

Prof. dr hab. inż. Jerzy J. Wystocki

Instytut Fizyki
Wydział Inżynierii Procesowej, Materiałowej
i Fizyki Stosowanej
Politechnika Częstochowska

Al. Armii Krajowej 19
42-200 Częstochowa
tel.: (34) 325-06-18; tel./fax: (34) 325-07-95
e-mail: wystocki@wp.pl



RECENZJA

Pracy doktorskiej mgr inż. Anny Januszki na temat:

**„Identyfikacja procesu krzepnięcia masywnego szkła metalicznego
 $Fe_{36}Co_{36}B_{19,2}Si_{4,8}Nb_4$ ”**

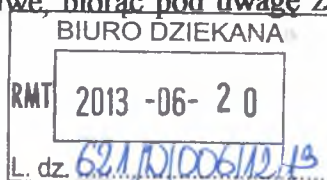
Recenzja została opracowana na podstawie pisma z dnia 13 czerwca 2013 r.
(Nr: RMT0-582/D/006/12/13) Dziekana Wydziału Mechanicznego Technologicznego
Politechniki Śląskiej w Gliwicach prof. dr hab. inż. Arkadiusza Mężyka

1. Tematyka pracy i jej cel

Recenzowana praca doktorska mgr inż. Anny Januszki dotyczy badań szkieł metalicznych. Problematyka ta, pomimo upływu ponad 50 lat od wytworzenia po raz pierwszy w The California Institute of Technology, popularnie nazywanym Caltech, przez Duweza i współpracowników amorficznych próbek dwuskładnikowego stopu $Au_{75}Si_{25}$, jest ciągle aktualna i intensywnie badana.

Historia badań szkieł metalicznych w Polsce także ma już długą historię, bowiem jej początek sięga lat siedemdziesiątych ubiegłego stulecia, a zapoczątkowali ją prof. H. Matyja i prof. P. Zieliński na Politechnice Warszawskiej. Od tego czasu wiele krajowych ośrodków podjęło tę tematykę, osiągając wiele sukcesów i stając się rozpoznawalnymi w świecie w obszarze badań szkieł metalicznych. Do takich ośrodków naukowych należy również Wydział Mechaniczny Technologiczny Politechniki Śląskiej, z osobami profesorów Danuty Szewieczek, Leszka A. Dobrzańskiego i Ryszarda Nowosielskiego (przypomnę, promotora recenzowanej pracy doktorskiej).

Dlatego podjęcie tematyki szkieł metalicznych, a w szczególności najnowszej jej odmiany, znanej od początku lat dziewięćdziesiątych ubiegłego stulecia, to jest tak zwanych masywnych szkieł metalicznych, przez doktorantkę mgr inż. Annę Januszkę należy uznać za właściwe, biorąc pod uwagę zarówno aktualność tematyki i duże doświadczenie ośrodka w



którym prowadzony jest przewód, a w szczególności promotora prof. dr hab. inż. Ryszarda Nowosielskiego.

Przedstawiona do recenzji praca doktorska mgr inż. Anny Januszki, zatytułowana: „Identyfikacja procesu krzepnięcia masywnego szkła metalicznego $\text{Fe}_{36}\text{Co}_{36}\text{B}_{19,2}\text{Si}_{4,8}\text{Nb}_4$ ”, posiada typowy układ dla tego typu opracowań, powiedziałbym, że wręcz klasyczny. Część pierwsza pracy, stanowiąca ok. 1/3 całości, poświęcona jest przeglądowi literaturowemu tj. podaniu podstawowych informacji jak i zrelacjonowaniu stanu dotychczasowych badań szkieł metalicznych, ze szczególnym uwzględnieniem masywnych szkieł metalicznych. Autorka w poszczególnych podrozdziałach omawia wielkości charakteryzujące masywne szkła metaliczne, a więc zdolność do zeszklenia i krytyczną szybkość chłodzenia, mechanizmy krzepnięcia, strukturę masywnych szkieł metalicznych, naprężenia własne i odporność na kruche pękanie szkieł metalicznych. Każdy z tych tematów jest potrzebny i nie może być pominięty, ponieważ znajduje odbicie w następnej części pracy, tj. badaniach własnych. Równie ważnym podrozdziałem, ze względu na tematykę pracy i jej cel jest rozdział w którym Autorka omawia numeryczne modelowanie zjawisk termomechanicznych zachodzących podczas krzepnięcia ciekłego stopu w formie odlewniczej, w szczególności z wykorzystaniem metody elementów skończonych (MES).

Na szczególne podkreślenie zasługuje przejrzystość, jasność i konsekwencja w pisaniu oraz przedstawianiu zagadnień przez Doktorantkę w tej części pracy. Mgr inż. Anna Januszka w jasny i klarowny sposób podaje definicje zagadnień, które później wykorzystuje w badaniach własnych. Tekst jest zrozumiały dla czytelnika. Potwierdzeniem tego jest już pierwszy podrozdział „Pojęcie identyfikacji” w rozdziale zatytułowanym „Przegląd piśmiennictwa”. Ponieważ pojęcie „identyfikacji” użyte w tytule pracy doktorskiej jest pojęciem bardzo szerokim i mającym kilka znaczeń, ważnym jest dla właściwego odbioru i zrozumienia pracy jednoznaczne zdefiniowanie go już na samym początku. Pod pojęciem „identyfikacji” Autorka rozumie, cytując: „zespół metod i narzędzi oraz algorytmy, które pozwalają zbudować model systemu lub procesu w oparciu o dane pomiarowe zebrane z wejścia i wyjścia”. Dlatego przy takim rozumieniu pojęcia „identyfikacji” Autorka formułuje cel pracy, jako opracowanie modelu numerycznego zmian temperatury w funkcji czasu w metalowej formie i krzepnącej próbce szkła metalicznego na przykładzie stopu $\text{Fe}_{36}\text{Co}_{36}\text{B}_{19,2}\text{Si}_{4,8}\text{Nb}_4$, a także związanego z tym rozkładu naprężeń własnych oraz weryfikację eksperymentalną opracowanego modelu. Doktorantka w osobnym rozdziale sformułowała również tezę pracy, która brzmi, cytując: „Rozkład temperatury zeszklenia (T_g) w objętości próbki (modelu) jest zmienny w czasie i przestrzeni. Związane jest to z różną

szybkością chłodzenia w przekroju próbki i skutkuje zróżnicowaniem struktury amorficznej oraz zmianą naprężeń własnych”. Takie sformułowanie tezy i celu pracy świadczy o dojrzałości naukowej i dużej wiedzy Doktorantki, ponieważ równie dobrze, ale dużo mniej ambitnie, mogłaby określić cel pracy jako udowodnienie postawionej tezy, a tak nie robi.

W moim przeświadczeniu rozdział poświęcony przeglądowi literatury („2. Przegląd piśmiennictwa”) jest nie tylko typowym omówieniem prac na temat identyfikacji procesu krzepnięcia masywnych szkieł metalicznych, ale przede wszystkim, krytycznym omówieniem dotychczasowego stanu badań i po uzupełnieniach, mógłby stanowić interesujący artykuł przeglądowy.

Na zakończenie omawiania tej części pracy miałbym pytanie związane z metodami magnetycznymi pomiaru naprężeń w masywnych szklach metalicznych. Oczywiście metody te (np. obserwację struktury domenowej przy użyciu mikroskopii elektronowej) można stosować w przypadku materiałów wykazujących właściwości ferromagnetyczne. Czy zna lub mierzyła Pani właściwości magnetyczne badanych szkieł metalicznych (np. koercję, namagnesowanie nasycenia, remanencję) ? Przy okazji uwaga dotycząca precyzyjnego wyrażania się. Pisze Pani, że metody magnetyczne można stosować, cytując: „dla materiałów charakteryzujących się własnościami magnetycznymi”. To zbyt ogólne pojęcie. Jakimi własnościami magnetycznymi, bo właściwości magnetyczne posiadają też diamagnetyki czy paramagnetyki? Należałoby zawęzić to stwierdzenie do właściwości ferromagnetycznych czyli ferromagnetyków.

2. Wyniki badań oraz wnioski

Część pracy dotyczącą badań własnych mgr inż. Anna Januszka rozpoczyna, po przedstawieniu celu i tezy pracy (o czym już pisałem), charakterystyką badanego materiału i stosowanej metodyki badań. Do badań wybrano stop na bazie żelaza i kobaltu o składzie chemicznym $Fe_{36}Co_{36}B_{19,2}Si_{4,8}Nb_4$ wytworzony metodą odlewania ciśnieniowego do formy miedzianej. Próbki miały kształt prętów o średnicy 2, 3 i 4 mm. Natomiast dla zrealizowania celu pracy i udowodnienia postawionej tezy przeprowadzono:

- badania struktury metodami: rentgenowskiej analizy fazowej oraz za pomocą badań strukturalnych i faktograficznych;
- badania wybranych własności materiałowych, w tym: różnicowej analizy termicznej (DTA), różnicowej kalorymetrii skaningowej (DSC);
- współczynnika przewodności cieplnej λ ;

- liniowego współczynnika rozszerzalności cieplnej (α) metodą dylatometryczną;
- gęstości (ρ);
- własności mechanicznych, w tym próbę ściskania i pomiar mikrotwardości metodą Vickersa;
- opracowanie modelu numerycznego;
- badania symulacyjne metodą elementów skończonych, stosując oprogramowanie ANSYS.

Już to krótkie przedstawienie działań dokonanych w ramach pracy doktorskiej pokazuje jak wiele komplementarnych metod stosowała Doktorantka i jak dużo uzyskała wyników doświadczalnych. Dlatego nie dziwi mnie objętość pracy (łącznie 172 strony), choć może odstraszać potencjalnego czytelnika. Tę objętość pracy tłumaczy fakt, że składa się ona właściwie z dwu części, z których każda, przy odpowiednim opracowaniu, mogłaby stanowić oddzielną pracę doktorską. Pierwsza z nich obejmuje badania struktury, badania wybranych własności materiałowych (wymienionych wcześniej) masywnych szkieł $\text{Fe}_{36}\text{Co}_{36}\text{B}_{19,2}\text{Si}_{4,8}\text{Nb}_4$ w kształcie prętów o średnicy 2, 3 i 4 mm. Natomiast druga przedstawia wyniki badań symulacyjnych wraz ze sformułowaniem modelu numerycznego oraz wynikami badań weryfikacyjnych.

Według mojej opinii szczególnie wartościowa, wnosząca istotny wkład do poznania masywnych szkieł metalicznych jest ta druga z wymienionych przeze mnie części. Należy podkreślić, że to lakoniczne stwierdzenie „sformułowanie modelu” jest złożonym procesem wymagającym nie tylko dużej wiedzy ale i sprawności w posługiwaniu się odpowiednim oprogramowaniem. Sformułowanie modelu numerycznego obejmowało następujące etapy:

- budowa modelu geometrycznego formy odlewniczej;
- podział modelu geometrycznego formy odlewniczej na elementy skończone (dyskretyzacja);
- ustalenie warunków początkowych i fizycznych;
- ustalenie warunków brzegowych.

Nie mniej istotna jest również część pracy prezentująca wyniki badań struktury, które potwierdziły uzyskanie materiału o strukturze amorficznej. Natomiast wyniki badań własności materiałowych stanowiły dane wejściowe do modelu obliczeniowego.

Jako istotny wniosek przeprowadzonych obliczeń uzyskano stwierdzenie, że dla badanego masywnego szkła metalicznego największe szybkości chłodzenia występują w punktach kontaktu próbki z formą odlewniczą i zmniejszają się wraz z odległością od powierzchni.

Jako interesujący rezultat uważam także pokazanie, że morfologia przelomu zmienia się wraz z odległością od środka przekroju pręta, od gładkiego w rdzeniu próbki do żyłkowego przy powierzchni. Autorka łączy to z różnym czasem osiągnięcia temperatury zeszklenia na przekroju poprzecznym próbki.

Prawdopodobnie ze zjawiskiem tym jest związana także zmiana twardości w zależności od osiągniętej szybkości chłodzenia na przekroju próbki, ponieważ Doktorantka otrzymała największą twardość przy powierzchni próbki gdzie szybkość chłodzenia jest największa. Ten wynik jest w pewnej sprzeczności z wynikami P. Pawlika zamieszczonymi w monografii zatytułowanej: „Rola składu chemicznego i procesu wytwarzania w kształtowaniu właściwości magnetycznych masywnych amorficznych i nanokrystalicznych stopów żelaza”, Prace naukowe Wydziału Inżynierii Procesowej, Materiałowej i Fizyki Stosowanej, Politechnika Częstochowska, Częstochowa 2011 (nie cytowanej przez Doktorantkę, dlatego podaję pełne dane bibliograficzne). Zgodnie z wynikami pomiarów mikrotwardości przeprowadzonych metodą Vickersa amorficznych prętów $Fe_{59}Co_9Zr_{10}Mo_5W_2B_{15}$ o średnicy 1, 2 i 3 mm, zamieszczonymi na Rys. 5.8 (str. 93), pozostaje ona stała wzdłuż średnicy poprzecznego przekroju. Czy może Pani skomentować ten wynik w porównaniu do swojego?

Pani mgr inż. Anna Januszka nie poprzestaje na stworzeniu modelu numerycznego, ale dokonuje jego weryfikacji. Weryfikacji poddano jednak tylko rozkład temperatury, natomiast nie weryfikowano rozkładu naprężeń. Do celów weryfikacji wykonano układ pomiarowy, który umożliwił pomiar temperatury w czasie procesu odlewania. Pomiaru dokonywano stosując cztery termopary umieszczone wewnątrz formy odlewniczej. Wartości temperatury w tych miejscach porównywano z temperaturami tych samych punktów z symulacji komputerowej, uzyskując porównywalne wyniki, co świadczy o poprawności wykonania modelu numerycznego.

Na podkreślenie zasługują także bardzo starannie wykonane i precyzyjnie przedstawione obrazy morfologii przelomu badanych prętów wraz z rozkładem mikrotwardości.

Pracę kończą dobrze opracowane wnioski, będące podsumowaniem pracy. Do ważniejszych osiągnięć pracy doktorskiej mgr inż. Anny Januszki zaliczam:

- wykazanie, że rozkład temperatury w objętości próbki dowodzi, że próbki krzepną z różną szybkością na przekroju. Największe szybkości chłodzenia występują na powierzchni próbek. Niezależnie od średnicy próbki obszar przelomu rzeczno występuje na grubości 0,5 mm. Odległość ta koreluje ze zmianą mikrotwardości i wskazuje na zróżnicowanie struktury amorficznej na przekroju próbek;

- przygotowanie modelu obliczeniowego zmian temperatury w funkcji czasu w metalowej formie i krzepnącej próbce oraz rozkładu naprężeń.

Tak więc należy stwierdzić, że mgr inż. Anna Januszka osiągnęła zamierzony cel i udowodniła postawioną na początku pracy tezę, wykazując dojrzałość, dociekliwość i kompetencję.

Bibliografia pracy doktorskiej mgr inż. Anny Januszki jest bardzo obszerna (175 pozycji) i aktualna (3/4 cytowanych prac pochodzi z ostatnich 10 lat), choć nie do końca pełna, o czym pisałem wcześniej cytując monografię P. Pawlika, na którą Doktorantka się nie powołuje.

W tym miejscu chciałbym jeszcze podkreślić właściwy układ pracy i jej przejrzystość, a także staranność Autorki w jej napisaniu. Również szata graficzna pracy jest staranna, z bardzo dobrej jakości i niezbędnymi rysunkami czy zdjęciami i nie budzi żadnych zastrzeżeń. Praca napisana jest poprawnym językiem, co ułatwia jej czytanie i zrozumienie. Korekta autorska została uważnie przeprowadzona, dostrzegłem stosunkowo mało błędów redakcyjnych czy językowych (przy takiej objętości pracy), których przykłady wymieniam poniżej:

- błędy maszynowe, literówki, nieuważna korekta, jak np. DCS zamiast DSC (str. 2),
- nie powoływanie się na źródłowe prace, tylko na ich omówienie, np. cytowanie pracy [22] z roku 2006 omawiając pierwsze masywne szkła metaliczne z 1992 roku;
- str. 11 – Caltech to nie miejscowość;
- stosowanie kropek (anglosaskie) zamiast przecinków (zgodnie z polskimi regułami) dla oddzielenia całości od części dziesiętnych;
- niezręczne sformułowanie, jak np. „praktyczna aplikacja” (str. 13); jaka jest różnica między fizycznymi a termicznymi właściwościami stopu (str.17);
- błędne powoływanie się na pozycje literaturowe, np. cytowane pozycje [143, 145], a wśród autorów nie występuje cytowana w tekście osoba (występuje natomiast w pozycjach [142, 146, 147]);
- w podpisie Rys.34 cytowana jest praca [138], natomiast w treści pracy przy opisie tego rysunku podana jest [142, 143, 145];

4. Podsumowanie i wniosek końcowy

Opiniowaną rozprawę doktorską mgr inż. Anny Januszki oceniam bardzo wysoko. Należy podkreślić, że Autorka pracy podjęła współczesny i aktualny temat badawczy oraz

wykazała się dobrą orientacją w przedmiocie badań, a także dużym stopniem samodzielności naukowej i inwencji badawczej. Praca doktorska jest dowodem na to, że mgr inż. Anna Januszka potrafi zaplanować i zrealizować badania naukowe przy wykorzystaniu dobrze dobranych metod badawczych. Praca ta przedstawia odpowiedni poziom naukowy i zawiera szereg nowych wartościowych rezultatów, przez co stanowi oryginalny wkład do inżynierii materiałowej szkieł metalicznych. Stwierdzam przy tym, że cel pracy doktorskiej mgr inż. Anny Januszki został w pełni osiągnięty, a do jego realizacji użyto właściwych metod badań doświadczalnych, co zostało udokumentowane i wyrażone poprawnie sformułowanymi wnioskami.

Podsumowując stwierdzam, że opiniowana praca mgr inż. Anny Januszki zatytułowana: „Identyfikacja procesu krzepnięcia masywnego szkła metalicznego $\text{Fe}_{36}\text{Co}_{36}\text{B}_{19,2}\text{Si}_{4,8}\text{Nb}_4$ ” w pełni spełnia wymogi stawiane pracom doktorskim określone w Ustawie z dnia 14 marca 2003 roku o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz. U. Nr 65 z dnia 16 kwietnia 2003 r., poz. 595 z późn. zmianami), a w szczególności stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego oraz wykazuje ogólną wiedzę teoretyczną Doktorantki w zakresie dyscypliny naukowej „Inżynieria materiałowa”, a także umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej, wobec czego wnoszę o dopuszczenie mgr inż. Anny Januszki do publicznej dyskusji nad Jej rozprawą doktorską przed Radą Wydziału Mechanicznego Technologicznego Politechniki Śląskiej w Gliwicach.

Dodatkowo, uwzględniając pozytywne aspekty pracy doktorskiej mgr inż. Anny Januszki, które starałem się uwypuklić w swej recenzji, wnoszę do Rady Wydziału Mechanicznego Technologicznego Politechniki Śląskiej w Gliwicach o wyróżnienie pracy.

W szczególności uważam, że praca zasługuje na wyróżnienie ponieważ Doktorantka w sposób kompletny podeszła do realizacji celu badań. Nie tylko potrafiła zaplanować i zrealizować badania wykorzystując komplementarne metody badawcze, ale również uczestniczyła w budowie stanowiska badawczego. Praca reprezentuje wysoki poziom naukowy. Mgr inż. Anna Januszka wykazała się nie tylko dużą wiedzą w zakresie inżynierii materiałowej, ale także metod numerycznych, przygotowując model obliczeniowy zmian

temperatury w funkcji czasu w metalowej formie i krzepnącej próbce oraz rozkład naprężeń. Jak pisałem praca jest kompletna, ponieważ zawiera również weryfikację modelu. Autorka widzi także potrzebę dalszych badań, o czym pisze w swojej pracy. Nie bez znaczenia jest również jasność przekazu prezentowanych wyników, poprawny język i wzorowa strona graficzna pracy.



Częstochowa, 19 czerwca 2013 r.