



INSTYTUT FIZYKI JĄDROWEJ
IM. HENRYKA NIEWODNICZAŃSKIEGO
POLSKIEJ AKADEMII NAUK

Prof. dr hab. inż. Magdalena Parlińska-Wojtan
Zakład Nanomateriałów Funkcjonalnych
Instytut Fizyki Jądrowej PAN
Ul. Radzikowskiego 152
31-342 Kraków
Tel. 12 662 8316
Email: magdalena.parlinska@ifj.edu.pl

Kraków, 8 listopada 2024

**Recenzja rozprawy doktorskiej
Pana mgr inż. Krzysztofa Matusa**

**pt. „Charakterystyka stopów magnezu z tlenkami metali ziem rzadkich z
wykorzystaniem technik mikroskopii elektronowej”**

wykonanej pod kierunkiem Pana dr hab. inż. Klaudiusza Gołombka, Prof. PŚ oraz Pani dr hab. inż. Mirosławy Pawłyty, Prof. PŚ, promotora pomocniczego, na Wydziale Mechanicznym Technologicznym Politechniki Śląskiej w Gliwicach.

Rozprawa, przedstawiona na stu siedemdziesięciu czterech stronach manuskryptu, stanowi opracowanie naukowe o obszernym materiale doświadczalnym i dotyczy możliwości zastąpienia czystych metali ziem rzadkich (La, Ce i Nd) ich tlenkami w stopach magnezu. Doktorant jako podstawowy cel pracy wskazał ocenę możliwości zastosowania tlenków ceru, lantanu i neodymu jako modyfikatorów struktury stopów. Jego badania skupiły się na analizie mikrostruktury stopów magnezu AZ31 i AZ91, modyfikowanych poprzez dodatek sprasowanych proszków tlenków ceru, lantanu i neodymu do stopionego metalu. W szczególności analizował wpływ tych tlenków na procesy dyfuzji i tworzenie się granic międzyfazowych. Badania strukturalne i chemiczne przeprowadził z wykorzystaniem różnych technik mikroskopii elektronowej, co umożliwiło szczegółową identyfikację faz obecnych w stopach oraz analizę ich mikrostruktury.

Celem naukowym przedstawionej pracy badawczej było zbadanie możliwości zastąpienia tradycyjnych pierwiastków metalicznych przez ich tlenki, takie jak CeO_2 , La_2O_3 i Nd_2O_3 oraz charakterystyka struktury i własności wybranych stopów magnezu

Biuro Dziekana

Wynięto dnia 8. 11. 2024
RDJMa / 1651 / 51 / 2024
Zał.



modyfikowanych w/w tlenkami metali ziem rzadkich. Wykorzystanie tlenków jako substytutów dla pierwiastków metalicznych miało za zadanie m.in. znaczną redukcję kosztów wytwarzania materiałów. Na podstawie przeglądu literatury oraz badań wstępnych Kandydat sformułował następującą tezę pracy: *„możliwa jest modyfikacja stopów magnezu z wykorzystaniem pierwiastków ziem rzadkich, takich jak cer, lantan i neodym poprzez redukcję ich tlenków CeO_2 , La_2O_3 i Nd_2O_3 w wyniku kontaktu z ciekłym stopem magnezu.”*

Badania Doktoranta obejmowały:

- wytworzenie stopów magnezu modyfikowanych CeO_2 , La_2O_3 i Nd_2O_3 ,
- analizę mikrostruktury i własności,
- wykorzystanie zaawansowanych technik mikroskopii elektronowej do identyfikacji fazowej i analizy granic międzyfazowych.

Mgr inż. Matus zastosował następujące techniki eksperymentalne: kompleksowa analiza i symulacja procesów termicznych materiałów była wykonana z użyciem uniwersalnego analizatora i symulatora metalurgicznego (UMSA). Struktura stopów została zbadana mikroskopią świetlną oraz elektronową: skaningową i transmisyjną. Struktura badanych materiałów była analizowana metodą dyfrakcji rentgenowskiej w, do analizy odporności na korozję wykorzystano potencjostat/galwanostat, natomiast odporność na zużycie ścierne próbek ze stopu AZ31 i AZ91 modyfikowanych we wszystkich temperaturach zbadano przy pomocy testu trybologicznego „ball on disk”. Do badań transmisyjną mikroskopią elektronową Doktorant wyselekcjonował na podstawie wcześniejszych badań, następujące próbki: AZ31+Ce/700, AZ31+Ce/750 i AZ91+Ce/750. Lamelle do badań TEM wykonano z wykorzystaniem techniki Focus Ion Beam (FIB) w skaningowym mikroskopie elektronowym.

Manuskrypt składa się z bardzo krótkiego wstępu, obszernego przeglądu piśmiennictwa, celu pracy, opisu badanego materiału i metodyki prowadzenia badań, wyników wraz z dyskusją, podsumowania oraz wniosków. W przeglądzie literatury bardzo szeroko opisane są: magnez i techniki jego pozyskiwania, stopy magnezu, stopy bazowe AZ31 i AZ91 badane przez Doktoranta oraz stopowanie pierwiastkami ziem rzadkich stopów AZ31 i AZ91. Ponadto w ramach przeglądu literaturowego Kandydat opisał techniki transmisyjnej mikroskopii elektronowej (TEM), które stosował do identyfikacji fazowej i analizy granic międzyfazowych, a także wpływ połączenia między fazą ceramiczną i metaliczną na własności mechaniczne badanych przez Niego stopów. Doktorant zastosował 7 różnych technik badawczych do scharakteryzowania uzyskanych przez niego stopów magnezu z dodatkami tlenków metali ziem rzadkich. Opis uzyskanych wyników badań zajmuje ok. 100 stron. Wyników jest bardzo dużo i są one na pewno przydatne dla przemysłu, gdyż jasno dowodzą, iż modyfikacja tlenkami metali ziem rzadkich CeO_2 , La_2O_3 i Nd_2O_3 nie tylko jest możliwa, ale również skutecznie poprawia własności mechaniczne i korozyjne badanych stopów. Widać, że Doktorant wykonał bardzo kompletne badania i sporo się napracował. Jednakże doktorat, powinien również zawierać elementy naukowe: rozwiązanie jakiegoś problemu, wyjaśnienie jakiegoś mechanizmu, a przede wszystkim dyskusję wyników. I niestety tych elementów zabrakło w przedstawionej mi do recenzji rozprawie.



Czytając opis wyników badań mam wrażenie, że Doktorant skopiował trzy razy ten sam opis, zmieniając tylko pierwiastki ziem rzadkich oraz ich wpływ na właściwości, które analizuje akurat daną techniką pomiarową. Szczególnie dobrze widać to na przykładzie opisu wyników uzyskanych z wykorzystaniem uniwersalnego analizatora i symulatora metalurgicznego: str. 60, 62/63 i 65 są praktycznie identyczne.

Właściwie, to poza TEM, większość wyników jest tylko opisana. Czytając rozprawę, czuję ogromny niedosyt dyskusji wyników – jest to pewna forma sprawozdania z badań. Badań tych jest bardzo dużo, opisy są dokładne, ale Doktorant nigdzie nie zagłębił się w opis, czy interpretację mechanizmów stojących za obserwowanymi wynikami. Dyskusja wyników uzyskanych z pomiarów XRD zawiera tylko 5 odnośników literaturowych, dyskusja wyników SEM, przedstawionych na 30 stronach, to jedna strona bez odniesień literaturowych. Najwięcej dyskusji wyników znalazłam, ku mojemu zaskoczeniu, w części „Podsumowanie”.

Praca nie jest napisana starannie, zawiera sporo błędów stylistycznych oraz literówek. Nie będę ich tutaj wszystkich wymieniać, aby niepotrzebnie wydłużać recenzji. Manuskrypt czyta się trudno, gdyż zawiera ogromną ilość zdjęć/figur z bardzo lakonicznymi podpisami: najlepszym przykładem są wyniki SEM i EDS od str. 81 – 111. Jest ich o wiele za dużo, żeby się w nie zagłębiać, a tekst opisujący w/w wyniki zajmuje 2 strony. Rozwinięcie podpisów pod figurami i przeniesienie do nich najważniejsze opisy wyników na pewno ułatwiłoby lekturę.

Uwagi krytyczne, pytania i komentarze:

- W podpisach pod rysunkami TEM (95, 102, 106, 107, 108) indeksy w nazwach faz są dużymi literami. W tekście na str. 139 również mamy Al₃Ce.
- Rys. 100 i 109 brak EDS w podpisie
- Na mapach EDS i EELS nie ma systematyczności w kolorach odpowiadających różnym pierwiastkom – utrudnia to analizę wyników czytelnikowi
- Rys. 112(c) nie widać atomów na zdjęciu HRTEM.
- Str. 80 przykład literówki: Kandydat pisze: „... oraz nieporządne fazy zawierające nikiel, które znacznie zmniejszają odporność na korozję...” – zakładam, że Autorowi chodziło o niepożądane fazy albo nieuporządkowane fazy.

Na koniec uwaga ogólna: w pracy w podsumowaniu każdego rozdziału opisującego wyniki uzyskane kolejną techniką pomiarową jest sformułowanie „znacząco wpływa”: np. „...modyfikacja stopów AZ31 i AZ91 za pomocą ceru, lantanu i neodymu znacząco wpływa na ich mikrostrukturę oraz może przyczyniać się do poprawy własności mechanicznych, takich jak wytrzymałość, odporność na pękanie i odporność korozyjna.” Sformułowanie „znacząco wpływa”, być może jest wystarczające dla odbiorcy z przemysłu, który zainteresowany jest wyłącznie informacją o poprawie lub pogorszeniu własności materiałów. Odbiorca naukowy czuje niedosyt, jeśli chodzi o analizę i dyskusję wyników. Np. nigdzie w pracy nie jest wytłumaczone, dlaczego zmiana temperatury procesu modyfikacji z 700°C do 750°C skutkuje pogorszeniem własności np. antykorozyjnych czy tribologicznych, mimo że procesy dyfuzji



są bardziej aktywne. Tego typu dyskusji, czy omówienia uzyskanych wyników, najbardziej brakowało mi w pracy.

Dorobek doktoranta, zarówno publikacyjny, jaki i projektowy jest imponujący, jak na młody wiek (Baza Scopus pokazuje 96 dokumentów). Jednak we wszystkich publikacjach, poza pięcioma, Doktorant jest współautorem, gdyż wykonywał pomiary mikroskopowe. Niewątpliwie dało mu to ogromne doświadczenie w analizie różnorodnych materiałów techniką TEM, z drugiej strony jednak, publikacje te są cytowane tylko 550 razy, co świadczy o ich słabym wpływie na środowisko naukowe. Równocześnie, niezrozumiałe dla mnie jest, dlaczego Doktorant nie opublikował uzyskanych przez siebie wyników przedstawionych w rozprawie doktorskiej. Tym bardziej, że we wstępie pisze " *...Ponadto, sporadyczne doniesienia na temat wykorzystania tlenków ziem rzadkich, takich jak CeO_2 , La_2O_3 i Nd_2O_3 , w stopach magnezu świadczą o oryginalności podjętej tematyki i potencjalnych nowych zastosowaniach tych materiałów.* " Pięć publikacji, w których Doktorant jest pierwszym autorem, dotyczy badań prowadzonych w projektach, niestety tylko jedna z nich opublikowana jest w czasopiśmie Q1. Mgr inż. Matus, był kierownikiem 4 projektów (Preludium, Etiuda, 2 x Visegrad Scholarship Program), a także wykonawcą w projekcie Lider finansowanym przez NCBiR.

Podsumowując, uważam, że rozprawa doktorska spełnia wymagania „Ustawy o Stopniach Naukowych i Tytule Naukowym oraz o Stopniach i Tytule w Zakresie Sztuki” (Dz.U.2024.1571 obowiązującej w okresie 24 października 2024 r. do: 31 grudnia 2025 r.) i wnioskuję do Rady Wydziału Mechanicznego Technologicznego o dopuszczenie Pana mgr Krzysztofa Matusa do obrony publicznej.