

Prof. dr hab. inż. Tomasz Lipiński
Wydział Nauk Technicznych
Uniwersytet Warmińsko-Mazurski w Olsztynie
Ul. Oczapowskiego 11, 10-719 Olsztyn

Olsztyn, dnia 27.11.2023 r.

**Recenzja rozprawy doktorskiej Pani mgr inż. Agnieszki Stanuli
nt.: „Effect of the chemical composition of iron-based powder materials on
the properties of sintered components”**

opracowana na zlecenie Przewodniczącej Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Pani Prof.
dr hab. inż. Marii Sozańskiej (RDIMa.RMT.512.15.2023 z dnia 21.09.2023 r.)
w związku z uchwałą Rady Dyscypliny Inżynierii Materiałowej Politechniki Śląskiej z dnia
19.09.2023 r.

1. Informacja o rozprawie

Rozprawa doktorska Pani mgr. inż. Agnieszki Stanuli została wykonana na Wydziale Mechaniczno-Technologicznym Politechniki Śląskiej pod kierunkiem Pani dr hab. inż. Wirginii Pilarczyk, prof. P.Ś. Podjęty przez Autorkę problem dotyczący wpływu składu chemicznego materiałów proszkowych na bazie żelaza na właściwości mechaniczne elementów spiekanych jest istotnym problemem badawczym. Wytwarzanie elementów konstrukcyjnych za pomocą spiekania proszków jest rozwijane z dużym sukcesem. Technologia ta cieszy się coraz większym zainteresowaniem przemysłu. Z tego powodu ma duży potencjał aplikacyjny. Dlatego podjęcie powyższego tematu pracy przez Doktorantkę uważam za trafne i celowe. Tematyka opiniowanej pracy dobrze odpowiada problemom przemysłowym występującym w trakcie wykonywania elementów konstrukcyjnych w przemyśle lotniczym, motoryzacyjnym itd. Wpisuje się również dobrze w coraz częściej podejmowaną problematykę symulacji komputerowej procesów wytwarzania. Przedstawione w rozprawie wyniki badań i rozważania mogą stanowić materiał porównawczy do udoskonalania procesów komputerowych,

Biuro Dziekana

wpłynęło dnia 29.11.2023
RD JMa RMT 197/51/2023
nr zał.

a wytworzony nowy materiał o przedstawionych właściwościach może zyskać zastosowanie praktyczne.

Przedstawiona do recenzji praca dotyczy procesu wytwarzania oraz badań wpływu składu chemicznego materiałów proszkowych, Fe-C, Fe-C-Cu na właściwości mechaniczne elementów spiekanych, a tym samym mieści się w obszarze dyscypliny inżynieria materiałowa.

2. Merytoryczna ocena rozprawy

Rozprawa ma typowy układ pracy doktorskiej. Rozprawa jest zapisana na 139 stronach maszynopisu formaty A4 (nie wliczając spisu treści, literatury, spisu rysunków i tabel, streszczenia oraz zawartych informacji o Autorce) i zawiera cztery rozdziały. Biorąc pod uwagę duże marginesy w rozprawie, jej objętość zaliczam do typowych. Pierwszym rozdziałem jest jednostronicowe wprowadzenie w tematykę rozprawy. W drugim rozdziale obejmującym część literaturową (strony 9 do 59 maszynopisu), w których Doktorantka przedstawiła:

- morfologię i właściwości proszków metali na bazie żelaza (rozdział 2.1),
- metody wytwarzania proszków metali (rozdział 2.2),
- charakterystykę ogólną właściwości mechanicznych (rozdział 2.3),
- metody numeryczne FEA i Drucker-Prager model (rozdział 2.4),
- proces spiekania żelaza używany w przemyśle motoryzacyjnym (rozdział 2.5),
- metody Six Sigma and IATF (rozdział 2.6).

Kolejne dwa rozdziały stanowią badania własne (strony: 57 do 147), w których Doktorantka przedstawiła:

- tezę (rozdział 3.1)
- cel pracy (rozdział 3.2),
- zakres pracy (rozdział 3.3),
- właściwości materiału proszkowego (rozdział 3.4),
- metody spiekania (rozdział 3.5),
- metody badań (rozdział 3.6),
- omówienie rezultatów badań elementów spiekanych z FC-0208 (rozdział 3.7),
- omówienie rezultatów badań elementów spiekanych z Fe-C-Cu (rozdział 3.8),
- omówienie rezultatów badań elementów spiekanych z Fe-C (rozdział 3.9),
- wnioski (rozdział 4).

Praca wyedytowana została w języku angielskim, w którym to języku Autorka nie ustrzegła się błędów stylistycznych i gramatycznych, np. str. 70. Tytuł rozprawy: „Effect of the chemical

composition of iron-based powder materials on the properties of sintered components” („Wpływ składu chemicznego materiałów proszkowych na bazie żelaza na właściwości elementów spiekanych”) został sformułowany dość ogólnie. Nie wskazuje jakie właściwości będą poddawane analizie. Niemniej jednak jest on adekwatny do treści zamieszczonych w rozprawie.

Całość pracy rozpoczyna: wprowadzenie, spis treści oraz wykaz ważniejszych oznaczeń. Po przeglądzie literatury i części zawierającej badania własne Autorka zamieściła: wykaz literatury, spis rysunków i tabel, streszczenie (w języku polskim i angielskim), autoinformację oraz załącznik cyfrowy do rozprawy w postaci nośnika CD.

Łącznie praca zawiera 194 rysunki i 33 tabele. Literatura obejmuje 134 pozycje z czego 100 pozycji Autorka wykorzystwała w rozprawie. Datowane są one od 1954 do 2023 roku. Najstarsze pozycje dotyczą ogólnych właściwości materiałów i metod ich badań. Wykorzystana literatura powiązana bezpośrednio z tematyką badań pochodzi z lat 1994 do 2023 z której 52 wymienione pozycje datowane są z ostatnich 5 lat (od 2018 r.). W wykazie literatury znajdują się 4 pozycje współautorskie Doktorantki, 13 odniesień do stron internetowych. Tak szeroki przedział czasowy pozycji literaturowych świadczyć może, o wyłonieniu przez Doktorantkę najistotniejszych doniesień dotyczących tematu pracy, bez względu na datę przeprowadzonych badań. Szkoda jedynie, że Autorka nie wykorzystwała wszystkich przytoczonych pozycji w rozprawie. Zapisy pozycji literaturowych również nie są ujednolicone. Stosowane są zapisy zarówno tekstem prostym, np. [16,17] jak i kursywą, np. [18,19] stosowane są pierwsze litery imion, np. [15,18] jak i całe imiona autorów, np. [16,19] stosowane są określenia volume, np. [13,22], vol., np [2,29], pages, np [22,44], pp., np [27,29] lub podawane same dane, np. [24,28]. W analizie merytorycznej literatury zamieszczonej w rozprawie doktorskiej (oprócz prac współautorskich Doktorantki i dwóch pozycji ogólnych [19] 1994 r. i [115] 2006 r.) brakuje pozycji krajowych autorów. Czyżby w kraju nie były prowadzone badania z zakresu przedstawionej rozprawy? Czy osiągnięcia krajowych autorów są tak znikome, że nie warte są analizy? Doktorantka w przeglądzie literatury słusznie zwraca uwagę między innymi na gęstość materiałów wytwarzanych metodą spiekania, która wraz z składem chemicznym i mikrostrukturą determinują właściwości materiałów oraz wynikające z tych właściwości możliwości praktycznego zastosowania materiałów wytwarzanych metodą spiekania.

Obecnie materiały proszkowe można spiekać z dużą dokładnością otrzymując elementy konstrukcyjne o wysokich właściwościach mechanicznych. Różnym badaczom pomimo stosowania różnych technologii i różnych proszków metali nie udało się otrzymać tworzywa o 100% objętości metalu. Wytworzenie elementów konstrukcyjnych o dobrych właściwościach

wymusza stosowanie drobnoziarnistych proszków o precyzyjnie dobranym składzie chemicznym i dedykowanych im parametrach procesu. Pory zazwyczaj stanowią około jednego procenta objętości. Wszystko to przekłada się na właściwości mechaniczne elementów spiekanych. Autorka nie kończy przeglądu literatury typowym dla rozpraw doktorskich postawieniem problemu. Problem ten omawiany jest sukcesywnie w trakcie całego rozdziału drugiego i zostaje jasno postawiony w rozdziale trzecim w postaci tezy, celu i zakresu badań własnych Autorki. Przedstawienie przeglądu literatury budzi pewien niedosyt. Moim zdaniem za mało i nazbyt pobieżnie zostały przedstawione zagadnienia związane z tematem i celem rozprawy na rzecz przedstawienia typowych zagadnień związanych z badaniami mechanicznymi. Charakteryzując proszki metaliczne na stronie 9 (8 wiersz od dołu) Autorka przywołuje pozycję literatury [6], zaś na rys. 2 którego opis dotyczy zamieszczone jest odwołanie do pozycji [8] (str. 10). W przeglądzie literatury zostały scharakteryzowane proszki metaliczne na bazie żelaza, metody wytwarzania materiałów za pomocą spiekania oraz niektóre metody ich badania. Sposób przedstawienia niektórych zagadnień również jest nieprecyzyjny. Przykładem mogą być rys. 26 i 27. Zamieszczony w opiniowanej rozprawie rys. 26 jest kopią rysunku 4 zaczerpniętego z przywołanej przez Doktorantkę pozycji [42] i przedstawia typową krzywą naprężenia-odkształcenia dla pianek metalowych, natomiast Doktorantka skróciła opis krzywej do „typowa krzywa naprężenia-odkształcenia dla metalu” co nie jest w pełni zgodne z przedstawionymi, np. w EN 10002-1 graficznymi postaciami krzywych statycznej próby rozciągania. Dodatkowo zamieszczony w pracy [42] rysunek jest zacytowany z pracy pod redakcją Joseph R. Davis Tensile Testing. Zatem nie jest on autorstwa [42], któremu został przypisany. Podobnie rys. 27, który w oryginale zamieszczony jest w Cal Poly Pomona, 2000. Properties of Rocks Under Stress. Structural Geology w zasadzie dedykowany do materiałów geologicznych. Oba wymienione powyżej rysunki bez szczegółowego omówienia pozostawiają czytelnikowi możliwość interpretacji intencji Autora rozprawy. Jednocześnie proszę Autorkę o wyjaśnienie celowości zamieszczenia jednocześnie obu tych rysunków.

Część literaturowa ma układ analogiczny do części badawczej, co potwierdza spójność rozprawy oraz wykazuje dobre rozeznanie Doktorantki w zakresie tematyki rozprawy. Kolejność zamieszczonych rozdziałów nie budzi zastrzeżeń. Autorka w sposób zwięzły przedstawiła problem badawczy oraz umieściła go w sprecyzowanym obszarze badawczym. W tym celu trafnie dobrała metodykę badawczą, wytworzyła próbki, poddała je zaplanowanym badaniom, zaprezentowała wyniki badań ich analizę i dyskusję oraz wnioski podsumowujące wyniki eksperymentu.

Doktorantka prawidłowo sformułowała tu problem badawczy w postaci tezy:

„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.”

Cel pracy Autorka postawiła następująco:

„Celem naukowym rozprawy doktorskiej jest zbadanie wpływu składu chemicznego materiałów proszkowych, Fe-C, Fe-C-Cu na właściwości mechaniczne elementów spiekanych.”

Doktorantka określiła również następujące cele wdrożeniowe:

„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.”

Teza i cel rozprawy, dobrze formułują problem naukowy w oparciu o przeprowadzoną analizę aktualnego stanu wiedzy naukowej z zakresu przedstawionego tematu. Po przeanalizowaniu tezy i spójnego z nią celu pracy stwierdzam, że rozprawa ma charakter naukowy i zmierza do rozwiązania oryginalnego problemu naukowego. Uważam, że Autorka ocenianej rozprawy potrafi właściwie sformułować problem naukowy, a z lektury następnych rozdziałów rozprawy wynika także, że potrafi zaproponować odpowiednie metody jego rozwiązania.

Do zrealizowania postawionego celu badań Doktorantka opanowała i wykorzystała wiele metod badawczych, szczegółowo opisanych w rozprawie w rozdziale 3.6 Metody badawcze. Wykaz stopów poddanych badaniom Autorka zamieściła w tabeli 5 na stronie 63, a ich składy chemiczne w tabelach 6 i 8 odpowiednio na stronach 63 i 64.

Wyniki badań i ich analizę Doktorantka zamieściła w rozdziałach 3.7 dla FC-0208 i 3.8 dla Fe-C-Cu. Szkoda, że opisy osi i legendy wykresów zamieszczone w pracy są wyedytowane tak małą czcionką, np. rys. 75, rys. 76, utrudnia to ich analizę. Doktorantka bardzo oszczędnie przedstawia dane umożliwiające identyfikację próbek, praktycznie występują one w tytułach rozdziałów (3.7 i 3.8) i nazwach tabel. Nie zawsze zostały również zamieszczone, np. przy rysunkach, czy w tekście przywołującym tabele i rysunki, np. str. 70-85. Doktorantka przedstawia dużo wykresów zawierających punkty pomiarowe oraz linię na każdym z nich jak

należy przypuszczać będącą linią regresji (o czym świadczy bardzo zwięzły tekst zamieszczony pod rysunkami), np. rys.80 do rys. 82 (str. 81 i 82) i odpowiednio 2 linia tekstu od góry. Tak prowadzona analiza jest typowa dla ocenianej rozprawy. Autorka nie podaje jednak czy badała istotność tych równań i ewentualnie jakie zastosowała kryteria do oceny ich istotności? Nie znalazłem wyjaśnienia dlaczego naniesiono na wykresy linie regresji o określonym przebiegu, np. dla rys. 77 do rys. 82? W ocenianej rozprawie brakuje informacji na ilu próbkach prowadzono poszczególne badania, np. badania wytrzymałości na rozciąganie, twardości. Czy parametry wytrzymałościowe podawane, np. w tabeli 21 dotyczą jednego powtórzenia? Nie odnaleziono również parametrów badania twardości. Przedstawione mikrostruktury mają podane powiększenia, ale podziałki są mało czytelne, np. rys. 100 do rys. 103. Skład chemiczny podany w tabeli 16 w przypadku miedzi jest na granicy błędu. Ilość 00,32 wt% Cu i 00,28 at% Cu również jest nietypowym zapisem. Zapis ten można by traktować jako błąd edytorski, ale sekwencja ta jest powtórzona w tabelach 17- 19 na str. 95-96. Zapewne Autorka dążyła do zapisania liczb z taką samą ilością miejsc przed jak i po przecinku. Doktorantka stosuje również różne oznaczenia próbek oznaczając je, raz numerem, a raz symbolem zmuszając tym samym czytelnika do porównywania zapisów z tabelą zestawiającą materiał badawczy, np. tabela 21 i rys. 135-164. Przedstawione powyżej uwagi są typowymi niedoskonałościami rozpraw doktorskich.

W rozdziale opisującym badania własne Doktorantka przedstawiła liczne badania wsparte zwięzłą analizą. Została przedstawiona analiza proszków. Na wytworzonych metodą spiekania próbkach Autorka przeprowadziła badania gęstości, statyczną próbę rozciągania (z pominięciem wydłużenia), twardości, analizę mikrostruktury i składu chemicznego, określiła moduł Young'a w tym gęstość i wytrzymałość w temperaturach 23°C i 120°C. Zrealizowała również analizę przy wykorzystaniu metody elementów skończonych. Chociaż w pracy zabrakło przedstawienia szczegółów tej metody, jak np. specyficznych warunków brzegowych bez określenia których niemożliwe by było przeprowadzenie analizy MES. Przedstawiła również nowy materiał oznaczony jako FC-0208 na bazie Fe-C-Cu wraz z badaniami jego właściwości. Na szczególną uwagę zasługuje również autorski wkład Doktorantki widoczny w metodzie określania gęstości materiałów spiekanych. We wszystkich przedstawionych wynikach badań i ich syntetycznej analizie zauważam dążenie Doktorantki do osiągnięcia postawionego na wstępie rozdziału trzeciego celu badawczego.

W rozdziale 4 stanowiącym podsumowanie badań Autorka przedstawia w czterech punktach spostrzeżenia wynikające z badań i ich analizy Są one słuszne w odniesieniu do uzyskanych wyników badań oraz są skorelowane z tezą i celem rozprawy.

Stwierdzam, że Autor dowiódł postawioną tezę oraz osiągnął zamierzony cel przedstawiony na str. 57 ocenionej rozprawy.

Za szczególne osiągnięcie w realizacji pracy uważam opracowanie nowego materiału FC-0208 (Fe-C-Cu), wykonanie badań pozwalających na zgłoszenie patentowe i zgłoszenie zastrzeżenia wynalazku P.441597 (które podaje Doktorantka w opiniowanej rozprawie). Niestety zgłoszenie jeszcze nie zostało ujawnione przez Urząd Patentowy.

Przy tak bogatym eksperymencie, biorąc pod uwagę ograniczoną objętość rozprawy doktorskiej, Autorka nie była w stanie zamieścić i opisać wszystkich otrzymanych w trakcie badań wyników. Wykazała jednak, że potrafi nie tylko zaplanować i przeprowadzić eksperyment, ale również potrafi przeprowadzić prawidłową jego analizę i wyciągnąć właściwe wnioski.

MES wraz z analizą stanowią bardzo cenny materiał aplikacyjny zarówno do wykorzystania w przemyśle jak i aplikacjach komputerowych w celu optymalizacji procesów wytwarzania materiałów metodą spiekania.

Mimo przedstawionych drobnych uwag, które mogą mieć charakter polemiczny, należy stwierdzić, że nie umniejszają one zasadniczej wartości pracy, w której zrealizowano bardzo szeroki program badań. Autorka przedstawiła również szereg bardzo interesujących aspektów aplikacyjnych.

3. Wniosek końcowy

Opiniowaną przeze mnie rozprawę doktorską mgr inż. Agnieszki Stanuli zatytułowaną „Effect of the chemical composition of iron-based powder materials on the properties of sintered components” oceniam pozytywnie. Wykazuje ona ogólną wiedzę teoretyczną Kandydatki w dyscyplinie Inżynieria materiałowa z zakresu analizy wpływu składu chemicznego materiałów proszkowych Fe-C i Fe-C-Cu na właściwości mechaniczne elementów spiekanych, stanowi oryginalne rozwiązanie postawionego problemu naukowego oraz wykazuje umiejętność i dobre przygotowanie Autorki do samodzielnego prowadzenia pracy naukowej.

Rozprawa doktorska mgr inż. Agnieszki Stanuli zatytułowana „Effect of the chemical composition of iron-based powder materials on the properties of sintered components” spełnia wymagania ustawy z dnia 20. lipca 2018 r. (Dz. U. 2023.742) jednolity tekstu ustawy - Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce, stawiane rozprawom doktorskim. **Wnoszę o dopuszczenie Pani mgr inż. Agnieszki Stanuli do publicznej obrony.**

