

Dr hab. Tomasz Goryczka prof. UŚ
Instytut Inżynierii Materiałowej
Wydział Nauk Ścisłych i Technicznych
Uniwersytet Śląski w Katowicach
Ul. 75 Pułku Piechoty 1A
41-500 Chorzów

Chorzów, 11.12.2019 r.

**Recenzja rozprawy doktorskiej mgr inż. Karola Golasińskiego
pt.: "Analysis of thermomechanical couplings in Gum Metal under selected loadings"**

Podstawę do opracowania niniejszej recenzji stanowiła decyzja Rady Naukowej Instytutu Podstawowych Problemów Techniki PAN, przekazana w piśmie Sekretarza Rady Naukowej Pana dr hab. inż. Zbigniewa Ranachowskiego prof. IPPPT PAN (pismo z dnia 29.10.2019 r.).

Informacje ogólne

Grupa stopów na osnowie tytanu, ze względu na wyróżniające się właściwości mechaniczne oraz biokompatybilne znajduje się w centrum zainteresowania naukowców od kilkudziesięciu lat. Te właściwości to bardzo wysoka wytrzymałość, niski moduł Younga, czy anomalne zachowanie w zakresie odkształceń sprężystych, czy plastycznych w porównaniu do innych stopów, a wykazywane już w temperaturze pokojowej. Cechy te sprawiają, że takie stopy są doskonałymi kandydatami do zastosowań w przemyśle motoryzacyjnym, lotniczym czy biomedycznym. Do grupy tej zaliczane są dwu/wieloskładnikowe stopy na bazie NiTi (wykazujące zjawiska pamięci kształtu), dwuskładnikowe Ti-Nb, wieloskładnikowe Ti-23Nb-0.7TaZr lub TNbZr z niewielkim dodatkiem tlenu - tzw. Gum Metal. Zwłaszcza stop o składzie chemicznym Ti-23Nb-0.7Ta-2Zr-1.2O znalazł się w centrum zainteresowania na przestrzeni kilkunastu lat ze względu na występujące poszerzenie zakresu odkształceń sprężystych, czy plastycznych w porównaniu do innych stopów tytanowo-niobowych. Pierwsze wzmianki literaturowe pochodzą z roku 2003. Od tego czasu w pojawiło się około 140 artykułów, których tematyka była skoncentrowana na badaniach właściwości mechanicznych, strukturalnych - wynikających z zastosowanych sposobów wytwarzania, czy przetwarzanie tego stopu. Autor przedłożonej rozprawy doktorskiej dostrzegł braki w postaci analizy termomechanicznych zachowań stopu oraz interpretacji mechanizmów stojących u podstaw takich zachowań. Stąd podjęta tematyka jest aktualna i wpisuje się w najnowsze trendy badań prowadzonych nad nowymi materiałami, ich właściwościami termomechanicznymi wypełniając w tym obszarze istniejącą lukę .

Ocena pracy

Recenzowana praca została napisana w układzie klasycznym obejmując wprowadzenie, analizę obecnego stanu wiedzy, cel i tezę/tezy pracy, badania Autora zakończone podsumowaniem oraz wskazaniem głównych osiągnięć. Treść pracy obejmując 162 strony została podzielona na sześć głównych rozdziałów, które w całościowej ocenie tworzą zwartą i logiczną całość. Doktorant podjął trud napisania pracy w języku angielskim, co jest rzadko praktykowane wśród rozpraw doktorskich, a powinno stać się codziennością zwłaszcza pośród młodych naukowców uczestniczących w różnego rodzaju wyjazdach zagranicznych, oraz którzy prowadzili współpracę z jednostkami zagranicznymi. Szata graficzna pracy jest staranna, chociaż w przypadku niektórych rysunków zamieszczone opisy sporządzone są zbyt małą czcionką, co utrudnia ich odczytanie.

Analiza obecnego stanu zagadnienia została przeprowadzona w oparciu o 148 pozycji literaturowych i dotyczy umiejscowienia stopu Ti-23Nb-0.7Ta-2Zr-1.2O, ze względu na jego strukturę i powiązanymi z nią właściwościami, pośród stopów opartych na tytanie oraz materiałów o wyjątkowych właściwościach mechanicznych. Szczególne zainteresowanie Doktorant skierował na materiały charakteryzujące się występowaniem zwiększonego zakresu odkształceń odwracalnych oraz osobliwości występujących w obszarze deformacji plastycznej. Podsumowaniem tego rozdziału jest postawiony cel naukowy pracy, dwie tezy oraz wynikające stąd zadania do realizacji. Autor wskazuje na oddziaływania termomechaniczne, jako źródło niekonwencjonalnego zachowanie stopu podczas jego odkształcania. Jednakże w kontekście diskutowanych wyników badań treść tez nasuwa pewne wątpliwości, które w postaci pytań zostały zamieszczone w rozdziale „Uwagi szczegółowe”. Aby zrealizować postawiony cel Autor umiejętnie dobrał metody badań poczynawszy od obserwacji mikroskopowych (OM, SEM), badania składu chemicznego i fazowego (XRD, EBSD), struktury (XRD, EBSD), aż po metody badań właściwości mechanicznych sprzężonych z termografią w podczerwieni. Ze względu na postawiony cel największą objętość pracy stanowią wyniki badań termo-mechanicznych. Analizę zachowań stopu Autor ocenił na podstawie wyników prób rozciągania oraz ściskania w układzie działających naprężeń monotonicznych oraz cyklicznych przy zróżnicowanych szybkościach odkształcania. Na podstawie uzyskanych wyników Autor:

- ocenił wpływ szybkości odkształcania na zachowanie się stopu,
- odseparował zakres występowania odkształcenia plastycznego od zakresu odkształceń odwracalnych,
- skorelował obszary odkształceń ze zmianami temperatury próbki, co umożliwiło dokonanie rozdziału obszaru odkształceń sprężystych i supersprężystych,
- na podstawie bilansu energetycznego podjął się interpretacji mechanizmów deformacji w badanym stopie wykazując obecność odwracalnej przemiany związanej z indukowaniem fazy α'' ;
- wykonał bilans energetyczny z rozdziałem energii potrzebnej do zdeformowania stopu na składowe wykazując egzotermiczny charakter przemiany fazy β w α'' .

Wyniki pracy badawczej zostały podsumowane na końcu każdego z rozdziałów oraz w podsumowaniu ogólnym całej pracy ujmując badania własne na tle wyników cytowanej literatury. Dodatkowo Autor wskazał na główne osiągnięcia pracy.

W mojej opinii uzyskane wyniki umożliwiły zrealizowanie postawionego celu pracy jednocześnie wnosząc elementy nowości w poznanie termo-mechanicznych zachowań stopu Ti-23Nb-0.7Ta-2Zr-1.2O.

Uwagi szczegółowe

Wczytując się wnikliwie w rozprawę doktorską nasuwają się następujące uwagi, komentarze oraz pytania:

1. Pomimo obszernego zasobu cytowanej literatury Autor nie przyłożył się do odpowiedniego jej użycia:

- 15 pozycji z zamieszczonych w spisie nie zostało użytych w rozprawie, ([47], [50], [62], [63], [67], [68], [71], [88], [103], [128], [136], [141], [142], [144], [145]);

- Autor w treści rozprawy odnosi się do literatury, których w spisie nie ujął (str. 53 - "Gadaj 1996, 1999, 2005", a w spisie są pozycje z roku 1981 oraz 1983a, str 21 - "Kim J.I. 2005a, 2005b", str. 49 - "Oliferuk W. 1997", str 87, 147 - "Nowak M. et al. 2017";

- pod pozycją 89 i 90 wymieniony jest ten sam artykuł;

- na str 21. Autor używa cytacji "Miyazaki S. et al. 1986" - z tego roku w spisie zamieszczone są dwie publikacji - do której z nich odnosi się autor?. Podobnie na str. 49 cytowana jest pozycja, jako "Pieczyska E.A. 2006" - a z roku 2006 pochodzą 3 publikacje oznakowane, jako 2006a, b, c oraz "Pieczyska E.A. et al. 2018 (str. 58, 80) - z roku 2018 pochodzą 3 publikacje oznakowane, jako 2018a, b, c.

2. Niezrozumiałym jest użycie określenia - "trzy rodzaje stopów". Z opisu wynika, że Autor do badań zastosował próbki stopu o tym samym składzie chemicznym - czy chodzi o postać i kształt próbek dedykowanych odpowiednim badaniom?

3. Autor podaje skład chemiczny stopu raz w % at (np.: str 58, 80), a raz w % wag. (str. 84, 135 - w pracy stanowiącej jednolitą całość powinno się użyć jednolitego opisu składu chemicznego.

4. Na stronie 24 Autor wiąże niską wartość modułu Younga z liczbą elektronów walencyjnych - czy w kontekście odniesienia się do innych właściwości i innych stopów dyskutowanych w pracy nie byłoby lepiej odnieść się do gęstości elektronowej?

5. Z dwóch tez wysuniętych przez Autora można by było opracować jedną, z której wynikałaby termo-mechaniczna zależność mechanizmów odkształcania. W mojej ocenie teza nr 2 jest raczej wnioskiem złożonym z dwóch zdań, którą można pominąć.

6. Rozdział 2.1.1. dotyczący historycznego przeglądu badań termo-mechanicznego sprzężenia powinien być przesunięty do części przeglądu literaturowego poprzedzającego tezę i cel pracy.

7. Zamieszczanie opisu programu ThermoCorr (cały podrozdział 2.5) jest niepotrzebne, chyba, że Doktorant jest twórcą/współtwórcą tego programu, ale o tym nie było wspomniane w pracy.

8. Które szczegóły z obrazów mikroskopowych (Rys. 3.2.) wskazują na obecność fazy α ?

9. Niezrozumiała jest wartość 1000GPa w opisie wyników zamieszczonych do Rys. 3.5. skoro maksymalny zakres mierzonych naprężeń wynosił około 1100 MPa.

10. Do obliczenia zakresu zmian temperatury (wzór 2.1.) zostały użyte dane pochodzące z literatury. Wyznaczone wartości są porównywane z wartościami zmierzonymi przez Autora. Zamieszczone tłumaczenie zdecydowanej różnicy pomiędzy nimi jest niewystarczające. Oszacowanie błędu i jego wpływ na wartość obliczanej temperatury byłby lepszym wyjściem niż stwierdzenie, że dane są niepewne. Dysponując materiałem badawczym wyznaczenie gęstości stopu oraz współczynnika rozszerzalności cieplnej nie powinno być stanowić problemu.

11. Na jakość wyników uzyskiwanych z metody EBSD ma wpływ stopień wywskaźnikowania mierzonych obszarów (rys. 4.3 oraz 5.3). Jaki on był w przeprowadzonych badaniach?

12. Jak ma się określać przez Autora brak tekstury na rys. 4.5 do obecności tekstury - rys. 5,5, skoro w pierwszym przypadku maksymalna gęstość biegunów wynosiła aż 20, a w drugim 35? Który z kierunków Y0, X odnosi się do kierunku deformowania materiału lub jest charakterystyczny dla kształtów próbki?

13. Jaki był udział spektrometru IRFS w pomiarach składu chemicznego skoro Autor określił skład posługując się widmami EDS?

14. Nie zgadzam się ze stwierdzeniem, że zawartość tlenu nie może zostać określona ze zmierzonych widm EDS. Jaki ma sens wyznaczanie składu chemicznego badanego stopu bez uwzględnienia tlenu skoro występuje on w stopie i ma kluczowe znaczenie w odwracalnej przemianie strukturalnej zachodzącej w tworzeniu się fazy α ?

15. W rozdziałach 3 oraz 4 występują zbieżności tekstu z artykułami oznaczonymi w spisie literatury jako [122], [124], które zostały wcześniej opublikowane niż rozprawa doktorska. Z nadesłanych oświadczeń współautorów nie wynika jednoznacznie, że tekst umieszczony w rozprawie (zwłaszcza dyskusja z artykułu - pozycja 122) jest autorstwa Doktoranta.

16. Skład fazowy stopu oraz parametry struktury zostały określone na podstawie wyników dyfrakcji rentgenowskiej oraz analizy Rietvelda. Autor stwierdza obecność fazy w na podstawie jednej linii dyfrakcyjnej o bardzo niskim natężeniu. Czy w wyniku zastosowanego kroku pomiarowego dyfraktogramu 0.08st/min nie zostały utracone inne linie dyfrakcyjne? Co było powodem zastosowania metody pomiaru ciągłego, a nie krokowego, który jest preferowany do obliczeń metodą Rietvelda? Jakie były wskaźniki jakości dopasowania dyfraktogramu?

17. Zwyczajowo rozprawy doktorskie kończą się wnioskami. W tak zatytułowanym rozdziale 6 oczekiwano, że takie wnioski końcowe się pojawią w miejsce podsumowania końcowego, a określenie najważniejszych osiągnięć pracy zostaną pozostawione recenzentom.

Ocena i wniosek końcowy

Podsumowując stwierdzam, że praca, jako całość wnosi istotne elementy nowości w obszar Inżynierii mechanicznej, w zakres poznania termo-mechanicznych zachowań stopu Ti-23Nb-0.7Ta-2Zr-1.2O, który może stanowić alternatywę dla stopów wykazujących efekt pamięci kształtu czy stopów opartych na tytanie. Praca zawiera cenny materiał badawczy uzyskany przez Autora w wyniku przeprowadzonych badań strukturalnych w połączeniu z badaniami właściwości mechanicznych.

Przedstawione przeze mnie uwagi nie wpływają na wartość pracy badawczej wniesionej przez Autora. Odnoszą się do niektórych sformułowań oraz interpretacji wyników badawczych, oczywistych dla Autora, a pominiętych w treści rozprawy. Praca ma charakter dokumentu naukowego stąd moje uwagi mają charakter dyskusyjny i nie wpływają na moją pozytywną ocenę.

W mojej opinii przedstawiona do recenzji praca Pana mgr inż. Karola Golańskiego pt.: "Analysis of thermomechanical couplings in Gum Metal under selected loadings" **spełnia ustawowe wymogi stawiane pracom doktorskim określone w art. 13 ust 1 ustawy o stopniach i tytule naukowym (art. 179 Ustawy z dnia 2 lipca 2018r. - Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (DZ. U. z 2018 poz. 1669). W związku z powyższym wnoszę do Rady Naukowej Instytutu Podstawowych Problemów Techniki PAN o dopuszczenie rozprawy do dalszego procedowania.**