

Warszawa 30.10.2017

dr hab. inż. Tomasz Wejrzanowski  
Politechnika Warszawska  
Wydział Inżynierii Materiałowej

## RECENZJA

### 1. Ogólna charakterystyka pracy – celowość podjętych badań

Przedstawiona rozprawa koncentruje się na analizie makroskopowych (efektywnych) właściwości kompozytów ceramika-metal o wzajemnie przenikających się fazach (z ang. *Interpenetrating Phase Composites*, IPC). Szczególną uwagę w pracy poświęcono badaniu wpływu mikrostruktury kompozytów IPC na ich właściwości sprężyste, rozszerzalność termiczną i odporność na pękanie w warunkach obciążeń quasi-statycznych. Rozważania teoretyczne odnoszące się do szerokiej grupy materiałów kompozytowych, bazujące na modelach analitycznych i numerycznych, poddano weryfikacji eksperymentalnej skupiając się na badaniu właściwości kompozytów  $Al_2O_3$  - Cu.

Tematyka pracy wpisuje się w obszar stanowiący istotę nowoczesnego podejścia do projektowania materiałów, poprzez budowę ilościowych relacji pomiędzy ich strukturą i właściwościami. Analizowana grupa kompozytów, ze względu na ciągłość poszczególnych faz jest nie tylko interesująca z punktu widzenia poznawczego, ale także stwarza potencjał do zastosowania w wielu obszarach jako elementy konstrukcyjne i funkcjonalne. Materiały te mogą łączyć jednocześnie wiele cech, takich jak np. wysoka wytrzymałość, dobra przewodność elektryczna i termiczna połączona z odpornością na pękanie. Mając na uwadze powyższe, podjęcie prac w wyżej wymienionym obszarze oceniam bardzo wysoko.

### 2. Cel, zakres prac oraz metody badawcze

Autorka po przeprowadzeniu dogłębnej analizy literaturowej definiuje cele pracy, które obejmują:

1. Opracowanie analitycznego i numerycznego modelu pozwalającego na przewidywanie efektywnych właściwości sprężystych kompozytów metal-ceramika o wzajemnie przenikających się fazach oraz weryfikację eksperymentalną zaproponowanych modeli.
2. Opracowanie analitycznego i numerycznego modelu odkształcenia wyżej wymienionych kompozytów z uwzględnieniem dużego odkształcenia fazy metalicznej, efektu utraty

adhezji fazy wzmacniającej i osnowy oraz mechanizmu umocnienia na skutek mostkowania pęknięcia przez fazę wzmacniającą.

3. Opracowanie modelu numerycznego pęknięcia w omawianych kompozytach z wykorzystaniem modeli mikrostruktury bazujących na trójwymiarowych obrazach uzyskanych za pomocą mikrotomografii rentgenowskiej.

W dalszej części pracy przedstawiono główne tezy pracy, a w tym następujące:

1. Mikrostruktura kompozytów ma istotny wpływ na ich właściwości makroskopowe.
2. Procedury numeryczne stosowane do analizy efektywnych właściwości sprężystych i termicznych w połączeniu z obrazowaniem za pomocą mikrotomografii pozwalają na analizę wpływu mikrostruktury na właściwości makroskopowe kompozytów.
3. Porównanie przewidywań analitycznych i pomiarów eksperymentalnych właściwości sprężystych w temperaturze pokojowej umożliwiającą szybką identyfikację mikrostruktury kompozytów o optymalnych właściwościach.
4. Modele numeryczne pozwalają na uwzględnienie procesów, które mogą występować w rzeczywistych materiałach, takich jak: połączenie włókien, delaminacja, kontakt pomiędzy włóknem i osnową, oddziaływanie pomiędzy włóknami.
5. Propagacja pęknięcia w badanych kompozytach może być „... najlepiej odwzorowana ...” za pomocą modeli numerycznych ze względu na złożoność ich mikrostruktury.

W mojej ocenie przedstawione cele prezentują raczej ogólny zakres prac lub w ostateczności cele szczegółowe. Opracowanie modeli nie powinno być celem samym w sobie, lecz służyć osiągnięciu ogólnego celu, który w tym przypadku mógłby być zdefiniowany jako zbudowanie ilościowych relacji pomiędzy mikrostrukturą badanych kompozytów i ich wybranymi właściwościami makroskopowymi. Należy jednak w tym miejscu podkreślić, że pomimo iż Autorka nie definiuje w ten sposób celu pracy, to wynika on naturalnie zarówno z konkluzji płynących z przeglądu literatury, zakresu przeprowadzonych prac, zaprezentowanych wyników i wniosków. Niezależnie od poprawności zdefiniowania celów szczegółowych lub zakresu prac, cel w postaci określenia wpływu głównych parametrów mikrostruktury na właściwości sprężyste, rozszerzalność termiczną oraz odporność na pęknięcie został osiągnięty.

Niektóre tezy pracy, a w szczególności teza, iż „Mikrostruktura kompozytów ma istotny wpływ na ich właściwości makroskopowe”, wydają się być zbyt ogólne i oczywiste. Tezy 2-4 nie budzą wątpliwości. Teza nr 5: „Propagacja pęknięcia w badanych kompozytach może być najlepiej odwzorowana za pomocą modeli numerycznych ze względu na złożoność ich mikrostruktury” wymagałaby, w mojej ocenie, innego sformułowania, np. Modelowanie numeryczne pozwala na

uwzględnienie złożoności mikrostruktury w analizie właściwości makroskopowych kompozytów z wzajemnym przenikaniem faz.

Zdefiniowany zakres prac obejmował w znaczącej części opracowanie analitycznych i numerycznych modeli pozwalających na symulację właściwości kompozytów z wzajemnym przenikaniem faz z uwzględnieniem wpływu mikrostruktury. Dodatkowo, opracowane modele zastosowano do przewidywania wpływu mikrostruktury na wybrane właściwości kompozytów  $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{Cu}$ . Jednocześnie przeprowadzono prace eksperymentalne mające na celu uzyskanie danych wejściowych do modeli oraz ich późniejszą weryfikację.

Zakres przeprowadzonych prac, w mojej ocenie, jest bardzo szeroki i uwzględnia szereg aspektów, szczególnie po stronie modelowania właściwości. Autorka analizuje zarówno właściwości sprężyste kompozytów, jak też rozszerzalność termiczną oraz odporność na pękanie. Wydaje się, że każde z wymienionych powyżej zagadnień stanowi odmienny wątek, a elementem spajającym jest typ materiału oraz sposób modelowania jego mikrostruktury. Z drugiej strony prezentowane wyniki odnoszą się jedynie do wpływu udziału objętościowego fazy metalicznej, w szczególności na właściwości sprężyste i rozszerzalność termiczną. Wprawdzie opracowane modele umożliwiają analizę wpływu innych parametrów mikrostruktury, jednak zabrakło szerszej analizy w tym kontekście. Tym bardziej, iż analiza literaturowa oraz wielokrotne stwierdzenia Autorki podkreślają, że udział objętościowy nie jest jedynym parametrem wpływającym na właściwości, chociaż najczęściej jest czynnikiem dominującym. Dlatego też należałoby stwierdzić, że na tym etapie przedstawione wyniki prezentują metodykę, która w przyszłości pozwoli na znacznie szerszą analizę wpływu mikrostruktury badanych materiałów na wybrane właściwości.

Przyjęta metodologia obejmuje zarówno symulacje komputerowe jak i badania eksperymentalne. W obszarze modelowania do oceny wpływu mikrostruktury na wybrane właściwości kompozytów zastosowano dwa podejścia. Pierwsze uwzględnia zastosowanie modelu mikrostruktury w postaci periodycznego układu komórki reprezentatywnej o zadanej geometrii (krzyża lub sześciangu). W tym kontekście zaprezentowano zarówno podejście analityczne jak i numeryczne z zastosowaniem metody elementów skończonych. Drugie podejście wykorzystuje obrazowanie trójwymiarowe, za pomocą mikrotomografii rentgenowskiej, do tworzenia tzw. "rzeczywistych" modeli mikrostruktury kompozytów. Modele te następnie zastosowano do symulacji wybranych właściwości kompozytów z zastosowaniem metody elementów skończonych.

W mojej ocenie przyjęta metodyka jest właściwa a jej dobór i dalszy sposób rozszerzenia w postaci własnych rozwiązań, potwierdza dużą wiedzę i umiejętności Autorki w obszarze metod i

narzędzi symulacji komputerowych. Chciałbym tylko zwrócić uwagę na możliwość zastosowania jeszcze innej strategii, w której stosuje się reprezentatywne modele numeryczne o parametrach bardziej zbliżonych do rzeczywistych a z drugiej strony umożliwiające modyfikację wybranych cech mikrostruktury (nie tylko udziału objętościowego) – np.: S. Haj Ibrahim, M. Neumann, F. Klingner, V. Schmidt, T. Wejrzanowski, Analysis of the 3D microstructure of tape-cast open-porous materials via a combination of experiments and modeling, Materials and Design, 133 (2017) 216-223.

Modele oparte na periodycznej komórce reprezentatywnej, a w szczególności te zaprezentowane w pracy, cechują się anizotropią. Natomiast modele uzyskane za pomocą tomografii są reprezentacją struktury materiałów już wytworzonych i nie umożliwiają zmiany wybranych cech mikrostruktury. Ma to szczególne znaczenie w kontekście analizy wpływu innych parametrów mikrostruktury, poza udziałem objętościowym faz. Z drugiej strony, wiele prac, także wyniki tej rozprawy doktorskiej, dowodzą skuteczności zastosowania uproszczonych modeli w ocenie wpływu udziału objętościowego faz na właściwości kompozytów.

Niewątpliwym atutem pracy jest całościowe podejście do badanych materiałów uwzględniające techniki wytwarzania, charakteryzację oraz symulacje komputerowe.

### 3. Ocena wyników pracy

Wyniki pracy obejmują część związaną z symulacjami komputerowymi oraz obszar badań eksperymentalnych.

Część symulacyjna zawiera zarówno elementy nowatorskich opracowań metodycznych jak i wyniki ich implementacji w odniesieniu do kompozytów ze wzajemnie przenikającymi się fazami, a w tym w szczególności  $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{Cu}$ , a także  $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{Al}$ . Przedstawiono tu kilka zmodyfikowanych modeli analitycznych, także ich implementację numeryczną oraz model bazujący na obrazie tomograficznym „rzeczywistego” materiału. W oparciu o modele analityczne obliczono i zilustrowano zależność szeregu właściwości kompozytów od udziału fazy metalicznej, a w tym m.in.: efektywny moduł Younga, moduł ścinania, moduł objętościowy, współczynnik Poissona oraz współczynnik rozszerzalności termicznej. Modele numeryczne wykorzystano natomiast do symulacji stałych sprężystych oraz odporności na pękanie. We wszystkich przypadkach wykazano mniejsze lub większe odchylenie od wartości zgodnej z regułą mieszanin.

Obszar wyników badań eksperymentalnych obejmuje: opis metod wytwarzania kompozytów  $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{Cu}$  z wykorzystaniem różnych substancji porogennych (skrobi ryżowej i kukurydzianej oraz wełny organicznej), ocenę porowatości i udziału objętościowego poszczególnych składników, jakościowy opis mikrostruktury (SEM), obrazowanie metodami mikrotomografii rentgenowskiej, pomiar modułu Younga w temperaturze pokojowej oraz w warunkach cyklicznych obciążeń termicznych.

Na szczególnie wysoką ocenę zasługuje opracowanie nowatorskich metod numerycznych pozwalających na przeprowadzenie wirtualnych eksperymentów, które umożliwiają przewidywanie wielu istotnych właściwości materiałowych a w tym: właściwości sprężystych oraz pośrednio - odporności na pękanie.

Wyniki obliczeń z wykorzystaniem opracowanych metod numerycznych stanowią istotny wyznacznik do projektowania materiałów. Szczególnie wartościowe wydaje się porównanie uzyskanych wyników modelowania z danymi uzyskanymi za pomocą pomiarów eksperymentalnych.

Uwagę jednak zwraca niespójność zakresu części symulacyjnej i eksperymentalnej. Weryfikacja eksperymentalna dotyczy wyłącznie modułu Younga. Pomiarów zmian modułu Younga trudno w sposób bezpośredni odnieść do specyficznych parametrów wyznaczonych na drodze modelowania komputerowego.

Sprawia to subiektywne wrażenie, że Autorka chciała zawrzeć w rozprawie szereg wyników dotyczących wielu aspektów analizy struktury i właściwości kompozytów uzyskanych w czasie toku pracy badawczej. Jednocześnie, szczególnie w odniesieniu do symulacji komputerowych, widoczny jest postęp, jaki Autorka dokonała w przejściu od prostych rozwiązań analitycznych do zaawansowanych modeli numerycznych. Pomimo pewnych niespójności, należy docenić ogrom pracy, a w szczególności podjęcie się weryfikacji opracowanych modeli nawet w ograniczonym zakresie. Niestety nie jest to częstą praktyką w podjętym obszarze badań, co tym bardziej podkreśla istotną wartość tej pracy.

Przechodząc do wybranych uwag i pytań o charakterze szczegółowym, pragnę skupić się na fragmentach pracy, których rozwinięcie lub poprawa, w mojej ocenie poprawiłyby jakość przedłożonej rozprawy.

#### 4. Uwagi i pytania szczegółowe do strony merytorycznej

1. Autorka wzięła pod uwagę jedynie wpływ udziału objętościowego na wybrane właściwości kompozytów pomijając szereg istotnych parametrów opisujących szczególną mikrostrukturę materiałów z wzajemnie przenikającymi się fazami.
2. W nawiązaniu do poprzedniej uwagi: obszar charakteryzacji powinien obejmować wyznaczenie innych parametrów takich jak np. udział powierzchni międzyfazowej, ciągłość, krętość, itd. Pozwoliłoby to na zbudowanie relacji pomiędzy mikrostrukturą i właściwościami, które wydają się kluczowe z punktu widzenia projektowania materiałów.
3. Rysunek A8 zawiera porównanie wyników symulacji komputerowych i eksperymentów. Wykres ten potwierdza, że dla podobnego udziału objętościowego miedzi w kompozycie  $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{Cu}$  możliwe jest uzyskanie znacząco różniącego się modułu Younga. Można zauważyć,

że dla różnych struktur istnieje lepsze lub gorsze dopasowanie odpowiednich modeli. Niestety Autorka nie prezentuje wyczerpującego wyjaśnienia takiego dopasowania. Nasuwa się pytanie – skąd biorą się różnice w module Younga?

4. W odniesieniu do modelu „rzeczywistego” bazującego na mikrotomografii rentgenowskiej – czy obszary wytypowane do symulacji są wystarczająco reprezentatywne? Brakuje analizy wpływu wielkości obszaru modelowej mikrostruktury na symulowane właściwości.
5. Dlaczego Autorka nie przeprowadziła znormalizowanych pomiarów współczynnika  $K_{IC}$ , który jest miarą odporności materiału na pękanie? Pozwoliłoby to w sposób bardziej wiarygodny zweryfikować wyniki prac modelowych w tym obszarze.

#### 5. Strona redakcyjna pracy

Przedstawiona do recenzji rozprawa w języku angielskim obejmuje 198 stron w tym: stronę tytułową, streszczenie w języku polskim i angielskim, podziękowania, spis treści i listę symboli. W części zasadniczej praca zawiera się w 177 stronach i obejmuje 7 rozdziałów oraz 1 załącznik i spis publikacji. W pracy przywołano 187 pozycji literaturowych ze zdecydowaną przewagą odwołań do czasopism międzynarodowych.

Analizowana rozprawa ma niemalże klasyczny układ, w którym wyniki własne oraz konkluzje poprzedzone są wstępem literaturowym i opisem metodyki. Niemalże klasyczny, ponieważ Autorka zdecydowała się na umieszczenie w Załączniku opisu prac eksperymentalnych. Taki zabieg w mojej ocenie pozwolił na podkreślenie wagi prac związanych symulacjami komputerowymi. Nie utrudnia on w żaden sposób lektury pracy. Co więcej, czyni ją bardziej uporządkowaną.

Czytelny układ pracy połączony z poprawnym językiem oraz szeregiem wysokiej jakości ilustracji, sprawia, że pracę czyta się z przyjemnością. Nie bez znaczenia jest tutaj oczywiście tematyka pracy, która jest bardzo bliska moim zainteresowaniom.

#### 6. Uwagi szczegółowe do strony redakcyjnej

Praca jest zredagowana niezwykle starannie. Jedyne uwagi odnoszą się do:

1. W mojej ocenie zbyt długiego streszczenia – 4 strony.
2. Czarnego tła wybranych obrazów. Można byłoby zamienić na białe.
3. Niektórych sformułowań takich jak np. „ ... wyróżniają się doskonałymi właściwościami mechanicznymi ...”, „ ... większą jednorodność mikrostruktury ...” (streszczenie). W mojej ocenie takich określeń należy unikać, szczególnie bez podania odniesienia w stosunku do jakich innych materiałów.
4. W streszczeniu napisano także, że „Tematem pracy doktorskiej jest modelowanie makroskopowych (efektywnych) właściwości sprężystych i termicznych oraz procesów

deformacji i pęknięcia kompozytów ...". O ile z pierwsza część zdania dotycząca modelowania właściwości nie budzi wątpliwości, o tyle, w mojej ocenie, określenie „modelowania procesów” jest nieznacznym nadużyciem. Wymagałoby to uwzględnienia czasu.

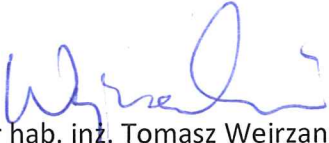
W tym miejscu należy podkreślić, że przedstawione niejasności oraz niedociągnięcia, nie umniejszają końcowej, wysokiej, oceny pracy.

#### 7. Ocena końcowa rozprawy doktorskiej

Przedstawiona rozprawa doktorska dotyczy ważnego obszaru badawczego, związanego z projektowaniem materiałów, w którym dla zrozumienia relacji pomiędzy jego strukturą i właściwościami wykorzystuje się zarówno metody eksperymentalne (w tym wytwarzanie i charakteryzację materiałów) jak i nowoczesne metody symulacji komputerowych.

Mgr inż. Zuzanna Poniżnik, poprzez zgłębianie wiedzy w wyżej wymienionych obszarach, a w szczególności w zakresie tworzenia modeli komputerowych, ich implementacji w odpowiednich algorytmach oraz późniejszej weryfikacji, przeprowadziła szereg analiz prowadzących do wyciągnięcia nowatorskich wniosków. Poprzez to dowiodła realizacji zdefiniowanego celu pracy, której wyniki mogą być adaptowane do analizy także innych grup materiałów.

Na podstawie powyższych stwierdzeń wyrażam opinię, że rozprawa doktorska mgr inż. Zuzanny Poniżnik pt. „Modelowanie właściwości efektywnych i pęknięcia w kompozytach o wzajemnie przenikających się fazach metalu i ceramiki” spełnia wymagania ustawy o stopniach naukowych i tytule naukowym (ustawa z dnia 14 marca 2003 r., tekst ujednolicony z dnia 29 września 2014 r.) i wnoszę o dopuszczenie jej Autorki do publicznej obrony.

  
Dr hab. inż. Tomasz Wejrzanowski