

Katowice, dnia 8.05.2021 r.

RECENZJA

rozprawy doktorskiej **Pani mgr inż. Izabelli Kwiecień**

p.t.: „**Diffusion phenomena at the interface zone of A11050/Ni201
explosively welded clads**”

wykonanej w Instytucie Metalurgii i Inżynierii Materiałowej Polskiej Akademii Nauk im. A. Krupkowskiego,
pod kierunkiem **Pani dr hab. Joanny Wojewoda-Budki, prof. PAN,**

promotor pomocniczy: **dr inż. Piotr Bobrowski**

Podstawa prawna opracowania recenzji:

*Recenzja została wykonana na podstawie decyzji Rady Naukowej Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej Polskiej Akademii Nauk im. A. Krupkowskiego Krakowie, uchwałą z dnia 18 marca 2021 r. zgodnie z art. 179 ust. 1 i 3 pkt 2 lit. b. z dnia 3 lipca 2018r, - Przepisy wprowadzające ustawę – Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U. z 2008 r. poz. 1669 i z 2009 r. poz. 39 i poz. 534) art. 20 ust. 5 ustawy z dnia 14 marca 2013r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (tj. Dz.U. z 2007r. poz. 1789) oraz rozprawy doktorskiej pt. „**Diffusion phenomena at the interface zone of A11050/Ni201 explosively welded clads**”.*

1. Ogólna charakterystyka rozprawy doktorskiej

Technika zgrzewania wybuchowego coraz szerzej jest stosowana z powodzeniem przy łączeniu niespawalnych lub trudnospawalnych materiałów, np. połączenia stali z aluminium oraz stali i stopów aluminium (tu stosuje się np. przekładkę z aluminium), spajania aluminium z miedzią czy też stopów tytanu. Technika stwarza nowe możliwości wytwarzania bimetalicznych blach i wielowarstwowych kompozytów. Zaletą tej technologii jest trwałość połączeń, bardzo dobre właściwości mechaniczne, elektryczne, cieplne i odporności korozyjnej, a także możliwość skutecznego i trwałego połączenia metali i stopów stojących daleko od siebie w szeregu elektrochemicznym (np. miedzi i aluminium) bez ryzyka wystąpienia korozji metalu mniej szlachetnego. Jednakże ich komercyjne zastosowanie wymaga dopracowania szeregu

rozwiązań technologiczno-materiałowych i konstrukcyjnych. Utworzenie trwałego połączenia dwóch materiałów w procesie zgrzewania wybuchowego wymaga znajomości złożonego układu zjawisk fizykochemicznych charakteryzujących zjawiska towarzyszące eksplozji, wytwarzaniu produktów gazowych o bardzo wysokim ciśnieniu i temperaturze, przy jednoczesnym ściskaniu i zgrzewaniu łączonych materiałów. Wysokie ciśnienie sięgające kilkudziesięciu tysięcy atmosfer, w ciągu trwającej kilka mikrosekund detonacji, powoduje, że łączone materiały znajdują się w stanie fizycznym, do którego nie odnoszą się klasyczne prawa mechaniki wiążące odkształcenie z występowaniem naprężeń. Przyjmuje się, że podstawowymi warunkami utworzenia dobrego połączenia materiałów są:

- odpowiednia prędkość, dzięki której materiał przechodzi w stan plastyczny,
- odprowadzenie gazów z miejsca połączenia.

Końcowym efektem zgrzewania wybuchowego jest gwałtowne zetknięcie się łączonych elementów, ich zespojenie i przesunięcie, które tworzy charakterystyczną pofalowaną powierzchnię w obszarze połączenia.

Trwałe połączenia dwóch materiałów o dobrych właściwościach użytkowych w wyniku zgrzewania wybuchowego wymaga uwzględnienia dwóch podstawowych aspektów. Po pierwsze, gruntowanej znajomości zagadnień teoretycznych (przede wszystkich charakterystyki zjawisk fizykochemicznych towarzyszących powstawaniu połączenia materiałów podczas zgrzewania wybuchowego oraz właściwości materiału), a po drugie - opracowania i wdrożenia technologii. I takie postawienie problemu stanowi wciąż wyzwanie badawcze dla współczesnej inżynierii materiałowej oraz dla inżynierów technologów.

Temat pracy doktorskiej Pani mgr inż. Izabelli Kwiecień doskonale wpisuje się w główny nurt krajowych i światowych badań nad spajaniem materiałów trudnospawalnych w zakresie połączeń zgrzewanych wybuchowo.

W rozprawie doktorskiej Pani mgr inż. Izabelli Kwiecień podjęto problematykę analizy zjawisk dyfuzji w połączeniu stopów aluminium Al1050 i niklu Ni201 otrzymanych metodą zgrzewania wybuchowego o różnych parametrach (prędkość wybuchu, odległość między arkuszami blachy, różne ułożenie wzajemne arkuszy blachy). Szczególna uwaga została skierowana w rozprawie doktorskiej na mikrostrukturę, skład chemiczny i fazowy strefy powstałego połączenia. Ważnym aspektem pracy jest ocena wpływu obróbki cieplnej (wyżarzania) na przemiany w mikrostrukturze na granicy rozdziału połączenia stopów, w szczególności mechanizmu powstawania i rozwoju dwóch faz międzymetalicznych: Al_3Ni i Al_3Ni_2 . Z punktu widzenia praktycznego ważnym aspektem pracy było określenie zależności pomiędzy mechanizmem wzrostu faz międzymetalicznych, a parametrami procesu zgrzewania wybuchowego (prędkością detonacji) i stwierdzenie obecności destrukcyjnego efektu Kirkendalla w strefie połączenia. Podsumowując, można stwierdzić, że w pracy dokonano szczegółowej wieloskalowej charakterystyki mikrostruktury połączenia wytworzonego w procesie zgrzewania wybuchowego stopów: Al1050 i Ni201 w odniesieniu do parametrów tego procesu.

Trzeba przyznać, że takie postawienie problemu stanowi nie tylko wyzwanie badawcze, ale również wyzwanie technologiczne bowiem projektowanie połączeń materiałów w technologii zgrzewania wybuchowego jest złożone i nie zawsze kończy się sukcesem. Jednocześnie, jeśli uwzględnimy postęp wiedzy teoretycznej i metod badawczych, to z każdym rokiem poszerza się skala możliwości poznania zjawisk towarzyszących tworzeniu się trwałych połączeń materiałowych i jednocześnie ich kontroli w celu wykorzystania w praktyce. I w tym sensie, tematyka rozprawy doktorskiej wpisuje się w główny nurt wytwarzania i badań nowych materiałów. Rozprawę doktorską Pani mgr inż. Izabelli Kwiecień charakteryzuje walor aktualności i oryginalności nie tylko w zakresie wybranej tematyki badań, zastosowanych materiałów, ale także w aspekcie zastosowania szerokiej gamy metod badawczych na najwyższym poziomie – wielkoskalowych badań struktury, składu chemicznego i fazowego oraz mechanicznych w zakresie nano.

Na szczególne podkreślenie zasługuje fakt, że rozprawa doktorska Pani mgr inż. Izabelli Kwiecień została zrealizowana w ramach szerokiej współpracy z jednostkami naukowymi z zagranicy: Fraunhofer Instytut for Ceramic Technologies and Systems IKTS oraz German Exchange Service DAAD, w ramach Project No. WND-POWR 03.02.00-00-1043/16 oraz w ramach współpracy z partnerem przemysłowym – High Energy Technologies Works Explomet (Opole),

2. Charakterystyka szczegółowa rozprawy doktorskiej

Praca napisana jest po angielsku, jasno i wyraźnie rozdzielona na dwie części: **przeгляд piśmiennictwa** (rozdziały 1 i 2, strony od 7 do 40), w których dokonano charakterystyki metod łączenia materiałów, w szczególności procesu zgrzewania wybuchowego oraz charakterystyki układu Al-Ni (rozdział 1), przedstawienia celów pracy (rozdział 2) oraz **badań własnych** (rozdziały 3-5, strony od 41 do 143) zakończonych krótką dyskusją wyników i wnioskami. Praca kończy się spisem literatury oraz zawiera jeszcze streszczenie po angielsku (brak streszczenia po polsku) i zestawienie skrótów zaprezentowane na początku pracy. Ogólnie praca liczy 52 strony. Autorka powołuje się na 191 pozycji literaturowych, w tym 2 z listy A jest współautorką. Wskazuje to na dobre rozeznanie w literaturze przedmiotu, w tym co jest godne również uwagi, w pracach autorów polskich. Klasyczny układ pracy pozwala jednoznacznie wyodrębnić osiągnięcia własne Pani mgr inż. Izabelli Kwiecień.

Cześć studialna pracy jest integralnie związana z jej tematem i została oparta na szerokim przeglądzie najnowszych pozycji literaturowych i monograficznych, dotyczących charakterystyki metod łączenia materiałów, ze szczególnym zwróceniem uwagi na technologie zgrzewania wybuchowego. Jednak ze względu na tematykę pracy wskazane byłoby szersze ujęcie zagadnień związanych z problematyką łączenia różnych

materiałów oraz różnymi aspektami związanymi z procesami zgrzewania wybuchowego stopów. Odczuwa się tu wyraźny niedosyt ze względu na zbyt „hasłowe podejście” do tej tematyki.

Analiza literatury wskazuje, że szereg czynników determinuje możliwość utworzenia trwałego połączenia dwóch materiałów, w pracy cała uwaga została skierowana tylko na dwa materiały z układu Al-Ni: stopy Al1050 i Ni201 (podrozdział 1.3). Bardzo wysoko oceniam ten podrozdział w pracy, jest to rzeczowe i dobrze scharakteryzowane pod względem doboru treści kompendium wiedzy na temat teoretycznych i praktycznych problemów związanych z wytwarzaniem materiałów z układu Al-Ni. Interesujące i wartościowe jest zestawienie w opisie przedstawianych zagadnień szerokiego i właściwie dokonanego wyboru źródeł literaturowych. Dlatego też z przekonaniem mogę stwierdzić, że część literaturowa pracy jest rozwinięciem i wskazaniem możliwości realizacji wybranego celu pracy oraz jego umiejscowienia na tle danych literaturowych.

Wynikiem krytycznej analizy literatury i jej podsumowania było sformułowanie przez Panią mgr inż. Izabellę Kwiecień celu pracy przedstawionego w rozdziale 2.

Celem rozprawy doktorskiej była charakterystyka mikrostruktury połączenia stopów aluminium i niklu w procesie zgrzewania wybuchowego, w szczególności w strefie rozdziału, jej przemian w procesie obróbki cieplnej, kinetyki wzrostu faz intermetalicznych i wybranych właściwości.

Cel pracy uważam za poprawny pod względem naukowym, jasno sformułowany i jednocześnie na tyle ogólny, że można oczekiwać różnych dróg jego realizacji. Program badań i zastosowane metody badań (rozdział 3) są całkowicie adekwatne do postawionych zadań.

Na szczególną uwagę zasługuje wybór i przygotowanie materiału do badań, opis eksperymentów (zgrzewanie wybuchowe, obróbka cieplna) (podrozdział 3.1). Dużą staranność Autorka wykazała również przygotowując odpowiednie zestawy próbek do badań struktury oraz mechanicznych.

Realizacja szerokiego zakresu badań wynikająca z postawionego celu badawczego pracy była możliwa dzięki odpowiedniemu zastosowaniu zaawansowanego spektrum metod badania struktury (elektronowa mikroskopia skaningowa - SEM, elektronowa mikroskopia transmisyjna - TEM, składu chemicznego (mikroanaliza rentgenowska przy użyciu spektrometru rentgenowskiego z dyspersją energii - EDS), analizy składu fazowego (dyfrakcja rentgenowska – XRD, dyfrakcja elektronów wstecznie sprężycie rozproszonych - EBSD oraz dyfrakcja elektronowa - SAED), analiza termiczna (dylatometr), badań mechanicznych (udarność, mikrotwardość, nanoindentacja) (podrozdział 3.2).

Trzeba przyznać, że analiza postawionych zadań, jak również dobór materiału i wybór metod badawczych, pozwala na stwierdzenie, że Pani mgr inż. Izabella Kwiecień zdecydowała się postawione zadania rozwiązać w sposób kompleksowy, wykazując tym samym dobre przygotowanie do samodzielnego rozwiązywania zagadnień zarówno teoretycznych, jak też związanych z praktyczną realizacją eksperymentu.

Pierwsza część badań własnych (rozdział 4.1) w prezentowanej rozprawie doktorskiej dotyczy charakterystyki połączenia Al/Ni, w zakresie ogólnej charakterystyki mikrostruktury (SEM), składu chemicznego (EDS) i fazowego (EBSD) oraz szczegółowej oceny struktury (TEM, EDS, dyfrakcja elektronowa). Podsumowaniem tej części pracy jest szeroka dyskusja otrzymanych wyników. Bardzo wysoko oceniam tę część pracy. Jest to systematyczna analiza problemu badawczego, z dobrze przemyślanym zastosowaniem metod badawczych na najwyższym poziomie wykorzystania ich możliwości. Na uwagę zasługują piękne obrazy struktury badanego połączenia Al-Ni oraz właściwa interpretacja analiz składu chemicznego oraz fazowego w skali od mikro do nano.

Następną część pracy doktorskiej Pani mgr inż. Izabella Kwiecień poświęciła charakterystyce szczegółowej połączenia po procesie obróbki cieplnej (wyżarzania w 500 °C) w zależności od czasu (krótki czas: 0,5 h; długi czas: 5h, 24h, 72h, 168h, 500h) (rozdział 4.2) w zakresie struktury (SEM, TEM) oraz składu chemicznego (EDS) i fazowego (XRD, EBSD, dyfrakcja elektronowa). Na uwagę tu również zasługują obrazy mikrostruktury połączenia oraz interesujące rozważania dotyczące kinetyki wzrostu faz międzymetalicznych w układzie Al-Ni: Al₃Ni oraz Al₃Ni₂ (podrozdział 4.2.3) poparty pomiarami dylatometrycznymi (podrozdział 4.2.4).

Z mojego punktu widzenia jednak najciekawsza jest dyskusja otrzymanych wyników dotycząca zmian w połączeniu zgrzewanym wybuchowo Al-Ni wraz z czasem wyżarzania (podrozdział 4.2.1). Modelowe ujęcie zagadnienia poparte zestawieniami różnych wyników badań można uznać za wzorcowe pod względem treści i sposobu przedstawienia. Jednocześnie z punktu widzenia realizacji celu pracy jest jednym z najważniejszych elementów tej rozprawy doktorskiej.

Uzupełnieniem badań struktury w rozprawie doktorskiej Pani mgr inż. Izabelli Kwiecień z punktu widzenia zastosowania połączenia zgrzewanego wybuchowo Al-Ni są badania właściwości mechanicznych (podrozdział 4.3.3). W pracy wyznaczono także zależność przewodnictwa elektrycznego w funkcji temperatury.

W „Dyskusji” wyników badań (rozdział 5), przedstawionej rozprawy doktorskiej, Pani mgr inż. Izabella Kwiecień dokonuje syntezy wszystkich otrzymanych wyników, dowodząc w całej pełni realizacji postawionego celu badań. Autorka w pełni wykazała umiejętność syntetycznego i zarazem pogłębionego w stosunku do wcześniejszych opracowań, ujęcia teoretycznych i praktycznych aspektów badań własnych. Widać tu wyraźne starania Autorki o uogólnienia i usystematyzowanie współzależności oddziaływania i interakcji różnorodnych czynników w procesie zgrzewania wybuchowego w złożonym układzie połączenia Al-Ni w zakresie mikrostruktury, składu chemicznego i fazowego oraz wybranych właściwości mechanicznych.

Podsumowanie badań własnych sformułowane na podstawie otrzymanych wyników przedstawione w dyskusji w sposób jasny wskazują jednoznacznie, że postawiony cel w rozprawie doktorskiej przez Panią mgr inż. Izabellę Kwiecień został w pełni zrealizowany.

3. Ocena rozprawy doktorskiej

Za największe zalety pracy uważam:

1. Opis zjawisk fizykochemicznych i strukturalnych zachodzących w połączeniu Al-Ni otrzymanym w procesie zgrzewania wybuchowego podczas wyżarzania w temperaturze 500°C w zależności od czasu obróbki.
2. Perfekcyjne wykorzystanie szerokiego spektrum metod badawczych w zakresie badań struktury, składu chemicznego i fazowego, z uwzględnieniem ich możliwości i ograniczeń, w opisie zmian w strukturze i właściwościach układu połączenia Al-Ni.

Oceniając pozytywnie rozprawę doktorską, pozwolę sobie na kilka uwag do dyskusji, a w szczególności:

1. Proszę o wyjaśnienie, czym kierowano się w doborze warunków obróbki cieplnej połączenia Al-Ni otrzymanego w procesie zgrzewania w wybuchowego. Czy powierzchnia połączenia Al-Ni podczas obróbki cieplnej uległa utlenieniu na powietrzu po wyjęciu z pieca?
2. Proszę wskazać jakie aspekty metodyczne wzięto pod uwagę podczas określania faz na granicy połączenia Al-Ni przedstawianych w sposób analogiczny w tabelach, np. w tabeli 6, jeśli zgodnie z podpisem tabeli podstawę stanowiły wyniki SEM/EDS?
3. Przedstawiony zestaw badań mikrostruktury, składu chemicznego i fazowego został w pracy doktorskiej właściwie dobrany i znakomicie wykorzystany do oceny właściwości. Czy można by go rozszerzyć o jeszcze inne badania - jakie i dlaczego?

W podsumowaniu recenzji stwierdzam, że pod względem edytorskim praca jest wykonana poprawnie, napisana jest prostym i jasnym językiem. Widać staranność i dokładność w edycyjnej stronie rysunków i tabel. Zauważone nieścisłości (np. brak jednostek przy opisie niektórych wielkości fizykochemicznych, drobne błędy stylistyczne) nie są warte szczegółowego opisu w recenzji.

4. Ocena końcowa rozprawy doktorskiej

W ogólnej ocenie stwierdzam, że Pani mgr inż. Izabella Kwiecień zrealizowała zadanie badawcze będące przedmiotem rozprawy doktorskiej. Zawarte w dyskusji rozprawie wnioski są udokumentowane. Postawiony cel rozprawy doktorskiej został w pełni zrealizowany w oparciu o przeprowadzone studium literaturowe oraz wykonane i prawidłowo zinterpretowane wyniki badań własnych. Sposób przedstawienia i opracowania wyników badań wskazuje, że Autorka rozprawy opanowała w stopniu zadowalającym warsztat badawczy niezbędny do realizacji pracy i wykazała niezbędną wiedzę z zakresu inżynierii materiałowej, planowania badań i metod opracowywania wyników. Sformułowała szereg wniosków o znaczeniu poznawczym i aplikacyjnym. Biorąc pod uwagę poznawcze i aplikacyjne znaczenie pracy, sposób realizacji programu badawczego, formę opracowania i przedstawienia wyników wykonanych badań, jak również zaprezentowane wnioski, mogę z przekonaniem stwierdzić, że rozprawa doktorska Pani mgr inż. Izabelli Kwiecień pt. **„Diffusion phenomena at the interface zone of A11050/Ni201 explosively welded clads”** spełnia wszystkie wymagania stawiane rozprawom doktorskim przewidziane odpowiednimi ustawami i wnoszę o dopuszczenie Pani mgr inż. Izabelli Kwiecień do dalszych etapów przewodu doktorskiego, jednocześnie wnoszę o jej wyróżnienie.

Katowice, 10 maja 2021r.

Maria Sozańska

.....
prof. dr hab. inż.
Maria Sozańska