

RECENZJA

**Rozprawy doktorskiej mgr inż. Pawła NALEPKI
nt.” Identyfikacja pól deformacji w warstwie przejściowej miedź/korund**
przedstawionej na Wydziale Inżynierii Mechanicznej i Robotyki Akademii Górniczo – Hutniczej w Krakowie

I. Zakres opiniowanej rozprawy

. Materiały na różnego typu złącza czy warstwy przejściowe metal/ceramika są w zasadzie materiałami kompozytowymi a ich cechy determinowane są przez cechy składników (faz) oraz cechy granicy rozdziału faz. Z technicznego punktu widzenia oraz potencjalnych zastosowań np. w elektrotechnice, medycynie, lotnictwie jako warstwy ochronne, złącza, styki etc., układ ceramika/metal ma szczególne znaczeni, zwłaszcza układ Cu/ α -Al₂O₃

Analiza warstwy przejściowej miedź/korund wymaga adekwatnego uwzględnienia cech odmiany alotropowej α -Al₂O₃, (korundu) o sieci heksagonalnej; która jest optycznie anizotropowa, z wiązaniem jonowym oraz cech miedzi jako metalu o szczególnych właściwościach, posiadającego strukturę sieci płasko-centrowanej FCC, o najgęstszym upakowaniu atomów i wiązaniem metalicznym. To pokazuje, że układ miedź/ korund jest złożony, co wynika ze znacznego geometrycznego niedopasowania sieci obu kryształów.

Identyfikacja mikrostruktury na granicy faz stanowi podstawę uzyskania rozwiązania – wytworzenia warstwy przejściowej o pożądanym właściwościach w danym przypadku zastosowania. Istotnym zagadnieniem zatem jest określenie warunków konstytuowania strefy (warstwy) przejściowej możliwości jej przewidywania, w tym identyfikacji pól deformacji w jej obszarze. Stąd eksperymentalne i teoretyczne badania granicy międzyfazowej Cu / α -Al₂O₃ są bardzo uzasadnione, zwłaszcza, że wyniki tych badań, opis pól deformacji na granicy międzyfazowej, mogą być też wykorzystane w analizie innych przypadków warstwy przejściowej , tj. innych złączy metal/ceramika o znacznym sieciowym niedopasowaniu.

Profil przedstawianych w pracy wyników identyfikacji pól deformacji w warstwie przejściowej miedź/korund jest w nurcie stale rozwijających się kierunków badań i przyczynia się do znaczącego uzupełnienia stanu wiedzy.

. Struktura pracy obejmuje 7 zasadniczych rozdziałów zawierających: wstęp, przedstawienie eksperymentalnych i teoretycznych badań granicy międzyfazowej Cu/ α -Al₂O₃ , sformułowanie celu i zakresu pracy, omówienie metody Analizy Fazy Geometrycznej, procedurę otrzymywania heterostruktury miedź/ szafir metodą ablacji laserowej, identyfikację związków orientacji na granicy faz Cu/ α -Al₂O₃, analizę mikrostruktury warstwy Cu osadzonej na podłożu ceramiki α -Al₂O₃, opis deformacji na granicy międzyfazowej za pomocą modelu dynamiki molekularnej MD oraz identyfikację pól odkształceń w eksperymentalnych obrazach HRTEM Podsumowanie i wnioski końcowe poprzedzają spis literatury oraz dodatek zawierający własne programy wykorzystane w pracy. Dodatek ten wskazuje na zakres wykonanych autorskich oryginalnych

badań własnych dotyczących problematyki rozprawy. Programy te dotyczą: tworzenia dyfraktogramu obrazu HRTEM, Wyznaczania wektorów sieci odwrotnej z dokładnością podpixselową, wyznaczenie pola przemieszczeń atomów błędu ułożenia, wyznaczenie linii dyslokacji oraz identyfikacji deformacji metodą GPA.

Postawiony cel główny rozprawy identyfikacja pól deformacji na granicy międzyfazowej Cu/ α -Al₂O₃, na poziomie mikro osiągnięto w oparciu o przeprowadzoną analizę atomowego modelu otrzymanego metodą dynamiki molekularnej. Prawdliwość opisu granicy międzyfazowej została potwierdzona przedstawionymi obrazami HRTEM umożliwiającymi identyfikację pól deformacji oraz zmiany strukturalne, które je wywołują. Na uwagę szczególną zasługuje opracowana przez Doktoranta modyfikacja metody fazy geometrycznej (GPA) w celu ujawnienia pól odkształceń. Opracowanie to zwiększa możliwości analizy obrazów materiałów wielofazowych a w szczególności granic międzyfazowych pozwalając na ustalenie wzajemnej orientacji krystalitów oraz dokonanie analizy trójwymiarowego modelu mikrostruktury uzyskanego metodą dynamiki molekularnej.

Weryfikacja wyznaczonych teoretycznie pól odkształceń z wynikami eksperymentalnymi na obrazach wysokorozdzielczej transmisyjnej elektronowej mikroskopii HRTEM potwierdza zasadność podjęcia problematyki pracy oraz opracowanych rozwiązań Doktoranta.

Cel jest dobrze sformułowany. Układ pracy jest niestandardowy, wyniki własne przeplatają się z cytowanymi wynikami literaturowymi, co trochę utrudnia merytoryczną analizę treści, zwłaszcza wobec stosowanych bardzo zwięzłych opisów czy wyjaśnień i interpretacji. Z całą pewnością jednak należy uznać za cenny wynik finalny systematycznych eksperymentalne i teoretycznych badań mikrostruktury granicy międzyfazowej Cu/ α - Al₂O₃ wytworzonej metodą ablacji laserowej.

Za oryginalne osiągnięcie Doktoranta w rozprawie należy uznać przede wszystkim opracowanie zmodyfikowanej metody analizy fazy geometrycznej (GPA) umożliwiającej identyfikację naprzemienne obszarów rozciągania i ściskania występujących wzdłuż granicy międzyfazowej oraz wyznaczanie odkształceń w ośrodkach wielofazowych tworzonych przez materiały o różnych właściwościach mechanicznych.

II. Ocena merytoryczna rozprawy

a) Uwagi ogólne

Identyfikacja mikrostruktury materiału złożonego dwu (lub więcej) fazowego oraz w obszarze granicy faz jest podstawą do określenia możliwości ich wykorzystania w przypadku zastosowania wymagającego danych właściwości funkcjonalnych. Granica rozdziału miedź/ korund jest jednym z bardziej złożonych przypadków, ze względu na znaczne geometryczne niedopasowanie sieci obu kryształów. Wobec wykazanego braku kompletnej, eksperymentalnej i teoretycznej analizy mikrostruktury tego typu granicy problematyka naukowa rozprawy oraz jej zakres dobrze uzupełnia istniejący stan wiedzy.

W opiniowanej pracy przedstawiono wyniki analizy literatury dotyczącej aktualnych problemów badawczych związanych z doświadczalnym badaniem charakteryzującym złącze na poziomie mikro oraz nanometrycznym., teoretyczną analizą granicy międzyfazowej Cu/ α -Al₂O₃ pod kątem oceny dezorientacji w granicy międzyfazowej, sieci dyslokacji niedopasowania czy koherentności układu.

Przedstawiono analizę stanu zagadnienia w oparciu o **31** dobrze dobranych pozycji literaturowych krajowych i zagranicznych obejmujących najnowsze osiągnięcia w tej dziedzinie z uwzględnieniem pozycji już historycznych oraz z ostatnich lat, w tym najnowszej obcej z 2013r i przedstawieniem najnowszych pozycji z tej tematyki ale już z udziałem współautorskim Doktoranta z 2014, 2015 i 2016 r.

Praca zawiera 71 stron, 49 rysunków, spis treści, spis rysunków, wykaz skrótów i oznaczeń oraz streszczenia w języku polskim i angielskim. Na uwagę zasługuje staranna edycja pracy, dobra jakość ilustracji wyników, chociaż bardzo zwarte treści opisów czy wyjaśnień, skrótowo przedstawianych wzorów i ich przekształceń czy nawet podpisów pod rysunkami nie ułatwiają pełnej analizy treści rozprawy. Ma to szczególne znaczenie zwłaszcza w odniesieniu do oryginalnej części pracy tj. modyfikacji metody fazy geometrycznej (GPA) w celu ujawnienia pól odkształceń, gdzie opis tej modyfikacji został potraktowany bardzo pobieżnie.

Należy jednak podkreślić, że ogólnie dobrze są udokumentowane wyniki badań i zinterpretowane w oparciu o stan wiedzy i stanowią wypełnienie postawionego celu pracy. Ułożenie programu badań oraz zastosowane metody badawcze świadczą o znajomości problemu naukowego przez Autora.

b) Uwagi szczegółowe i dyskusyjne

Wobec ww. uwag ogólnych do przedstawionych wyników i ich interpretacji przez Doktoranta nasuwają się następujące kwestie i pytania:

1. Od czego i jak zależy efekt osadzania miedzi w formie zbioru wysp na podłożu szafirowym i jaki wynik jest najbardziej korzystny z punktu widzenia celu pracy?
2. Jak identyfikacja związków orientacji pomiędzy miedzią i szafirem (OR1, OR2) bezpośrednio wpływa na właściwości mechaniczne złącza Cu/ α -Al₂O₃?
3. Jak typ sieci i parametr sieci (komórki elementarne) Cu i α -Al₂O₃ wpływa na utworzenie heksagonalnej komórki obliczeniowej warstwy przejściowej?
4. Proszę wyjaśnić efekt powstania zmian struktury warstwy miedzi na powierzchni szafiru i powstania dyslokacji częściowych i powstającego pola odkształceń wskutek oddziaływania sieci α -Al₂O₃ i sieci Cu.
5. Proszę wyjaśnić podejście do pomiaru odkształcenia na poziomie atomowym oraz podstawę przyjęcia założenia, że gdy D_{\min}^2 przekracza 0,5 Å² to deformacje są nieodwracalne.
6. „Cyt: (str.35). Dokładna identyfikacja sieci odniesienia otrzymywana jest przez optymalizację „Proszę o wyjaśnienie procedury optymalizacji.
Cyt (str.40) „Proponowane podejście pozwala rozważać układy wielofazowe, w których zachodzą duże deformacje.” Proszę o wyjaśnienie.

Rozprawę charakteryzuje czytelne przedstawienie zagadnienia badawczego zarówno od strony sformułowanych treści merytorycznych jak i zasadniczej formy rozprawy,

- Praca ujmuje bardzo dużo różnego rodzaju wyników, które są ważne dla kompletności dokonywanych analiz, ale część z nich potraktowana jest w opisie bardzo skrótowo. Celowym byłoby wykorzystanie pełnych wyników w późniejszych publikacjach i jako podstawa do dalszych badań,

Symulowane obrazy HRTEM na podstawie modelu MD identyfikują charakterystyczny układ odkształceń, naprzemiennego ściskania i rozciągania, wynikających z obecności płaszczyzn mikroślizgów. Dane na poziomie mikro dały podstawę do opracowania atomowego modelu poprzez symulacje dynamiki molekularnej. Przewidywana przez niego mikrostruktura wykazuje bardzo dobrą zgodność z eksperymentalnymi obrazami HRTEM, co stanowi właściwą weryfikację. Cennym efektem pracy są oryginalne programy Autora a wśród nich program służący tworzeniu dyfraktogramu obrazu HRTEM (P1) czy program służący identyfikacji deformacji metodą GPA. (P 5).

Do innych osiągnięć Doktoranta należą : opracowanie oryginalnej modyfikacji metody GPA dla identyfikacji pól odkształceń, opracowanie atomowego modelu poprzez symulacje dynamiki molekularnej. służącego przewidywaniu mikrostruktury wykazującej bardzo dobrą zgodność z obrazami HRTEM, opracowanie opisu wiązania tworzonego w układzie metal/ ceramika, charakteryzującego się dużym sieciowym niedopasowaniem., charakteryzacja układu na poziomie mikro z wykazaniem preferowanego związku orientacji między krystalitami miedzi i korundu wykazującego równoległość kierunków i płaszczyzn najgęstsze upakowania w strukturach sieciowych obu faz., identyfikacja płaszczyzn mikro-poślizgów ze zbiorem obszarów w ramach warstw Cu równoległych do granicy międzyfazowej. i wypreparowaniem fragmentów miedzi dopasowującej się do struktury korundu tworząc z nim silne wiązanie oraz określenie złącza Cu/ α -Al₂O₃ jako układ pól – koherentny.

W podsumowaniu należy zwrócić uwagę na pracowitość w realizacji badań według wskazanego programu, wielość uzyskanych wyników wymagających skorelowania ze stanem wiedzy i poczynienia adekwatnych uzupełnień przy przygotowywaniu przyszłych publikacji czy opracowań z wykorzystaniem prezentowanych wyników.

Praca wyróżnia się efektywnym wykorzystaniem zaawansowanych nowoczesnych metod i technik obliczeniowych i eksperymentalnych oraz opracowaniem oryginalnych rozwiązań uzupełniających stan wiedzy w zakresie problematyki pracy.

Uwzględniając wykazane wymierne osiągnięcia rozprawy oceniam ją bardzo wysoko.

III. Wniosek końcowy

Opiniowana rozprawa doktorska **mgr inż. Pawła Nalepki** stanowi istotny wkład w rozwój wiedzy w zakresie doświadczalnej i teoretycznej analizy mikrostruktury złącza Cu/ α -Al₂O₃ utworzonego z użyciem metody ablacji laserowej w tym analizy pól odkształceń powstających na granicy międzyfazowej Cu/ α -Al₂O₃.

Autor osiągnął zamierzony cel wykazując się znajomością zagadnień fizyki ciała stałego, inżynierii materiałowej, mechaniki materiałów ze szczególnym uwzględnieniem problematyki badań teoretycznych i eksperymentalnych mikrostruktury złącza, granicy rozdziału faz i występujących w nich stanów odkształceń oraz nowoczesnej metodyki i technik badawczych, adekwatnie dobranych do analizowanej problematyki badawczej. Wykazał się umiejętnością rozwiązywania postawionych zadań i pracy naukowej. Rozprawa spełnia wymagania stawiane pracom doktorskim w myśl aktualnej Ustawy Stopniach Naukowych i Tytułach Naukowych. Na tej podstawie wnioskuję o dopuszczenie Autora pracy do publicznej obrony.

Romana Śliwa

