



**AKADEMIA GÓRNICZO-HUTNICZA**  
**IM. STANISŁAWA STASZICA W KRAKOWIE**  
**DR HAB. INŻ. ANNA KULA, PROF. AGH**

**WYDZIAŁ METALI NIEŻELAZNYCH**  
**Pracownia Struktury i Mechaniki Ciała Stałego**

Kraków, dn. 27.12.2024 r.

## **RECENZJA**

**rozprawy doktorskiej mgr. inż. Arkadiusza SZEWCZYKA**

**pt.: „Uwarunkowania krystalograficzne oraz mikrostrukturalne efektu MFIS oraz**

**przemiany międzymartenzytycznej w stopach na bazie Ni-Mn-Ga”**

**przygotowanej pod kierunkiem dr hab. inż. Roberta Chulista, Prof. instytutu**

### **1. Podstawa opracowania**

Recenzja została wykonana na zlecenie Rady Naukowej Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej im. A. Krupkowskiego PAN w Krakowie – pismo z dnia 31.10.2024 r. (DP.520.4.2024)

Podstawa prawna – art. 187 Ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. „Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce” (z późn. zm.)

Opinia dotycząca przedmiotowej rozprawy doktorskiej zawiera trzy elementy:

- 1) Ocenę wraz z uzasadnieniem czy rozprawa doktorska prezentuje ogólną wiedzę teoretyczną Doktoranta w dyscyplinie inżynieria materiałowa;
- 2) Ocenę wraz z uzasadnieniem czy rozprawa doktorska wykazuje umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej przez Doktoranta ubiegającego się o nadanie stopnia doktora;
- 3) Ocenę wraz z uzasadnieniem czy rozprawa doktorska stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego.

## 2. Problematyka i cele pracy

Współczesny rozwój gospodarczy opiera się na postępie w zakresie wprowadzania na rynek nowoczesnych technologii oraz zaawansowanych materiałów. W tym aspekcie szczególną rolę odgrywa grupa materiałów funkcjonalnych, ze względu na szerokie spektrum możliwości kształtowania ich właściwości, a tym samym ich zastosowania. Wysoki potencjał aplikacyjny tej grupy materiałów rodzi duże zainteresowanie środowisk naukowych, stąd w literaturze pojawia się wiele prac badawczych o charakterze poznawczym identyfikującym efekt oddziaływania zewnętrznych bodźców na funkcjonalność tej grupy materiałów. Przedstawiona do recenzji dysertacja idealnie wpisuje się w aktualne trendy naukowe poruszając fundamentalne zagadnienia inteligentnych materiałów z grupy stopów Heuslera charakteryzujących się termosprężystą, w pełni odwracalną przemianą martenzytyczną odpowiedzialną za efekt pamięci kształtu.

Doktorant w swojej dysertacji podejmuje zagadnienia dotyczące wpływu elementów mikrostruktury takich jak granice ziarn, błędy ułożenia, granice bliźniacze, gęstość dyslokacji oraz innych czynników na efekt magnetycznie indukowanego odkształcenia (*MFIS, Magnetic Field Induced Strain*) oraz przemianę międzymartenzytyczną w stopach na bazie Ni-Mn-Ga. Zrealizowane zadania badawcze obejmowały: testy wytrzymałościowe, szczegółową analizę mikrostruktury z wykorzystaniem szerokiego spektrum technik badawczych w tym SEM, EBSD, TEM, HRTEM oraz badania dyfrakcyjne z wykorzystaniem wysokoenergetycznego promieniowania synchrotronowego. Przyjęty plan badań i dobór metod instrumentalnych uznaję za adekwatny do podjętej problematyki badawczej, która w mojej ocenie, wpisuje się w ramy współczesnej inżynierii materiałowej. Praca ma charakter fundamentalny i poszerza dotychczasową wiedzę z zakresu własności funkcjonalnych materiałów inteligentnych na bazie stopów Ni-Mn-Ga.

## 3. Charakterystyka i opis rozprawy

Opiniowana rozprawa doktorska mgr. inż. Arkadiusza Szewczyka pt.: „*Uwarunkowania krystalograficzne oraz mikrostrukturalne efektu MFIS oraz przemiany międzymartenzytycznej w stopach na bazie Ni-Mn-Ga*”, stanowi zwarte opracowanie naukowe. Jej treść podzielono na 7 rozdziałów, nie licząc *Streszczeń, Symboli i skrótów oraz Listy Rysunków*, i zawarto na 89 stronach. W opracowaniu zamieszczono 47 Rysunków i 1 Tabelę, a także bibliografię (*Bibliografia – rozdział 7*) liczącą 125 pozycji.

Część teoretyczna pracy (rozdział 1) obejmuje ogólną charakterystykę stopów z pamięcią kształtu, w szczególności materiałów na podstawie: (i) NiTi, (ii) Cu, (iii) Fe oraz (iv) stopów

o strukturze Heuslera. Z racji realizowanej tematyki badawczej Doktorant w szerszym aspekcie porusza również zagadnienia przemiany martenzytycznej oraz efektów występujących w stopach z pamięcią kształtu w tym jedno- oraz dwukierunkowego efektu pamięci kształtu jak również efektu supersprężystego. W tej części pracy Autor posiłkuje się rysunkami oraz schematami, które w znacznym stopniu ułatwiają zrozumienie prezentowanych zagadnień; w tym kontekście Autor powinien zwracać szczególną uwagę na wprowadzanie pełnego opisu rysunków i definiowania indywidualnych elementów prezentowanych na rysunkach. Przykładowo: Rysunek 6 (str. 24), Autor nigdzie nie definiuje płaszczyzny  $S$  oraz parametru  $s$  wyrażającego wartość ścięcia prostego. Rozdział 1 podejmuje również kwestie odkształcenia indukowanego zewnętrznym polem magnetycznym oraz struktur modulowanych. W aspekcie modulacji Autor odnosi się do kwestii dyskusyjnych i polemicznych związanych z mechanizmem ich powstawania, prezentując przy tym aktualny stan wiedzy w tym zakresie. Dyskutowane zagadnienia są niezwykle ciekawe i z mojej perspektywy w niektórych aspektach analogiczne do zjawisk obserwowanych w układach heksagonalnych, a w szczególności w magnezie (Mg), gdzie zarodkowanie bliźniaków również może odbywać się przez mechanizm lokalnego tasowania atomów (*np. B. Li, E. Ma "Atomic Shuffling Dominated Mechanism for Deformation Twinning in Magnesium", Phys. Rev. Lett. 103, 035503, 2009, A. Ishi, J. Li, S. Ogata „Shuffling-controlled versus strain-controlled deformation twinning: The case for HCP Mg twin nucleation”, Int. J. Plast. 82, 32-43, 2016*). Analizując te zagadnienia rodzi się pytanie **czy możliwym jest równoczesne współistnienie (aktywacja) mechanizmu opartego na akomodacji i tasowaniu atomowym? Doktorant wspomina również o strukturach modulowanych, jako niezależnych strukturach krystalicznych występujących w szczególnych warunkach termodynamicznych (str. 33). Jakie szczególne warunki termodynamiczne Autor ma na myśli?** Ponadto, na stronie 34 Autor dyskutuje literaturowe modele mechanizmów bliźniakowania, między innymi wskazując dyslokcyjny model Peirlesa-Nabarro. **Doktorant podaje, iż w modelu wprowadzono trzy główne modyfikacje w odniesieniu do formuły P-B – bardzo proszę Doktoranta o wyjaśnienie znaczenia “formuły P-B”. Czy aby nie chodziło Autorowi o “formułę (model) P-N”?**

Podsumowanie teoretycznej części pracy: przedstawione przez Autora opracowanie literaturowe wykazuje, iż Pan mgr inż. Arkadiusz Szewczyk posiada niezbędną wiedzę teoretyczną predysponującą Go do ubiegania się o stopień doktora nauk inżynieryjno-technicznych w dyscyplinie inżynieria materiałowa.

Na podstawie przedstawionej wiedzy literaturowej oraz wstępnych badań własnych Autor zdefiniował *cel i tezę badawczą* (Rozdział 2) równocześnie wskazując na celowość podjętych

badania i konieczność rozwiązania wskazanych problemów badawczych dotyczących realizowanej tematyki (Rozdział 3). **Zdaniem Recenzenta przedstawione w dysertacji doktorskiej badania będą poszerzeniem i uzupełnieniem dotychczasowej wiedzy z zakresu m.in. mechanizmu przemiany martenzytycznej, charakteru modulacji oraz ich wpływu na poziom naprężenia bliźniakowania w układzie Ni-Mn-Ga i stanowiąc będą istotny wkład Autora w dyscyplinę inżynieria materiałowa.**

Rozdział 4 „*Metodologia*” rozpoczyna przedstawienie procesu otrzymywania materiałów oraz zastosowanej metodyki badawczej. Badania eksperymentalne prowadzono dla trzech różnych składów chemicznych stopów na bazie Ni-Mn-Ga. Autor podaje, że selekcji składów chemicznych dokonano na podstawie badań własnych oraz danych literaturowych, aczkolwiek według mojej oceny w pracy powinno pojawić się bardziej **szczegółowe uzasadnienie doboru konkretnej zawartości Fe, Co oraz Cu i ich wpływu na właściwości fizyko-mechaniczne stopu Ni-Mn-Ga (np. parametr sieci, zmiany temperatury transformacji etc.)**. Przy opisie metody odlewania na wirujący walec (str. 35-36) Autor podaje: „Metoda ta opiera się na ponownym przetopieniu materiału polikrystalicznego z otworem o średnicy około 0,2 mm w dolnej części, a następnie wyciśnięciu cieczy helem przez ten otwór...”. **W mojej ocenie opis jest niezrozumiały i w pełni nie oddaje idei odlewania na koło. Zdaje się, iż Autor nie doprecyzował faktu umieszczenia materiału wsadowego w tyglu (prawdopodobnie kwarcowym) z otworem o średnicy około 0,2 mm w dolnej jego części. Proszę Autora o komentarz i bardziej szczegółowy opis procesu i produktu melt-spinning.** Opis wykorzystanych metod badawczych nie budzi większych zastrzeżeń, aczkolwiek w mojej ocenie Doktorant dość ogólnikowo odnosi się do zastosowanej preparatyki materiałowej (m.in. metody wycinania próbek, przygotowania powierzchni próbek po wycinaniu etc.), warunków deformacji etc.

W Rozdziale 5 recenzowanej pracy Autor prezentuje *Wyniki badań własnych oraz ich dyskusję*. Prezentację wyników podzielono na kilka podrozdziałów obejmujących: *Orientowanie wysokotemperaturowe, Proces trenowania, Stany występowania, a struktura krystaliczna oraz Przemiana międzymartenzytyczna*. Każdy z podrozdziałów prezentuje przemyślany i dobrze zaplanowany eksperyment badawczy, który konsekwentnie prowadzi do uzyskania oryginalnych i wartościowych wyników badań. Szczególnie dużą wartość poznawczą, w mojej ocenie, mają badania dyfrakcji promieniowania synchrotronowego wykorzystane m. in. do przedstawienia ewolucji struktury krystalicznej, oceny mikroodkształceń oraz gęstości dyslokacji badanych materiałów (10M, 14M, NM) w postaci szybko-krystalizowanych taśm i proszków jak również monokryształów (w szczególności eksperymenty in-situ). W kontekście gęstości dyslokacji, na

stronie 56 Autor podaje "...odnotowany został spadek gęstości dyslokacji z poziomu  $9,6 \times 10^{15}$  do  $2 \times 10^{15} \text{ mm}^{-2}$ ". Zdaje się, iż Autor miał na myśli wartości  $9,6 \times 10^{15}$  oraz  $2 \times 10^{15} \text{ mm}^{-2}$ , co jest zgodne z wartościami przedstawionymi na Rysunku 30. W części badań własnych Autor wykorzystuje również technikę wysokorozdzielczej mikroskopii elektronowej (HRTEM), której wyniki stanowią doskonałe uzupełnienie pracy dokumentujące sekwencję ułożenia atomów oraz modulacje stabilnych struktur 10M oraz 14M badanych materiałów polikrystalicznych.

Podsumowanie części badawczej dysertacji przedstawiono w *Rozdziale 6*, gdzie Autor przedstawia najważniejsze wnioski dotyczące wyników badań eksperymentalnych zaprezentowanych w podrozdziałach od 5.1 do 5.4.

Szczegółowa ocena opiniowanej rozprawy doktorskiej mgr. inż. Arkadiusza Szewczyka pozwala mi stwierdzić, iż Autor recenzowanej pracy **wykazuje umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej**. Świadczy o tym m.in. dobrze postawiony problem badawczy oraz dobrze zaplanowany eksperyment badawczy zrealizowany poprzez wykorzystanie nowoczesnych i zaawansowanych technik badawczych. Doktorant jest krytyczny przy analizie uzyskanych wyników badań, zaś sposób prowadzenia dyskusji świadczy o dobrym zrozumieniu podejmowanych zagadnień badawczych.

Dysertację cechuje staranne sformatowanie tekstu i opracowanie szaty graficznej. Autor nie ustrzegł się jednak błędów stylistycznych, językowych i pewnych przejęzyczeń. W mojej ocenie, błędy te nie są na tyle istotne, aby mogły obniżyć wartość merytoryczną niniejszej rozprawy, aczkolwiek pozwalam sobie na przytoczenie części z nich, po to, aby Doktorant nie powielał podobnych błędów w przyszłości i zwracał większą uwagę na edytorską część opracowań naukowych, które być może pojawią się w przyszłości.

- Str. 35: wt%; powinno być: % masowy
- Str. 37: TemuPol-5; powinno być: TenuPol-5
- Str. 44 oraz 66: Rys. 17 oraz 43: Mpa; powinno być: MPa
- Str. 64: „Obrazy przedstawione zostały 40”; Obrazy przedstawione zostały na Rysunku 40
- Str. 65: „...zdjęcia wykonane w trybie elektronów wtórnie rozproszonych (BSE)..”; BSE to elektrony wstecznie rozproszone
- Str. 19: „...przyłożenie pole magnetycznego do materiału.”: powinno być: .. przyłożenie pola magnetycznego do materiału”, Str. 51: „...silnej anizotropii stałych elastycznych i...” powinno być: ..silnej anizotropii stałych elastycznych”, „...granica bliźniacza rodzaju 1

oraz rodzaju 2 charakteryzuje różną dyfrakcją.” powinno brzmieć: .. granica bliźniacza rodzaju 1 oraz rodzaju 2 charakteryzuje różną dyfrakcją.”

- i wiele innych.

Zalecam Doktorantowi również stosowanie znaków interpunkcyjnych, które uwydatniają logiczno-składniową konstrukcję zdań oraz pomagają jasno komunikować myśli i zachować spójność tekstu.

#### 4. Wniosek końcowy

Rozprawa doktorska Pana mgr. inż. Arkadiusza Szewczyka, zatytułowana „*Uwarunkowania krystalograficzne oraz mikrostrukturalne efektu MFIS oraz przemiany międzymartenzytycznej w stopach na bazie Ni-Mn-Ga*”, według mojej wiedzy jest oryginalnym rozwiązaniem problemu naukowo-badawczego. Powstała w efekcie dobrze zaplanowanych i konsekwentnie realizowanych prac eksperymentalnych, w których wykorzystano nowoczesne i zaawansowane techniki badawcze. Autor zdefiniował cele swojej pracy, które w mojej ocenie zostały osiągnięte, wykazując korelację wielu czynników mikrostrukturalnych na wielkość i występowanie efektu MFIS w stopach na bazie Ni-Mn-Ga.

Recenzowana rozprawa bez wątpienia ma charakter opracowania naukowego i spełnia, w mojej ocenie, wymagania art. 187 Ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (z późn. zm.) i wnioskuję o jej dopuszczenie do dalszych etapów postępowania o nadanie stopnia doktora w dziedzinie nauk inżynieryjno-technicznych w dyscyplinie inżynieria materiałowa.

Biorąc pod uwagę wysoki poziom merytoryczny badań, zakres i aktualność tematyki badawczej, zaliczam rozprawę do kategorii zasługujących na wyróżnienie. Tym samym wnioskuję o uznanie rozprawy doktorskiej Pana mgr. inż. Arkadiusza Szewczyka za wyróżniającą (o ile spełnia wymagania formalne jednostki macierzystej w tym zakresie).

.....*Anna Kula*.....

Podpis recenzenta