

Wrocław, 30.06.2024 r.

Prof. dr hab. inż. Krzysztof Naplocha  
Katedra Inżynierii Elementów Lekkich, Odlewnictwa i Automatyki  
Wydział Mechaniczny  
Politechnika Wroclawska

## Recenzja

rozprawy doktorskiej Pana mgr inż. Goftili Gudeta Sirata pt.: „Influence of combined relaxation, creeping and low-cycle fatigue on the final durability and structure of material”,

którego promotorem jest dr hab. inż. Krzysztof Waclawiak z Politechniki Śląskiej, a promotorem pomocniczym dr inż. Grzegorz Junak z Akademii Górniczo-Hutniczej im. S. Staszica w Krakowie.

### 1. Podstawa opracowania recenzji

Recenzja została opracowana na podstawie pisma RDIMa.512.1.2024 RM prof. dr hab. inż. Marii Sozańskiej Przewodniczącej Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Śląskiej z dnia 28 maja 2023 r. oraz uchwały nr 49/2024 podjętej przez Radę Dyscypliny Inżynieria Materiałowa w dniu 28 maja 2024 r.

### 2. Tematyka pracy i jej cel

Przedłożona do recenzji praca doktorska mgr inż. Goftili Gudeta Sirata zawiera oryginalne wyniki badań dotyczące właściwości mechanicznych materiałów kompozytowych na bazie stopu aluminium umacnianych cząstkami SiC. Zastosowany proces odlewania z mieszaniem do produkcji kompozytów jest wydajną metodą wytwarzania wysokiej jakości kompozytów o ulepszonych właściwościach, jednolitym rozkładzie umocnienia oraz opłacalną w produkcji. Tworzenie odpowiedniego wiru w stopionej osnowie pozwala równomiernie rozprowadzić cząstki SiC w całej objętości. Wstępne podgrzanie cząstek oraz zapewnienie dobrej zwilżalności umożliwia wytworzenie dobrego połączenia z osnową bez porowatości i konglomeratów.

Zniszczenie elementu spowodowane zmęczeniem materiału pod wpływem obciążeń cyklicznych jest krytycznym problemem w zastosowaniach inżynierskich. Podobnie pełzanie prowadzi do degradacji materiału, szczególnie w wysokich temperaturach, a relaksacja naprężeń powoduje dodatkowe trwałe odkształcenie. Pomimo szeroko zakrojonych badań, dokładne wyznaczenie trwałości materiału kompozytowego w warunkach złożonego obciążenia nadal nie

Prace rozpoczynają się od gruntownego zbadania nieumocnionego stopu osnowy, tak aby określić punktu odniesienia i umożliwić porównanie właściwości wyjściowych z materiałem kompozytowym. Za pomocą mikroskopii świetlnej i skaningowej zidentyfikowano podstawowe składniki strukturalne, takie jak fazę  $\alpha$ -Al, eutektyczne kryształy Si oraz związki międzymetaliczne. Obserwacje i analiza dendrytycznej budowy osnowy, wskazują na nierównowagowe warunki krzepnięcia podczas odlewania, co jest naturalne i często zapobiega sedymentacji cząstek umocnienia. Dodatkowo zaobserwowano mikropory, które mogą wynikać ze skurczu w procesie krzepnięcia. Wady te mogą mieć istotny wpływ na ogólną wytrzymałość i odporność zmęczeniową materiału. Już na tym etapie badań, można zauważyć u Doktoranta duże zrozumienie zachodzących zjawisk, swobodne poruszanie się w warsztacie laboratoryjnym i właściwie podejście do zagadnień badawczych.

W kolejnej części pracy próbki poddano jednoosiowemu rozciąganiu w zakresie temperatur 20-350°C. Analizowano wpływ temperatury na wytrzymałość na rozciąganie, granicę plastyczności i moduł Younga. Wykonane badania pokazały relatywnie powolny spadek zarówno wytrzymałości na rozciąganie, jak i granicy plastyczności do temperatury 250°C. Powyżej tej wartości Autor zaobserwował znaczny spadek wytrzymałości na rozciąganie, wskazując krytyczny zakres temperatur 250-350°, w którym właściwości mechaniczne stopu są niewielkie. Wartości moduł Younga zmieniały się w inny sposób, początkowo wzrastając do temperatury około 150°C, co jest interesującym spostrzeżeniem i powinno być szerzej przeanalizowane. Powyżej tej temperatury wystąpił zrozumiały spadek jego wartości, przypuszczalnie w wyniku większej plastyczności osnowy. Również w tej części Doktorant konsekwentnie realizował zadania badawcze zmierzając do wyznaczonego celu. Przeprowadził wnikliwą ocenę uzyskanych rezultatów, przedstawiając je formie graficznej co ułatwia zapoznanie się zachodzącymi tendencjami. Wyniki są przedstawione przejrzysto, analiza wykresów jest zwięzła, a wnioski zrozumiałe dla czytelnika.

W celu uzyskania pełnej charakterystyki materiału, przeprowadził badania mikroskopowe próbek po zrywaniu. Obserwacje powierzchni przełomów powstałych w temperaturze pokojowej wskazywały na pękanie międzykrystaliczne. Dodatkowo bruzdy i wgłębienia były charakterystyczne dla pękania półkruche. W podwyższonych temperaturach, powyżej 300°C, wgłębienia były wyraźniejsze, powstawały mikro pustki, co wskazywało na bardziej plastyczny tryb pękania. Należy podkreślić, że umiejętność prowadzenia obserwacji mikroskopowych, często na bardzo złożonych materiałach, i skorelowanie ich z wynikami testów wytrzymałościowych świadczy o dojrzałości naukowej doktoranta i jego gotowości do samodzielnej pracy badawczej.

W kolejnej części rozprawy Doktorant analizował podatność stopu na pełzanie i relaksację naprężeń w temperaturach 150°C, 250°C i 350°C. Wykorzystując standardowy model SLSM (ang. Standard Linear Solid Model) wykonał niezbędne obliczenia i zestawiał uzyskane rezultaty teoretyczne z danymi eksperymentalnymi. Badania wykazały, że parametry modelu różnią się nieznacznie w całym zakresie temperatur, co wystarczająco odzwierciedla i prognozuje relaksację naprężeń oraz podatność stopu na pełzanie. W początkowym okresie, przez ok. 2h, zaobserwowano gwałtowny spadek naprężeń, po czym nastąpiła ich stabilizacja. Autor nie unika

trudnych dociekań naukowych i tłumaczy to zjawisko początkowym szybkim przegrupowaniem dyslokacji w strukturze krystalicznej stopu. Podatność materiału na pełzanie wzrasta w sposób ciągły wraz ze wzrostem temperatury, co wskazuje na postępujące odkształcenie plastyczne pod długotrwałym obciążeniem. Faza stanu ustalonego charakteryzuje się równowagą pomiędzy ruchem dyslokacyjnym a umocnieniem materiału. Wykonanie tak kompleksowych badań, wraz z analizą zachodzących zjawisk oraz zastosowanie modelu teoretycznego świadczy o dużym doświadczeniu doktoranta w tej dziedzinie i właściwym zintegrowaniu wszystkich czynników w spójną koncepcję naukową.

Po wykonaniu pełnej charakterystyki stopu osnowy Doktorant przeprowadził, podobnie jak wcześniej, analizę mikrostrukturalną kompozytu umocnionego cząstkami SiC. Zaobserwował jednorodny rozkład cząstek SiC, z silnym wiązaniem międzyfazowym z osnową. Testy mechaniczne w szerokim zakresie temperatur (20-350°C) pokazały, że kompozyt posiada wyraźnie wyższą wytrzymałość na rozciąganie oraz granicę plastyczności w stosunku do stopu nieumocnionego. Odnotował również wzrost modułu Younga, choć w tym przypadku wpływ temperatury jest niejednoznaczny. Materiał kompozytowy charakteryzuje się mniejszą plastycznością, w stosunku do osnowy wydłużenie jest wyraźnie mniejsze, szczególnie w podwyższonej temperaturze. Silnie połączone z osnową cząstki SiC powstrzymują deformację osnowy i zwiększają kruchość materiału. Ponadto występuje rozdrobnienie ziaren osnowy co ma również przełożenie na wzrost twardości o ok 20% i z pewnością przyczyni się do poprawy odporności na ścieranie. Choć we wszystkich przypadkach poprawa właściwości mechanicznych jest wyraźna, to należałoby jednak podjąć dyskusję nad aspektem ekonomicznym. W przybliżeniu oszacować wzrost kosztów materiału kompozytowego, uwzględniając proces wytwarzania oraz nakłady inwestycyjne. Szczególnie, że Doktorant na wszystkich etapach pracy tworzy spójny, wzajemnie się uzupełniający zestaw badań i dociekań naukowych. Dałoby to czytelnikowi pełen wgląd w charakterystyki badanego materiału i pozwoliło ocenić zasadność podjętych działań.

Obserwacje mikroskopowe przełomów próbek kompozytowych po testach mechanicznych wykazały, że na powierzchni występują mniejsze zagłębienia, materiał trudniej się odkształca między innymi w wyniku dobrego połączenia cząstek z osnową. Ze wzrostem temperatury plastyczność osnowy wzrasta, przełom jest bardziej nieregularny, co może również świadczyć o osłabieniu wiązań międzyfazowych.

W ostatniej części pracy Doktorant zastosował złożoną sekwencję obciążeń mechanicznych, potwierdzając tym samym duże doświadczenie laboratoryjne i wysoki poziom wiedzy. Po dobraniu odpowiednich parametrów i wykonaniu testów, przeprowadził wnikliwą i wymagającą ocenę wyników cyklicznych testów. Połączony wpływ relaksacji naprężeń, pełzania i sekwencyjnego obciążenia zmęczeniowego na trwałość kompozytu dowiódł, że obciążenie zmęczeniowo-pełzające znacząco zmniejsza trwałość materiału. Obniżenie to, Doktorant przypisał degradacji granic ziaren i zwiększonej propagacji pęknięć. Ponadto podczas relaksacji naprężeń następuje łączenie się pęknięć pierwotnych i wtórnych wokół cząstek SiC. W tych warunkach zmęczeniowa odporność materiału kompozytowego zmniejsza się o około 65%.

Tak jak poprzednio, wyniki badań mechanicznych zostały uzupełnione analizą mikroskopową. Przy obciążeniu zmęczeniowym występują liczne pęknięcia międzykrystaliczne, również wtórne, co wskazuje na złożone mechanizmy degradacji materiału, obejmujące procesy o charakterze plastycznym i kruchym. Podczas relaksacji naprężeń rozwijają się mikropęknięcia i dekohezja cząstek z osnową, co dodatkowo osłabia i zmniejsza żywotność materiału.

Przeprowadzone badania wnoszą istotny wkład w dziedzinę materiałów kompozytowych, zawierają informacje na temat ich odporności i trwałości w złożonych układach obciążeń. Pan mgr inż. Goftili Gudeta Sirata wykonał żmudne obserwacje przełomów próbek, próbując zdefiniować rolę umocnienia w przenoszeniu obciążeń i rozwoju pęknięć. Porównał przełomy materiałów kompozytowych z materiałami referencyjnymi co świadczy o właściwym zrozumieniu złożoności procesu i praktycznej umiejętności Doktoranta poruszania się w trudnym warsztacie inżynierii materiałowej i badań strukturalnych. Należy podkreślić, że przeprowadzone badania oraz opracowane metody połączonych testów mechanicznych posiadają bardzo duży potencjał użytkowy. Z powodzeniem mogą być wykorzystane w innych grupach materiałów kompozytowych, zarówno wytwarzanych metodami odlewniczymi, jak i metodami metalurgii proszków.

Podsumowując, na podstawie analizy przedłożonej rozprawy doktorskiej, do najważniejszych osiągnięć naukowych Doktoranta zaliczam:

- określenie temperatury, przy której następuje wyraźny spadek wytrzymałości na rozciąganie kompozytu oraz wskazanie, że w tym samym zakresie temperatur wzrasta odkształcalność stopu osnowy,
- wyznaczenie liczby cykli, przy których dochodzi do zniszczenia materiału i stwierdzenie, że połączony efekt obciążenia zmęczeniowego i pełzania prowadzi do ponad 60% zmniejszenia żywotności materiału,
- wykazanie, że materiał kompozytowy jest podatny na odkształcenia w większym stopniu podczas testów na pełzanie niż gdy poddawany jest cyklicznym obciążeniom zmęczeniowym,
- stwierdzenie, że w materiale kompozytowym poddanym naprzemiennie testom na pełzanie i zmęczenie dochodzi do szybszej degradacji struktury między innymi w wyniku ruchu dyslokacji, propagacji pęknięć i dekohezji na granicy ziaren,
- zbadanie efektu synergii obciążenia zmęczeniowego oraz relaksacyjnego naprężeń i stwierdzenie, że łącznie przyczyniają się one do 60% zmniejszenia trwałości materiału, znacznie większego niż w przypadku kiedy te czynniki działałyby osobno,
- wykonanie obszernych obserwacji mikroskopowych przełomów próbek i stwierdzenie, że obciążenie zmęczeniowo-pełzające prowadzi do licznych pęknięć międzykrystalicznych i wtórnych, znacznie intensywniejszych niż pod samym obciążeniem zmęczeniowym.

Należy podkreślić, że wymienione osiągnięcia naukowe są wynikiem trafnie dobranej ścieżki badawczej, wnikliwych obserwacji i pomiarów. Doktorant wykorzystał nowoczesne metody badawcze, w tym skaningową mikroskopię elektronową, testy mechaniczne w komorze cieplnej, a także model SLSM do analizy relaksacji naprężeń i pełzania materiałów. Wykonał kompleksowe badania właściwości mechanicznych oraz obserwacje mikroskopowe struktur i

przełomów próbek. Użycie tych wszystkich narzędzi jest dowodem bogatego warsztatu badawczego jaki zdobył Doktorant, a umiejętność dogłębnej analizy otrzymanych wyników badań świadczy o jego dużej wiedzy i dojrzałości naukowej.

Zapoznając się z przedłożoną pracą, która jest bardzo wartościowym studium nad fundamentalnymi zjawiskami towarzyszącymi testom zmęczeniowym oraz pełzania materiałów kompozytowych, zauważyłem pewne zagadnienia, które moim zdaniem powinny być poszerzone lub doprecyzowane. Uwagi te nie podważają merytorycznej wartości pracy, mam nadzieję przysłużą się dalszemu pogłębianiu prowadzonych analiz, a zostały sformułowane następująco:

- opis niektórych zagadnień, często na poziomie podstawowym, jak np. klasyfikacja stopów czy wpływ dodatków stopowych na właściwości stopu aluminium ma ograniczony związek z tematem badań, zmniejsza przejrzystość pracy i powinien być ograniczony. Choć trzeba przyznać, że świadczy o staranności Doktoranta i znajomości czynników wpływających pośrednio na właściwości materiałów kompozytowych,
- Doktorant zaznacza, że w próbki zostały wykonane według procedury opracowanej przez pracowników naukowych Katedry Technologii Materiałowych Politechniki Śląskiej. Wskazane byłoby zaznaczenie jaki jest wkład Doktoranta, jeśli jest, w przygotowaniu tych próbek, kształtowaniu struktury, podkreślenie własnych dokonań, których przecież nie brakuje w przedstawionej rozprawie,
- w pracy podkreśla się, że przyczyną umocnienia jest rozdrobnienie struktury czy też uzyskanie dobrego połączenia osnowy umocnieniem. Wskazana byłaby dyskusja jakie mechanizmy umocnienia mogą występować w materiałach kompozytowych i które są dominujące w tym przypadku,
- wspomniane przez Doktoranta termiczne niedopasowanie i potencjalna przyczyna dekohezji została słusznie poruszona i wymagałaby szerszego omówienia. Poczynając od procesu wytwarzania, kiedy osnowa kurczy się i zaciska na umocnieniu co wprowadza szereg naprężeń rozciągających, a kończąc na cyklach cieplnych, redukcji naprężeń resztkowych i wprowadzaniu na przemian ściskania i rozciągania,
- autor zauważa, że moduł Younga zarówno dla osnowy jak i kompozytu wzrasta do temperatury ok 150°C, a potem maleje. Interesująca byłaby interpretacja tego zjawiska. Podobnie jak wyjaśnienie przyczyny braku przewężenia, szyjki, w miejscu powstawania przełomu w próbie rozciągania w podwyższonych temperaturach.

## 5. Wniosek końcowy

W oparciu o analizę przedłożonej rozprawy doktorskiej należy stwierdzić, że Pan mgr. inż. Goftili Gudeta Sirata po przedstawieniu zakresu i celu pracy konsekwentnie realizował przyjęty program badań materiałowych i mechanicznych. Posługując się zaawansowanym aparatem badawczym przeprowadził obszerny i złożony cykl badań zarówno osnowy jak i materiałów kompozytowych. Doktorant osiągnął postawione cele pracy, stawiając zrozumiałe i jednoznaczne wnioski. Podsumowując stwierdzam, że przedstawiona do oceny rozprawa

doktorska pt. „Influence of combined relaxation, creeping and low-cycle fatigue on the final durability and structure of material” spełnia wymagania określone w ustawie z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz stopniach i tytule w zakresie sztuki (dz.U. z 2017 r. poz. 1789, z późn. zm.). Praca stanowi nowatorskie rozwiązanie problemu naukowego i potwierdza gruntowną wiedzę teoretyczną Doktoranta w zakresie badań właściwości mechanicznych materiałów kompozytowych i inżynierii materiałowej. Wnioskuje zatem o dopuszczenie Pana mgr inż. Goftili Gudeta Sirata do publicznej obrony rozprawy doktorskiej przed Radą Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Śląskiej.

Krzysztof Naplocha

Kierownik  
Katedry Inżynierii Elementów Lekkich,  
Odlewnictwa i Automatyki



prof. dr hab. inż. Krzysztof Naplocha  
(1)