

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

jest do końca rozpoznane. Zmęczenie, pełzanie i relaksacja naprężeń wpływają na strukturę materiału poprzez złożone mechanizmy, według specyficznych zależności. Przedstawione badania mają na celu wypełnienie tej luki, a analiza efektów tych czynników na trwałość i strukturę kompozytów wzmocnionych cząstkami ceramicznymi wnosi interesujące i wartościowe informacje.

Kompozyty te charakteryzują się wysoką wytrzymałością, odpornością na zmęczenie i korozję, dzięki czemu nadają się do zastosowań motoryzacyjnych, lotniczych, morskich i obronnych. Choć są przedmiotem badań od wielu lat i zostały dobrze rozpoznane, to jednak, nadal brakuje informacji na temat ich długotrwałego obciążania i zachodzących zjawisk, co ma kluczowe znaczenie dla zapewnienia bezpiecznego użytkowania.

Głównym celem pracy jest określenie wpływu pełzania, relaksacji i zmęczenia na trwałość materiałów kompozytowych w podwyższonych temperaturach. Zostanie zbadany wpływ tych zjawisk oddzielnie jak i w połączeniu, w układzie sekwencyjnych obciążeń, z analizą zmian struktury i jej zniszczenia.

Chociaż kompozyty wykazują dobre właściwości mechaniczne i są szeroko stosowane w lekkich konstrukcjach mechanicznych, ich wytrzymałość pogarsza się w podwyższonych temperaturach. Dlatego też do kluczowych zadań niniejszych badań należy:

1. Charakterystyka materiału z oceną podstawowych właściwości mechanicznych i mikrostruktury nieumocnionego stopu AlSi (EN AC-Al Si12CuNiMg) w temperaturze otoczenia oraz podwyższonej.
2. Analiza zjawisk fizycznych, struktury stopu w warunkach relaksacji naprężeń i pełzania.
3. Badania właściwości mechanicznych materiału kompozytowego w szerokim zakresie temperatur wraz z odniesieniem do stopu osnowy.
4. Analiza wpływu sekwencji obciążeń (relaksacji, pełzania i zmęczenia) na trwałość i zmiany strukturalne materiału kompozytowego.
5. Badania mikrostrukturalne przed i po poddaniu materiału kompozytowego złożonym warunkom obciążenia.
6. Analiza mechanizmu zniszczenia i pęknięcia materiałów zarówno w prostych, jak i połączonych warunkach obciążenia.

Tak sformułowane zadania o charakterze naukowym i utylitarnym, jak również zdefiniowane cele pracy, w moim przekonaniu zawierają pierwiastek nowości i będą stanowić oryginalny wkład do inżynierii kompozytów zawieszinowych. Zakres prac obejmuje dwa zasadnicze obszary: badania właściwości mechanicznych połączone z analizą mechanizmów zniszczenia oraz badania strukturalne materiałów przed i po każdym etapie badań zmęczeniowych i pełzania.

3. Ocena redakcyjnej formy rozprawy

Przedłożona do oceny praca doktorska liczy 123 strony, z klasyczną sekwencją rozdziałów, obejmującą studium literaturowe oraz badania własne. Studium wraz ze spisem treści, wykazem oznaczeń i wprowadzeniem przedstawiono na 46 stronach. Zawiera ono 4 zasadnicze

podrozdziały przedstawiające między innymi charakterystykę odkształceń wywołanych relaksacją naprężeń, płużaniem oraz obciążeniem zmeczniovym. Na wstępie Autor opisuje właściwości mechaniczne stopów aluminium w tym osnowy EN AC-Al Si12CuNiMg oraz kompozytów umacnianych cząstkami SiC. W kolejnej części przechodzi do bardziej złożonego stadium wpływu obciążeń cyklicznych na zmiany strukturalne i trwałość materiału. Nadaje to pracy dużą przejrzystość, pozwala zrozumieć problem badawczy, a także poznać sposób postępowania w jego rozwiązaniu. W zamykającym podsumowaniu części teoretycznej zaakcentowano złożoność zjawisk, ich synergiczne oddziaływanie w zastosowaniach metalowych materiałów kompozytowych. Podkreślono, że choć zjawiska te są szeroko badane to jednak nadal nie można zdefiniować jednoznacznych kryteriów dla trwałości bądź zniszczenia materiału. Dlatego też praca koncentruje się na analizie wpływu połączonego oddziaływania relaksacji, płużania i zmęczenia na trwałość materiałów kompozytowych. Zadanie trudne i złożone co świadczy o dojrzałości naukowej doktoranta, który badał już podobne zagadnienia przy realizacji pracy magisterskiej.

Badania własne, które stanowią ok. 2/3 całości, są opisane w kilku rozdziałach, logicznie ze sobą powiązanych, z wiodącym wątkiem i celem badań. Czytelnik bez trudu może wyodrębnić kolejne etapy prac, zapoznać się z ich wynikami i interpretacją. Każdy etap badań jest częścią spójnej całości dającej pogląd na temat właściwości osnowy aluminiowej, materiałów kompozytowych, ich cech i przemian strukturalnych wywołanych analizowanym stanem naprężeń. Większość badań jest udokumentowanych graficznie, a ich wyniki uporządkowane na wykresach, dając możliwość szybkiego wglądu w uzyskane efekty. Całość dysertacji jest starannie opracowana i napisana z użyciem właściwej terminologii. Należy podkreślić, że Doktorant właściwie łączy różne wątki badań, kładzie nacisk na istotne zagadnienia wykazując się dojrzałością i doświadczeniem w prowadzeniu pracy naukowej. Pomimo przeanalizowania różnych czynników i podawania dużej ilości danych ich przyswajanie nie wymaga większego wysiłku. Jakość fotografii czy licznie udokumentowanych obrazów mikroskopii elektronowej jest bardzo dobra. Należałoby jednak dodać fotografie mikrostruktur przy większym powiększeniu, wskazać na nich omawiane zjawiska, typu porowatości, mikropęknięcia, odspojenia. Może podczas obrony doktoratu i dyskusji wyników te zagadnienia zostaną przedstawione szerzej. Ogólnie praca sprawia wrażenie rzetelnej dokumentacji badawczej, bez zbędnych ozdobników i nieprzydatnych odniesień.

4. Wyniki badań i wnioski

Rozprawa zawiera kompleksowe i szczegółowe badania właściwości mechanicznych oraz przemian strukturalnych kompozytu na osnowie siluminu wzmocnionego cząstkami węgla krzemu w różnych warunkach obciążenia, w tym połączonej relaksacji naprężeń, płużania i zmęczenia. Głównym celem badań jest określenie trwałości i integralności strukturalnej kompozytu, a tym samym zebranie informacji na temat jego potencjalnych zastosowań w środowiskach narażonych na duże obciążenia.

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 α -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 sedimentacji 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 międzykryształiczne. Dodatkowo bruzdy i wgłębienia były charakterystyczne dla pękania półkrucho. 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. Goffili 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 cieplej, 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. Gofili Gudeta Sirata do publicznej obrony rozprawy doktorskiej przed Radą Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Śląskiej.

Krzysztof Naplocha

