



Wroclaw, 23 października 2023 roku

Dr hab. inż. Marzena Lachowicz, prof. PWr
 Politechnika Wroclawska
 Wydział Mechaniczny
 Katedra Obróbki Plastycznej, Spawalnictwa i Metrologii
 Ul. Łukasiewicza 7-9
 50-371 Wroclaw

RECENZJA ROZPRAWY DOKTORSKIEJ

mgr inż. Agnieszki Stanula

pt. „Effect of the chemical composition of iron-based powder materials
 on the properties of sintered components”

Podstawą formalną niniejszej recenzji jest uchwała Rady Dyscypliny Inżyniera Materiałowa Politechniki Śląskiej RDIMa/RMT/133/51/2023, dotycząca wyznaczenia mojej osoby jako jednego z recenzentów rozprawy doktorskiej Pani mgr inż. Agnieszki Stanula (pismo z dnia 21.09.2023r.).

1. OPINIA OGÓLNA

Przedłożona mi do recenzji rozprawa doktorska powstała na Wydziale Mechaniczno-Technologicznym pod kierunkiem Pani dr hab. inż. Wirginii Pilarczyk, prof. PŚ. Jest opracowaniem naukowym o aplikacyjnym charakterze i stanowi rozwiązanie oryginalnego problemu badawczego. Praca zawiera ciekawe wyniki dotyczące określenia zależności pomiędzy składem chemicznym proszków na bazie żelaza a właściwościami wytworzonych materiałów spiekanych. Zagadnienia te związane są z metalurgią proszków, będącą intensywnie rozwijającą się technologią, w szczególności w krajach wysoce uprzemysłowionych. Dotyczy to zarówno materiałów, których skład chemiczny uniemożliwia ich wytwarzanie z zastosowaniem innych technologii, jak i tych już wytwarzanych. Dużym odbiorcą wyrobów produkowanych z zastosowaniem metalurgii proszków jest obecnie przemysł motoryzacyjny oraz lotniczy. Z tego względu tematykę podjętej pracy należy uznać za bardzo aktualną.

Zakres tematyczny i zrealizowany plan badawczy pozwalają określić przedłożoną mi do oceny pracę jako zgodną z dyscypliną naukową Inżyniera Materiałowa. Największą wartość naukową pracy stanowią dowiedzione korelacje pomiędzy składem chemicznym i morfologią proszków, uzyskaną gęstością materiałów wytworzonych z ich zastosowaniem a ich właściwościami mechanicznymi.

Biuro Dziekana

wpłynęło dnia 10.11.2023
 RDJMa/RMT.178/51/2023
 nr zał.

2. OCENA MERYTORYCZNA

2.1 Ocena znaczenia problemu naukowego rozprawy

Właściwości materiałów spiekanych zdeterminowane są w znacznym stopniu parametrami wytwarzania, ale również składem chemicznym, wielkością i kształtem proszków zastosowanych do ich wytwarzania oraz uzyskanego składu fazowego materiału, co przekłada się na uzyskaną porowatość. Tak znaczna liczba czynników pozwalających wpływać na właściwości materiałów spiekanych powoduje, że metalurgia proszków daje szerokie możliwości kształtowania różnorodnych wyrobów. Największym odbiorcą komponentów spiekanych jest przemysł motoryzacyjny oraz lotniczy. Metalurgia proszków zaspokaja z jednej strony zapotrzebowanie na nowe tworzywa konstrukcyjne, a także komponenty wytworzone tą technologią zastępują często już istniejące materiały, ale produkowane tradycyjnymi technologiami. Różnorodność składu chemicznego proszków, które mogą być objęte tą technologią jest bardzo duża, gdyż daje ona możliwość łączenia różnych składników, które mogą znacznie różnić się właściwościami. Niewątpliwie ważną zaletą wytwarzania części maszyn metodami metalurgii proszków jest mała liczba operacji technologicznych potrzebna dla wytworzenia gotowych komponentów, co ułatwia automatyzację procesu produkcyjnego. Ponadto technologię należy rozpatrywać z pewnością jako rozwojową, gdyż uznawana jest za ekologiczną oraz energooszczędną. W przedstawionym kontekście cały czas istnieje potrzeba uzupełniania stanu wiedzy w tym zakresie, co potwierdza zasadność wyboru tematyki przez Panią mgr inż. Agnieszkę Stanuła. Jednocześnie problematyka przedłożonej do recenzji pracy doktorskiej wpisuje się w aktualne obszary badań aplikacyjnych.

2.2 Metodyka badawcza

Materiał do badań stanowiło sześć spieków wytworzonych w ramach pracy z proszków charakteryzujących się zróżnicowaną zawartością węgla i miedzi, a także uzyskane w różnych procesach technologicznych. Proszki wykorzystane do wytworzenia spieków przedstawiono w rozdziale 3.4, natomiast sposób wytworzenia materiału przedstawiono rozdziale 3.5. Szkoda, że Doktorantka nie przedstawiła schematu lub przynajmniej zdjęcia aparatury zastosowanej do wytworzenia materiałów. Jednocześnie w pozostałych rozdziałach pojawiają się dość liczne zdjęcia wykorzystywanych urządzeń badawczych. W tym miejscu brakuje mi również wyraźnego uzasadnienia wyboru proszków wykorzystanych w dalszych badaniach. Ponadto w tym miejscu Autorka odwołuje się do dodatkowej obróbki cieplnej, która została zastosowana w przypadku wybranych wyprasek, jednak nie wyjaśnia jej szczegółów.

Metodyka badawcza zastosowana do udowodnienia postawionej przez Doktorantkę tezy została przedstawiona w podrozdziale 3.6. W celu scharakteryzowania badanych materiałów Doktorantka zastosowała metody badawcze typowe dla inżynierii materiałowej. Do oceny jakościowej wytworzonych wyprasek wykorzystowała głównie skaningową mikroskopię elektronową oraz w mniejszym stopniu również mikroskopię świetlną oraz transmisyjną elektronową. Określono również skład chemiczny wytworzonych materiałów. Aby udowodnić postawioną przez siebie tezę pracy oceniła właściwości mechaniczne wytworzonych materiałów. Testy realizowano w temperaturze otoczenia oraz 120 °C. W tym celu wykorzystano statyczną próbę rozciągania, próbę ściskania, a także pomiary twardości. W ramach pracy zrealizowano również analizy wytrzymałościowe z wykorzystaniem metody elementów skończonych. Zastosowane metody badań świadczą o dobrym warsztacie badawczym Doktorantki. W mojej opinii w tym rozdziale Doktorantka powinna przedstawić schemat przedstawiający zrealizowany plan badawczy, co pozwoliłoby na większą zrozumiałość podjętego planu badawczego, gdyż metodyka badań była zróżnicowana dla wytworzonych materiałów.

W mojej opinii, podobny schemat powinien znaleźć się również w rozdziale 3.5, ponieważ niektóre materiały oprócz wytwarzania z zastosowaniem konwencjonalnego spiekania poddane były również dodatkowej obróbce.

2.3 Ocena merytoryczna poszczególnych części rozprawy

Rozprawa doktorska ma charakter pracy eksperymentalnej o klasycznym układzie, który jest czytelny i ułożony chronologicznie. Ukierunkowana jest na zagadnienia związane z inżynierią materiałową, dotyczy w szczególności określenia istniejących relacji pomiędzy składem chemicznym proszków a uzyskaną gęstością i jej korelacją z właściwościami mechanicznymi wytworzonych materiałów. Rozprawa została podzielona na cztery rozdziały. Czytelnik stopniowo zapoznaje się z kolejnymi etapami badań oraz osiągniętymi wynikami.

W pierwszym rozdziale zatytułowanym *Wprowadzenie* Autorka zapoznaje czytelnika z zagadnieniami związanymi z metalurgią proszków oraz jej rolą w budowie maszyn. Część literaturowa obejmująca drugi rozdział dysertacji zawiera syntezę wiedzy istotnej z punktu widzenia metalurgii proszków. Doktorantka dokonała przeglądu stanu wiedzy, który został opracowany został na podstawie 80 pozycji literaturowych oraz zaprezentowany na 48 stronach w spójnej logicznie formie. Większość pozycji literaturowych stanowią prace anglojęzyczne powstałe po 2000 roku. Wcześniejsze prace mają w głównej mierze postać podręczników akademickich oraz monografii. Odwołano się w tym miejscu również do szeregu wymagań normatywnych. Doktorantka podzieliła ten rozdział na sześć podrozdziałów. W pierwszym z nich mgr inż. Agnieszka Stanula słusznie scharakteryzowała proszki na bazie żelaza w kontekście ich właściwości. Odwołała się także do podstaw metalurgii spiekania. W szerokim zakresie Doktorantka podeszła do omówienia współczesnych metod wytwarzania materiałów proszkowych na bazie żelaza, które zostały zawarte w drugim podrozdziale. W trzecim podrozdziale przedstawiła właściwości mechaniczne, które potem wykorzystywała do scharakteryzowania wytworzonych materiałów. W czwartym podrozdziale przedstawiła wybrane modele stosowane w analizie odkształceń w złożonym stanie naprężeń. W piątym zaprezentowała przykłady zastosowania spieków wytworzonych z proszków na bazie żelaza w przemyśle motoryzacyjnym. W ostatnim z podrozdziałów zdefiniowała standardy dotyczące zarządzania jakością w przemyśle motoryzacyjnym. Studia literaturowe pozostawiają jednak pewien niedosyt. W mojej opinii na poziomie rozprawy doktorskiej powinna być szersze i obejmować również omówienie istniejącej wiedzy na temat zagadnienia będącego przedmiotem badań.

Trzeci, najobszerniejszy rozdział *Część badawcza* rozpoczyna się od podrozdziału, w którym mgr inż. Agnieszka Stanula postawiła tezę pracy i cel dalszych badań. Uwzględniając przeanalizowane zagadnienia Doktorantka sformułowała następującą tezę: „*Skład chemiczny materiałów proszkowych na bazie żelaza, gęstość wypraski oraz rodzaj materiału pochodzącego z różnych procesów technologicznych wpływa na twardość oraz wytrzymałość na ściskanie i rozciąganie elementów spiekanych*”. Teza sformułowana została w sposób jasny. Autorka zdefiniowała również cztery cele wdrożeniowe prowadzonych badań: 1. *Dobór materiału proszkowego w celu wyznaczenia właściwości wytrzymałościowych elementów spiekanych.* 2. *Redukcja dużej ilości badań prowadzonych w laboratorium poprzez zbudowanie odpowiedniej bazy wiedzy naukowej oraz weryfikacja wdrażania nowych produktów.* 3. *Koncepcja Digital Twin – porównanie parametrów rzeczywistych i literaturowych użytych do analizy elementów skończonych MES.* 4. *Stworzenie odpowiedniego stanowiska badawczego w celu badania gęstości elementów spiekanych.* W trzecim podrozdziale Doktorantka przedstawiła, w jaki sposób zamierza udowodnić postawioną tezę oraz uzyskać cele wdrożeniowe. Zakres realizowanych prac został poprawnie sformułowany dla udokumentowania podjętych zamierzeń badawczych. W czwartym podrozdziale Autorka scharakteryzowała proszki wykorzystywane

w dalszych badaniach, a także wprowadziła sposób ich oznaczania w dalszej części dysertacji. Autorka w tej części przedstawiła obrazy SEM badanych proszków, a także zestawiała w formie tabelarycznej ich składy chemiczne oraz właściwości. Ten podrozdział jest ważny z punktu widzenia realizowanego procesu technologicznego. W piątym podrozdziale przedstawiła technologię zastosowaną do uzyskania wyprasek. Opis technologii na tle innych rozdziałów jest dość skromny. W tym miejscu można było pokusić się o szerszą dyskusję zaproponowanych parametrów technologicznych, a także przedstawienie celowości wprowadzonej do procesu dodatkowej obróbki. Szósty podrozdział przedstawia metody badawcze wykorzystane podczas realizacji pracy. Trzy ostatnie rozdziały poświęcone zostały na przedstawienie wyników zrealizowanych badań. Autorka skupia się w nim na udowodnieniu postawionej tezy. W tym rozdziale choć ogólnie sposób prezentacji wyników zrealizowanych badań jest poprawny, to niestety Autorka prezentuje bardzo syntetyczne podejście w ich przedstawianiu. Odnosi się wrażenie, że dla części badań przedstawione zostały jedynie wybrane wyniki, a jednocześnie nie wyjaśniono kryteriów ich wyboru. Ponadto w tej zasadniczej części rozprawy oczekiwałabym bardziej pogłębionej analizy wyników badań i ich dyskusji. Za cenny element pracy badawczej uważam wprowadzenie analiz MES do realizowanych badań, które po dalszym rozwinięciu mogą mieć istotne znaczenie aplikacyjne w projektowaniu komponentów wykonanych z wytworzonych spieków.

Ostatnią część dysertacji stanowią *Wnioski*, które są pięciostronicowym podsumowaniem rezultatów przeprowadzonych badań, a także wskazaniem kierunków dalszych badań. Wnioski końcowe uważam za jeden z wartościowszych rozdziałów. Dopiero ten rozdział odzwierciedla wysiłek Doktorantki włożony w zrealizowanie planu badawczego. Analizując uzyskane rezultaty należy stwierdzić, że Doktorantce udało się udowodnić postawioną tezę badawczą oraz osiągnąć założone cele wdrożeniowe. W podsumowaniu Autorka stwierdza m.in., że główne znaczenie w przypadku konwencjonalnego procesu spiekania ma rodzaj użytego proszku i wskazuje, że jest nim proszek gąbczasty. Wskazuje, że skład chemiczny oraz gęstość elementu spiekanego wywierają mniejszy wpływ na właściwości elementów spiekanych. Wskazuje także, że obliczenie oraz określenie strat węgla w procesie produkcyjnym, które zrealizowano w ramach prac wdrożeniowych, umożliwiło obniżenie kosztów produkcji. Równocześnie przeprowadzone badania pozwoliły na opracowanie bazy materiałowej stosowanej w procesie produkcyjnej. Stworzono również model numeryczny z wykorzystaniem metody elementów skończonych (MES) do symulacji zachowania się wyrobu spiekanego w warunkach eksploatacji pod obciążeniem.

2.4 Ocena redakcji i formalnej strony rozprawy

Recenzowana rozprawa zawiera 147 strony, bez wykazu bibliografii obejmującego 134 pozycje literaturowe oraz pozostałych załączników. Forma pracy jest przejrzysta i nie budzi zastrzeżeń. Studia literaturowe zajmują około 1/3 objętości merytorycznej części pracy. Pozostała część obejmuje badania własne, które podsumowane zostały wnioskami. Zdecydowanie większa część pozycji literaturowych to prace anglojęzyczne opublikowane po 2000 roku. W spisie literatury uwagę zwraca niekonsekwencja w sposobie cytowania literatury. Czasami Doktorantka stosowała pełne imiona autorów, w innych przypadkach wyłącznie ich inicjały. W większości przypadków stosowano kursywę dla tytułów cytowanych prac, której jednak brakuje w przypadku niektórych pozycji literaturowych (np. 106, 114, 126, etc.). W spisie literatury znalazły się również normy przedmiotowe, które w mojej opinii powinny zostać objęte osobnym spisem, co pozwoliłoby na większą przejrzystość. Należy jednak podkreślić, że nie ma takiego wymogu formalnego. Spis uwzględnia również prace, w których Doktorantka występuje jako główny autor lub współautor. Na początku pracy zamieszczono także spis treści. W mojej opinii praca byłaby czytelniejsza, gdyby rozdział trzeci został podzielony na dwa osobne

rozdziały. Jeden dotyczący materiału i metodyki badań oraz kolejny, w którym zawarte zostałyby wyniki zrealizowanych badań. Obecnie wszystkie te elementy znajdują się w jednym rozdziale zatytułowanym *Część badawcza*, co powoduje, że opis wyników badań rozpoczyna się od rozdziału 3.7. Jest to jednak drobna uwaga, która nie wpływa na ogólną ocenę pracy.

Praca napisana jest w języku angielskim, z tego względu na końcu pracy zamieszczono oprócz streszczenia w języku angielskim, również streszczenie w języku polskim. Na końcu pracy znalazły się również spisy tabel oraz rysunków, a także spis osiągnięć Doktorantki.

Zasadniczo praca jest napisana zrozumiałym językiem z użyciem właściwej terminologii. Pomimo ogólnie starannej redakcji pracy, pojawiają się błędy stylistyczne. W szczególności dotyczy to stosowania przez Autorkę pojedynczych zdań jako samodzielnych akapitów. Dysertacja nie ustrzegła się także od pojawiających się pewnych niejasnych lub nieściślych sformułowań, a także interpretacji. Należą do nich:

- 1) Przedstawiona na rysunku 26 krzywa rozciągania jest jednym z przykładowych jej przebiegów i jest typowa dla materiałów nie wykazujących wyraźnej granicy plastyczności, czego nie zaznaczono w podpisie. Krzywa rozciągania różni się w przebiegu w przypadku materiałów, które wykazują wyraźną granicę plastyczności oraz materiałów kruchych. Nieprecyzyjne jest również miejsce zaznaczenia na rysunku granicy plastyczności, która dla wykresu o takim przebiegu jest granicą umowną. Na rysunku zaznaczono granicę proporcjonalności, która jest granicą stosowalności prawa Hook'a. Wartość umownej granicy plastyczności wyznaczana jest poprzez poprowadzenie linii równoległej do prostoliniowego odcinka wykresu rozciągania z punktu odpowiadającego odkształceniu 0,2%, tym samym punkt ten nie może znajdować się na prostoliniowym odcinku. Również opis na rysunku 27 jest dyskusyjny – pęknięcie nie może być kruche, jeśli poprzedza je odkształcenie plastyczne. Należy podkreślić, że w/w rysunki są zaczerpnięte przez Doktorantkę z literatury. Jednak rolą naukowca jest również zachowanie pewnego krytycyzmu w odniesieniu do cytowanych danych.
- 2) Uwagę zwraca istniejąca niekonsekwencja w oznaczaniu próbek: czasem Doktorantka używa określenia PN 4, PN 22, etc (np. rysunki 45÷56 na stronach od 60 do 62). W innych miejscach wyłącznie używa w tym celu numerów (np. rysunki 135÷164 na stronach od 115 do 123). Jeszcze w innych wykorzystuje oznaczenie materiału lub skład jego chemiczny (np. Tabela 15 – str. 89, Tabele 21÷25 na stronach 105÷110). I choć Autorka prawidłowo przytacza poszczególne symbole, to jednak utrudnia to interpretację wyników przez Czytelnika. Podobna niekonsekwencja pojawia się również w tytułach rozdziałów 3.7, 3.8 i 3.9. Nie jest również zrozumiałe, dlaczego materiał oznaczony jako 22 znalazł się w osobnym rozdziale, zamiast razem z innymi proszkami zawierającymi miedź tj. 4, 18 i 26.
- 3) Na stronie 73 (i dalej) Doktorantka używa często określenia struktura w odniesieniu do mikrostruktury. Pojęcie struktury krystalicznej w przypadku materiałów krystalicznych związane jest z opisem na poziomie sieci krystalograficznej, czego nie realizujemy podczas obserwacji prowadzonych z wykorzystaniem metod mikroskopii świetlnej.
- 4) W tabelach 5 i 6 (str. 63) nie wskazano, czy zawartość pierwiastków wskazana została w procentach wagowych czy atomowych.
- 5) Opisy osi na rysunkach 75 i 76 (str. 77) są nieczytelne.
- 6) W rozdziale 3.7 na stronie 77 pojawiają się powtórzenia (3 i 5 akapit).
- 7) Parametry wytrzymałościowe uzyskiwane w statycznych próbach rozciągania oraz ściskania, takie jak: R_m , $R_{p0.2}$, etc. powinny być zapisywane z indeksem dolnym (str. 78, Tabela 11, podpisy do rysunków 77÷79, Tabela 13, podpis do rysunków 83÷85 i dalej).
- 8) Nie jest zrozumiałe, z jakiego powodu wyniki pomiarów twardości umieszczono w podrozdziale dotyczącym prób ściskania (rozdział 3.7.2, 3.9.2).

- 9) Brakuje miejsca wskazania pobrania próbek do badań mikroskopowych z obszarów pęknięć, które przedstawiono na rysunkach 100÷103 (i dalej). Jeśli próbki pobrano blisko przełomu, któremu towarzyszyło odkształcenie plastyczne, wówczas mogło przełożyć się to na obserwowaną mikrostrukturę, stąd taka informacja jest istotna.
- 10) Brakuje interpretacji dyfrakcji elektronowej przedstawionej na rysunku 112.
- 11) Brakuje zdefiniowania w treści próbek umieszczonych na rysunkach 115 oraz 116.
- 12) Nie przedstawiono niektórych warunków brzegowych użytych podczas modelowania z wykorzystaniem metody elementów skończonych (rodzaju użytych elementów skończonych, dane materiałowe wykorzystane w prowadzonych analizach). Pomimo, że modelowanie MES nie jest wiodącym elementem pracy, a dane te zostały zapewne zaczerpnięte prawidłowo z użytego oprogramowania, jednak powinny one zostać zaprezentowane w pracy i zweryfikowane pod względem poprawności. Tym bardziej, że Autorka jako jeden z celów postawiła sobie porównanie parametrów rzeczywistych i literaturowych użytych do analizy elementów skończonych MES. Brakuje mi również uzasadnienia, czym kierowano się podczas wyboru modelu zastosowanego w analizach. Autorka omówiła w studiach literaturowych wykorzystane modele, jednak nie wskazała w pracy jednoznacznie, co uzasadnia przyjęcie tych modeli do dalszych analiz.
- 13) Dobrym zwyczajem jest podpisywanie rysunków stanowiących analizy MES przyjętym kryterium stosowanych analiz wytrzymałościowych (rysunki od 117 do 122). Co prawda na skali zostało to opisane (było to minimalne lub maksymalne naprężenia główne, w zależności od rysunku), jednak niezorientowany czytelnik może mieć problem z interpretacją wyników.
- 14) W rozdziale 3.9, który powinien dotyczyć materiału oznaczonego jako 2 i 17, nieoczekiwanie pojawiają się również dane dotyczące materiału 18 (str. 124). Wydaje się, że jest to błąd redakcyjny, a przytoczone dane dotyczą w rzeczywistości materiału 17. Autorka w treści zwraca także uwagę, że materiał 2 nie spełnia wymagań normatywnych, jednak nie wskazuje jednoznacznie, w jakim zakresie występują odstępstwa.
- 15) W streszczeniu poszerzonym w pkt. 2 Autorka odwołuje się do badań fraktograficznych, których nie umieszczono w recenzowanej pracy. W treści rozprawy przedstawiono badania mikroskopowe SEM zglądów wykonanych na pękniętych komponentach, jednak nie pokazywano obrazów fraktograficznych.
- 16) W streszczeniu poszerzonym w pkt. 3 stwierdzono, że (...) „Obserwacja z użyciem mikroskopu optycznego wykazała strukturę ferrytu oraz perlitu. Jest to typowy składnik fazowy dla badanych elementów. (...)”. Nie jest to stwierdzenie właściwe, gdyż perlit nie jest składnikiem fazowy, a mieszaniną eutektoidalną składającą się z dwóch faz.
- 17) W streszczeniu poszerzonym w języku polskim w pkt. 2 stwierdzono, że (...) „Do modelowania zachowania się elementu spiekanego w pracy” (...). Myślę, że dużo lepiej brzmiałoby: Do modelowania zachowania się elementu spiekanego w warunkach eksploatacji.

Główne zastrzeżenie do pracy budzi sposób przeprowadzenia dyskusji wyników badań, który pozostawia pewien niedosyt. Badania własne przyjmują formę bardzo sprawozdawczą. Nie wykorzystano możliwości głębszej dyskusji uzyskanych wyników poprzez odniesienie się do dostępnej w tym zakresie literatury, a przedstawione wyniki często opisywane są lakonicznymi sformułowaniami. Autorka w szerszy sposób omawia uzyskane wyniki dopiero w części dotyczącej podsumowania. Niektóre z wniosków pojawiają się tam jednak dopiero po raz pierwszy. W moim odczuciu powinno mieć to miejsce już znacznie wcześniej. Również w podsumowaniu brakuje odniesienia do istniejącej już wiedzy na temat analizowanego zagadnienia.

2.5 Pytania problemowe

W trakcie analizy treści rozprawy doktorskiej nasunęło się recenzentowi kilka pytań i kwestii problematycznych, które stanowią zagadnienia do dalszej dyskusji. Należy do nich zaliczyć:

- 1) Skład chemiczny wskazany w Tabelach 5 i 6 nie jest zbieżny dla tych samych materiałów. Z czego to wynika?
- 2) W rozdziale 3.4 przedstawiono proszki wytypowane do realizacji założonych celów wdrożeniowych oraz udowodnienia postawionej tezy. Jakie było kryterium doboru wytypowanych proszków? Czym Autorka kierowała się podczas ich doboru?
- 3) Co Autorka rozumie w zdaniu, że żadna z próbek nie uzyskała wartości granicy plastyczności $R_{p0.2}$ (str. 78)? Wartość ta jest wyznaczana umownie. Szkoda, że Doktorantka nie przedstawiła w wynikach badań uzyskanych krzywych rozciągania, a wskazała jedynie w Tabeli 11 wartości wytrzymałości na rozciąganie (dla materiału uzyskanego z proszku 22). W przypadku pozostałych materiałów wartości R_m przedstawiono w Tabelach 21 i 22, a także 26 i 27. W przypadku niektórych próbek wskazano również wartości umownej granicy plastyczności. Czym różniły się przebiegi tych krzywych dla których nie wyznaczono wartości $R_{p0.2}$ od krzywych uzyskanych dla tych próbek, dla których wartość tą udało się wyznaczyć?
- 4) Autorka nie przedstawiła wartości wydłużenia uzyskanych z krzywej rozciągania. Na ile zagadnienie ciągliwości jest istotne z punktu widzenia zastosowań aplikacyjnych wytwarzanych materiałów? Jaki był charakter przełomu powstałego podczas statycznej próby rozciągania? Jak wartości wydłużenia lokowały się na tle materiałów uzyskiwanych klasycznymi metodami uwzględniając, że w mikrostrukturę materiału tworzyły składniki typowe dla stali nisko- i średniowęglowych?
- 5) Twardość uzyskanych materiałów była bardzo wysoka. Czym to uzasadnić uwzględniając, że twardość ferrytu, który jak wykazano jest głównym składnikiem fazowym wytworzonych materiałów, jest znacznie niższa.
- 6) Wyznaczony skład chemiczny materiału wytworzonego z proszku oznaczonego jako 2 wyraźnie odbiega od oczekiwanego pod względem zawartości węgla (str. 123). Autorka ogranicza się do komentarza, że materiał nie spełnia wymagań normy MPIF 35. Czym uzasadnić zwiększoną zawartość węgla? Czy Doktorantka potwierdzała skład chemiczny proszków służących do wytworzenia spieków?
- 7) Na stronie 142 Doktorantka stwierdza, że mikrostruktura badanych materiałów PN 17 oraz PN 22 składa się odpowiednio z ferrytu oraz ferrytu i perlitu. Z jakiego powodu w materiale PN 17 występuje wyłącznie ferryt, skoro - jak wskazano w Tabeli 5 - skład chemiczny proszku zawiera minimum 0,3% wag. węgla, co jest wystarczającą ilością do utworzenia perlitu. Taka zawartość węgla jest znacznie wyższa od maksymalnej rozpuszczalności węgla w ferrycie. Zatem co dzieje się z pozostałą zawartością węgla? Czy w badanych materiałach nie obserwowano tworzenia się grafitu? W jaki sposób zidentyfikowano występowanie perlitu w materiale PN 22? Szkoda, że Autorka nie pokusiła się o przedstawienie mikrostruktur przy większych powiększeniach, gdyż zastosowane powiększenie 100x utrudnia interpretację poszczególnych składników mikrostruktury. Tym bardziej, że Autorka w metodyce badań wskazuje, że stosowała powiększenia do 1000x. Również w dorobku Doktorantki można znaleźć prace, w których w szerszy sposób omówiono mikrostrukturę badanych materiałów (np. doi:10.5604/01.3001.0016.1479, gdzie Doktorantka jest głównym autorem). Pomiedzy obserwowanymi mikrostrukturami widoczne jest znaczne zróżnicowanie wielkości ziarna, na co Autorka nie zwraca uwagi. Można było w tym miejscu pokusić się o szerszą analizę stereologiczną badanych materiałów, tym bardziej że Politechnika Śląska ma duże tradycje w tym zakresie. Szkoda również, że wyniki obserwacji mikroskopowych prowadzonych

z zastosowaniem metod mikroskopii świetlnej przedstawiono wyłącznie dla dwóch z sześciu badanych materiałów. Na rysunkach 192 i 194 przedstawiono obrazy mikrostruktur tylko materiałów wytworzonych z proszków oznaczonych jako 17 oraz 22. Brak pogłębionej analizy mikrostrukturalnej spostrzegam jako pewne niedociągnięcie w pracy. Mikrostruktura badanych materiałów - obok porowatości - będzie istotnym czynnikiem wpływającym na właściwości mechaniczne wytworzonych materiałów.

- 8) Rozdział 3.7.2 dokumentuje w szerokim zakresie badania mikroskopowe przeprowadzone z wykorzystaniem metod skaningowej mikroskopii elektronowej. Doktorantka przedstawiła wyniki obserwacji prowadzonych po spiekaniu, a także spiekaniu prowadzonym z dodatkową obróbką cieplną. Jaka była różnica pomiędzy mikrostrukturami materiałów uzyskanych w obu tych procesach?

3. WNIOSKI I OCENA KOŃCOWA

Wymienione powyżej sugestie i uwagi krytyczne nie wpływają na moją ogólnie pozytywną opinię na temat przedłożonej mi do oceny pracy doktorskiej, a mają stanowić wskazówkę w dalszej pracy naukowej Doktorantki. Recenzowana dysertacja zawiera wartościowe wyniki badań, a także rozwiązuje i wdraża istotne zagadnienia użytkowe dotyczące metalurgii proszków. W mojej opinii rozprawa doktorska Pani mgr inż. Agnieszki Stanula pt. *„Effect of the chemical composition of iron-based powder materials on the properties of sintered components”* spełnia ustawowe kryteria określone w obowiązującej ustawie: Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (t.j. Dz.U. z 2022 roku, poz. 574 z późniejszymi zmianami). Odpowiada także zwyczajowym kryteriom stawianym rozprawom doktorskim, w tym w szczególności:

- 1) Stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego, jakim jest ocena wpływu wybranych pierwiastków wchodzących w skład chemiczny proszków na bazie żelaza na wybrane właściwości komponentów uzyskanych metodą spiekania
- 2) Wykazuje ogólną wiedzę teoretyczną Doktorantki w dyscyplinie Inżynieria Materiałowa.
- 3) Potwierdza umiejętność Doktorantki w samodzielnym realizowaniu badań naukowych.

Na podstawie przeprowadzonej analizy przedłożonej mi do oceny pracy należy stwierdzić, że w ocenie pracy na pierwszy plan wysuwa się aplikacyjny charakter realizowanego planu badawczego. Pomimo dość skromnej dyskusji zrealizowanych wyników badań, praca jest przykładem prawidłowego rozwiązywania zagadnień eksperymentalnych, co wymagało opanowania od Doktorantki niezbędnej wiedzy teoretycznej z zakresu inżynierii metalurgii proszków. Doktorantka po zidentyfikowaniu problemu badawczego, przedstawieniu tezy oraz celu badań zaproponowała, a następnie realizowała plan badawczy mający na celu określenie zależności pomiędzy składem chemicznym proszków zastosowanych do wytworzenia materiałów spiekanych, a ich właściwościami. Przyjęty przez Doktorantkę zakres badań eksperymentalnych, przeprowadzone badania i ich interpretacja umożliwiły osiągnięcie postawionych w pracy celów, a także potwierdziły słuszność sformułowanej tezy pracy.

Za najważniejsze mocne strony recenzowanej pracy doktorskiej i osiągnięcia Doktorantki uważam:

- 1) Aplikacyjny (wdrożeńowy) charakter realizowanej pracy;
- 2) Uzyskanie reprezentatywnego materiału badawczego - Doktorantka wytworzyła materiał badawczy z zastosowaniem proszków o zróżnicowanej zawartości węgla i miedzi oraz uzyskanych różnymi technologiami, a tym samym o różnej morfologii powierzchni - dla części materiałów zastosowano dodatkową obróbkę cieplną;
- 3) Stworzenie stanowiska badawczego do badań gęstości i porowatości elementów spiekanych.

- 4) Wykorzystanie metody MES do modelowania rozkładu naprężeń w wytwarzanych komponentach pod obciążeniem, co pozwala na przewidywanie miejsc ich wyężenia, a jednocześnie wprowadza interdyscyplinarność do zrealizowanej pracy.
- 5) Uzyskanie oraz prawidłowe powiązanie istniejącej korelacji pomiędzy składem chemicznym, gęstością a uzyskanymi eksperymentalnie wynikami właściwości mechanicznych wytworzonych materiałów.

W oparciu o przedstawioną opinię wnioskuję do Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa o dopuszczenie Doktorantki do dalszych etapów przewodu doktorskiego oraz publicznej obrony jej rozprawy doktorskiej.



/dr hab. inż. Marzena Lachowicz, prof. PWr/

