

Dr hab. Jerzy Żuk, prof. UMCS
Instytut Fizyki UMCS
Pl. M. Curie-Skłodowskiej 1
20-045 Lublin

Recenzja

pracy doktorskiej mgr Neonily Levintant-Zayonts

„Wpływ implantacji jonowej na własności materiałów z pamięcią kształtu typu NiTi”

Praca doktorska mgr Neonily Levintant-Zayonts pod tytułem „Wpływ implantacji jonowej na własności materiałów z pamięcią kształtu typu NiTi” wykonana została w Pracowni Warstwy Wierzchniej Zakładu Mechaniki i Biomechaniki w Instytucie Podstawowych Problemów Techniki Polskiej Akademii Nauk w Warszawie.

Licząca 193 strony obszerna rozprawa ma charakter eksperymentalny; składa się z 5 rozdziałów oraz spisów: literatury i najważniejszych oznaczeń. Praca zawiera 95 rysunków, 6 tabel oraz 71 pozycji literaturowych, z czego 10 to publikacje współautorstwa doktorantki.

We wstępie przedstawiono w sposób skrótowy uzasadnienie podjęcia badań stopów z pamięcią kształtu (SMA, Shape Memory Alloys) zmodyfikowanych wiązką jonową. Materiały SMA znane są już od kilkudziesięciu lat i znalazły szerokie zastosowanie w technice m.in. medycznej. Implantacja jonowa jest obecnie coraz szerzej stosowana w celu modyfikacji stopów SMA. Mgr Levintant-Zayonts w swojej pracy doktorskiej zdecydowała się na wykorzystanie tej metody dla domieszkowania stopu NiTi azotem. Stop ten po zaimplantowaniu jonami azotu może być traktowany jako kompozyt „warstwa implantowana – rdzeń”. Efektem implantacji powinno być polepszenie własności mechanicznych i tribologicznych warstwy przypowierzchniowej z zachowaniem funkcjonalnych cech efektu pamięci kształtu i pseudosprężystości.

Rozdział 2 zawiera cel pracy, którym jest określenie wpływu implantacji jonowej na własności stopu NiTi z pamięcią kształtu. Aby go osiągnąć Autorka zaplanowała: przeprowadzenie procesu implantacji próbek stopu NiTi jonami azotu, wykonanie różnorodnych badań eksperymentalnych niezbędnych dla charakteryzacji zaimplantowanych warstw przypowierzchniowych NiTi i przede wszystkim zbadanie własności mechanicznych i tribologicznych tychże warstw. W szczególności Autorkę interesuje wpływ implantacji na

wartości temperatur charakterystycznych stopu NiTi, na sekwencje przemian fazowych, przebieg zjawisk efektu pamięci kształtu i pseudosprężystości w tych materiałach.

W rozdziale 3 recenzowanej pracy doktorskiej na 60 stronach umieszczono przegląd stanu wiedzy dotyczący techniki implantacji jonowej i jej podstaw fizycznych, opis stopów SMA oraz wpływu implantacji na własności przede wszystkim mechaniczne i tribologiczne SMA. Ten materiał zebrany przez Autorkę oceniam raczej pozytywnie, jako przydatny w kontekście tematyki pracy, za wyjątkiem podrozdziału 3.2 dotyczącego fizycznych podstaw implantacji jonów, w którym znalazłem błędne stwierdzenia i nieścisłości. U dołu str. 18 Autorka umieszcza zdanie, cytuję: „Maksimum koncentracji implantowanych jonów N_{max} , zwłaszcza pierwiastków lekkich znajduje się na małych odległościach od powierzchni materiału (~20-70 nm) z uwagi na wsteczne rozpraszanie jonów wiązki.” Stwierdzenie to mogłoby sugerować, że zasięg najbardziej prawdopodobny R_p , zwany także efektywnym, który odpowiada położeniu głębokościowemu maksimum koncentracji N_{max} jest większy dla jonów pierwiastków ciężkich niż lekkich, podczas gdy jest przecież odwrotnie. Wartości R_p zależą od masy i energii jonu oraz rodzaju materiału tarczy i dla jonów lekkich nie zawierają się jedynie w tak wąskim przedziale, który podaje Autorka. Dodam jeszcze, że R_p nie jest zasięgiem rzeczywistym jonu, czyli odległością, którą przebywa jon w materiale implantowanym, co zasugerowane jest na str. 15.

Nie mogę zgodzić się także z pewnymi stwierdzeniami Autorki zawartymi na str. 16. Nagrzewanie się materiału w trakcie implantacji zależy przede wszystkim od gęstości prądu jonowego a nie od dawki i energii jonów. Zakres energii implantowanych jonów od kilkudziesięciu do kilkuset keV jest tradycyjnie określany jako odpowiadający średnim energiom jonów. W rozdziale 3, jak i w całej pracy powtarza się termin „implanter”. Przyrządy służące do implantacji jonów przyjęto w języku polskim nazywać implantatorami a nie implanterami (nazwa angielska). Gdy jesteśmy przy terminologii, muszę jednak stwierdzić, że stosunek Autorki do poprawności językowej jest co najmniej niefrasobliwy. Na stronie 3 zamieszczony jest (nieuporządkowany alfabetycznie) „Spis najważniejszych oznaczeń”. Są to objaśnienia skrótów nazw omawianych metod eksperymentalnych oraz symboli niektórych wielkości fizycznych. Niestety nie zauważam porządku przy wyjaśnianiu skrótów nazw samych technik – podawana jest nazwa w języku angielskim, czasem tylko po polsku i dość niekonwencjonalnie, np. metoda AES określona jest jako Auger-elektronowa spektroskopia (przyjęta nazwa to spektroskopia elektronów Augera), SIMS – jako Second Ions Measurement Spectroscopy, zamiast Secondary Ion Mass Spectroscopy. To dziwne, gdyż Autorka stosowała obie metody w swoich badaniach, mierząc (cytuję podpis rys. 32)

spektra Auger-elektronów. Tekst w szczególności trzech pierwszych rozdziałów rozprawy nie jest wolny od błędów stylistycznych a nawet kilku ortograficznych. W wielu miejscach pracy dawki jonów podawane są w nieprawidłowych jednostkach j/cm^2 . Tabele 1-4 zostały zamieszczone bez podpisów.

Napisany już znacznie lepiej, bardzo obszerny (110 stron) rozdział IV zawiera opis zastosowanego w pracy implantatora jonów IMJON-1 oraz zebrany materiał doświadczalny. Tabela 5 podsumowuje parametry wykonanych procesów implantacji azotem stopu NiTi w obu fazach: austenitu oraz martenzytu. Energia zaimplantowanych jonów zmieniała się w niewielkim zakresie od 50 do 65 keV, natomiast dawka była rzędu $10^{17} - 5 \times 10^{18} \text{cm}^{-2}$. W badaniach poimplantacyjnych zastosowano łącznie co najmniej 10 technik pomiarowych wyszczególnionych w Tabeli 5. Wykonano więc dużą pracę eksperymentalną dla scharakteryzowania własności implantowanych próbek NiTi. Autorka poddała swoje próbki badaniom mikroskopowym (TEM, SEM, mikroskop optyczny), jądrowym (RBS, NRA, ERDA), strukturalnym (XRD) i innym. Tak szerokie badania są w tym przypadku koniecznością, gdyż stopy SMA mogą drastycznie zmieniać swoje parametry nawet przy niewielkich zmianach składu chemicznego i SMA o takim samym składzie nie muszą posiadać identycznych własności. Domyślamy się więc, że porównanie wyników pomiarów z danymi literaturowymi jest często trudne. Być może dlatego przy dyskusji wyników w rozdziale IV Autorka rzadko odwołuje się do prac innych autorów, w tym przedstawionych w rozdziale III.

Zamieszczając szereg profili koncentracji atomów w próbce uzyskanych metodą SIMS nie skomentowano, skąd bierze się systematyczna różnica o około rząd wielkości między zawartością Ni i Ti poza obszarem zaimplantowanym dla tego równo-atomowego stopu? Wyniki SIMS są tutaj w sprzeczności z rozkładami otrzymanymi metodami RBS i AES. Stwierdzenie na str. 119, że uzyskano (olbrzymią) koncentrację azotu na poziomie 10^{24}cm^{-3} nie znajduje pokrycia na rys. 44. Omawiając uzyskane rozkłady głębokościowe atomów w zaimplantowanym NiTi Autorka nie dyskutuje zjawisk fizycznych, które powodują taki a nie inny kształt profili dla różnych dawek jonów.

Na podkreślenie zasługują pomiary temperatur charakterystycznych metodą kalorymetrii różnicowej DSC, które uwidocznily wpływ implantacji jonowej szczególnie przy najmniejszej grubości próbek. Bardzo istotną część tej pracy stanowią wyniki badań efektu pamięci kształtu i pseudosprężystości z wykorzystaniem metod: mikroindentacji, profilometrii skaningowej oraz próby rozciągania. Wykazano, że chociaż rozkład zaimplantowanych jonów azotu mieści się, nawet przy największej ich dawce, w warstwie przypowierzchniowej SMA o

grubości co najwyżej kilku dziesiątych mikrometra, to obserwowane zmiany własności mechanicznych dotyczą całej objętości próbki, której grubość jest wielokrotnie większa. W kilku miejscach w tekście pracy enigmatycznie nazywane jest to zjawisko „efektem zdalnym”. Autorka postawiła sobie za cel (str. 73) identyfikację i analizę zmian własności warstwy wierzchniej stopu NiTi po implantacji jonowej azotem oraz wyjaśnienie wpływu tej warstwy na funkcjonalne własności stopu NiTi i zachowanie kompozytu warstwa-rdzeń badanego materiału. Pierwsza część celu, tj. analiza zmian własności zaimplantowanych warstw została z powodzeniem przeprowadzona w tej rozprawie, natomiast druga jego część nie wydaje się w chwili obecnej w pełni możliwą i będzie jeszcze przedmiotem badań wielu naukowców.

Reasumując, uważam, że wyniki przedstawione przez mgr Neonilę Levintant-Zayonts w rozprawie doktorskiej świadczą o tym, że wykonana została bardzo duża praca eksperymentalna skierowana na poznanie wpływu implantacji jonowej na własności materiałów NiTi z pamięcią kształtu. Dorobek naukowy Autorki potwierdzony jest już kilkunastoma publikacjami w tej dziedzinie w znaczących czasopismach naukowych.

Pomimo wymienionych w recenzji dość licznych uwag krytycznych jestem przekonany, że recenzowana rozprawa spełnia wymagania stawiane pracom na stopień naukowy doktora i stawiam wniosek o dopuszczenie mgr Neonily Levintant-Zayonts do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

Jerry Zuk

Lublin, 6.05.2010