Politechnika Śląska

Wydział Inżynierii Materiałowej i Metalurgii

prof. dr hab. inż.
Maria Sozańska

Katowice, 10.09.2019 r.

RECENZJA

rozprawy doktorskiej **Pana mgr inż. Mateusza Sopaty**

p.t.: **„Wytwarzanie i właściwości nanokrystalicznych stopów i kompozytów na bazie tantalu"**

wykonanej na Wydziale Budowy Maszyn i Zarządzania Politechniki Poznańskiej

pod kierunkiem **Pana dra hab. inż. Jarosława Jakubowicza, prof. PP,**

promotor pomocniczy**: dr inż. Grzegorz Adamek**

Podstawa prawna opracowania recenzji:

Recenzja została wykonana na podstawie uchwały Rady Wydziału Budowy Maszyn i Zarządzania Politechniki Poznańskiej *z dnia 5 lipca 2019 roku, zgodnie z art. 179 z dnia 3 lipca 2018r, - Przepisy wprowadzające ustawę – Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U. z 2008r. poz. 1669 i z 2009r. poz. 39 i poz. 534) art. 20 ust. 5 ustawy z dnia 14 marca 2013r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (tj. Dz.U. z 2007r. poz. 1789) na zlecenie Dziekana Wydziału* Budowy Maszyn i Zarządzania Politechniki Poznańskiej *z dnia 10 lipca 2019r oraz rozprawy doktorskiej pt.* **„Wytwarzanie i właściwości nanokrystalicznych stopów i kompozytów na bazie tantalu"**.

1. Ogólna charakterystyka rozprawy doktorskiej

Kształtowanie właściwości mechanicznych materiałów o strukturze ultradrobnoziarnistej i nanokrystalicznej oraz ocena ich właściwości fizykochemicznych, jest zagadnieniem niezwykle ważnym i jednocześnie stanowi wciąż aktualną problematykę badawczą w zakresie inżynierii

Politechnika Śląska
Wydział Inżynierii Materiałowej i Metalurgii
Biuro Dziekana
ul. Krasińskiego 8, pok. 122, 40-019 Katowice
tel. +48 32 603 41 02 / fax +48 603 44 91
RM@polsl.pl

NIP 631 020 07 36
ING Bank Śląski S.A. o/Gliwice 60 1050 1230 1000 0002 0211 3056

materiałowej w wielu światowych ośrodkach naukowych. Zagadnienie to jest szczególnie trudne jeśli dotyczy materiałów trudnotopliwych, np. stopów i kompozytów na bazie tantalu. Trudności te związane są zarówno z procesem ich otrzymywania (najczęściej metodami metalurgii proszków – *Powder Metallurgy*: PM lub mechanicznej syntezy – *Mechanical Alloying*: MA) ze względu na ich wysoką temperaturę topnienia oraz różnice w temperaturze topnienia ich składników, jak również z procesami kształtowania ich struktury. To struktura, a w szczególności wielkość ziaren, jest jednym z najważniejszych czynników odgrywających decydującą rolę w kształtowaniu właściwości mechanicznych materiałów drobnoziarnistych i nanokrystalicznych, jak również decydujących o wielu innych właściwościach fizykochemicznych. Zjawiska fizyczne wiążą nierozerwalnie takie procesy, jak odkształcenie plastyczne, umocnienie czy też zdrowienie i rekrystalizacja, z morfologią ziarna w materiałach. Zmiany struktury odkształcanych plastycznie materiałów od skali makroskopowej, poprzez mikrometryczną aż do skali nanometrycznej są bardzo złożone i mimo wielu badań nie do końca wyjaśnione. W szczególności dotyczy to wpływu wielkości ziarna na ich właściwości mechaniczne i fizykochemiczne, np. przewodnictwo cieplne lub elektryczne czy też odporność korozyjną lub odporność na ścieranie.

Pan Mateusz Sopata prezentuje interesujące i kompleksowe podejście do opisu zjawisk towarzyszących wytwarzaniu i charakterystyce właściwości materiałów drobnoziarnistych oraz nanokrystalicznych umiejętnie dobierając materiał do badań:

- stopy na osnowie tantalu: Ta-xNb, Ta-XMo i Ta-xW, gdzie x = 5, 10, 20 i 40% masowych dodatku stopowego,
- kompozyty na osnowie tantalu z fazami TaC, ZrO_2 i Y_2O_2 jako zbrojeniem w ilości 5, 10, 20 i 40% masowych. Kompozyty wytworzono przy użyciu prasy i nagrzewania impulsowo-plazmowego (*Pulse Plasma Sintering – PPS*).

Tak zaprojektowany eksperyment w niniejszej pracy dostarczył wielu interesujących wyników (i nie mogło być zresztą inaczej), które wnoszą, w moim przekonaniu, istotny wkład w opracowanie technologii materiałów trudnotopliwych nanokrystalicznych i ultradrobnoziarnistych oraz poznanie przebiegu zjawisk towarzyszących tym procesom, wpływie ich składu chemicznego i struktury na właściwości fizykochemiczne.

Tematyka tej pracy świetnie wpisuje się w krąg problematyki badawczej z zakresu zaawansowanych metod wytwarzania materiałów, badań struktury i charakterystyki właściwości materiałów ultradrobnoziarnistych i nanokrystalicznych rozwijanej od wielu lat z powodzeniem

w Politechnice Poznańskiej. Stanowi następny nowy ale jednocześnie znaczący element w tych poszukiwaniach. Nadaje to tematowi rozprawy doktorskiej Pana Mateusza Sopaty walor aktualności i oryginalności, szczególnie w aspekcie opracowaniu technologii ultradrobnoziarnistych i nanokrystalicznych stopów i kompozytów na bazie tantalu w procesach mechanicznej syntezy. Pan Mateusz Sopata w swojej pracy prezentuje kompleksowe podejście do zagadnienia, od wytworzenia materiału do oceny jego właściwości fizykochemicznych (twardość, stabilność temperaturowa, odporność korozyjna). Rozprawę doktorską Pana Mateusza Sopaty charakteryzuje walor aktualności i oryginalności nie tylko w zakresie wybranej tematyki badań, ale także w aspekcie zastosowania spektrum metod badawczych na najwyższym poziomie.

2. Charakterystyka szczegółowa rozprawy doktorskiej

Rozprawę doktorską stanowi zbiór 7 jednotematycznych publikacji dotyczących wytwarzania i oceny podstawowych właściwości stopów i kompozytów na osnowie tantalu:

1. J. Jakubowicz, G. Adamek, **M. Sopata**, *Characterization of high-energy ball-milled and hot-pressed nanocrystaline tantalum*, 2nd international Conf. of Civil Engineering and Materials Science, ICP Conf. Series: Materials Science and Engineering 216 (2017), - **baza WoS, 15 pkt MNiSW, udział Doktoranta – 30%**
2. J. Jakubowicz, G. Adamek, **M. Sopata**, J.K. Koper, P. Siwak, *Hot pressing of nanocrystaline tantalum using high frequency induction heating and pulse plasma sintering, 6th Global Conference on Materials Science and Engineering, ICP Conf. Series Materials Science and Engi*neering 283 (2017) - **baza WoS, 15 pkt MNiSW, udział Doktoranta – 30%**
3. **M. Sopata**, J.K. Koper, J. Jakubowicz, *Odporność korozyjna prasowanych na gorąco nanokrystalicznych stopów tantalu*, Ochrona przed Korozją, 11 (2017) 365-367 - **12 pkt MNiSW, udział Doktoranta – 80%**
4. J. Jakubowicz, **M. Sopata**, G. Adamek, P. Siwak, T. Kachlicki, *Formation and properties of the Ta-Y_2O_3, Ta-ZrO_2 and Ta-TaC nanocomposites*, Advance in Materials Science and Engineering (2018) 2085368, - **baza WoS, 20 pkt MNiSW, IF=1,372, udział Doktoranta – 35%**
5. J. Jakubowicz, G. Adamek, **M. Sopata**, J.K. Koper, T. Kachlicki, M. Jarzębski, *Microstructure and electrochemical properties of refractory nanocrystaline tantalum based alloys*, International Journal of Electrochemical Science 13 (32018) 1956-1975 - **baza WoS, 25 pkt MNiSW, IF=1,369 udział Doktoranta – 35%**
6. **M. Sopata**, G. Adamek, J. Jakubowicz, *Microstructure and electrochemical properties of refractory Ta-Y_2O_3 and Ta-ZrO_2 nanocomposites,* , International Journal of Electrochemical Science 13 (32018) 9583-9591 - **baza WoS, 25 pkt MNiSW, IF=1,369 – brak danych**

7. **M. Sopata**, M.Sadej, J. Jakubowicz, *High temperature resistance of novel tantalum based nanocrystaline refractory compounds*, Journal of Alloys Compounds 788 (2019) 476-484 - **baza WoS, 35 pkt MNiSW, IF=3,779 udział Doktoranta – 75%**

Zbiór publikacji został poprzedzony streszczeniami w języku polskim i angielskim (strony 2 i 3) oraz wprowadzeniem w tematykę rozprawy składającym się z następujących rozdziałów (strony od 4 do 26):

1. Wstęp
2. Cel i zakres badań
3. Dobór materiałów
4. Proces wytwarzania
5. Struktura i mikrostruktura
6. Właściwości mechaniczne
7. Odporność na korozję
8. Stabilność temperaturowa
9. Podsumowanie
10. Literatura

Po przedstawieniu publikacji zostały przedstawione oświadczenia współautorów o udziałach w zaprezentowanych do oceny publikacjach. Taki podział pracy, na część studialną i publikacje, pozwala lepiej ocenić wkład własny Doktoranta w przedstawiony zbiór 7 jednotematycznych publikacji.

Cześć studialna w tej pracy jest integralnie związana z jej tematem i została oparta na przeglądzie najnowszych pozycji literaturowych (41 pozycji literaturowych), dotyczących we wprowadzeniu literaturowym do tematyki badawczej (rozdział 1 - Wstęp) charakterystyki materiałów o strukturze ultradrobnoziarnistej i nanokrystalicznej oraz problemów związanych z ich wytwarzaniem. W tej części pracy, na uwagę zasługuje dobra, chociaż zbyt ogólnikowa, charakterystyka struktury i właściwości stopów (właściwości mechaniczne, stabilność cieplna i odporność korozyjna) o strukturze ultradrobnoziarnistej, w szczególności stopów trudnotopliwych. Wprowadzenia do tej tematyki przedstawione w publikacjach częściowo uzupełniają te braki. Ogólnie można stwierdzić, że jest to cenna część pracy, szczególnie ze względu na bardzo szeroki i właściwy dobór źródeł literaturowych.

Politechnika Śląska

Wynikiem krytycznej analizy literatury i jej podsumowania jest sformułowanie przez Pana mgr inż. Mateusza Sopatę tezy pracy (rozdział 2 – Cel i zakres pracy, strona 7) jako:

„Proces mechanicznej syntezy umożliwia wytworzenie nanokrystalicznych/ultra drobnoziarnistych stopów i kompozytów na bazie tantalu. Wprowadzenie dodatków stopowych oraz kompozytowych do tantalu w połączeniu z rozdrobnieniem mikrostruktury prowadzi do polepszenia właściwości fizykochemicznych w porównaniu z mikrokrystalicznym tantalem. "

Tezę pracy uważam za poprawną pod względem naukowym chociaż niezbyt jasno sformułowaną. Wątpliwości może budzić sformułowanie *„Wprowadzenie dodatków stopowych oraz kompozytowych do tantalu..."* - o jakie to *„dodatki kompozytowe"* chodzi Autorowi? Zdecydowanie to sformułowanie wymaga doprecyzowania.

Przygotowanie materiału do badań (rozdział 3) i zaproponowane metody badań (rozdział 2) są całkowicie adekwatne do postawionych zadań. Szczegóły dotyczące zastosowanych metod badań (np. zastosowanych warunków pomiarów) można odnaleźć w przedstawionym cyklu 7 publikacji.

Na szczególną uwagę w pracy zasługuje wybór i przygotowanie materiału do badań – wybrany stop tantalu był domieszkowany Nb, W oraz Mo oraz wytworzono kompozyty na bazie tantalu zbrojone cząstkami: Ta-Y_2O_3, Ta-ZrO_2 i Ta-TaC. Dało to znakomite możliwości kształtowania struktury tych materiałów na potrzeby tej pracy w zakresie zróżnicowania ich struktury i właściwości fizykochemicznych. Widać tu wyraźnie staranność Doktoranta zarówno w analizie teoretycznej zagadnienia, jak również w planowaniu eksperymentów

Realizacja szerokiego zakresu badań wynikająca z postawionej tezy była możliwe dzięki odpowiedniemu zastosowaniu zaawansowanego spektrum metod badania struktury (rentgenowska analiza strukturalna – XRD, elektronowa mikroskopia skaningowa - SEM, elektronowa mikroskopia transmisyjna - TEM, mikroskopia sił atomowych – AFM, technika dynamicznego rozpraszania Światła - DLS), badania właściwości mechanicznych (pomiary nanotwardości), badania stabilności cieplnej (termograwimetria – TGA) i badania odporności korozyjnej (krzywe polaryzacji, kinetyka korozji - zmiany masy, morfologia powierzchni).

Trzeba przyznać, że analiza postawionej tezy, jak również dobór materiału i wybór metod badawczych, pozwala na stwierdzenie, że Pan Mateusz Sopata postawione zadania rozwiązał w sposób poprawny, wykazując tym samym dobre przygotowanie do samodzielnego

rozwiązywania zagadnień zarówno teoretycznych, jak też związanych z praktyczną realizacją eksperymentu.

Pierwsza część badań własnych (rozdział 4 i publikacje 1, 2 i 4) w prezentowanej rozprawie doktorskiej dotyczy otrzymywania i charakterystyki materiałów bazowych: stopów i kompozytów na osnowie tantalu. Na uwagę w tej części pracy zasługują wyniki rozdrobnienia ziarna wraz ze charakterystyką składu fazowego i morfologii proszków oraz otrzymanych materiałów. Uzupełnieniem wyników dotyczących oceny struktury są w tych publikacjach badania nanotwardości (rozdział 6) wraz z oceną ich odporności korozyjnej.

Dalsze badania własne (rozdział 7 i publikacje 3, 5 i 6) Pan Mateusz Sopata poświęcił badaniom odporności na korozję oraz stabilności cieplnej. Ta część badań własnych zasługuje na uwagę ze względu na pogłębione analizy w powiązaniu ze strukturą otrzymanych materiałów.

Chcę tu podkreślić, że wybrane spektrum badań do ceny materiałów i ich właściwości jest odpowiednio dobrane i prawidłowo zrealizowane. Analiza tych wyników badań dokonana przez Autora jest konsekwentna, jasna, chociaż miejscami aż „ascetyczna" w doborze ilustracji graficznych omawianych zagadnień ale jest to związane z prezentacją otrzymanych wyników w formie publikacji.

W „Podsumowaniu" (rozdział 9 oraz we wszystkich publikacjach), przedstawionej rozprawy doktorskiej Pan mgr inż. Mateusz Sopata dokonuje analizy wszystkich otrzymanych wyników od charakterystyki struktury otrzymanych materiałów, poprzez ocenę ich właściwości mechanicznych materiałów, stabilności oraz odporności korozyjnej. W tej części w pełni wykazana została umiejętność syntetycznego i zarazem pogłębionego w stosunku do wcześniejszych opracowań, ujęcia teoretycznych i praktycznych aspektów badań własnych. Widać tu wyraźne starania o uogólnienia i usystematyzowanie współzależności oddziaływania i interakcji różnorodnych czynników.

Analiza oraz wnioski sformułowane na podstawie otrzymanych wyników badań są przedstawione w sposób jasny i wskazują jednoznacznie, że postawiona przez Pana mgr inż. Mateusza Sopatę teza rozprawy doktorskiej została w pełni osiągnięta.

3. Ocena rozprawy doktorskiej

Za największe zalety pracy uważam:

1. Otrzymanie materiałów do badań o ultradrobnoziaranistej/nanostrukturalnej strukturze na osnowie tantalu (stopy Ta-Nb, Ta-W, Ta-Mo oraz kompozyty zbrojone cząstkami Ta-Y_2O_3, Ta-ZrO_2 i Ta-TaC).
2. Umiejętności kształtowania struktury i właściwości (mechaniczne, korozyjne) stopów i kompozytów na osnowie tantalu.

Oceniając pozytywnie rozprawę doktorską, pozwolę sobie na kilka uwag do dyskusji, a w szczególności:

1. Po doświadczenia zdobytych podczas realizacji tej pracy, jakie inne alternatywne metody wytworzenia materiałów o strukturze ultra drobnoziarnistej/nanokrystalicznej mogą być brane pod uwagę w aspekcie zastosowań dla materiałów na osnowie tantalu?
2. Przedstawiony zestaw badań struktury, składu fazowego oraz odporności na korozję został w pracy doktorskiej właściwie dobrany i wykorzystany do oceny właściwości wytworzonych materiałów. Ale czy można by go rozszerzyć o jeszcze inne badania - jakie i dlaczego?
3. Jak należy rozumieć tytuł rozdziału: *„Struktura i mikrostruktura"*? Czy *„mikrostruktura"* nie jest *„strukturą"*?
4. Proszę o określenie udziałów współautorów w publikacji: **M. Sopata**, G. Adamek, J. Jakubowicz, *Microstructure and electrochemical properties of refractory Ta-Y_2O_3 and Ta-ZrO_2 nanocomposites,* International Journal of Electrochemical Science 13 (32018) 9583-9591 - **baza WoS, 25 pkt MNiSW, IF=1,369 – brak danych**

W podsumowaniu recenzji stwierdzam, że pod względem edytorskim praca jest wykonana poprawnie, napisana jest prostym i jasnym językiem. Wyniki badań zostały dobrze opracowane i zinterpretowane.

Problem z oceną rozprawy doktorskiej Pana mgr inż. Mateusza Sopaty, wiąże się głównie z tym, że wszystkie publikacje przedstawione w cyklu 7 jednotematycznych publikacji są wieloautorskie i trudno jest jednoznacznie przypisać osiągnięcie naukowe do osoby Doktoranta. Z analizy udziałów w publikacjach według oświadczeń współautorów wynika, że udział Doktoranta w tych publikacjach wynosił maksymalnie 80% (publikacja 3) i 75 % (publikacja 7), a średnio 47,5%. Udziałów dla publikacji 6 nie podano. Ponieważ zawsze będą trudności z ustaleniem zakresu pracy Doktoranta w publikacjach wieloautoskich, wskazane jest aby rozprawa doktorska w postaci cyklu monotematycznego była realizowana w wyjątkowych przypadkach. Trzeba stwierdzić, że cykl

Politechnika Śląska

monotematyczny publikacji w wielu przypadkach znacznie przyspiesza całą procedurę i uczy pracy zespołowej, ale jednocześnie pozbawia Doktoranta systematycznego samodzielnego i odpowiedzialnego opracowania wyników badań własnych, możliwości szerokiej dyskusji otrzymanych wyników oraz pokonania samodzielnie trudności, które wiążą się z opracowaniem znacznie przekraczającym zakres jednej publikacji i stanowiącej jedną całość.

4. Ocena końcowa rozprawy doktorskiej

W ogólnej ocenie stwierdzam, że Pan mgr inż. Mateusz Sopata zrealizował zadanie badawcze będące przedmiotem rozprawy doktorskiej w postaci cyklu 7 jednotematycznych publikacji uzupełnionego wprowadzeniem w tematykę badawczą, sformułowaniem tezy i krótką charakterystyką otrzymanych wyników wraz z wnioskami (strony 4 do 26). Zawarte w rozprawie wnioski są w pełni udokumentowane. Postawiona na początku części badań własnych teza rozprawy (rozdział 2) w pełni została osiągnięta w oparciu o przeprowadzone studium literaturowe oraz wykonane i prawidłowo zinterpretowane wyniki badań własnych. Sposób przedstawienia i opracowania wyników badań wskazuje, że Autor rozprawy opanował w stopniu zaawansowanym warsztat badawczy niezbędny do realizacji pracy i wykazał niezbędną wiedzę z zakresu inżynierii materiałowej, planowania badań i opracowania wyników oraz sformułował szereg wniosków o znaczeniu poznawczym.

Na podstawie przedstawionej opinii stwierdzam, że przedstawiona rozprawa doktorska przez Pana mgr inż. Mateusza Sopatę pt. **„Wytwarzanie i właściwości nanokrystalicznych stopów i kompozytów na bazie tantalu”,** w postaci cyklu 7 jednotematycznych publikacji uzupełnionego wprowadzeniem w tematykę badawczą, sformułowaniem tezy i krótką charakterystyką otrzymanych wyników wraz z wnioskami (strony 4 do 26) , mimo braku klasycznej formy, w moim przekonaniu w pełni spełnia wymagania Ustawy o Stopniach i Tytułach Naukowych stawiane pracom doktorskim i wnoszę o dopuszczenie Pana mgr inż. Mateusza Sopatę do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

Katowice, 10 września 2019r.

Maria Sozańska

prof. dr hab. inż.
Maria Sozańska