

Warszawa 08.10.2018

Prof. dr hab. inż. Anna Boczkowska
Wydział Inżynierii Materiałowej
Politechniki Warszawskiej

Recenzja

**Rozprawy doktorskiej mgr. inż. Bartosza Heknera
pt. „Właściwości tribologiczne heterofazowych kompozytów aluminium-ceramika
modyfikowanych komponentami węglowymi”**

wykonanej pod kierunkiem dr. hab. inż. Jerzego Myalskiego, prof. w PŚ oraz
dr. hab. inż. Mateusza Koziola

*Recenzję wykonano na zlecenie Dziekana Wydziału Inżynierii Materiałowej i Metalurgii
Politechniki Śląskiej, pismo RM-389/2017/2018 z dnia 25 lipca 2018r.*

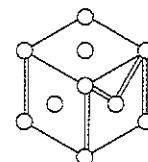
Ocena tematyki pracy

Przedłożona do recenzji rozprawa doktorska Pana mgr. inż. Bartosza Heknera dotyczy modyfikacji właściwości tribologicznych kompozytów metal-ceramika, stosowanych obecnie w węzłach tarcia, poprzez wprowadzenie dodatkowej - węglowej fazy zbrojącej w postaci nanorurek węglowych lub węgla szklanego w dwóch formach przestrzennych (cząstek lub porowatych preform) oraz oceny przydatności nowych materiałów kompozytowych do zastosowań w węzłach tarcia. Węgiel szklany wytworzony w ramach prac własnych w postaci zarówno cząstek jak i porowatych preform jest nowatorskim rozwiązaniem zaproponowanym przez Doktoranta.

Kompozyty ze względu na możliwość zmiany ich właściwości w szerokim zakresie i możliwości dostosowania właściwości do warunków eksploatacji znajdują coraz szersze zastosowanie w przemyśle, w tym też w węzłach tarcia, w szczególności w motoryzacji i

1

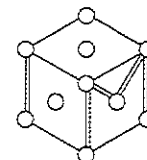
**Politechnika
Warszawska**



lotnictwie. Najbardziej popularnym kompozytem stosowanym przez wielu producentów okładzin klocków hamulcowych w branży motoryzacyjnej jest kompozyt na bazie stopów aluminium wzmocniony cząstkami tlenku aluminium. Innym przykładem kompozytu spełniającego wymagania w wysokoobciążonych węzłach tarcia jest kompozyt węgiel-węgiel, stosowany m.in. na tarczach hamulcowe w samochodach wyścigowych Formuły 1, czy też w samolotach Concorde. Jednakże kompozyty węgiel-węgiel wciąż są bardzo drogie, co limituje ich masowe zastosowanie. Dlatego w wielu ośrodkach naukowych poszukuje się nowych rozwiązań materiałowych lub doskonalą materiały obecnie stosowane, tak aby spełniały one złożoność wymagań stawianych elementom ciernym. Ogólnym trendem zmierzającym do poprawy właściwości tribologicznych kompozytów ceramika-metal jest wprowadzanie dodatkowych wypełniaczy węglowych w skali mikro, jak grafit, ale też w skali nano, jak nanorurki węglowe lub grafen. Można zatem stwierdzić, że tematyka podjętej rozprawy doktorskiej jest aktualna i dobrze wpisuje się w nowoczesne trendy rozwoju materiałów do zastosowań w węzłach tarcia. Poszukiwanie dodatków mogących znacząco ograniczyć szybkość zużywania się materiałów na skutek tarcia, przy jednoczesnym zachowaniu wymaganych wartości współczynnika tarcia jest jak najbardziej pożądanym kierunkiem badań. W niniejszej pracy ocena przydatności zmodyfikowanych materiałów do zastosowań w węzłach tarcia została wsparta o analizę dominujących mechanizmów zużycia, co pozwoliło na głębszą interpretację wpływu struktury kompozytów na zjawiska zachodzące na styku pary ciernej.

Ocena formalna pracy

Recenzowana rozprawa Pana mgr. inż. Bartosza Heknera liczy 158 stron, zawiera 92 rysunki i 7 tabel. Rysunki zamieszczone w pracy są czytelne i w zdecydowanej większości ilustrują wyniki badań własnych przeprowadzonych przez Autora. Jedynym drobnym niedociągnięciem edytorskim jest brak skali na rys. 6.5 (str. 41). W tekście znajdują się odniesienia do wszystkich tabel i rysunków. W podpisie pod rys. 7.3 (str. 52) nie podano, czym różni się rys. 7.3a od rys. 7.3b. W tym przypadku też nie opisano tego w tekście.



Edycja pracy jest staranna, napisana jest ona poprawnym językiem. Pewnym mankamentem jest brak spisu zastosowanych skrótów i symboli, co niewątpliwie ułatwiłoby odbiór pracy. Brakuje również spisu tabel i rysunków.

Spis literatury liczy 116 pozycji związanych z tematyką rozprawy, blisko połowa z nich to pozycje aktualne, opublikowane w ostatniej dekadzie, wliczając odnośniki do stron internetowych. Doktorant odniósł się także do swoich własnych publikacji związanych z tematyką rozprawy.

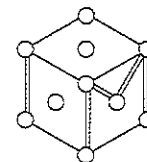
Układ rozprawy jest klasyczny z podziałem na część literaturową i eksperymentalną. Udział części eksperymentalnej, nazwanej przez Doktoranta częścią praktyczną jest znaczący i obejmuje około 4/5 całej pracy.

Ocena merytoryczna pracy

Pan mgr inż. Bartosz Hekner w części teoretycznej skupił się na opisie głównych komponentów wykorzystywanych do wytwarzania kompozytów stosowanych w węzłach tarcia (rozdział 1), poprzez przedstawienie charakterystyki tribologicznej kompozytów aluminium z cząstkami ceramicznymi, najczęściej stosowanych w węzłach tarcia (rozdział 2), aż po omówienie wpływu dodatków węglowych na właściwości tribologiczne kompozytów aluminium-ceramika (rozdział 3).

Z punktu widzenia tematyki rozprawy najważniejsze informacje znaleźć można zarówno w rozdziale 2, jak i 3. W rozdziale 2 Doktorant opisał szczegółowo zjawiska zachodzące w węzłach tarcia, wskazał na ich złożoność i niejednoznaczność analizowanych procesów. Analiza stanu zagadnienia pozwoliła na wyodrębnienie czynników mających wpływ na właściwości tribologiczne kompozytów na osnowie aluminium. Należą do nich między innymi czynniki strukturalne, takie jak rodzaj, wielkość, kształt, rozmieszczenie i udział objętościowy wzmocnienia oraz mikrostruktura osnowy. Oprócz czynników strukturalnych znaczący wpływ mają warunki tarcia, tj. nacisk oraz rodzaj kontaktu, prędkość poślizgu, droga tarcia, środowisko, temperatura, stan powierzchni oraz właściwości partnera tarcia.

W rozdziale 3 Doktorant wniósł wiele cennych informacji dotyczących zalet i wad wprowadzania różnych form węgla do układów ciernych. Analiza stanu zagadnienia wskazała na wyraźne korzyści wprowadzenia fazy węglowej do kompozytu aluminium-ceramika. Rola

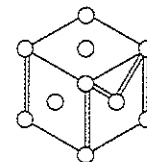


węgla polega na ograniczeniu zużycia materiałów w węzle tarcia dzięki jego właściwościom smarnym. Jednakże nie każda forma węgla rokuje pozytywnie jeśli chodzi o masowe zastosowanie w układach tribologicznych. Przykładem może być grafit, który może prowadzić w określonych warunkach do gwałtownego wzrostu zużycia oraz współczynnika tarcia, czego efektem jest zachwianie stabilności pracy układu. Mgr inż. Bartosz Hekner słusznie wskazuje też na dużą reaktywność układu Al-C, czego następstwem jest tworzenie węglika aluminium (Al_4C_3) znacznie obniżającego właściwości mechaniczne kompozytów, jako że jest fazą metastabilną oraz silnie higroskopijną. W związku z tym Doktorant wskazał na najnowsze trendy badań w zakresie wprowadzania materiałów węglowych do układów tarcia w postaci nanonapełniaczy, takich jak nanorurki węglowe czy grafen. Jednak ilość publikacji, a w efekcie wiedza w zakresie wpływu nanododatków jest jeszcze stosunkowo niewielka. Jeszcze bardziej ograniczona jest wiedza na temat wpływu węgla szklistego na właściwości kompozytów aluminium-ceramika, co stało się przesłanką do przyjęcia tezy i sformułowania celów pracy.

Patrząc na dwa kolejne rozdziały pracy poprzedzające tezę i cele pracy, a mianowicie rozdział 4 pt. „Posumowanie przeglądu literatury” oraz rozdział 5.1 p.t. „Uzasadnienie podjęcia problematyki badawczej” należy stwierdzić, że informacje w nich zawarte w dużej części powielają się. W zupełności wystarczające uzasadnienie podjętej problematyki badawczej Doktorant umieścił już w podsumowaniu przeglądu literatury, natomiast niektóre informacje z rozdziału 5.1 bardziej pasują do podsumowania stanu zagadnienia.

Na podstawie przeglądu stanu zagadnienia mgr inż. Bartosz Hekner sformułował następującą tezę: „Materiały węglowe mogą być wykorzystywane do modyfikacji właściwości tribologicznych jako podstawowy komponent wzmacniający, a także jako dodatkowy komponent modyfikujący. Jest to zależne nie tylko od udziału komponentu węglowego, ale także od rodzaju zastosowanej odmiany alotropowej, jej ilości oraz postaci. Dzięki temu modyfikacja składu fazowego komponentami węglowymi pozwoli na przewidywanie i uzyskanie oczekiwanych właściwości tribologicznych w kompozytach zarówno homo-, jak i heterofazowych”.

W opinii recenzenta tezę niniejszej pracy można było z powodzeniem ograniczyć do węgla szklistego jako materiału innowacyjnego, którego rola w węzłach tarcia nie była wcześniej poznana. O tym, że właściwości tribologiczne zależą od wpływu rodzaju, ilości oraz postaci komponentu węglowego pisał Doktorant już w przeglądzie stanu zagadnienia. Poza



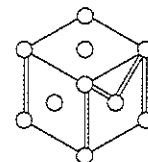
tym wydaje się, że wszystkie badane w pracy kompozyty należy określić mianem heterofazowych z racji tego, iż osnowa jest metalem, a wzmocnieniem i/lub napelniaczem ceramika i/lub materiał węglowy. Nie badano zatem w pracy kompozytów homofazowych.

Jako główny cel pracy Doktorant przyjął próbę opracowania wytycznych projektowania składu fazowego i technologii wytwarzania materiałów kompozytowych na osnowie aluminium ze wzmocnieniem homo- i heterofazowym. W tym przypadku, w odniesieniu do wzmocnienia sformułowanie „homo” lub „hetero” jest jak najbardziej uzasadnione. Ponadto przyjęto jeszcze dwa cele dodatkowe. Należy zauważyć, że Doktorant na str. 31 w rozdziale 4 „Podsumowanie przeglądu literatury” przedstawił cel badań nieco inaczej niż w rozdziale „Cele pracy”, który w opinii recenzenta jest bardzo trafnym sformułowaniem.

Zakres pracy obejmował wytworzenie i analizę właściwości kompozytów na osnowie aluminium lub jego stopów, ze szczególnym uwzględnieniem właściwości tribologicznych. Mgr inż. Bartosz Hekner wytworzył szereg kompozytów, które ze względu na postać wzmocnienia podzielić można na kompozyty wzmacniane cząstkami i kompozyty wzmacniane porowatymi strukturami przestrzennymi (preformami). Dla czytelności część doświadczalna w pracy została podzielona na dwie zasadnicze części, zależnie od postaci wzmocnienia. Każda z tych części rozpoczyna się od badania kompozytów tzw. „bazowych”, czyli wzmacnianych wyłącznie komponentami ceramicznymi, które w dalszej kolejności modyfikowano komponentami węglowymi. Na pochwałę zasługuje zamieszczenie w pracy schematu blokowego wyjaśniającego podział części badawczej z punktu widzenia wytwarzanych i badanych kompozytów (rys. 5.1 na str. 36). Notabene w tekście na str. 36 znajduje się błędne odniesienie do rys. 4.1 zamiast 5.1.

Wybór postaci wzmocnienia jednocześnie narzucił sposób wytwarzania kompozytów: technikami metalurgii proszków dla kompozytów wzmacnianych cząstkami, zaś infiltracji dla porowatych preform.

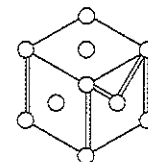
Pan Bartosz Hekner zastosował szereg technik badawczych dla charakteryzacji wytworzonych materiałów. Przeprowadził badania gęstości i porowatości, właściwości mechanicznych przy ściskaniu, twardości, mikrostruktury za pomocą SEM, analizę składu chemicznego metodą EDS oraz spektroskopii mas jonów wtórnych, ocenę składu fazowego metodą dyfrakcji promieni Rtg. oraz dyfrakcji elektronów, ilościową analizę stereologiczną, a przede wszystkim badania tribologiczne, które pozwoliły na wyznaczenie współczynników



tarcia oraz wielkości zużycia. Doktorant przeprowadził wszechstronną analizę śladu tarcia, wykonał również analizę MES rozkładu naprężeń działających na cząstki wzmocnienia w obszarze węzła tarcia. Należy podkreślić, że przyjęty zakres badań był obszerny i pozwolił na realizację celów pracy. Dobór technik badawczych należy uznać za trafny. Doktorant wykazał się dobrą znajomością zastosowanych technik badawczych i umiejętnością interpretacji uzyskanych wyników. Na szczególne podkreślenie zasługują zaproponowane przez Doktoranta modele zużycia kompozytów w wyniku tarcia.

Przeprowadzone badania stanowią oryginalny wkład mgr. inż. Bartosza Heknera w rozwój wiedzy o zjawiskach zachodzących w układach ciernych zawierających heterofazowe kompozyty aluminium-ceramika bez i z dodatkiem komponentów węglowych, a także pozwoliły na poznanie roli komponentów węglowych, takich jak nanorurki węglowe i węgiel szklisty w układach ciernych bazujących na kompozytach o osnowie aluminium. Ponadto przeprowadzone badania wykazały możliwość zastosowania zarówno homo-, jak i heterofazowych struktur szkieletowych (porowatych preform) do wytworzenia kompozytów na osnowie stopów aluminium. Uzyskano dobre wypełnienie porów stopem aluminium, co zostało potwierdzone analizą stereologiczną. Doktorant stwierdził, że wprowadzenie do osnowy aluminiowej wzmocnienia heterofazowego w postaci preformy Al_2O_3 pokrytej węglem szklistym doprowadziło do zupełnej zmiany zachowania tego materiału w warunkach tarcia, w odniesieniu do zastosowania wzmocnień homofazowych. Jednocześnie należy podkreślić oryginalny wkład Doktoranta w opracowanie metod wytwarzania proszków i porowatych preform z węgla szklistego oraz pokrywania węglem szklistym porowatych preform ceramicznych Al_2O_3 .

Autor pracy wykazał, że jednoczesne zastosowanie faz Al_2O_3 oraz węgla szklistego w materiale kompozytowym na bazie aluminium lub jego stopów prowadzi do osiągnięcia właściwości tribologicznych niemożliwych do osiągnięcia przy zastosowaniu wzmocnienia homofazowego. Materiał wzmocniony pianką Al_2O_3 pokrytą węglem szklistym wykazał najmniejsze zużycie, przy jednocześnie najwyższej stabilności współczynnika tarcia na poziomie 0,6, co jest efektem pożądanym w materiałach wykorzystywanych jako elementy wysokoobciążonych węzłów tarcia. Pozytywny wpływ węgla szklistego na właściwości tribologiczne kompozytów na osnowie aluminium został potwierdzony wynikami badań zarówno dla postaci ziarnistej jak i postaci trójwymiarowej preformy. Zastosowanie

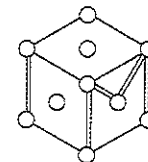


trójwymiarowych preform stwarza możliwość większej kontroli nad rozmieszczeniem węgla szklanego w kompozycie, a co za tym idzie prognozowania właściwości materiału kompozytowego. Stanowi to niewątpliwie oryginalny wkład Doktoranta w rozwój nowoczesnych materiałów kompozytowych do zastosowań w węzłach tarcia. Wybór węgla szklanego jako komponentu modyfikującego właściwości tribologiczne kompozytów aluminium-ceramika okazał się niezwykle trafny.

Uwagi do pracy

Po przeczytaniu pracy nasuwają się następujące uwagi i pytania:

1. Wielokrotnie używany w pracy termin „granice ziarn” jest niepoprawny. Powinno być „granice ziaren”.
2. Przy opisie udziałów zarówno masowych, jak i objętościowych w języku polskim stosuje się odwrotną kolejność niż Doktorant używa w pracy. Powinno być np. 1% obj. CNT, a nie 1 obj.% CNT.
3. Proszę o wyjaśnienie co Doktorant rozumie pod pojęciem „umocniona warstwa CNT”, którego użył na str. 60. Z kontekstu akapitu wynika raczej, że chodzi tu o warstwę umocnioną nanorurkami węglowymi.
4. Termin „delaminacja” (użyty na przykład na str. 57, ale też i w innych miejscach pracy), którym Doktorant określił „obszary wyrwane z kompozytu” został według recenzenta zastosowany niepoprawnie. Powszechnie delaminacją określa się rozwarstwienia w materiałach kompozytowych, a nie ubytki powierzchniowe.
5. Stwierdzenie o „hamowaniu delaminacji na nanorurkach węglowych” użyte przez Doktoranta w podpisie pod rys. 7.11 (str. 61), gdzie przedstawia etapy mechanizmu zużycia kompozytu wzmacnianego 1% obj. CNT budzi pewne zastrzeżenia. Porównując rozmiar delaminacji i pojedynczych CNT pojawia się pytanie, czy mechanizm jej hamowania przez obiekty znacznie mniejsze jest możliwy.
6. Proces oczyszczania nanorurek węglowych z pozostałości i zanieczyszczeń przeprowadzono w pracy w temperaturze 400°C w ciągu 2 godzin (rozdział 7.1 str. 49). Nie jest to temperatura wystarczająca do usunięcia zanieczyszczeń metalicznych pochodzących od katalizatora, a może pozwolić jedynie na usunięcie węgla amorficznego. Na jakiej



podstawie dobrano temperaturę i czas wytrzymywania proszku Al z CNT i jakich rezultatów oczyszczania oczekiwano? Czy nie stwierdzono tworzenia się węgla aluminium w zaproponowanych warunkach wytrzymywania?

7. Zwilżalność nanorurek węglowych przez aluminium bądź jego stop jest bardzo słaba, co może być przyczyną zarówno słabego połączenia CNT z osnową jak i ich nierównomiernego rozmieszczenia. Czy Doktorant rozważał możliwość poprawy zwilżalności CNT, np. poprzez ich metalizację lub inne metody? Jak na tle nanorurek węglowych kształtuje się zwilżalność węgla szklistego przez ciekłe aluminium lub jego stop?

8. Pojawia się wątpliwość czy proszek Al, który wymieszano z CNT za pomocą ultradźwięków doprowadzając do osadzenia nanorurek, a w zasadzie ich skupisk na powierzchni proszku Al (patrz rys. 7.2) można nazwać proszkiem kompozytowym. Patrząc na zamieszczone zdjęcia SEM można stwierdzić, że nanorurki nie pokryły równomierną warstwą całej powierzchni proszku. Jakkolwiek sam Doktorant stwierdził, że zastosowane powiększenia nie pozwoliły na obserwację rozmieszczenia pojedynczych CNT.

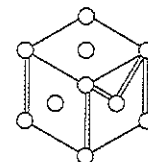
Ocena końcowa

Pan mgr inż. Bartosz Hekner wykazał się dużą wiedzą z zakresu inżynierii materiałowej kompozytów, a także umiejętnością odpowiedniego zastosowania różnych metod badawczych. Wykazał wpływ dodatków węglowych na kształtowanie charakterystyki tribologicznej kompozytów o osnowie aluminiowej, co jest zależne zarówno od odmiany alotropowej węgla jak i jego struktury przestrzennej.

Uzyskane w pracy wyniki są bez wątpienia oryginalne, a praca ma aspekt aplikacyjny. Rozprawa doktorska Pana Bartosza Heknera przedstawia wartościowe wyniki eksperymentalne, poszerzające wiedzę o nowoczesnych kompozytach możliwych do zastosowania w węzłach tarcia. Na szczególne wyróżnienie zasługuje sposób interpretacji wyników i opracowane modele zniszczenia kompozytów w wyniku tarcia.

Doktorant w pełni zrealizował cele pracy i udowodnił postawioną tezę, a zamieszczone w recenzji uwagi nie umniejszają wartości przedstawionej do oceny pracy.

Podsumowując, przedłożona do recenzji rozprawa doktorska wykonana przez Pana mgr. inż. Bartosza Heknera spełnia w mojej opinii warunki stawiane rozprawom doktorskim przez obowiązujące przepisy (Ustawa z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule



naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki, Dz. U. z 2003 r. Nr 65, poz. 595 oraz Rozporządzenie Prezesa Rady Ministrów z dnia 15 stycznia 2004 r. w sprawie warunków i trybu przeprowadzania przewodów doktorskich i habilitacyjnych, Dz. U. z 2004 r. Nr 65, poz. 596), wnosząc zatem do Rady Wydziału Inżynierii Materiałowej i Metalurgii Politechniki Śląskiej o dopuszczenie jej do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

Jednocześnie biorąc po uwagę wysoki poziom naukowy rozprawy, kompleksowość podejścia do rozwiązania problemu badawczego, oryginalność uzyskanych wyników wnosząc do Rady Wydziału Inżynierii Materiałowej i Metalurgii Politechniki Śląskiej o wyróżnienie rozprawy doktorskiej Pana mgr. inż. Bartosza Heknera.