

Katowice, dnia 14 września 2018r.

Dr hab. inż. Janusz Ćwiek, prof. nzw. PŚ
Wydział Transportu Politechniki Śląskiej
ul. Krasińskiego 8, 40-019 Katowice

REZENZJA

Rozprawy doktorskiej mgr inż. ADRIANA MOŚCICKIEGO
„Wpływ wodoru na naprężeniowe pękanie korozyjne stopów magnezu
z pierwiastkami ziem rzadkich”

Promotor: dr hab. inż. Maria SOZAŃSKA prof. nzw. PŚ
Promotor pomocniczy: dr Bartosz CHMIELA

Wykonana na podstawie uchwały Rady Wydziału Inżynierii Materiałowej i Metalurgii Politechniki Śląskiej z dnia 10 lipca 2018r. oraz pisma Dziekana Wydziału Inżynierii Materiałowej i Metalurgii z dnia 25 lipca 2018r.

1. Ogólna charakterystyka rozprawy

Rozprawa dotyczy zagadnienia naprężeniowego pękania korozyjnego wspomaganego wodorem stopów magnezu z pierwiastkami ziem rzadkich. Tematyka podjętych badań jest ważna i aktualna ze względu na wzrastające zastosowanie stopów magnezu w przemyśle lotniczym i samochodowym oraz bardzo dużą podatność stopów magnezu na niszczenie środowiskowe, które prawie zawsze zachodzi w obecności wodoru.

Rozprawa doktorska mgr inż. Adriana Mościckiego pt. „Wpływ wodoru na naprężeniowe pękanie korozyjne stopów magnezu z pierwiastkami ziem rzadkich” została przygotowana w układzie klasycznym, zawierającym: wprowadzenie, przegląd literatury, tezę i cele rozprawy, badania własne (w tym materiał do badań, metodykę badań, wyniki badań, analizę wyników, wnioski), literaturę. Rozprawa obejmuje 186 stron i 120 pozycji literatury, przy czym przegląd literatury stanowi ok. 21% objętości rozprawy.

W przeglądzie literatury Autor zwięźle przedstawił i omówił najważniejsze zagadnienia związane z tematyką rozprawy, tj. charakterystykę stopów magnezu, oddziaływanie wodoru ogólnie na metale oraz na stopy magnezu, w tym mechanizmy, według których może zachodzić naprężeniowe pękanie korozyjne w stopach magnezu, wpływ pierwiastków ziem rzadkich na naprężeniowe pękanie korozyjne, metody badań naprężeniowego pękania korozyjnego z udziałem i bez udziału zewnętrznych obciążeń mechanicznych, oraz badania fraktograficzne. Trafny wybór źródeł literaturowych oraz jasne i syntetyczne przedstawienie aktualnego stanu wiedzy dotyczącego niszczenia wodorowego stopów magnezu świadczy o bardzo dobrej znajomości tego zagadnienia przez Autora.

Analiza wyników badań i jej wszechstronność oraz wyciągnięte wnioski wskazują na dojrzałość naukową Autora rozprawy.

Rozprawa została starannie przygotowana pod względem językowym i edycyjnym, a użyta nomenklatura jest poprawna. Nieliczne zauważone błędy i nieściśłości wskazano w „Szczegółowej analizie rozprawy”.

2. Szczegółowa analiza rozprawy

Na podstawie przeprowadzonej analizy literatury oraz badań wstępnych Autor przedstawił następującą tezę rozprawy:

„Zastosowanie metod ilościowej oceny przełomów stopów magnezu z pierwiastkami ziem rzadkich umożliwi uzyskanie nowych, ilościowych informacji o roli czynników strukturalnych w procesie inicjacji i rozprzestrzeniania się mikropęknięć, istotnych z punktu widzenia polepszenia odporności na naprężeniowe pękanie korozyjne.”

Przyjęta teza, zdaniem recenzenta została postawiona prawidłowo i odnosi się do oryginalnego rozwiązania problemu naukowego polegającego na opracowaniu autorskiej procedury ilościowej oceny powierzchni przełomów po badaniach mechanicznych, charakteryzującej morfologię przełomów otrzymanych w wyniku procesów naprężeniowego pękania korozyjnego, oraz opisu mechanizmu naprężeniowego pękania korozyjnego w badanych stopach magnezu.

Dla udowodnienia przyjętej tezy i osiągnięcia założonych celów Autor przygotował i zrealizował plan badań własnych obejmujący:

- dobór materiału i metodyki badań,
- charakterystykę materiału w stanie wyjściowym,
- ekspozycję materiału na działanie środowiska korozyjnego bez udziału zewnętrznych obciążeń mechanicznych,
- badania odkształcania z małą prędkością (próba rozciągania),
- badania stężenia wodoru całkowitego w materiale,
- badania przełomów na SEM,
- analizę wyników badań,
- wnioski.

Przyjęty plan badań jest poprawny i adekwatny do postawionej tezy i założonych celów. Na podkreślenie zasługuje fakt, że wykonano badania we wszystkich możliwych wariantach niszczenia mechaniczno-korozyjnego i odniesiono je do wyników uzyskanych bez udziału środowiska korozyjnego (indeks kruchości wodorowej).

Stąd badania wykonano z udziałem i bez udziału zewnętrznych obciążeń mechanicznych oraz w następujących środowiskach:

- powietrzu,
- powietrzu po wcześniejszym nawodorowaniu w wodnym roztworze Na_2SO_4 (tzw. wewnętrzna kruchość wodorowa)
- wodnym roztworze Na_2SO_4 w warunkach obwodu otwartego,

- wodnym roztworze Na_2SO_4 przy polaryzacji katodowej (tzw. zewnętrzna kruchość wodorowa).

Wysoko oceniam również oryginalną metodykę ilościowej oceny powierzchni przełomów mającą na celu wyznaczenie ilościowych zależności pomiędzy parametrami ekspozycji badanych stopów oraz ich właściwościami mechanicznym, a parametrami morfologicznymi i stereologicznymi przełomów po ekspozycji na działanie środowiska korozyjnego. Ilościowa analiza pęknięć wtórnych na powierzchniach przełomów wymagała bardzo dużego nakładu pracy ze strony Autora.

Przeprowadzony przez Autora zakres badań wskazuje na jego szeroką wiedzę teoretyczną i umiejętności praktyczne z zakresu Inżynierii Materiałowej, a także umiejętność samodzielnego prowadzenia prac naukowych. Uzyskane wyniki badań znacząco poszerzyły stan wiedzy w zakresie niszczenia środowiskowego stopów magnezu.

Szczegółowa analiza treści rozprawy nasunęła recenzentowi następujące uwagi edycyjne i porządkowe, wątpliwości oraz pytania, nie mające jednak wpływu na jakość rozprawy i jej wysoką ocenę:

Rozdział 2. Przegląd literatury

- str. 6, w. 2 i str. 8, w. 1: gęstość wyrażono w kg/m^3 zamiast w Mg/m^3 ,
- str. 6, rys. 2.1: nie przetłumaczono nazw jednostek na język polski oraz należałoby podać źródło pierwotne rysunku (książka M.F. Ashby - Dobór materiałów w projektowaniu inżynierskim), a nie stronę internetową,
- str. 29, w. 3: „pogorszenie właściwości mechanicznych oraz plastycznych”, powinno być wytrzymałościowych oraz plastycznych,
- str. 32, rys. 2.17: nie opisano zmiennej na osi odciętych x,
- str. 33, tabela. 2.1: powinien być uściślony współczynnik dyfuzji, jako „współczynnik dyfuzji sieciowej”,
- str. 34, w. 15: przełomy dzieli się ze względu na drogę oraz mechanizm pęknięcia, a nie ze względu na „charakterystykę cech mikrostruktury przełomu” (powinno być morfologii),

Rozdział 4. Badania własne

- str. 47, tabela. 4.1: nie określono jakie pierwiastki wchodzi w skład pierwiastków ziem rzadkich (RE),
- str. 49, w. 9-10: dla zgrań „Akvizycję obrazów wykonano wykorzystując detektor elektronów wstecznie sprężyste rozproszonych (BSE)”, a dalej na str. 55-56 nie uzupełniono, że dla przełomów wykorzystano detektor elektronów wtórnych SE.
- str. 51, w. 17: czy obecnie można używać tlenku arsenu (III) - arseniku? Czy może lepiej nie pisać o tym w publikacjach?
- str. 54, w. 16: dlaczego zastosowano „nietypową” prędkość odkształcania podczas próby rozciągania, tj. $9 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ zamiast 10^{-6} s^{-1} ? Czy wynikało to z konstrukcji przekładni maszyny do SSRT?

- str. 109, w. 3 od dołu i rys.4.71c oraz str. 120 i rys. 4.85c: przełomy opisano jako kruche; zdaniem recenzenta można by je zakwalifikować jako quasi-tupliwe,
- str. 126 i rys.4.97, 4.99, 4.101, 4.103: dla stopu AE44 nie opisano charakteru przełomów po wariantach prób SSRT I-IV; należy jednak zauważyć, że przełomy te są trudne do opisanie,
- str. 155, rys.4.127 oraz str. 168 rys. 4.136: dla większej czytelności na wykresie słupkowym można było przedstawić wartości średnie z dwóch próbek; wartości parametrów dla pojedynczych próbek przedstawiono w tabelach 4.16, 4.18 i 4.20,
- str. 158, w. 6-22: na pytanie, czy wodór podczas prób zdażył się przemieścić w głąb próbki? można odpowiedzieć obliczając drogę dyfuzji wodoru ze wzoru $L = \sqrt{D \cdot t}$, znając współczynnik dyfuzji wodoru w magnezie oraz czas prób,
- str. 160, w. 16-17:” Mając na uwadze fakt, że zmierzone stężenie wodoru w stopach WE43 oraz WE54 miało niewielką wartość rzędu do 50 ppm-ów”; z rys. 4.128 widać, że wartość ta mieści się w zakresie 25-45 ppm; stężenie wodoru o wartości 50 ppm jest z punktu widzenia niszczenia wodorowego stężeniem wysokim,
- str. 166, w. 1: zamiast „(rys.3.135b)” powinno być rys. 4.134b,
- str. 178, wniosek nr 4: „...wskazują, że stop WE54, charakteryzujący się dodatkiem większej ilości pierwiastków ziem rzadkich, odznaczał się większą podatnością na naprężeniowe pękanie korozyjne niż stop WE43. Może to sugerować, że większe stężenie pierwiastków ziem rzadkich sprzyja rozwojowi naprężeniowego pękania korozyjnego w stopach”; z tabeli 4.1 na str. 47 wynika, że stop WE54 ma mniej dodatku RE niż stop WE43. Większą podatność na naprężeniowe pękanie korozyjne stopu WE54, w stosunku do WE43, należy tłumaczyć zatem większym udziałem wydzieleni faz, jak to opisano na str. 157, w. 7-10 „Natomiast dzielącą je różnicą był udział objętościowy wydzieleni faz obecnych w ich mikrostrukturze – w przypadku stopu WE43 wynosił on 0,68% natomiast w przypadku stopu WE54 było to 2,09%. Może to sugerować, że fazy te mają istotne znaczenie w kontekście podatności na naprężeniowe pękanie korozyjne tych stopów.”

Na tle uzyskanych wyników badań nasuwa się pytanie wymagające wyjaśnienia w dalszych badaniach lub komentarza ze strony Autora rozprawy – czy podczas prób rozciągania z małą prędkością odkształcania, w środowisku generującym wodór, w materiale tworzyły się kruche fazy wodorkowe? Może na to wskazywać obniżenie wytrzymałości na rozciąganie (rys. 4.136, 4.139, 4.142), co jest nietypowe dla kruchości wodorowej metali (dla magnezu widać to na rys. 2.17), a typowe dla odkształcania materiałów kruchych. Dodatkowo wokół pęknięć wtórnych widać obszary przełomu głównego o charakterze kruchym (rys. 4.13).

Autor nie stwierdził obecności wodorków w próbach bez udziału zewnętrznych obciążeń mechanicznych (str. 153, w. 16-21), natomiast jednoznacznie nie odniósł się do ich obecności w próbkach poddanych obciążeniom zewnętrznym.

3. Wnioski końcowe

Rozprawę doktorską mgr inż. Adriana Mościckiego „Wpływ wodoru na naprężeniowe pękanie korozyjne stopów magnezu z pierwiastkami ziem rzadkich” oceniam pozytywnie i wysoko oraz uważam, że wnosi ona znaczący wkład w poszerzenie wiedzy o niszczeniu wodorowym stopów magnezu.

Autor rozprawy wykazał się głęboką wiedzą teoretyczną z zakresu Inżynierii Materiałowej oraz samodzielnością w prowadzeniu badań naukowych, a także umiejętnością wykonania licznych badań z wykorzystaniem nowoczesnych metod.

Pan mgr inż. Adrian Mościcki jest także współautorem 6 publikacji opublikowanych w czasopiśmie naukowych (krajowych i międzynarodowych) oraz przedstawionych na konferencjach dla młodych naukowców.

Na tej podstawie uważam, że rozprawa doktorska spełnia ustawowe wymagania stawiane kandydatom do stopnia naukowego doktora (Ustawa o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki z dnia 14 marca 2003r. z późniejszymi zmianami) i wnoszę o dopuszczenie jej Autora, mgr inż. Adriana Mościckiego, do publicznej obrony pracy przed Radą Wydziału Inżynierii Materiałowej i Metalurgii Politechniki Śląskiej, a po pomyślnej jej obronie o nadanie mu stopnia naukowego doktora nauk technicznych w dyscyplinie Inżynieria Materiałowa. Biorąc pod uwagę bardzo wysoki poziom naukowy pracy doktorskiej wnoszę o wyróżnienie rozprawy.

