

Rzeszów, 1 lipca 2024 r.

Dr hab. inż. Maciej Motyka, prof. ucz.
Katedra Nauki o Materiałach
Wydział Budowy Maszyn i Lotnictwa
Politechnika Rzeszowska
Al. Powstańców Warszawy 12
35-959 Rzeszów

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr. inż. Goftila Gudeta SIRATA

pt.: *Influence of combined relaxation, creeping and low-cycle fatigue on the final durability and structure of material*

przygotowanej pod kierunkiem dr. hab. inż. Krzysztofa Waclawiaka
oraz dr. inż. Grzegorza Junaka

Podstawa opracowania

Recenzja została wykonana na zlecenie Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Śląskiej – pismo z dnia 28.05.2024 r. (RDIMa.512.1.2024 RM).

Podstawa prawna – art. 187 Ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. *Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce* (z późn. zm.).

Problematyka i cele pracy

Kompozyty stanowią ważną grupę nowoczesnych i zaawansowanych materiałów inżynierskich. Ich rozwój w dużym stopniu jest determinowany przez tendencję zmniejszania masy elementów konstrukcji – szczególnie pojazdów samochodowych i statków powietrznych. Mimo niewątpliwej dominacji w technice kompozytów o osnowie polimerowej (*PMC – Polymer Matrix Composites*), kompozyty o osnowie metalicznej (*MMC – Metallic Matrix Composites*) znajdują coraz większe zastosowanie, wypierając metale czy ich stopy. Dotyczy to głównie metali o małej gęstości, najczęściej wybieranych na osnowę kompozytów MMC. Kompozyty o osnowie aluminiowej czy magnezowej wzmocnione są najczęściej cząstkami ceramicznymi – jak tlenki, węgliki czy węgiel w różnej postaci, np. nanorurek. Dobór składników kompozytu, ich postać oraz objętość względna determinują jego właściwości użytkowe, często ograniczane do wytrzymałości doraźnej oraz odporności na ścieranie. Specyfika pracy elementów konstrukcji wymusza niejednokrotnie konieczność poszerzania spektrum określanych cech materiału i uwzględnienia np. jego trwałości w warunkach cyklicznie zmiennej temperatury i obciążenia mechanicznego. Ten aspekt, mogłoby się wydawać, jest dość dobrze poznany w przypadku materiałów metalicznych,



jednak opracowane charakterystyki pełzania czy zmęczenia metali stanowiących osnowę kompozytów okazują się niewystarczające dla opisu tych zjawisk w materiałach hybrydowych. Rozprawa doktorska mgr. inż. Goftila Sirata dobrze wpisuje się w tę tematykę, którą bez wątplenia można uznać za aktualną.

Przedstawiona do recenzji dysertacja dotyczy zagadnień charakteryzowania mikrostruktury i właściwości mechanicznych kompozytu MMC o osnowie stopu z układu Al-Si, wzmacnianego cząstkami węgla krzemu – Al-Si/SiC_p. O ile badania kompozytów MMC są ciągle rozwijane i zaliczane są do trendów współczesnej inżynierii materiałowej, to sama koncepcja wzmacniania Al i ich stopów (w tym Al-Si) cząstkami SiC nie należy do nowatorskich – kompleksowe badania w tym zakresie prowadzono już kilkanaście lat temu (np. <https://doi.org/10.1007/s43207-022-00242-9> czy <https://doi.org/10.1007/s11249-011-9819-1>). Niemniej jednak, aspekty badawcze poruszone w rozprawie Pana Goftila Sirata można uznać za oryginalne, dlatego nie podważam zasadności ich podjęcia.

W pracy dokonano oceny wpływu oddziaływania złożonego obciążenia mechanicznego i cieplnego na trwałość kompozytu Al-Si/SiC_p. Przeprowadzono badania właściwości mechanicznych w temperaturze pokojowej i podwyższonej, mikroskopowe oraz fraktograficzne. Przyjęty plan badań i dobór metod instrumentalnych uznaję za adekwatny do podjętej problematyki badawczej. Uważam, że praca stanowi rozwiązanie konkretnego problemu naukowego w obszarze inżynierii materiałowej, rozszerzając wiedzę z zakresu kształtowania makrostruktury i właściwości mechanicznych kompozytów MMC.

Charakterystyka i ocena rozprawy

Opiniowana rozprawa doktorska mgr. inż. Goftila Sirata stanowi zwarte opracowanie naukowe. Jej tytuł: *Influence of combined relaxation, creeping and low-cycle fatigue on the final durability and structure of material* jest zbyt ogólny – nie oddaje jednak istoty przeprowadzonych badań przez brak nawiązania do konkretnej grupy materiałów – tj. kompozytów MMC. Treść pracy podzielono na 7 rozdziałów, nie licząc abstraktów, podziękowań, list rysunków i tabel, słownika skrótów, bibliografii i załączników. Opracowanie liczy 124 stron – zawiera 62 rysunki i 5 tablic, a także wykaz materiałów źródłowych (*References*) liczący 211 pozycji.

Rodział 1. *Introduction* spełnia swoją rolę, przedstawiając podstawowe zagadnienia z zakresu klasyfikacji i ogólnej charakterystyki materiałów kompozytowych. Na jego początku (str. 2), przedstawiono autorski – sądząc po braku odniesień do literatury – opis materiałów tradycyjnych i zaawansowanych. Nie jest dla mnie do końca zrozumiały, dlatego prosiłbym o podanie przyjętych kryteriów takiego podziału. W dalszej części pracy przedstawiono natomiast kryteria klasyfikacji kompozytów, jednak w sposób budzący wątpliwości – nie mogę zgodzić się z Autorem, że włókno (długie lub krótkie) czy cząstka to „reinforcement material” – zdecydowanie jest to postać wzmocnienia „reinforcement form” (rys. 1). Również polemizowałbym ze stwierdzeniem, że

”Ceramic Matrix Composites are nonmetallic materials” (str. 4) – a co w przypadku gdy wzmocnienie jest wykonane z metalu? Natomiast, co do samej osnowy, to sformułowanie „The matrix in MMCs is a metal such as aluminum, magnesium, or titanium” (str. 5) jest zbyt ogólne – pominięto stopy tych metali. Uzupełnienia wymaga również klasyfikacja kompozytów MMC według ich wzmocnienia – rys. 3, str. 7 – krótkie włókna mogą być uporządkowane lub nie. Ogólny opis kompozytów uzupełniają bardzo lakoniczne informacje na temat zjawisk relaksacji, pełzania i zmęczenia – istotnych dla podjętej tematyki badawczej. Mimo to stwierdzam, że Autor w tym rozdziale uwzględnił większość zagadnień dotyczących tematyki rozprawy, bardziej je sygnalizując niż omawiając, jak ma to zwykle miejsce w przypadku klasycznego przeglądu literatury (któremu w tej pracy poświęcono rozdział 3).

Rozdział 2. *Research aims and objectives* przedstawiono główne cele pracy. Najważniejszym było zbadanie wpływu zjawisk pełzania, relaksacji i zmęczenia na trwałość w podwyższonej temperaturze kompozytów AlSi/SiCp. Budzi to moją wątpliwość, bo jak sam Autor twierdzi „Even though AlSi alloys and AlSi composite have good mechanical properties and are employed in manufacturing light mechanical structures, their mechanical properties deteriorate at elevated temperatures” (str. 10). Czy należy rozumieć, że spodziewał się poprawy tych właściwości dzięki obecności cząstek SiC? – prosiłbym o komentarz w tej kwestii. Niezależnie od sposobu przedstawienia założeń pracy, uszczegółowienie celów badawczych w zakresie sporządzenia charakterystyki – oddzielnie materiału osnowy i kompozytu – wydaje się zasadne.

Swoją motywację do podjęcia badań Autor skorelował z problemem zmęczenia materiału – które uznał za główną przyczynę jego zniszczenia w zastosowaniach inżynierskich. Nawiązał również do pełzania, które także stanowi częsty powód uszkodzeń elementów konstrukcji, szczególnie w wysokiej temperaturze. Zgodzę się z Autorem, że przewidywanie złożonego wpływu tych zjawisk na trwałość materiałów jest trudnym zadaniem i pomimo licznych prób, wciąż wymagające wyjaśnienia. W moim odczuciu, przyjęty w pracy zakres badań dawał podstawy na uzyskanie wyników poszerzających wiedzę w tym zakresie.

Literature review (rozdz. 3) obejmuje węższy zakres zagadnień w porównaniu z rozdziałem *Introduction*, ściślej związanych z tematyką badawczą. Przedstawia charakterystykę stopów aluminium, z uwzględnieniem ich podziału na stopy do przeróbki plastycznej i odlewnicze, skupiając się na tych ostatnich, do których należy przyjęty do badań stop Al-Si. Opisano metody wytwarzania kompozytów MMC o osnowie aluminium i jego stopów. Dobrze oceniam część rozdziału dotyczącą odkształcalności stopów aluminium w warunkach relaksacji naprężeń, pełzania i zmęczenia – stanowi solidną podstawę do interpretacji uzyskanych wyników badań własnych. Przegląd literatury, w mojej ocenie, został przeprowadzony rzetelnie, na podstawie aktualnych i istotnych dla podjętej tematyki publikacji naukowych.

W rozdziałach 4 i 5 opisano badania i uzyskane rezultaty w zakresie właściwości mechanicznych stopu AC-AlSi12CuNiMg, stanowiącego osnowę badanego materiału

kompozytowego, oraz kompozytu AlSi/SiC_p, odpowiednio. Moją uwagę zwrócił fakt, że w próbie statycznej rozciągania stosowano względnie małą prędkość odkształcania – $6,7 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ – wg jakich kryteriów dobrano warunki próby? Ponadto, powszechnie wiadomo, że siluminy cechuje mała plastyczność, a tym bardziej kompozyty na ich podstawie wzmacniane cząstkami ceramicznymi – czy wg Autora badań nie byłoby bardziej zasadne przeprowadzenie prób ściskania i czy je rozważał? Realizacja prób statycznych rozciągania pozwoliła określić wartości wytrzymałości na rozciąganie, granicy plastyczności, modułu Younga i odkształcenia całkowitego w zakresie temperatury 25-350°C. Pomiar twardości wykazały jej korelację z wytrzymałością na rozciąganie w przyjętym zakresie temperatury. W badaniach zjawisk relaksacji naprężeń i pełzania uwzględniono analizę z użyciem modelu reologicznego SLSM (*Standard Linear Solid Model*). Zakres badań stopu AC-AlSi12CuNiMg zamyka analiza metalograficzna i fraktograficzną. Kontrowersje moje budzi umieszczanie w rozprawie zdjęć próbek – względnie akceptowalne jeszcze w przypadku próby statycznej rozciągania czy pomiarów twardości – natomiast zupełnie nieuzasadnione dla zglądów metalograficznych (rys. 26).

Mikrostrukturę kompozytu Al-Si/SiC_p badano metodami mikroskopii świetlnej i skaningowej elektronowej. Mimo to, trudno o jednoznaczną identyfikację fazy SiC w materiale kompozytowym – w pracy pada jedynie stwierdzenie „The SiC particles appear as dark spots and are uniformly dispersed throughout the aluminum matrix” bez odwołania się do konkretnego obrazu mikrostruktury. Pomocna w tym przypadku byłaby znajomość rozmiaru cząstek SiC użytych w procesie wytwarzania kompozytu – stosownej informacji nie doszukałem się w pracy dlatego prosiłbym Autora o uzupełnienie. Na podstawie analizy wyników próby statycznej rozciągania stwierdzono, że kompozyt na większą wytrzymałość w porównaniu z materiałem osnowy – w całym przyjętym zakresie temperatury. Szkoda, że w pracy nie zamieszczono chociaż jednej krzywej rozciągania badanego kompozytu Al-Si/SiC_p. Analiza tych wyników (rys. 36 i 37) wskazuje również, że obecność cząstek ceramicznych w kompozycie zmniejsza jego plastyczność – szczególnie w zakresie temperatury 250-350°C – co potwierdza moje wątpliwości, które wyraziłem dokonując oceny przyjętych celów badawczych (w rozdziale 2).

W rozdziale 6 *Study of loading sequence on the structure and durability of the AlSi composite reinforced with SiC particles* przeprowadzono analizę mechanizmów zniszczenia z uwzględnieniem energii odkształcenia plastycznego badanego kompozytu w warunkach sekwencyjnego obciążenia, a także możliwości prognozowania jego trwałości zmęczeniowej. Przedstawione wyniki i ich dyskusja, w mojej ocenie, stanowią najwartościowszą część opiniowanej rozprawy – dotyczą jej sedna. Rozszerzają wiedzę w zakresie charakteryzowania właściwości mechanicznych kompozytów MMC w warunkach złożonego obciążenia cieplno-mechanicznego.

W rozdziale 7 *Conclusions and recommendations*, wbrew jego nazwie, raczej podsumowano uzyskane wyniki badań niż sformułowano wnioski końcowe. Autor potwierdził tezę, że połączone oddziaływanie relaksacji naprężeń, pełzania i sekwencyjnego obciążenia zmęczeniowego powoduje

istotne zmniejszenie trwałości badanego kompozytu Al-Si/SiC_p. Ponadto oszacował stopień zmniejszenia trwałości zmęczeniowej w zależności od sekwencji obciążenia. Na podkreślenie zasługuje fakt, że Doktorant zdaje sobie sprawę ze złożoności podjętej tematyki badań i widzi konieczność prowadzenia dalszych prac badawczych, które formułuje.

Podsumowując ocenę merytoryczną rozprawy mgr. inż. Goftila Sirata, stwierdzam iż zawiera oryginalne wyniki badań w zakresie charakteryzowania kompozytów MMC Al-Si/SiC_p. W głównej mierze mają charakter poznawczy, choć niepozbawiony walorów aplikacyjnych – analizowany stan obciążenia odpowiada warunkom pracy elementów konstrukcji silników spalinowych. Do głównych osiągnięć Autora zaliczam:

- określenie zmiany właściwości mechanicznych stopu AC-AlSi12CuNiMg w wyniku wzmocnienia cząstkami SiC,
- scharakteryzowanie trwałości kompozytu Al-Si/SiC_p w warunkach jednoczesnego oddziaływania zjawisk relaksacji naprężeń, pełzania i zmęczenia.

Dysertację cechuje całkiem staranne sformatowanie tekstu i opracowanie szaty graficznej. Autor nie ustrzegł się jednak błędów edycyjnych oraz terminologicznych, które w mojej ocenie nie obniżają wartości merytorycznej rozprawy. Licząc, że Autor będzie unikał ich popełniania przygotowując kolejne opracowania naukowe, uznałem za stosowne przytoczyć niektóre z nich:

- w podpisie rysunku 2 (str. 5) brakuje opisu zdjęć a-d,
- w przedstawionym sposobie oznaczania stopów aluminium (str. 14) brakuje informacji, że dotyczy stopów do przeróbki plastycznej,
- rysunek 5 (str. 20) przedstawia część układu równowagi Al-Si (nie cały) i zawiera błąd – w stopach nadeutektycznych pomiędzy liniami likwidus i solidus powinna być mieszanina faz L+β (lub L+Si),
- zdanie „To improve the mechanical properties of Al-Si alloy castings, two commonly used techniques are grain refinement and grain modification” (str. 22) implikuje pytanie: jaka jest różnica pomiędzy „grain refinement” i „grain modification”?
- rysunek 6 (str. 23) nie przedstawia „Heat treatment cycle of typical precipitation” tylko schemat umacniania wydzieleniowego,
- w podpisie tabeli 2 (str. 37) powinno być „wt. %” zamiast „weight percentage” (w tabeli pominięto zawartość Al),
- co Autor rozumiem pod pojęciem „normal temperature” w podpisie rysunku 11 (str. 38)?
- wyniki referencyjne na rysunku 15 (str. 41) pochodzą z pozycji [152] czy [153]?
- rozdział 4.7 (str. 52) nazwano enigmatycznie „Microstructural surface analysis” – o którą powierzchnię chodzi?
- podobnie rozdział 5.4 (str. 65) – co oznacza termin „Tensile fractography”?
- schematy na rysunkach 41 (str. 71) i 42 (str. 72) są koncepcją Autora czy opracowaniem własnym istniejących schematów?



Wniosek końcowy

Rozprawa doktorska Pana mgr. inż. Goftila Sirata, zatytułowana *Influence of combined relaxation, creeping and low-cycle fatigue on the final durability and structure of material*, według mojej wiedzy jest oryginalnym rozwiązaniem problemu naukowo-badawczego. Powstała w efekcie dobrze zaplanowanych i konsekwentnie realizowanych prac badawczych. Autor zdefiniował ich cele, które w mojej ocenie zostały osiągnięte. Sposób realizacji badań potwierdza Jego dobry warsztat badawczy, a także umiejętność poprawnej interpretacji uzyskanych wyników badań. Recenzowana rozprawa ma charakter opracowania naukowego i spełnia, w mojej ocenie, wymagania art. 187 Ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. *Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce* (z późn. zm.) i wnioskuję o jej dopuszczenie do dalszych etapów postępowania o nadanie stopnia doktora w dyscyplinie inżynieria materiałowa.