

**AGH****AKADEMIA GÓRNICZO-HUTNICZA****IM. STANISŁAWA STASZICA W KRAKOWIE****Wydział Inżynierii Metali i Informatyki Przemysłowej****Katedra Inżynierii Powierzchni i Analiz Materiałów****prof. dr hab. inż. Jan KUSIŃSKI, Emerytowany Prof. AGH**Biuro Rady Dyscypliny
Inżynieria Materiałowawpłynęło dnia 28.03.2021nr 21 zał.

Kraków, 2021-03-18

RECENZJA**pracy doktorskiej mgr inż. Doroty PASEK****pt. "Utlenianie stopu na osnowie fazy międzymetalicznej FeAl w powietrzu i parze wodnej"**
opracowana na zlecenie
Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa
Politechniki Śląskiej**1. Ogólna charakterystyka pracy**

Przedmiotem niniejszej recenzji jest praca doktorska mgr inż. Doroty Pasek pt. "Utlenianie stopu na osnowie fazy międzymetalicznej FeAl w powietrzu i parze wodnej", która została wykonana pod opieką Prof. dr hab. inż. Marii Sozańskiej z Politechniki Śląskiej.

Badania w ramach opiniowanej pracy doktorskiej zostały zrealizowane głównie w Katedrze Zaawansowanych Materiałów i Technologii (KZMiT) na Wydziale Inżynierii Materiałowej Politechniki Śląskiej, której kadra naukowa ma znaczący dorobek naukowy w zakresie badań stopów żaroodpornych i żarowytrzymałych, w szczególności stopów na osnowie fazy międzymetalicznej FeAl. Należy zauważyć, że tematyka opiniowanej pracy doktorskiej, dotyczącej analizy procesu utleniania w powietrzu i parze wodnej, w temperaturze 700°C, stopu Fe40Al5Cr0,2TiB po odlaniu i po przeróbce plastycznej, wpisuje się w problematykę Katedry ZMiT.

Objętość recenzowanej pracy obejmuje 209 stron (w tym: 154 rysunków: obrazów mikrostruktury i rozmieszczenia pierwiastków w mikroobszarze, wykresów i schematów, oraz 35 tablic, 150 pozycji literaturowych, jak również streszczeń w j. polskim i angielskim). Praca została opracowana w sposób charakterystyczny dla rozpraw doktorskich, tzn. można w niej wyróżnić dwie wydzielone części. Rozpoczyna ją spis treści, po czym przedstawiono wykaz skrótów i oznaczeń.

W pierwszej części - teoretycznej - (która stanowi ok. 25% objętości pracy), Doktorantka, w oparciu o wstępne badania własne oraz bogaty przegląd literatury, obejmujący charakterystykę stopów na osnowie fazy międzymetalicznej (stopy OFM) oraz zjawiska zachodzące podczas wysokotemperaturowej korozji tych stopów, sformułowała tezę, cel i zakres badań.

W szczególności w rozdziale pt.: *Charakterystyka stopów na osnowie fazy międzymetalicznej z układu Fe-Al*, (obejmującym 19 stron) dokonała analizy i przedstawiła:

- układ równowagi fazowej Fe-Al,
- rolę defektów w strukturze tych stopów OFM,
- wpływ składu chemicznego na właściwości stopów OFM,
- technologie wytwarzania stopów OFM i ich przeróbki plastycznej,
- praktyczne zastosowanie stopów OFM.

**Akademia Górniczo-Hutnicza, Wydział Inżynierii Metali i Informatyki Przemysłowej**
Katedra Inżynierii Powierzchni i Analiz Materiałów

al. A. Mickiewicza 30, 30-059 Kraków,

tel. +48 12 617 3344, fax: +48 12 617 2639

e-mail: kusinski@agh.edu.pl, www.agh.edu.pl

Z kolei w rozdziale pt.: "Zjawiska zachodzące podczas wysokotemperaturowego utleniania stopów na podstawie fazy międzymetalicznej z układu Fe-Al", obejmującym 13 stron, przedstawiła zagadnienia związane z:

- utlenianiem stopów metali,
- wpływem środowiska na właściwości stopów OFM,
- charakterystyką warstwy tlenkowej powstającej na stopach OFM,
- utlenianiem stopów OFM.

Ta część pracy kończy się rozdziałem, pt.: *Podsumowanie przeglądu literatury*, w którym Doktorantka, na podstawie analizy literatury oraz wstępnych badań własnych, doświadczeń i obserwacji stwierdza, że w dostępnej literaturze brak jest informacji na temat kinetyki procesu korozyjnego stopu Fe₄₀Al₅Cr_{0,2}TiB po krystalizacji oraz po przeróbce plastycznej w środowisku powietrza oraz pary wodnej.

Na podstawie przeglądu literaturowego oraz wyników wstępnych badań własnych Doktorantka sformułowała tezę oraz określiła cel i zakres badań.

W pracy doktorskiej mgr inż. D. Pasek stara się udowodnić następującą tezę:

Kinetyka korozji i struktura warstwy tlenkowej powstałej podczas utleniania stopu Fe₄₀Al₅Cr_{0,2}TiB w atmosferze powietrza i pary wodnej w temperaturze 700°C zależą od sposobu wytworzenia materiału (odlewanie, przeróbka plastyczna) oraz od środowiska korozyjnego, natomiast skład fazowy warstwy utlenionej nie jest zależny od środowiska utleniania oraz od sposobu wytworzenia materiału.

Celem naukowym opiniowanej pracy doktorskiej był opis zjawisk fizykochemicznych (określenie kinetyki utleniania, analiza struktury, składu chemicznego oraz fazowego produktów korozji, jak również szczegółowa identyfikacja tlenków) zachodzących w stopie Fe₄₀Al₅Cr_{0,2}TiB w stanach po odlaniu i po przeróbce plastycznej, w warunkach oddziaływania powietrza i pary wodnej w temperaturze 700°C.

Stwierdzam, że zamieszczona w pracy teza jest oryginalna i nie znajduje podobieństwa do znanych mi rozwiązań przedstawianych w literaturze specjalistycznej.

W części drugiej - eksperymentalnej, stanowiącej ok. 75% objętości pracy, Doktorantka w kolejnych rozdziałach: *Badania własne, Materiał do badań i metodyka badawcza, Wyniki badań, Analiza otrzymanych wyników, oraz Wnioski* przedstawiła sposób przygotowania materiału badań (wytapianie stopu, wyżarzania, przeróbki plastycznej i przygotowania próbek do badań) i szczegółowo omówiła metodykę i realizację badań oraz otrzymane wyniki, ich analizę i wnioski. Pracę kończy wykaz literatury oraz streszczenia w j. polskim i w j. angielskim.

Zakres prac mających na celu udowodnienie tezy oraz realizację założonego celu pracy obejmował:

- przygotowanie próbek do badań wraz z jakościową i ilościową oceną mikrostruktury stopu, w tym wielkości i rozkład wielkości ziarna (średnie pole powierzchni ziaren), średnic Fereta, współczynnika kształtu;
- badania utleniania w powietrzu i w parze wodnej w temperaturze 700°C próbek o zróżnicowanej mikrostrukturze, w celu wyznaczenia kinetyki korozji i określenia odporności na utlenianie w zależności od mikrostruktury stopu;
- analizę struktury stopu Fe₄₀Al₅Cr_{0,2}TiB oraz warstwy tlenkowej na powierzchni i na przekroju poprzecznym utlenianych próbek, dla określenia morfologii, składu chemicznego i fazowego produktów utleniania oraz warstwy przypowierzchniowej;
- Analizę otrzymanych wyników, w celu określenia mechanizmu (opracowania modelu) utleniania badanego stopu w parze wodnej oraz powietrzu.

Na uwagę zasługuje wiele nowoczesnych technik i metod badawczych zastosowanych w celu kompleksowej analizy struktury, składu chemicznego i fazowego próbek przed i po procesie utleniania, w tym takie jak:

mikroskopia świetlna, metalografia ilościowa, elektronowa mikroskopia skaningowa wraz z mikroanalizą rentgenowską, dyfrakcja elektronów wstecznie sprężyste rozproszonych, rentgenowska analiza fazowa, elektronowa mikroskopia transmisyjna wraz z mikroanalizą rentgenowską, analiza termiczna różnicowa, mikroskopia konfokalna oraz profilometr optyczny.

2. Szczegółowa analiza rozprawy

W swojej opinii recenzent stara się odpowiedzieć na następujące pytania:

- Czy doktorantka dysponuje aktualną wiedzą w zakresie prowadzonych badań dotyczących rozprawy?
- Czy badania doprowadziły do rozwoju wiedzy w obszarze tematyki doktoratu?
- Czy w badaniach zostały zastosowane właściwe metody badawcze oraz czy opisy doświadczeń są prawidłowe i wystarczające?
- Czy interpretacja uzyskanych wyników odpowiada aktualnemu stanowi wiedzy?

2.1. Ocena wiedzy doktorantki w zakresie problematyki rozprawy doktorskiej

W recenzowanej pracy przedstawiono wyniki badań utleniania w temperaturze 700°C, w powietrzu i parze wodnej, stopu Fe40Al5Cr0,2TiB w stanie po odlaniu i po przeróbce plastycznej. Mgr inż. Dorota Pasek, w części pierwszej - teoretycznej, szczegółowo omówiła zagadnienia dotyczące charakterystyki stopów na podstawie fazy międzymetalicznej Fe-Al, przedstawiając: układ równowagi fazowej Fe-Al, rolę defektów w strukturze tych stopów, wpływ składu chemicznego na ich właściwości, technologie wytwarzania stopów i przeróbki plastycznej, oraz praktyczne ich zastosowanie. Szeroko omówiła również zjawiska zachodzące podczas wysokotemperaturowego utleniania stopów na podstawie fazy międzymetalicznej z układu Fe-Al, w tym związane z wpływem środowiska na właściwości tych stopów oraz budowę warstwy tlenkowej. Ta część rozprawy została dobrze opracowana. Jest ona bogato ilustrowana obrazami struktury, schematami i rysunkami poglądowymi.

Moja bardzo pozytywna ocena odnosi się zarówno do organizacji tekstu, jak również języka. Pomocne w tym są dobrze dobrane i pod względem technicznym bardzo dobrze wykonane ilustracje. Opracowanie części teoretycznej świadczy o bogatej i usystematyzowanej wiedzy Doktorantki w zakresie tematyki pracy i stosowanych metod badawczych. W opinii recenzenta jest to bardzo poprawna i wnikliwie przeprowadzona analiza stanu dotychczasowej wiedzy dotyczącej opracowywanego zagadnienia. Doktorantka przeprowadziła krytyczną analizę najistotniejszych dla pracy pozycji literatury (autorów krajowych i zagranicznych oraz publikowanych przez naukowców z Pol. Śląskiej, w tym opracowań z Jej własnym udziałem). Cytowana - bogata literatura (zarówno z lat siedemdziesiątych ubiegłego wieku, jak i aktualna z lat 2000-ych dowodzi o dogłębnym poznaniu przez mgr inż. Dorotę Pasek problematyki związanej wysokotemperaturowym utlenianiem stopów na bazie FeAl oraz potwierdza aktualność tematyki rozprawy. Wnioski podane w pracy są odzwierciedleniem wykonanych prac badawczych i uzyskanych wyników oraz logicznie wynikają z ich dyskusji.

W tekście tej części rozprawy dostrzeżono nieliczne usterki redakcyjne, które zaznaczono w dostarczonym do recenzji oryginale. Jedyna uwaga, która dotycząca tego fragmentu opracowania związana jest zdaniem recenzenta z pewną nieścisłością:

Na stronie 36², jest zdanie: " Korozja gazowa jest na ogół typem korozji równomiernej, to znaczy zachodzi jednakowo na całej powierzchni, z wytworzeniem warstwy produktów posiadającej jednakową grubość na całym obszarze podlegającym korozji".

Uwaga recenzenta: W tego typu korozji mamy również do czynienia ze zjawiskiem wewnętrznego utleniania, oraz korozji wzdłuż granic ziaren (często widoczne są tzw. "kliny dyfuzji", związane z większą wartością współczynnika dyfuzji wzdłuż granic ziaren niż dyfuzji objętościowej).

Po analizie tej części rozprawy doktorskiej, recenzent nie ma wątpliwości, że Doktorantka dysponuje bogatą wiedzą w zakresie korozji wysokotemperaturowej, zwłaszcza tej dotyczącej stopów na podstawie fazy międzymetalicznej z układu Fe-Al. W opinii Recenzenta, opracowanie części teoretycznej świadczy o dużej dojrzałości naukowej Doktorantki i o dobrym rozeznaniu przez Nią stanu zagadnienia będącego przedmiotem opiniowanej rozprawy doktorskiej.

Na zakończenie tej części pracy Doktorantka przedstawiła podsumowanie. Analiza ta stanowiła podstawę dla sformułowania tezy, określenia problematyki badawczej, celu pracy oraz dla opracowania merytorycznych i metodyki badawczej.

Na podstawie przeglądu literaturowego oraz wyników wstępnych badań własnych

sformułowano tezę pracy:

Kinetyka korozji i struktura warstwy tlenkowej powstałej podczas utleniania stopu Fe40Al5Cr0,2TiB w atmosferze powietrza i pary wodnej w temperaturze 700°C zależą od sposobu wytworzenia materiału (odlewanie, przeróbka plastyczna) oraz od środowiska korozyjnego, natomiast skład fazowy warstwy utlenionej nie jest zależny od środowiska utleniania oraz od sposobu wytworzenia materiału,

którą stara się udowodnić poprzez przeprowadzenie serii dobrze dobranych eksperymentów i badań.

Cel pracy doktorskiej został sformułowany poprawnie i jednoznacznie. Istotą rozprawy jest opis zjawisk fizykochemicznych (kinetyka utleniania, określenie struktury, składu chemicznego oraz fazowego produktów korozji, szczegółowa identyfikacja tlenków) zachodzących w stopie Fe40Al5Cr0,2TiB w warunkach oddziaływania powietrza i pary wodnej w temperaturze 700°C.

2.2. Rozwój wiedzy będący wynikiem badań prowadzonych w ramach pracy doktorskiej

Stopy, których osnowę stanowią fazy międzymetaliczne z układów Fe-Al, Ni-Al oraz Ti-Al, są materiałami konstrukcyjnymi nowej generacji, cechującymi się niższą gęstością oraz relatywnie niższą ceną składników wykorzystywanych do ich wytwarzania. Efektem rosnącego zainteresowania środowiska naukowego stopami na osnowie faz międzymetalicznych są liczne publikacje z tego zakresu, zamieszczane w prestiżowych czasopismach specjalistycznych. Wśród nich, ze względu na unikalne właściwości fizykochemiczne (m. innymi: wysoka żaroodporność i żarowytrzymałość), stopy na osnowie fazy międzymetalicznej z układu Fe-Al, stanowią grupę materiałów konstrukcyjnych, intensywnie badanych na całym świecie już od ubiegłego wieku.

W wyniku starannej analizy literatury Doktorantka dochodzi do przekonania, że istnieją tylko nieliczne prace związane z utlenianiem stopów na osnowie fazy międzymetalicznej FeAl w temperaturze 700°C, w których dokonano charakterystyki powstałych produktów korozji. Ponadto, proces utleniania prowadzono w relatywnie krótkim czasie, do 500 godzin. To stwierdzenie skłoniło Doktorantkę do przeprowadzenia badań wysokotemperaturowej (w 700°C) korozji stopu Fe40Al5Cr0,2TiB o zróżnicowanej strukturze (w stanie po odlaniu i po przeróbce plastycznej) dla długich czasów utleniania (2000 h). Ponadto, ze względu na potencjalne zastosowanie stopów, badania prowadzono w dwóch różnych atmosferach, w środowisku powietrza i pary wodnej. Tym samym stwierdzam, że cel pracy doktorskiej mgr inż. Doroty Pasek wpisuje się w nurt poszukiwań nowych rozwiązań materiałowych, które w tym przypadku dotyczą analizy procesu korozji wysokotemperaturowej stopu na osnowie fazy międzymetalicznej FeAl. Dla jego zrealizowania wykonano szereg dobrze zaplanowanych, praco- i czasochłonnych eksperymentów, w szczególności:

- określono kinetykę utleniania stopu Fe40Al5Cr0,2TiB odlanego i przerobionego plastycznie, w środowisku powietrza i pary wodnej w temperaturze 700°C,
- opisano w sposób ilościowy i jakościowy mikrostrukturę stopu Fe40Al5Cr0,2TiB przed i po procesie utleniania,
- dokonano analizy struktury, składu chemicznego oraz fazowego produktów utleniania wraz z charakterystyką ilościową powierzchni warstwy utlenionej w zależności od parametrów procesu utleniania,
- opracowano modelowy opis utleniania stopu Fe40Al5Cr0,2TiB w warunkach oddziaływania powietrza i pary wodnej o ciśnieniu atmosferycznym w temperaturze 700°C i w czasie do 2000 godzin.

Recenzowana praca doktorska kończy się omówieniem wyników przeprowadzonych badań i ich dyskusją, oraz wnioskami. Po szczegółowej analizie treści rozprawy, w części dotyczącej omówienia wyników badań własnych ich dyskusji, zauważono wiele usterek redakcyjnych, które zaznaczono w recenzowanym egzemplarzu rozprawy i nasunęło się recenzentowi kilka uwag krytycznych, wątpliwości i pytań, w tym:

- **Na stronie 76¹², jest określenie:** ...ziaren o regularnym gładkim kształcie...., Pytanie: Co Doktorantka poprzez takie określenie rozumie?
- **Na stronie 77₂:** Stwierdzenie: ...występowanie siatki dyslokacyjnej....., Sugestia recenzenta: .. dużą gęstość dyslokacji w postaci tzw. siatki dyslokacyjnej,

- **Na stronie 78¹**, Stwierdzenie:..., że wydzielenie to tytan, Sugestia recenzenta:..., że wydzielenie to zawiera głównie tytan
- **Na stronie 120¹², Pytanie:** Czym Doktorantka tłumaczy takie różnice chropowatości dla próbek po odlaniu i dla materiału przerobionego plastycznie?
- **Na rysunkach 6.3.4.12 - 16** występują wyraźne, zlokalizowane, zmiany chropowatości. Pytanie: Z czego one wynikają?
- **Na stronie 143⁹**, Stwierdzenie: ... wielkości i kształtu orientacji krystalograficznej ziaren..., Pytanie: Co Doktorantka poprzez takie określenie: ...kształtu orientacji,,, rozumie?
- **Rysunki 6.3.8.2 - 5**, Sugestia: Dobrze jest, jeżeli na dyfraktogramach, oprócz fazy, przypisuje się poszczególnym pikom wskaźniki płaszczyzn, do których te piki należą!
- **Rysunek 6.3.9.11**, Powinno być: **nie w kierunku a w orientacji**: ...symulacja komputerowa dyfrakcji elektronowej fazy FeAl w orientacji [011]; Ponadto, stosunek długości wektorów $\langle 011 \rangle / \langle 100 \rangle$ na obrazie przedstawiającym symulację wynosi $\sim 1,6$ a powinien wynosić $\sim 1,414$!
- **Na stronie 167²**, Stwierdzenie:.....ma dwuczęściową budowę..., Uwaga recenzenta: W Inżynierii Powierzchni warstwa dzieli się na strefy a nie części! Sugerowałbym zatem, aby również w opisie na Str.168⁴ stosować pojęcie Strefa a nie części!
- **Rysunek 6.3.9.16**, Podpis rysunku: Analiza względnego stężenia pierwiastków wzdłuż linii warstwy tlenkowej i podłoża stopu Fe₄₀Al₅Cr_{0,2}TiB po przeróbce plastycznej, utlenianego w środowisku pary wodnej, wykonana techniką dyspersji energii charakterystycznego promieniowania rentgenowskiego (EDS).
- **Uwaga recenzenta:** Rysunek składa się z części a i b. To powinno być zaznaczone na rysunku. W związku z tym sugerowałbym, aby podpis taki brzmiał: Analiza względnego, liniowego, stężenia pierwiastków w warstwie tlenkowej i podłoża stopu-PP, utlenianego w środowisku pary wodnej wykonana techniką EDS; a - obraz SEM z zaznaczoną linią analizy, b - zmiany liniowego stężenia Fe, Al i O w warstwie tlenku.
- **Uwaga recenzenta:** Doktorantka w całej pracy stosuje opis: ... stopu Fe₄₀Al₅Cr_{0,2}TiB po przeróbce plastycznej, lub ... stopu Fe₄₀Al₅Cr_{0,2}TiB odlanego.... Uważam, że skoro mamy wykaz oznaczeń i skrótów należy skróty stosować! Wielokrotnie recenzenci publikacji z renomowanych czasopism zwracają na to uwagę! Ponieważ wiadomo, że badany jest jedynie stop Fe₄₀Al₅Cr_{0,2}TiB, tym samym sugeruję, aby pisać w zależności od kontekstu: stopu - PP lub stopu - O. Również dla utleniania w powietrzu i parze wodnej zastosowałbym skróty, jakie - to zostawiam do przemyślenia Doktorantce! Dotyczy to m. innymi jeszcze często powtarzanych określeń: *utlenianego w środowisku pary wodnej* oraz *utlenianego w środowisku powietrza*
- **Na stronie 171¹**, Stwierdzenie:..... wyniki badania stężenia względnego pierwiastków z powierzchni przekroju poprzecznego utlenianej próbki (*mapping*)....., Sugestia recenzenta: Na rys. 6.3.9.18 przedstawiono mapy rozmieszczenia pierwiastków na przekroju poprzecznym utlenianej próbki.
- **Ponadto, zdanie:** Potwierdzono, że obszar o ciemniejszym zabarwieniu w stosunku do warstwy tlenkowej to nieciągłość warstwy w postaci pustki, natomiast obszar jaśniejszy w stosunku do warstwy tlenkowej (rys. 6.3.19) składa się z tlenu i aluminium co wskazuje na to, że może to być tlenek aluminium o odmiennej **budowie sieci** krystalicznej w stosunku do pozostałej części zgorzeliny, jest zbyt długie, proponuję rozbić na dwa:
- Potwierdzono, że obszar(strefa!) o ciemniejszym zabarwieniu w stosunku do warstwy tlenkowej to nieciągłość warstwy w postaci pustki. Natomiast obszar jaśniejszy w stosunku do warstwy tlenkowej (rys. 6.3.19) składa się z tlenu i aluminium co wskazuje na to, że może to być tlenek aluminium o odmiennej strukturze krystalicznej w stosunku do pozostałej części zgorzeliny.
- **Rys. 6.3.9.18-19 i inne:** Sugestia recenzenta: Obraz STEM-HAADF przekroju poprzecznego próbki stopu - PP (UPW) oraz mapy rozmieszczenia O, Al i Fe. W tym przypadku: ...stopu - PP (UPW)... oznacza: stopu Fe₄₀Al₅Cr_{0,2}TiB po przeróbce plastycznej utlenianego w parze wodnej w temperaturze 700°C przez 2000h. W moim mniemaniu, krócej i wszystko wiadomo, to wynika z części opisującej prowadzone eksperymenty.
- **Na stronie 172¹²**, Recenzent nie bardzo rozumie sens tego długiego zdania: Rysunek 6.3.9.21 a przedstawia kryształy o budowie kolumnowej, których wzrost odbywał się na powierzchni stopu Fe₄₀Al₅Cr_{0,2}TiB, podczas gdy na rys. 6.3.9.21 b widoczne są kryształy tlenku aluminium, których wzrost frontu przemiany

ukierunkowany jest dordzeniowo, przebiegający poniżej linii pierwotnej granicy styku materiału podłoża ze środowiskiem utleniającym.

- **Rys. 6.3.9.21.** W podpisie pod rysunkiem, jest: .. w kierunku..., powinno być; ... w orientacji...
- **Na stronie 175⁸, Fragment zdania:** ... w wyniku czego zwiększa się udział granic ziaren...., powinien raczej brzmieć:w wyniku czego zwiększa się udział defektów (dyslokacji i granic ziaren)....,

Również w tej części rozprawy dostrzeżono usterki redakcyjne, które zaznaczono w dostarczonym do recenzji oryginale. Nie zmieniają jednak one mojej pozytywnej opinii o poziomie naukowym opracowania.

Po zapoznaniu się z rozprawą doktorską stwierdzam, że zagadnienie opracowane przez Doktorantkę odpowiada aktualnym kierunkom badawczym w zakresie wysokotemperaturowego utleniania stopów (w tym faz międzymetalicznych) z uwagi na fakt, że w ostatnich latach podejmowane są badania nad polepszaniem własności użytkowych materiałów stosowanych w energetyce, co spowodowane jest rosnącymi wymaganiami przemysłu odnośnie trwałości i niezawodności maszyn pracujących niekiedy w niezwykle trudnych warunkach. Ponadto, dąży się do podniesienia sprawności tych urządzeń, co z kolei wiąże się z podwyższeniem temperatury ich pracy. Sprostanie tym wymaganiom możliwe jest poprzez zastosowanie nowoczesnych, odpowiednio skomponowanych materiałów (ich składu chemicznego i struktury). Z tego też względu tematyka związana ze stopami na bazie fazy międzymetalicznej FeAl oraz ich utlenianiem cieszy się dużym zainteresowaniem badaczy.

Tym samym stwierdzam, że realizacja zadań badawczych, jakie złożyły się na ocenianą pracę doktorską dostarczyła szereg istotnych informacji, o charakterze poznawczym i metodycznym. Uzyskane rezultaty są użyteczne i powinny znaleźć zastosowanie w praktyce przemysłowej. Pragnę podkreślić, że praca doktorska mgr inż. Doroty Pasek zawiera szereg istotnych i interesujących wyników wnoszących zauważalny wkład w rozwój inżynierii materiałowej w obszarze wiedzy dotyczącej stopów na osnowie faz międzymetalicznych.

2.3. Zastosowane metody badawcze oraz opis przeprowadzanych eksperymentów

Dla charakteryzacji struktury i składu fazowego Doktorantka zastosowała szereg technik badawczych w tym: mikroskopię świetlną, metalografię ilościową, skaningową i transmisyjną (w tym STEM oraz HREM) mikroskopię elektronową z mikroanalizą składu chemicznego z zastosowaniem techniki EDS, rentgenowską analizę fazową i dyfrakcję elektronów, dyfrakcja elektronów wstecznie sprężyste rozproszonych (EBSD), analizę termiczną różnicową, mikroskopię konfokalną oraz profilometr optyczny. Do przygotowania próbek do badań za pomocą TEM zastosowano technikę FIB. Zastosowanie różnych metod badawczych pozwoliło mgr inż. D. Pasek na szczegółową analizę mikrostruktury, składu chemicznego i fazowego materiału w stanie wyjściowym (po odlewaniu i po przeróbce plastycznej) oraz po testach wysokotemperaturowego utleniania w temp. 700 °C przez 2000 h. Pomimo uwag zawartych w recenzji, uważam, że sposób przeprowadzenia doświadczeń, analizy produktów korozji, opracowania i dyskusji wyników jest na bardzo dobrym poziomie! Z postawionego zadania Doktorantka wywiązała się bardzo dobrze. Uważam, że sposób przeprowadzenia doświadczeń i opracowania ich wyników zasługują na uznanie. Stwierdzam, że cel badawczy został osiągnięty a teza udowodniona.

Doktorantka, wyniki badań przedstawiła również w publikacjach i prezentacjach na konferencjach i seminariach.

2.4. Jakość interpretacji uzyskanych wyników

Praca została napisana w sposób zrozumiały i przejrzysty. Bardzo dobry jest, zamieszczony w pracy, materiał ilustracyjny, który ułatwia zrozumienie omawianych w tekście problemów. Liczba rysunków, schematów, tablic oraz wykresów jest odpowiednia dla wyjaśnienia omawianych zagadnień. Układ rozprawy, typowy dla tego typu prac, jest logiczny i przejrzysty. Wyniki badań są na bieżąco dyskutowane. Wnioski podane w pracy są odzwierciedleniem wykonanych prac badawczych. Dostrzeżone usterki, które przedstawiono w poprzednich rozdziałach recenzji, w niczym nie podważają wartości merytorycznej pracy, prawidłowości i celowości przeprowadzonych badań oraz uzyskanych wyników i ich ogólnej interpretacji i nie mają wpływu na moją, bardzo pozytywną, opinię o poziomie naukowym ocenianej rozprawy. Powinny one stanowić dla Doktorantki istotne

wskazówki w dalszej pracy naukowej. Cennym zakończeniem pracy jest wskazanie na stronie 196 celowości i kierunków dalszych badań, które zdaniem Doktorantki powinny dotyczyć (cytuje):

- poznania początkowych aspektów tworzenia się warstwy tlenkowej – badania struktury, składu chemicznego i fazowego warstwy tlenkowej po 50 i 100 godzinach utleniania;
- określenia etapów rozwoju oraz właściwości warstwy tlenkowej po znacznie dłuższym czasie utleniania w powietrzu i parze wodnej, różniącym się o jeden lub dwa rzędy wielkości, ze względu na potencjalne możliwości zastosowania, np. w przemyśle energetycznym.
- określenia wpływu utleniania w parze wodnej na zjawisko kruchości wodorowej.

Uwzględniając poziom naukowy recenzowanej pracy doktorskiej, jej zauważalne zalety uważam iż spełnia ona, w stopniu wyróżniającym, wymagania stawiane pracom doktorskim.

3. Wniosek końcowy

Mgr inż. Dorota Pasek w swojej pracy doktorskiej przedstawiła wyniki analizy procesu utleniania w powietrzu i parze wodnej w temperaturze 700°C stopu $\text{Fe}_{40}\text{Al}_{5}\text{Cr}_{0,2}\text{TiB}$ po odlaniu i po przeróbce plastycznej.

Cel i teza opiniowanej pracy doktorskiej zostały sformułowane poprawnie i jednoznacznie. Dla wykazania słuszności postawionej tezy wykonano szereg prac- i czasochłonnych eksperymentów i analiz z zastosowaniem nowoczesnych technik badawczych. Zamieszczona w pracy teza jest oryginalna i nie znajduje podobieństwa do znanych mi rozwiązań przedstawianych w literaturze specjalistycznej. Uzyskane rezultaty są użyteczne i powinny znaleźć zastosowanie w praktyce przemysłowej.

Rozwiązanie problemu badawczego wymagało od Doktorantki wiedzy podstawowej dotyczącej stopów na ośniewie fazy międzymetalicznej FeAl , umiejętności eksperymentalnych w zakresie przygotowania materiału do badań, przeprowadzenia testów wysokotemperaturowego utleniania w atmosferze powietrza i pary wodnej oraz technik badawczych (SEM, TEM, STEM, HREM) pozwalających określić ich strukturę, skład chemiczny i fazowy warstwy tworzących się tlenków.

Biorąc pod uwagę wszystkie elementy mojej oceny stwierdzam, że recenzowana rozprawa doktorska stanowi istotny wkład do wyjaśnienia procesu korozji wysokotemperaturowej stopu $\text{Fe}_{40}\text{Al}_{5}\text{Cr}_{0,2}\text{TiB}$. Recenzowaną rozprawę doktorską oceniam jako wyróżniającą się, ze względu na staranność i jakość opracowania, jak również na jej tematykę bardzo istotną m. innymi dla rozwoju lotnictwa, energetyki oraz inżynierii powierzchni. W opinii recenzenta, zamierzony cel pracy został osiągnięty a teza udowodniona!

Tym samym uważam, że rozprawa doktorska spełnia ustawowe wymagania stawiane kandydatom do stopnia doktora, określone ustawą o stopniach i tytułach naukowych - Ustawa z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce - Dz. U. 2018 r., poz. 1668. Na tej podstawie wnioskuję do Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Śląskiej w Katowicach o nadanie mgr inż. Dorocie Pasek stopnia doktora w dziedzinie nauk technicznych, w dyscyplinie inżynieria materiałowa.

