

Katowice, 08.03.2019 r.

Prof. dr hab. inż. Tomasz Węgrzyn prof. zw.

Wydział Transportu

Politechniki Śląskiej

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Michała Hudycza

pt.

„Metalizowanie tarciove ceramiki AlN tytanem”

1. Podstawa opracowania

Niniejsza recenzja została opracowana na zlecenie Rady Wydziału Inżynierii Produkcji Politechniki Warszawskiej z dnia 28.02.2019.

2. Charakterystyka rozprawy

W pracy poruszono ważny problem formowania połączenia ceramika-metal. Opisano wpływ zastosowanego sposobu nagrzewania na gradient potencjału chemicznego, warunkujący zaistnienie ukierunkowanego strumienia dyfuzyjnego, będącego istotą złącza materiału ceramicznego z metalem.

Doktorant przedstawił i opracowany przez siebie proces metalizowania ceramiki z zastosowaniem procesu tarciovego. W trakcie metalizacji tarciovej element metalowy w bardzo krótkim czasie lokalnie rozgrzewa się do wysokiej temperatury i przy występowaniu nacisku w obszarze tarcia, uplastycznia się. Proces łączenia następuje w stanie stałym z udziałem energii tarcia kinetycznego zamieniającej się w energię cieplną wydzielającą się lokalnie w miejscu powstawania połączenia i stymulującą powstanie połączenia na granicy międzyfazowej metal-ceramika (M/C). Przeprowadzono szereg analiz numerycznych stanu naprężenia powstającego w złączu M/C, co umożliwiło dobór parametrów procesu metalizowania. Wyniki analiz numerycznych które zweryfikowano doświadczalnie. Przedstawiono badania strukturalne uzyskanej powłoki metalizacyjnej i jej połączenia z podłożem. Dodatkowo Doktorant zaprezentował przykład zastosowania opracowanej powłoki metalizacyjnej do połączeń lutowanych AlN-FeNi42.

Dotychczasowa wiedza na temat proces metalizowania ceramiki nie jest pełna. Dotychczas bowiem, nie udało się wytworzyć skuteczną metodą tarciovą powłoki metalizacyjnej, której połączenie z ceramicznym podłożem zostałoby oparte na syntezie składników podłoża ceramicznego i powłoki metalicznej. Podjęcie badań w tym zakresie jest bardzo ważne ze względu na to, że dotychczas w sposób bardzo ograniczony prowadzono badania w tym obszarze. Potwierdza to prawidłowy przegląd literaturowy przedmiotu. Podjęty temat rozprawy jest aktualny i celowy. Stanowi to istotny problem badawczy.

3. Ocena rozprawy

Recenzowana praca jest obszerna, zawiera 121 stron i składa się z części teoretycznej i badawczej. Zamieszczona bibliografia zawiera 129 pozycji literaturowych, z czego większość stanowią aktualne publikacje zagraniczne, wydane po roku 2005.

W wprowadzeniu zawarto krótkie uzasadnienie celowości podjęcia tematu pracy oraz podano uzasadnienie stosowania złączy ceramiczno-metalowych. Podano cel i tezę pracy. Za cel pracy przyjęto wykonanie osadzenia tarciovego tytanowej powłoki tytanowej na podłożu ceramicznym AlN, scharakteryzowanie warunków powstawania granicy międzyfazowej Ti/AlN oraz struktury powłoki metalizacyjnej i jej połączenia z ceramicznym podłożem. Postawiono tezę, która zakłada, że „Warunki termodynamiczne procesu metalizacji tarcioviej sprzyjają syntezie tytanu z osadzanej powłoki ze składnikami ceramicznego podłoża”.

W rozdziale 1 pt. „1 Standardowe metody metalizacji ceramiki” Autor dokonał przeglądu aktualnych opracowań literaturowych w zakresie najważniejszych metod metalizacji ceramiki. Dokładnie opisał najważniejsze procesy jak: metalizacja proszkowa, lutowanie aktywne, zgrzewanie dyfuzyjne, osadzanie powłok metodami PVD i CVD.

W rozdziale 2 pt. „Formowanie połączenia ceramika-metal” Autor zwrócił uwagę na trudności spajania materiałów M/C, ze względu na skrajnie różniące się właściwości fizyczne i chemiczne obu grup łączonych materiałów (brak zwilżalności powierzchni ceramiki ciekłymi metalami, odmienna budowa krystaliczna, brak wzajemnej rozpuszczalności, znikoma dyfuzyjność metali w ceramice). Podano kilka teorii opisujących mechanizm powstawania połączenia na granicy ciał stałych (teoria adhezyjna, dyfuzyjna, energetyczna).

W rozdziale 3 pt. „Dobór materiałów” Autor przejrzyście i poprawnie uzasadnił wybór materiałów zastosowanych w badaniach. Do badań zastosowano materiał ceramiczny AlN wytworzony poprzez spiekanie proszkowe. Tytan wybrano jako materiał powłokowy do metalizowania ceramiki.

W rozdziale 4 „Metalizowanie metodą tarciovą” wykonano badania rozpoznawcze. Próbkę miały kształt walcowy. Metalizację przeprowadzono dla powierzchni czoła elementu ceramicznego. Uzyskano powłokę na czole walca ceramicznego, o relatywnie wysokiej przyczepności, którą potwierdzono w warsztatowej próbie dłutowania. Ustalono parametry

procesu, przy zastosowaniu których uzyskiwano najlepsze wyniki metalizowania. Parametry były dobierane w celu uzyskania prawidłowych pojedynczych ściegów prostych i powłoki kołowej ściegiem spiralnym.

W rozdziale 5 „Modelowanie zjawisk fizycznych zachodzących podczas metalizowania tarcowego AlN tytanem” symulowano proces spajania AlN z Ti. Sporządzono dokładne mapy rozkładu temperatury dla wybranych czasów nagrzewania badanego złącza M/C tarcem. Zbadano promieniowe rozkłady temperatury na granicy złącza AlN-Ti od strony ceramiki AlN oraz Ti. Zbadano rozkład naprężeń średnich w pobliżu powierzchni kontaktu w końcowym etapie nagrzewania tarcem oraz rozkład naprężeń średnich w pobliżu powierzchni kontaktu po zdjęciu nacisku i strumienia ciepła związanego z tarcem. Przeprowadzona symulacja numeryczna procesu umożliwiła przybliżone określenie pól temperatury i naprężeń procesu tarcowej metalizacji. Na podstawie badań symulacyjnych zauważono, że nierównomierny rozkład osiowych naprężeń ściskających w okolicach powierzchni kontaktu i powiększający się z czasem tarcia jest spowodowany znaczną deformacją tytanu i może mieć negatywny wpływ na jakość połączenia AlN-Ti.

W rozdziale 6 „Wybrane właściwości powłok metalizacyjnych i ich połączeń z podłożem” przedstawiono wybrane właściwości uzyskanych powłok metalizacyjnych i ich połączeń z ceramicznym podłożem. Wykonano złącza w osłonie argonu i bez osłony (powietrze). Analizowano morfologię powierzchni i strukturę stereometryczną tarcowej powłoki tytanowej. Zauważono, że struktura stereoskopowa warstwy wierzchniej powłoki metalizacyjnej jest anizotropowa i charakteryzuje się stosunkowo niską chropowatością. Pokazano mikrostrukturę złącza podłoża ceramicznego (AlN) z metaliczną powłoką (Ti). Obserwacje SEM z zastosowaniem detektora BSE prowadzono na powierzchni przełomu uzyskanego z trójpunktowego zginania próbki. Połączenie materiału powłokowego z ceramicznym podłożem miało charakter ciągły bez lokalnych wad. Materiał powłoki dokładnie wypełniał nierówności podłoża. Po próbie łamania nie zaobserwowano wykruszania się go w obszarze złącza. Przeprowadzono rozkład liniowy pierwiastków na powierzchni przekroju układu podłoże-powłoka. Linia skanowania przechodziła przez ziarno ceramiki AlN w powłoce tytanowej. Przeprowadzono pomiar przyczepności powłoki metalizacyjnej Ti do podłoża AlN. W obu badanych przypadkach (dla złączy wykonanych w osłonie argonu i w powietrzu) pęknięcie przebiegało przez ceramiczne podłoże, co wskazuje na to, że przyczepność powłoki jest wyższa niż wytrzymałość na rozciąganie ceramiki. Ostatecznie przeprowadzono badania granicy Ti/AlN w transmisyjnym mikroskopie elektronowym. Przedstawiono rozkład powierzchniowy N, Al oraz Ti w granicy podłoże-powłoka. Wyniki wszystkich przeprowadzonych badań potwierdzają poprawność założonej tezy, że „Warunki termodynamiczne procesu metalizacji tarcowej sprzyjają syntezie tytanu z osadzonej powłoki ze składnikami ceramicznego podłoża”

W rozdziale 7 „Złącze lutowane AlN-FeNi42 z zastosowaniem tytanowej powłoki metalizacyjnej” postanowiono sprawdzić możliwość lutowania ceramiki AlN metalizowaną cienką powłoką tytanową ze stopem FeNi42 wykorzystując lut AgCu28. Do prób lutowania wybrano złącze AlN/Ti uzyskane po metalizacji w osłonie argonu. Struktura połączenia lutowanego jest prawidłowa, wolna od wad i niejednorodności. Dla złącze lutowanego przeprowadzono badania wytrzymałości na ścinanie z pozytywnymi rezultatami.

W rozdziale 8 „Analiza naprężeń własnych w złączach AlN-FeNi42 lutowanych z zastosowaniem tytanowej powłoki metalizacyjnej. Podobnie jak w rozdziale 5 postanowiono dokonać oceny stanu naprężeń własnych z uwzględnieniem poszczególnych etapów przygotowania złącza ceramika-metal. W tym celu przeprowadzono dogłębną analizę numeryczną naprężeń własnych w złączach lutowanych FeNi42-lut-ceramika z uwzględnieniem naprężeń powstających w procesie napawania tarcowego oraz porównano wyniki obliczeń z modelem złącza FeNi42-ceramika lutowanego bezpośrednio lutami aktywnymi. Wyniki obliczeń symulacyjnych naprężeń własnych w lutowanych złączach sugerują, że zastąpienie lutu aktywnego lutem zwykłym (nieaktywnym) oraz pokrycie podłoża ceramicznego cienką warstwą tytanu umożliwia zmianę stan naprężeń własnych w stosunku do złącza lutowanego bezpośrednio. Proces metalizacji tarcowej wprowadza dodatkowe naprężenia w warstwie tytanowej, które sumują się z naprężeniami lutowniczymi co prowadzi do wzrostu naprężeń rozciągających, głównie w obszarze granicy połączenia z tytanem.

W rozdziale 9 „Podsumowanie i wnioski” zaznaczono, że zaproponowana metoda metalizacji tarcowej umożliwia wytwarzanie pełnowartościowych powłok na powierzchni ceramicznej. Przeprowadzone badania i uzyskane wyniki, dowodzą, iż zamiana energii tarcia kinetycznego na energię cieplną jest skutecznym czynnikiem spajania w stanie stałym, wykorzystanym do metalizowania ceramiki.

4. Uwagi ogólne i szczegółowe

Str 36

Niezręczne sformułowanie: „Sztandarową cechą jest wysoki jak na ceramikę współczynnik przewodzenia ciepła λ wynoszący maksymalnie 319 W/m·K (dla monokryształu)”

Str 54

„Wykonane powłoki poddano badaniom strukturalnym mikro i makroskopowym, próbom przyczepności oraz analizie fazowe”

W rozdziale tym nie pokazano wyników badań struktury

Str 78. Rys. 6.9

„przeprowadzono rozkład liniowy pierwiastków na powierzchni przekroju układu podłoże-powłok”. Powinno być napisane „powłoka”.

Rys. 6.10 „Rozkład liniowy pierwiastków na powierzchni przekroju układu podłoże-powłok przez wtrącenie AlN w powłocę”. Powinno być napisane „powłoka”.

5. Ocena końcowa pracy

Podjęty w pracy temat jest ważny i aktualny. Badania wykonane przez Doktoranta w ramach pracy stanowią poważny wkład w aktualny stan wiedzy. Doktorant jasno sformułował cel i tezę pracy, dla realizacji których wykonał liczne i prawidłowe badania. Doktorant wykazał się umiejętnością dobrego planowania eksperymentu i wykonywania badań oraz analizy merytorycznej wyników badań. Pragnę podkreślić dużą wartość naukową i użyteczną rozprawy. Drobne uwagi ogólne i szczegółowe nie mają wpływu na wysoką merytoryczną ocenę pracy.

6. Wniosek końcowy

Doktorant wykazał się bardzo dobrą znajomością technik pomiarowych i umiejętnościami prowadzenia badań z wykorzystaniem nowoczesnych metod badawczych. Opiniowana przeze mnie praca doktorska spełnia wszystkie ustawowe wymagania stawiane rozprawom doktorskim. Biorąc powyższe pod uwagę stwierdzam, że recenzowana rozprawa doktorska spełnia wymagania obowiązującej ustawy o stopniach i tytule naukowym oraz stopniach i tytule w zakresie sztuki i wnioskuję o jej dopuszczenie do publicznej obrony przed Radą Wydziału Inżynierii Produkcji Politechniki Warszawskiej. Uważam, że praca nadaje się do wyróżnienia.

Tomasz Węgrzyn
