

Wydział Inżynierii Metali i Informatyki Przemysłowej

Katedra Metaloznawstwa i Metalurgii Proszków

dr hab. inż. Andrzej Romański, prof. AGH

Kraków, dn. 18 maja 2022 r.

RECENZJA

rozprawy doktorskiej Pana mgr inż. Marcina Kargula, pt. „Analiza porównawcza właściwości eksploatacyjnych spiekanych kompozytów o osnowie miedzi”, wykonanej pod opieką promotora dr hab. inż. Marka Koniecznego, prof. PŚk oraz promotora pomocniczego dr hab. inż. Joanny Borowieckiej-Jamrozek, prof. PŚk, sporządzona na zlecenie Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Mechaniczna Politechniki Świętokrzyskiej, zgodnie z uchwałą z dnia 10 marca 2022 r.

(pismo MAA-510/56/2022 Dyrektora Naukowego dyscypliny
dr hab. inż. Sławomira Błasiaka, prof. PŚk, z dnia 31 marca 2022 r.)

1. Ogólna charakterystyka rozprawy

Rozprawa doktorska Pana mgr inż. Marcina Kargula dotyczy badań wpływu wybranych faz ceramicznych, tytanu, stali niestopowej oraz stali szybko tnącej na właściwości kompozytów o osnowie miedzi wytworzonych technologią metalurgii proszków metodą prasowania na zimno kształtek i ich spiekania. Autor głównie skoncentrował się na charakterystyce mikrostruktur, gęstości, twardości, przewodności elektrycznej oraz właściwościach tribologicznych wytworzonych kompozytów.

Praca, wydana w formie monografii liczącej 162 strony, ma typowy podział na część literaturową oraz badawczą, w których zamieszczono 37 tabel i 128 rysunki. Bibliografia liczy 160 pozycji, obejmujące odwołania zarówno do prac naukowo-badawczych, spośród których pięć prac jest autorstwa Doktoranta, jak również książek, stron internetowych, czy norm.

W części literaturowej rozprawy Doktorant zawarł krótki rys historyczny technologii metalurgii proszków, a także przedstawił główne procesy wchodzące w jej skład. Szerzej został potraktowany temat wytwarzania materiałów kompozytowych o osnowie metalowej, głównie koncentrując się na opisie dotychczasowego stanu wiedzy dotyczącego podziału i badań kompozytów, szczególnie o osnowie miedzi umacnianych tytanem lub cząstkami ceramicznymi, jak Al_2O_3 , SiC, ZrO_2 , TiC, czy włóknami węglowymi, szklanymi bądź SiC. Ostatni podrozdział części literaturowej dotyczy charakterystyki kompozytów przeznaczonych na styki elektryczne. Zagadnienia ujęte w części literaturowej pracy stanowią niezbędne wprowadzenie do części eksperymentalnej. Doświadczalna część pracy obejmuje opis wykonanych badań własnych Doktoranta, obejmujący przygotowanie próbek metodą prasowania i spiekania, analizę mikrostruktury otrzymanych kompozytów, badania właściwości fizycznych (gęstość, przewodność elektryczna) i wytrzymałościowych (twardość, odporność na zużycie ścierne). Rozprawa kończy się podsumowaniem, w którym Autor podał plany dalszych badań oraz wnioskami.

2. Merytoryczna ocena pracy

Zwiększające się zapotrzebowanie na energię elektryczną oraz wzrost liczby urządzeń elektrycznych są silnym stymulatorem do podjęcia badań nad nowoczesnymi materiałami, które mogą znaleźć zastosowanie w przemyśle energetycznym i elektrotechnicznym, w produkcji np. wszelkiego rodzaju styków elektrycznych, czy elektrod. Bez względu na warunki pracy materiały takie powinny charakteryzować się dobrymi właściwościami elektrycznymi, a w szczególności

wysokim przewodnictwem elektrycznym oraz odpowiednimi właściwościami wytrzymałościowymi i tribologicznymi. Bardzo dobre przewodnictwo elektryczne oraz ciepłe materiałów stykowych zapewnia miedź bądź srebro, jednak metale te nie gwarantują odpowiednio wysokich właściwości wytrzymałościowych, które można poprawić wprowadzając dodatki modyfikujące, do których zaliczyć należy wolfram, molibden, chrom, nikiel, czy też cynk, cynę oraz grafit. Innym sposobem poprawy właściwości wytrzymałościowych jest wprowadzanie dyspersyjnej fazy, najczęściej ceramicznej, w celu wywołania efektu umocnienia. Należy przy tym pamiętać, że modyfikacja właściwości miedzi lub srebra powinna w stopniu jak najmniejszym przyczyniać się do obniżenia przewodności elektrycznej uzyskanych materiałów w odniesieniu do czystych metali. Kolejnym czynnikiem, który powinien zostać rozważony, to jak duży powinien być wzrost właściwości wytrzymałościowych, szczególnie odporności na zużycie ścierne styków ślizgowych, które tworzą parę trącą, np. z komutatorem w silniku elektrycznym. Wykorzystanie szczotek elektrycznych o zbyt dużej odporności na zużycie ścierne spowoduje zniszczenie komutatora i tym samym wykluczy z eksploatacji silnik. W tego typu zastosowaniu to szczotki komutatorowe powinny spełniać rolę elementów eksploatacyjnych, podlegających wymianie.

Biorąc pod uwagę powyższe względy uważam, że wybór przez Pana mgr inż. Marcina Kargula tematyki badawczej obejmującej analizę porównawczą właściwości eksploatacyjnych spiekanych kompozytów o osnowie miedzi jest aktualny, w pełni uzasadniony i ma duże znaczenie użytkowe. W części poświęconej przeglądowi literatury Doktorant przedstawił niezbędne wprowadzenie do tematyki związanej z podjętym programem badawczym, w której zostały omówione podstawowe zagadnienia z zakresu technologii metalurgii proszków oraz możliwość wytwarzania kompozytów tą technologią. Autor opisał główne metody wytwarzania materiałów kompozytowych, jak samorozwijająca się synteza wysokotemperaturowa, mechaniczna synteza, prasowanie na gorąco, prasowanie izostatyczne na gorąco, czy spiekanie wysokociśnieniowe. Omówiony został również podział oraz wpływ fazy dyspersyjnej (cząstek i włókien) na właściwości materiałów kompozytowych. Z uwagi na temat pracy Doktorant główny nacisk położył na charakterystykę kompozytów o osnowie miedzi umacnianych cząstkami Al_2O_3 , SiC, tufu wulkanicznego, ZrO_2 oraz umacnianych włóknami: węglowymi, szklanymi, SiC. Ponadto Autor opisał spiekane materiały kompozytowe na bazie miedzi umacniane tytanem. W tym miejscu pozwolę sobie na polemikę z Doktorantem, która dotyczy przyjętego nazewnictwa. Autor stosuje wymiennie sformułowanie kompozyt: „miedź- tytan” oraz „miedź - fazy międzymetaliczne miedziowo-tytanowe”. Mam wątpliwość, czy nazywanie kompozytu, w którym celowo wprowadzono proszek tytanu kompozytem umacnianym fazami międzymetalicznymi jest właściwe. Intencjonalnie bowiem wprowadza się tytan, a nie fazy międzymetaliczne, których pojawienie się w strukturze kompozytu jest skutkiem obecności tytanu. Ostatnim zagadnieniem, które zostało w części literaturowej pracy bardzo syntetycznie przedstawione są spiekane materiały stosowane na styki elektryczne. W mojej opinii temat ten Autor potraktował zbyt ogólnikowo, gdyż zwraca uwagę brak analizy stanu wiedzy na temat dotychczas stosowanych kompozytów na bazie miedzi na styki elektryczne. Taka analiza umożliwiłaby bezpośrednie porównanie właściwości komercyjnych materiałów stykowych z właściwościami materiałów badanych przed Doktorantem. Niestety, Autor opracowując materiały do części literaturowej rozprawy doktorskiej wykazał się brakiem krytycznego podejścia do cytowanej literatury. Często przytaczając wyniki badań podawane są zawartości faz ceramicznych w udziałach procentowych, ale nie sprecyzowano, czy chodzi o udziały masowe, czy objętościowe (np. str. 33-35, 42). W przypadku dużej różnicy gęstości między fazami umacnianymi i umacniającymi ma to decydujące znaczenie o ilości danej fazy w mikrostrukturze. Ponadto, podawanie wyników mikrotwardości w megapaskalach (tabela 9) czy gigapaskalach (rys. 29) budzi moje wątpliwości. O ile twardość tzw. supertwardych materiałów ceramicznych podawana jest w gigapaskalach (co znajduje uzasadnienie w bardzo małej wielkości odcisku ostrosłupa diamentowego stosowanego w metodzie Vickersa), o tyle w przypadku spieków na bazie miedzi jest co najmniej zastanawiające. Doktorant prezentując dane literaturowe nie zwrócił również uwagi na różnicę między gęstością a gęstością względną kompozytów. Przykładem niech będzie fragment, w którym tłumaczy, że gęstość względna kompozytów Cu-SiC mieści się w przedziale od 93 do 81%, tłumacząc spadek niższą gęstością włókien SiC od miedzianej osnowy (str. 46). Uważam, że takie stwierdzenie jest błędne, gdyż gęstość względna mówi o ułamku gęstości rzeczywistej kompozytu w odniesieniu do jego gęstości teoretycznej, tzn. jaki procent gęstości teoretycznej stanowi gęstość rzeczywista kompozytu. W związku z tym zmniejszenie gęstości względnej powinno być wytłumaczone

wzrostem porowatości kompozytów (czyli wprowadzenie włókien powoduje, że materiał gorzej się spieka), a nie mniejszą gęstością włókien. Jestem jednak pewien, że w miarę zdobywania doświadczenia w pracy badawczej Autor nabędzie umiejętność krytycznej oceny treści zawartych w literaturze.

Doktorant uzasadnia podjęcie swoich badań brakiem prac poświęconych spiekany kompozytom o osnowie miedzi umacnianych cząstkami, których wpływ do tej pory nie był analizowany, tj. zeolitu, stali szybko tnącej oraz stali niestopowej (w pracy Autor używa nieaktualnego już nazewnictwa „stal węglowa”, które normą PN-EN10020 zostało zmienione na „stal niestopowa”). W wyniku analizy aktualnego stanu wiedzy mgr inż. Marcin Kargul sformułował następującą tezę: *„możliwe jest znaczne polepszenie właściwości wytrzymałościowych i tribologicznych spiekanych kompozytów o osnowie miedzi, poprzez wprowadzenie odpowiednio dobranych cząstek umacniających z zachowaniem zadowalającej przewodności elektrycznej, pozwalającej na zastosowanie otrzymanych kompozytów na styki elektryczne”.*

W celu udowodnienia powyższej tezy Doktorant zaplanował i zrealizował badania, w ramach których wytworzył kompozyty o osnowie miedzi umacniane cząstkami SiO_2 , Al_2O_3 , naturalnego zeolitu, tytanu, stali niestopowej oraz stali szybko tnącej i poddał je badaniom mikrostrukturalnym, gęstości, twardości, przewodności elektrycznej oraz tribologicznym. Na podstawie otrzymanych wyników prac eksperymentalnych Autor stwierdza, że spośród badanych spiekanych kompozytów o osnowie miedzi najlepsze połączenie przewodności elektrycznej i odporność na zużycie ściernie wykazują kompozyty umacniane proszkiem tytanu oraz stali szybko tnącej, i mogą one być z powodzeniem stosowane w przemyśle elektrotechnicznym, m.in. na szczotki silników elektrycznych. Teza pracy wydaje się być udowodniona. No właśnie, wydaje się, gdyż nie ma punktu odniesienia, pozwalającego Doktorantowi na takie stwierdzenie, które w takiej sytuacji jest mocno subiektywne. W tym właśnie miejscu uwidacznia się brak w części literaturowej pracy charakterystyki dotychczasowych materiałów stykowych, aby móc jednoznacznie stwierdzić, że wybrane kompozyty są lepszą alternatywą. Czy uzyskano znaczne (co to oznacza „znaczne”?) polepszenie właściwości wytrzymałościowych i tribologicznych badanych kompozytów, czy nie? Względem jakiego materiału? Jaka przewodność elektryczna (względem np. miedzi) jest dla Doktoranta „zadowalająca”, a jaka dyskwalifikuje materiał biorąc pod uwagę jego zastosowanie na styki elektryczne? Temat badań jest ciekawy i moim zdaniem dość wymagający – poszukiwanie kompozytu odznaczającego się zarówno wysokim przewodnictwem elektrycznym, jak i odpowiednią odpornością na zużycie ściernie. Do tego dodałbym jeszcze jedno kryterium – o możliwie małym współczynniku tarcia, w celu minimalizacji strat na powstające ciepło w trakcie ślizgania się styków. Przygotowana rozprawa doktorska zamiast udzielać odpowiedzi, generuje jednak więcej pytań i wątpliwości, spośród których główne to:

- czy dla Autora skład chemiczny i skład fazowy to tożsame pojęcia (tabele 14 i 15)?,
- dlaczego stosując tak zaawansowane urządzenie, jak laserowy analizator wielkości cząstek nie podano konkretnych wartości średnich wielkości cząstek proszków (np. średnic D10, D50, D90) użytych do badań, tylko ograniczono się do bardzo mało precyzyjnego stwierdzenia, że wynosi ona poniżej 1000 i 200 mikrometrów (tabela 15)?
- jak były przygotowane mieszanki proszków? - na str. 80 podano, że proszki mieszano przy użyciu mieszalnika typu V, a na str. 85, że zostały poddane mieszaniu ręcznemu,
- dlaczego charakteryzując wykonane próbki nie podano gęstości wyprasek?,
- jaką metodą wyznaczono gęstość spieków?,
- w jaki sposób we wzorze 7 wyznaczono gęstość teoretyczną badanych kompozytów?,
- Doktorant napisał, że wzrost twardości (str. 112) oraz jednym z czynników wpływających na odporność na zużycie ściernie badanych kompozytów (str. 151) jest jakość połączenia cząstek z osnową – zatem w jaki sposób Autor badał jakość tego połączenia?,
- co może być przyczyną, że profile wytarcia po badaniu odporności na zużycie ściernie kompozytów metodą „ball-on disc” nie są symetryczne (np. rys. 105, 111, 113, 119, 120, 124)?,
- dlaczego Doktorant nie zamieścił obrazów powierzchni zużycia po teście tribologicznym? - moim zdaniem takie mikrofotografie wykonane z wykorzystaniem skaningowego mikroskopu elektronowego miałyby znaczną wartość merytoryczną i stanowiłyby cenne uzupełnienie prezentowanych wyników,

- na str. 147 Autor napisał, że „w przypadku kompozytów miedź-fazy międzymetaliczne miedziowo-tytanowe w niektórych obszarach występuje niewielka porowatość (...), co jest związane z występowaniem efektu Kirkendalla” – co upoważnia Autora do takiego stwierdzenia, które w żaden sposób nie zostało udokumentowane w pracy?

Ponadto, poza błędami redakcyjnymi i edytorskimi w pracy znajdują się niefortunne sformułowania, np. „w celu identyfikacji składu chemicznego przeprowadzono badania powierzchniowego rozkładu pierwiastków” (str. 89) i podobne do powyższego na str. 95. Badania rozkładu pierwiastków, a z pewnością wyniki zaprezentowane na rys. 71 i 81, nie pozwalają na określenie składu chemicznego analizowanych spieków.

Wymienione powyżej uwagi krytyczne i te o charakterze dyskusyjnym nie przekreślają pracy Doktoranta. Myślę, że ich wskazanie będzie miało olbrzymie znaczenie edukacyjne dla Autora. W recenzowanej pracy mgr inż. Marcina Kargula dostrzegam również pozytywne jej strony, do których zaliczyłbym fragment poświęcony badaniom kompozytów miedź-tytan (podrozdział 6.1.4), szczególnie dotyczący identyfikacji faz występujących wokół cząstek tytanu w osnowie miedzi, choć wyniki te mogłyby być uzupełnione o rentgenowską analizę fazową. Z poznawczego punktu widzenia interesujące i nieco zaskakujące są również wyniki badań odporności na zużycie ściernie. Wydawałoby się, że wprowadzenie nawet w niewielkich ilościach cząstek ceramicznych, takich jak Al_2O_3 czy SiO_2 do miedzianej osnowy spowoduje zmniejszenie zużycia ściernego uzyskanych kompozytów, a rezultaty wskazują na wręcz odwrotną zależność. Materiały zawierające dodatek tylko 2,5% wagowych Al_2O_3 lub SiO_2 odznaczają się prawie 3,5 razy większym zużyciem względem czystej miedzi już na pięciokrotnie krótszej drodze tarcia. Ponadto Doktorant wykazał, że przewodność elektryczna kompozytów o osnowie miedzi umacnianych cząstkami ceramicznymi wraz ze wzrostem ich zawartości znacząco ulega pogorszeniu i dla udziału cząstek równego 10% wagowych może wynosić poniżej 35% przewodności czystej miedzi. O ile obniżenie przewodności elektrycznej przez obecność cząstek ceramicznych jest logiczne, bo cząstki te nie przewodzą prądu, o tyle zaskakujący jest wynik przewodności elektrycznej kompozytów umacnianych cząstkami stali niestopowej, które prąd przewodzą. Uzyskane wyniki wskazują, że spośród badanych materiałów te właśnie kompozyty charakteryzują się najgorszą przewodnością elektryczną, nawet o ok. 75% niższą od czystej miedzi.

3. Wniosek końcowy

Przedstawiona do recenzji praca Pana mgr inż. Marcina Kargula pt. „Analiza porównawcza właściwości eksploatacyjnych spiekanych kompozytów o osnowie miedzi” pod względem merytorycznym nie jest mocną pozycją naukową. Na taką ocenę składa się przede wszystkim brak krytycznego i kompleksowego przedstawienia zagadnienia będącego przedmiotem badań oraz zbyt pobieżna analiza uzyskanych wyników. Niemniej jednak rozprawa stanowi uzupełnienie obecnie prowadzonych w Polsce i na świecie badań nad spiekаныmi konstrukcyjnymi materiałami o osnowie miedzi wzmacnianymi cząstkami, przeznaczonymi na styki ślizgowe. Doktorant zrealizował założone w pracy cele wykorzystując różne techniki badawcze. Prezentowane w rozprawie wyniki badań mają znaczenie poznawcze oraz praktyczne, gdyż wskazują kierunki możliwych modyfikacji kompozytów o osnowie miedzi umacnianych cząstkami przeznaczonych na styki ślizgowe wytwarzanych techniką metalurgii proszków. W rozprawie doktorskiej znajdują się fragmenty wymagające uzupełnienia, miejsca o charakterze dyskusyjnym i niekiedy również błędy, które w pracach naukowych nie powinny występować. Pomimo tych uwag myślę, że nie wolno przekreślać dorobku Autora oraz czasu, jaki poświęcił On na jego osiągnięcie. Warto tu podkreślić, że Doktorant jest autorem lub współautorem pięciu publikacji naukowych dotyczących tematu rozprawy. Uważam zatem, że rozprawa doktorska Pana mgr inż. Marcina Kargula pt. „Analiza porównawcza właściwości eksploatacyjnych spiekanych kompozytów o osnowie miedzi” spełnia w stopniu minimalnym warunki określone w art. 13 ust. 1 ustawy z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz.U. z 2017 r, poz. 1789 t.j. ze zm.) i wnoszę do Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Mechaniczna Politechniki Świętokrzyskiej o jej przyjęcie i dopuszczenie mgr inż. Marcina Kargula do publicznej obrony.