektronowego mikroskopu skaningowego i transmisyjnego, jakościową analizę składu fazowego mikrostruktury (XRD), analizę cieplną (DSC) i termomechaniczną (TMA) oraz pomiary mikrotwardości.

W rozdziale 4 (Wyniki i dyskusja) Doktorantka przedstawiła wyniki przeprowadzonych badań własnych. Zaprezentowała wyniki badań wpływu dodatków stopowych metali ziem rzadkich (Zr, Hf, Cr, Ti, Mo, W i V) na stabilność cieplną fazy kwazikrystalicznej w badanych materiałach modelowych otrzymanych w procesie szybkiej krystalizacji. W recenzowanej pracy Doktorantka dużo uwagi poświęciła ocenie struktury, mikrostruktury i właściwości mechanicznych stopów Al-Mn-Fe w postaci taśm uzyskanych poprzez proces szybkiej krystalizacji, wieloskładnikowych stopów Al-Mn-Fe z dodatkami pierwiastków ziem rzadkich oraz elementów masywnych uzyskanych poprzez prasowanie proszków z wytworzonych taśm.

Na szczególną uwagę zasługują wyniki obserwacji badanych materiałów prowadzonych na transmisyjnym i skaningowym mikroskopie elektronowym. Niewątpliwym walorem prowadzonych badań jest duża skrupulatność i dążenie do wnikliwej analizy składników fazowych mikrostruktury badanych materiałów.

Zastosowana metoda analizy mikrostruktury z wykorzystaniem mikroskopowej dyfrakcji elektronowej, wymagała poprawnego interpretowania dyfraktogramów składników fazowych mikrostruktury. Doktorantka określiła ponadto wpływ dodatków stopowych na morfologię i rozmiar cząstek kwazikryształu, ich objętość względną oraz jednorodność rozmieszczenia w stopie.

Opracowana w rozprawie doktorskiej procedura oceny jakości wytworzonych materiałów umacnianych cząstkami faz kwazikrystalicznych może przysłużyć się do podwyższenia jakości wyrobów i w konsekwencji do wzrostu konkurencyjności instytutów badawczych wdrażających technologie otrzymywania tych materiałów. Jednorodność wytworzonego materiału jest podstawowym parametrem zapewniającym uzyskanie materiału konstrukcyjnego idealnie dopasowanego do zapotrzebowania wynikającego z warunków pracy elementu. Uzyskanie masywnego elementu ze stopu Al umacnianego cząstkami fazy kwazikrystalicznej stanowi problem, który wymaga dalszych prac gwarantujących uzyskanie w przyszłości wyrobu o wymaganej strukturze, w różnych jego częściach.

Stopy na osnowie metalicznej umacniane cząstkami faz kwazikrystalicznych należą do grupy materiałów wymagających zastosowania wysokozaawansowanej technologii wytwarzania. Otrzymanie elementów konstrukcyjnych z tych materiałów oraz ocena jakości uwzględniająca charakterystykę mikrostruktury i właściwości odznacza się wysokim poziomem trudności. Uzyskane wyniki badań stanowiących przedmiot rozprawy mogą w przyszłości być zastosowane w procesach umożliwiających otrzymywanie masywnych elementów konstrukcyjnych cechujących się właściwościami, których nie wykazują materiały otrzymywane z zastosowaniem klasycznych procesów technologicznych.

Zależności wynikające ze składu chemicznego oraz fazowego otrzymanych stopów wykazują bardzo złożony charakter. Stąd liczba wniosków Doktorantki jest długa. Wnioski obejmują ocenę mikrostruktury, struktury oraz właściwości mechanicznych wytworzonych stopów umacnianych cząstkami faz kwazikrystalicznych. Na podstawie analizy tych zależności charakteryzujących się często złożonością, stwierdzono, że wprowadzenie dodatku stopowego charakteryzującego się niską wartością współczynnika dyfuzji w aluminium ma pozytywny wpływ na stabilność cieplną fazy kwazikrystalicznej w stopach Al-Mn-Fe. Analiza treści zawartej w rozdziale 5. *Podsumowanie i Wnioski* pozwala stwierdzić, że Doktorantka opanowała dobrze metodykę badania materiałów. Sposób prowadzenia prac oraz opracowane wyniki badań potwierdza dobre zrozumienie przez Doktorantkę zagadnień związanych z tematyką pracy. Wykonano planowane (często w nadmiarze) badania, na podstawie których Autorka prawidłowo i na dobrym poziomie prowadzi

ich dyskusję, oceniając je w sposób prawidłowy mając na uwadze udowodnienie przyjętej tezy.

W podsumowaniu mojej recenzji, we wniosku końcowym stwierdzam, że rozprawę doktorską mgr inż. Katarzyny Stan-Głowińskiej oceniam pozytywnie zarówno ze względu na aktualność tematyki badawczej, jak i sposób jej realizacji. Stwierdzam, że Doktorantka wykazała dobre opanowanie technik laboratoryjnych stosowanych w metodach charakteryzacji materiałów z użyciem transmisyjnej i skaningowej mikroskopii elektronowej oraz w metodach oceny ich właściwości mechanicznych. Analizę uzyskanych wyników badań uwzględniających dotychczasowe osiągnięcia na podstawie oceny literatury, Doktorantka przedstawiła w sposób wnikliwy i obiektywny. Na podstawie analizy wyników opracowała poprawne wnioski. Pod względem redakcyjnym praca jest napisana przejrzysto. Wyniki przedstawiono w sposób czytelny i zapewniający prawidłową charakterystykę mikrostruktury, struktury i właściwości otrzymanych w procesie szybkiej krystalizacji materiałów. W mojej ocenie rozprawa doktorska mgr inż. Katarzyny Stan-Głowińskiej spełnia w pełni wymagania stawiane naukowej pracy kwalifikowanej do tego stopnia i wnioskuję do Rady Naukowej Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN w Krakowie o dopuszczenie do jej publicznej obrony.

Ze względu na wysoką wartość aplikacyjną oraz rzetelność Doktorantki w opisie i analizie wyników w języku angielskim wnioskuję o wyróżnienie pracy mgr inż. Katarzyny Stan-Głowińskiej.