

Autoreferat

- I. Imię i nazwisko** **AGNIESZKA ELŻBIETA KOCHMAŃSKA**
- II. Posiadane dyplomy, stopnie naukowe – z podaniem nazwy, miejsca i roku ich uzyskania oraz tytułu rozprawy doktorskiej**

1999 tytuł magistra inżyniera uzyskany na Wydziale Mechanicznym Politechniki Szczecińskiej po ukończeniu dziennych studiów magisterskich (5 lat) na kierunku Inżynieria Materiałowa, specjalność: przetwórstwo tworzyw sztucznych. Praca dyplomowa pt. „Struktura i właściwości odlewniczych powłok ochronnych Al-Si na staliwie żarowytrzymałym” została zrealizowana pod kierunkiem dr hab. inż. Jerzego Kubickiego, prof. PS i obroniona 20.09.1999r. Ocena pracy dyplomowej: bardzo dobry, ocena egzaminu dyplomowego: bardzo dobry, nr dyplomu WM1213, data wydania: 15.10.1999r.

2006 stopień doktora nauk technicznych w dziedzinie Budowa i Eksploatacja Maszyn nadany przez Radę Wydziału Mechanicznego Politechniki Szczecińskiej 25.04.2006r. na podstawie rozprawy „Powłoki ochronne Al-Si wytwarzane na staliwie żarowytrzymałym metodą zawieszinową”. Promotorem rozprawy był dr hab. inż. Jerzy Kubicki, prof. PS; recenzenci dr hab. inż. Bogdan Piekarski, prof. PS i dr hab. inż. Jacek Jackowski, prof. PP.

III. Informacje o dotychczasowym zatrudnieniu w jednostkach naukowych

2000 – 2005 Słuchaczka studium doktoranckiego

2006 – 2007 asystent – Politechnika Szczecińska, Wydział Mechaniczny

2007 – 2018 adiunkt – Politechnika Szczecińska, od 2009 r. Zachodniopomorski Uniwersytet Technologiczny w Szczecinie, Wydział Inżynierii Mechanicznej i Mechatroniki

IV. Wykaz publikacji stanowiących osiągnięcie naukowe, o którym mowa w art. 16 ust. 2 ustawy z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki

A. Osiągnięcie naukowe do postępowania habilitacyjnego stanowi cykl 14 publikacji oraz 1 zgłoszenie patentowe pod tytułem:

Kształtowanie struktury żaroodpornych warstw aluminidkowych wytwarzanych metodą zawiesinową

B. Spis monotematycznych publikacji stanowiących osiągnięcie naukowe zgłoszone, jako podstawa do przewodu habilitacyjnego

- H1. Kochmańska A. (90%), Jarlaczyńska A.: Badanie mieszanin przeznaczonych do wytwarzania warstw metodą zawiesinową, 2013, *Inżynieria Materiałowa* nr 5, s. 477-480.
- H2. Kochmańska A. (90%), Kochmański P.: Wpływ parametrów wytwarzania na strukturę i warstw otrzymanych metodą zawiesinową na stopie niklu, 2015, *Inżynieria Materiałowa* nr 6, s. 501-505.
- H3. Kochmańska A. (100%): Żaroodporne warstwy Al-Si wytworzone metodą zawiesinową na podłożu nadstopu niklu Inconel 617, 2012, *Inżynieria Materiałowa* nr 6, s. 609-612.
- H4. Kochmańska A. (90%), Kochmański P.: Structure of Intermetallic Al-Si Coating on Inconel 617, 2014, *Materials Science Forum* Vol. 782 s. 594-597.
- H5. Kochmańska A. (100%): Aluminide coatings on Inconel 617 obtained by slurry method with inorganic binder, 2017, *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering* 85/2, s. 49-55.
- H6. Kochmańska A. (90%), Lenart S.: Powłoki ochronne na bazie aluminium wytworzone na stopie tytanu, 2010, *Inżynieria Materiałowa* nr 4, s. 1018-1021.
- H7. Kochmańska A. (90%), Kochmański P.: Charakterystyka i żaroodporność powłok Al-Si na stopie tytanu, 2011, *Inżynieria Materiałowa* nr 4, s. 481-484.
- H8. Kochmańska A. (100%): Microstructure of aluminide coatings on Ti6Al4V alloy produced by the slurry method with inorganic binder, 2018, *International Journal of Materials Research* Vol. 109, No 8 ,s. 735-742.
- H9. Kochmańska A. (70%), Garbiak M.: High-Temperature Diffusion Barrier for Ni-Cr Cast Steel, 2011, *Defect and Diffusion Forum* Vols. 312-315, s. 595-600.
- H10. Kochmańska A. (100%): Hot corrosion resistance properties of Al – Si coatings obtained by slurry method, 2012, *Defect and Diffusion Forum* Vols. 326-328, s. 273-278.
- H11. Kochmańska A. (100%): Microstructure of Al-Si Slurry Coatings on Austenitic High-Temperature Creep Resisting Cast Steel, 2018, *Advances in Materials Science and Engineering*, vol. 2018, Article ID 5473079, 12 pages, doi:10.1155/2018/5473079.
- H12. Kochmańska A. (80%), Kochmański P. (10%), Kawiak M. (10%): The structure of aluminide coatings on alloy steels in the area of the welded joints, 2017, *Inżynieria Materiałowa* nr 3, s. 131-136.
- H13. Kochmańska A. (95%), Gawdzińska K.: Żaroodporne powłoki Al-Si wytworzone metodą zawiesinową, 2012, *Archives of Foundry Engineering* Vol. 12, Issue 1/2012, s. 107-112.

- H14. Kochmańska A. (90%), Kochmański P.: Aluminate Protective Coatings Obtained by Slurry Method, 2014, *Materials Science Forum* Vol. 782 s. 590-593.
- D1. Kochmańska A. (50%), Kubicki J. (50%): Sposób wytwarzania powłok ochronnych zabezpieczających elementy metalowe narażone na nawęglanie, utlenianie i wstrząsy cieplne, *Patent PL Nr 209678*.

C. Omówienie celu naukowego i osiągniętych wyników prac wraz z omówieniem ich wykorzystania

Wprowadzenie

Jednym z podstawowych warunków, jakie powinien spełnić żarowytrzymały materiał pracujący w podwyższonej temperaturze jest zapewnienie odpowiedniej wytrzymałości mechanicznej i stabilności mikrostrukturalnej. Czasem poprawa wytrzymałości materiału może wiązać się z pogorszeniem odporności na korozję wysokotemperaturową. Zaprojektowanie odpowiedniej warstwy powierzchniowej pracującego materiału sprzyja przedłużeniu czasu pracy materiału w agresywnych atmosferach w wysokiej temperaturze.

Intensywny rozwój różnych technik w inżynierii powierzchni jest zauważalny we współczesnym przemyśle. Rozwój ten ma istotny wpływ na postęp w przemyśle motoryzacyjnym, lotniczym, czy kosmicznym. Warstwie powierzchniowej stawiane są coraz wyższe wymagania, które muszą być spełnione przez urządzenia i elementy pracujące w trudnych warunkach tj. podwyższonej temperaturze i agresywnej atmosferze. Jednym z funkcjonalnych celów warstwy powierzchniowej jest zapewnienie wzrostu odporności na utlenianie. Współcześnie mają zastosowanie różnorodne warstwy i powłoki, często wytwarzane w procesie dyfuzyjnego aluminiowania. Dyfuzyjne warstwy aluminidkowe lub MCrAlY, jako warstwy łączące (BC) odporne na utlenianie mogą wchodzić w skład powłok TBC, które dodatkowo zawierają ceramiczną powłokę zewnętrzną izolującą termicznie (TBC). Jednym z kolejnych problemów w funkcjonowaniu warstw powierzchniowych jest odporność w innych agresywnych atmosferach, nie tylko utleniających, ale również redukujących – nawęglających oraz azotujących.

Dany rodzaj materiału jest stosowany na odmienne części urządzenia. W silnikach turbodrzutowych, na przykład, wykorzystywane mogą być stopy tytanu charakteryzujące się dobrą wytrzymałością i małą gęstością; nadstopy niklu mogące pracować w wysokiej temperaturze, czy elementy stalowe do statycznych części sprężarki. Zastosowanie właściwego materiału wymaga często stosowania barier zapobiegających nadmiernej degradacji powierzchni materiału przez utlenianie w wysokiej temperaturze w długich okresach czasu. Wynikiem stosowania różnych metod wytwarzania jest najczęściej warstwa, w której skład wchodzi fazy międzymetaliczne z układu Ni-Al, Fe-Al bądź Ti-Al, czyli aluminidki, które to fazy zwykle charakteryzują się dobrą odpornością na utlenianie. W warunkach utleniających tworzy się na nich ochronna warstewka tlenku glinu Al_2O_3 .

Aktualnie najszerzej opisane w literaturze są fazy międzymetaliczne z układów Al-Ni, Al-Fe, Al-Ti. Ich właściwości są bardzo interesujące z punktu widzenia materiałów stosowanych jako warstwa powierzchniowa [1]:

- mała gęstość (korzystny parametr konstrukcyjny: wytrzymałość do ciężaru właściwego),
- wysoka odporność na utlenianie (do ok. 1200°C),
- wysoka temperatura topnienia (dzięki stabilnej strukturze uporządkowanej),
- wysoka odporność na ścieranie,
- mały współczynnik samodyfuzji związany z uporządkowaniem struktury, a przez to wysoka odporność na pełzanie i korozję,
- wysoka wytrzymałość, nieznacznie obniżająca się ze wzrostem temperatury,
- wyższa wytrzymałość zmęczeniowa w porównaniu z powszechnie stosowanymi stopami żarowytrzymałymi na osnowie niklu,
- wysoki moduł sprężystości,
- dobra przewodność cieplna i elektryczna.

Pierwsze dwie z wyżej wymienionych cech wyraźnie zależą od wysokiej zawartości aluminium w danej fazie. Oprócz zalet należy wspomnieć tutaj również o wadach, które wynikają bezpośrednio z budowy krystalicznej tych faz. Jedną z nich jest mała plastyczność w temperaturze pokojowej. Dla przykładu, przejście od kruchości do plastyczności dla fazy TiAl występuje w temperaturze około 650°C, natomiast dla fazy NiAl - 1000°C. Niska plastyczność aluminidków i duże naprężenia powstające na granicy podłoże - warstwa sprzyjają powstawaniu pęknięć o charakterze cieplno - zmęczeniowym w ich zewnętrznej części. Projektanci dyfuzyjnych warstw aluminidkowych poszukują sposobów podnoszenia odporności warstw głównie na zmęczenie cieplne. Problem poprawienia właściwości warstw wynika z ograniczonej możliwości zmiany składu, struktury i w konsekwencji, właściwości fizycznych i mechanicznych.

Jednym z problemów jest duża zależność właściwości danej fazy od jej składu chemicznego. Ma to miejsce w przypadku np. fazy NiAl, która krystalizuje z cieczy, jako wtórny roztwór stały β o uporządkowanej strukturze B2 i jest trwała w szerokim przedziale zawartości aluminium tj. od 31 do 58% at. w temperaturze ok. 1400°C i od 41 do 55% at. w temperaturze otoczenia. Temperatura pracy oraz zmiany składu chemicznego w tej fazie mają istotny wpływ na jej plastyczność [2]. Obserwuje się wyraźne minimum dla wartości granicy plastyczności przy składzie stechiometrycznym. Natomiast wzrost zawartości niklu w tej fazie powoduje znaczny wzrost wartości granicy plastyczności szczególnie w temperaturze otoczenia. Wyższa temperatura pracy będzie wpływała na zmniejszenie różnic w wartościach granicy plastyczności dla faz o różnym składzie chemicznym. W fazie o większej zawartości niklu pojawiają się defekty punktowe to atomy niklu w podsieci aluminium, natomiast w fazie o większej zawartości aluminium dominują stabilne wakanse strukturalne w podsieci niklu [1]. Parametr sieci jest największy dla tej fazy o składzie stechiometrycznym Al₅₀Ni₅₀ i zmniejsza się przy odchyleniu składu zarówno w stronę składu pod i nad stechiometrycznego. Zwiększenie twardości i wytrzymałości fazy

niestechiometrycznej niestety zachodzi kosztem ograniczenia plastyczności. Podobnie jak dla fazy NiAl można zaobserwować wpływ składu chemicznego na właściwości w fazie TiAl. Jest to faza w przedziale zawartości aluminium od 49 do 60% at. w temperaturze otoczenia. Struktury jednofazowe na podstawie fazy γ -TiAl są bardzo kruche i wykazują minimalną plastyczność, natomiast wyższą plastycznością charakteryzują się dwufazowe o strukturze $\alpha_2 + \gamma$. Faza α_2 o wzorze Ti_3Al zawiera od 22 do 35% at. aluminium. Właściwości będą tu zależały od udziału danej fazy α_2 lub γ i będzie można w związku z tym obserwować pewne ekstremum dla określonych właściwości. Przykładowo dla parametru $R_{p0.2}$ obserwuje się minimum przy zawartości aluminium 47,8% at. [2].

W celu poprawienia plastyczności faz międzymetalicznych wprowadza się do ich struktury takie pierwiastki jak B, Zr, Cr, Si, Hf, C, Y, bądź tlenki tych pierwiastków. Badania mające na celu zwiększenie plastyczności dyfuzyjnych warstw aluminidkowych na stopach niklu spowodowały stopniowy spadek zawartości aluminium w warstwach. Dla przykładu, typowe warstwy stosowane w latach sześćdziesiątych zawierały 34 ÷ 36% Al, a warstwy stosowane w latach siedemdziesiątych 20 do 24%. Tendencja ta jednak spowodowała jednocześnie spadek odporności na utlenianie ze względu na mniejszą ilość aluminium w warstwach [3].

Główne parametry determinujące właściwości ochronne aluminidkowych warstw ochronnych to ich skład chemiczny i fazowy oraz grubość. Zawartość aluminium będzie charakteryzowała skład chemiczny warstw aluminidkowych. W przypadkach warstw zawierających aluminium oraz inne pierwiastki, również zawartość tych dodatkowych pierwiastków będzie istotnym parametrem. Kontrola grubości i analiza zawartości aluminium w warstwie mają zasadnicze znaczenie, dla jakości i właściwości warstw ochronnych.

Pod koniec ubiegłego wieku łopatki turbin używane w silnikach odrzutowych były pokrywane warstwami dyfuzyjnymi wytwarzanymi przez aluminowanie w proszkach (pack cementation) stopów niklu w ponad 90% [4]. Aluminowanie w proszkach było przedkładane nad innymi metodami, z uwagi na to, że charakteryzuje się niskim kosztem wytwarzania i wysoką skutecznością procesu. Pozwala również na współosadzanie pierwiastków i możliwość wytworzenia warstwy zawierającej wiele składników fazowych. Równie istotna jest możliwość tworzenia warstwy na powierzchniach o kształtach złożonych geometrycznie. Nasycanie w proszkach jest zwykle aktywowane halogenkami i może być rozważane jako samo generujący się proces CVD, prowadzony w termodynamicznie zamkniętym systemie w warunkach izotermicznych. Mieszanina proszków zawiera zwykle proszek aluminium, halogenki, jako aktywator i obojętny wypełniacz – najczęściej tlenek aluminium. Pierwiastki powłokowe zasilają reakcje chemiczne między fazą gazową a powierzchnią substratu. Wysoka prędkość i wydatek energii na wytworzenie aluminidkowych warstw dyfuzyjnych w proszkach oraz konieczność stosowania halogenków (chodzi głównie o chlorek amonu) w procesie technologicznym powodują, że poszukiwane są alternatywne technologie formowania warstw.

Metoda zawiesinowa stanowi obiecujący sposób wytwarzania warstw dyfuzyjnych na tle innych metod. Polega ona na nałożeniu zawiesiny na materiał, wysuszeniu i wygrzewaniu materiału w celu uzyskania warstwy dyfuzyjnej. Temperatura wygrzewania może być zróżnicowana od 700°C (nieznacznie powyżej temp. topnienia aluminium) do 1200°C. Metoda zawiesinowa pozwala na polepszanie warunków procesu wytwarzania oraz stwarza możliwość łatwego wpływania na strukturę i właściwości warstw poprzez zmianę składu chemicznego zawiesin.

Głównymi zaletami wytwarzania warstw dyfuzyjnych z zawiesiny są:

- krótszy cykl cieplny podczas wytwarzania warstw na skutek szybkiego ogrzewania i chłodzenia części poddanej obróbce,
- możliwość aluminiowania miejscowego (szczególnie istotne w przypadku napraw),
- możliwość stosowania warstw dla części o dużych rozmiarach lub skomplikowanych kształtach,
- znaczne zwiększenie wydajności w wydatkowaniu aluminium,
- możliwość łatwego mieszania aluminium z innymi pierwiastkami, które współdyfundują w procesie powstawania warstw,
- możliwość automatyzacji procesu oraz stosowania różnych metod nakładania zawiesin.

Zawiesiny stosowane komercyjnie składają się z proszków zawierających pierwiastki takie jak Al, Al-Si, Al-Si- (Y, Ce, B), o wielkości cząstek w zasadzie mniejszej niż 40 μm [5] i spoiwa organicznego. Roztwory spoiwa organicznego są dobrane w sposób zapewniający dobre rozdyspergowanie składnika aktywnego, szybkie suszenie zawiesiny na powierzchni detalu i możliwość uzyskania równomiernej warstwy o wymaganej wytrzymałości, tak, aby wytrzymać kolejne operacje technologiczne. Gotowe do użycia zawiesiny, powinny mieć możliwość długotrwałego przechowywania bez pogorszenia ich właściwości i mieć określoną lepkość, co ułatwia ich stosowanie różnymi metodami, takimi jak zanurzanie, malowanie pędzlem i natryskiwanie. Wyżarzanie dyfuzyjne powinno spowodować całkowite spalenie lub ulotnienie się składników organicznych, nie pogarszając właściwości stopu oraz otrzymanej warstwy dyfuzyjnej. Najczęściej wyżarzanie stosowane jest jako dwustopniowe: pierwsze w niższej temperaturze w celu wypalenia składników organicznych, a następnie drugie właściwe wyżarzanie mające na celu wytworzenie warstwy dyfuzyjnej.

Wyznaczenie nowego składu zawiesin było jednym z elementów badań prowadzonych w ramach mojego doktoratu. Badania te dotyczyły niewielkiego obszaru zagadnień związanych z metodą zawiesinową, ale wskazały możliwość rozwinięcia wielu aspektów tej metody w zastosowaniu do materiałów żarowytrzymałych. Opracowane przeze mnie zawiesiny mają odmienny skład od zawiesin komercyjnych opisanych powyżej. Przede wszystkim zawierają **proszki aluminium i krzemu** o określonej ziarnistości, która dla proszku aluminium wynosi do 100 μm , natomiast ziarnistość proszku krzemu 200-250 μm . Użycie proszków o **większej ziarnistości** niż stosowane komercyjnie znacznie obniża koszty materiałowe oraz zmniejsza ryzyko wybuchu (w przypadku aluminium).

W zawieszynie znajduje się również **sproszkowana mieszanina stopionych soli**, będąca składnikiem przyspieszającym proces dyfuzji w trakcie wyżarzania. Są to NaCl, KCl i NaF. Zwykle tego rodzaju sole stosowane są w metalurgii aluminium, jako topniki w celu usunięcia tlenu. Mieszanina tych soli ma więc istotne znaczenie w temperaturze wytwarzania warstw, gdyż prowadzi do usunięcia tlenkowej warstewki Al_2O_3 znajdującej się wokół ziaren proszku aluminium oraz warstewki pasywnej pokrywającej stop, na którym wytwarza się warstwę. Fakt ten sprzyja przyspieszeniu procesu formowania warstwy dyfuzyjnej na materiale. Nie ma w składzie zawiesiny chlorku amonu, jako aktywatora, jak to ma miejsce w przypadku metody proszkowej (kontaktowo-gazowej). W literaturze można znaleźć wiele publikacji przedstawiających badania nad warstwami wytworzonymi z udziałem innych aktywatorów niż chlorek amonu, na który wskazuje się jako substancję szkodliwą dla środowiska.

Kolejnym istotnym aspektem jest wprowadzenie do zaproponowanej przeze mnie zawiesiny **spoiwa nieorganicznego w postaci uwodnionego krzemianu sodu** (szkła wodnego) zamiast spoiwa organicznego. Jak wspomniano wcześniej spoiwa organiczne wymagają dodatkowego wygrzewania materiału z nałożoną zawiesziną. Natomiast zawiesinę ze spoiwem nieorganicznym można pozostawić do wyschnięcia na wolnym powietrzu w temperaturze otoczenia lub przyspieszyć wysychanie i utwardzanie zawiesiny w podwyższonej temperaturze ok. $40^{\circ}C$. Zawiesina po wyschnięciu ma dobrą wytrzymałość dzięki właściwościom szkła wodnego, co jest istotne z punktu widzenia technologicznego. Detal z wyschniętą zawiesziną można przenosić do pieca w celu wytworzenia warstwy bez obawy jej uszkodzenia czy odpadnięcia. Obecność w zawieszynie szkła wodnego oraz dodatkowo krzemu jest również bardzo istotne, ponieważ utwardzanie zawiesiny postępuje na skutek dehydratacji uwodnionego krzemianu sodu (szkła wodnego) w obecności krzemu. Proces ten jest zbliżony do reakcji opisanych w metodzie Nishiyamy (dotyczącej formowania mas formierskich w odlewnictwie). Zastosowanie proszku krzemu ma więc znaczenie z punktu widzenia technologicznego podczas nakładania zawiesin oraz podczas tworzenia warstwy dyfuzyjnej (wprowadzenie krzemu do warstwy aluminidkowej). Jednocześnie dehydratacja wodnego roztworu krzemianu sodu w obecności soli (które również znajdują się w zawieszynie) prowadzi do powstawania przestrzennej sieci żelu. Sprzyja to wytworzeniu zawiesiny o odpowiedniej konsystencji (żelu), ułatwiającej nakładanie.

Literatura

- [1]Bojar Z., Przetakiewicz W.: Materiały metalowe z udziałem faz międzymetalicznych. BEL Studio, Warszawa 2006.
- [2]Lasalmonie A.: Intermetallics: Why is it so difficult to introduce them in gas turbine engines? Intermetallics 14 (2006) 1123.
- [3]National Research Council, Coatings for High-Temperature Structural Materials: Trends and Opportunities. Washington, DC: The National Academies Press, 1996.
- [4]Da Costa, I.B. Gleeson and DJ. Young, J. Electrochem. Soc., 141 (1994) 1164.
- [5]Tamarin Y: Protective coatings for turbine blades. ASM International, Materials Park, Ohio 2002.

Cel naukowy

Głównym celem naukowym prowadzonych badań było zbadanie procesu formowania mikrostruktury warstw aluminidkowych wytwarzanych metodą zawiesinową na różnych podłożach.

Cele szczegółowe to:

1. Zbadanie możliwości zastosowania metody zawiesinowej, z użyciem spoiwa nieorganicznego, jako metody, która pozwala na uzyskanie warstw aluminidkowych o strukturze warstw żaroodpornych.
2. Ustalenie korelacji pomiędzy parametrami wytwarzania warstw a grubością i składem fazowym warstw.
3. Zbadanie możliwości formowania warstw na podłożu łączonym techniką spawania.

Celem użytkowym było opracowanie podstaw technologii wytwarzania warstw z zawiesiny o autorskim składzie uwzględniającym proszki aluminium i krzemu, spoiwo nieorganiczne oraz halogenki (chlorki i fluorki litowców) z możliwością zastosowania tej metody na różnych materiałach metalicznych.

Stwierdzono, że do istotnych czynników wpływających na formowanie warstw dyfuzyjnych metodą zawiesinową należą:

- skład chemiczny zawiesiny,
- proporcje składników w zawiesinie,
- ilość zawiesiny nałożonej na materiał podłoża,
- rodzaj podłoża,
- atmosfera, w jakiej formuje się warstwy (powietrza lub ochronna argonu),
- czas wygrzewania,
- temperatura wygrzewania.

Dla osiągnięcia celu naukowego zrealizowano następujący plan pracy:

1. Zbadanie przemian zachodzących w zawiesinach podczas formowania warstw.
2. Określenie wpływu składu chemicznego zawiesin na mikrostrukturę formowanych warstw.
3. Wytworzenie warstw na podłożu stopu niklu z zastosowaniem różnych parametrów technologicznych.
4. Wytworzenie warstw na podłożu stopu tytanu z zastosowaniem różnych parametrów technologicznych.
5. Wytworzenie warstw na podłożu stopów żelaza z zastosowaniem różnych parametrów technologicznych.
6. Wytworzenie warstw w różnych atmosferach (ochronnej argonu oraz powietrza).
7. Zbadanie mikrostruktury otrzymanych warstw.

Realizacja postawionych celów i założonego planu badań wymagała zastosowania następujących metod badawczych dla uzyskania pełnej charakterystyki warstw:

- analizy termograwimetrycznej TGA oraz różnicowej kalorymetrii skaningowej DSC w celu określenia przemian zachodzących w zawieszynie,
- elektronowej mikroskopii skaningowej SEM do zobrazowania mikrostruktury warstw i podwarstw oraz określenia ich grubości,
- mikroanalizy rentgenowskiej EDS oraz WDS dla określenia składu chemicznego warstw oraz składników mikrostrukturalnych,
- dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych EBSD dla zobrazowania map orientacji krystalograficznej składników mikrostrukturalnych,
- analizy fazowej XRD dla określenia składu fazowego warstw oraz podwarstw,
- analizy statystycznej (metody regresji wielorakiej) dla określenia wpływu parametrów wytwarzania na grubość warstw i podwarstw.

Opis wyników

Proporcje składników zawiesiny tj.: proszków metalicznych, spoiwa nieorganicznego (uwodnionego krzemianu sodu) oraz topnika (soli) mogą być parametrami zmiennymi. Ilość zawiesiny nakładanej na jednostkę powierzchni detalu może być również zmienna, a jej ilość określana jest przeze mnie w gramach na jednostkę powierzchni wyrażoną w cm^2 . Eksperymentalne badanie mieszanin użytych do sporządzania zawiesin zostały przeprowadzone przeze mnie w szerokim zakresie składów wyżej wymienionych składników, co zaowocowało patentem [D1] *Sposób wytwarzania powłok ochronnych zabezpieczających elementy metalowe narażone na nawęglanie, utlenianie i wstrząsy cieplne*. Z uwagi na fakt ochrony pewnych informacji dotyczących wytwarzania warstw, szczegółowe dane dotyczące wytwarzania warstw opatentowanym sposobem nie zostały opublikowane.

Właściwości zawiesin przeznaczonych do wytwarzania warstw, a w szczególności zmianę właściwości zawiesin w zależności od temperatury w zakresie do 900°C opisano w artykule [H1]. Do badań zastosowano głównie metody termograwimetryczne oraz analizę składu fazowego XRD. Badania zawiesin prowadzono zarówno w atmosferze powietrza, jak i argonu. Atmosfera miała istotny wpływ na reakcje zachodzące w zawieszinach. Podczas nagrzewania mieszanin w atmosferze powietrza obserwowano przyrost masy, a efektu tego nie było w atmosferze argonu. W większości przypadków podczas nagrzewania występowała przemiana endotermiczna z ekstremum w temperaturze 660°C – topnienie aluminium. Badania prowadzono również na zawieszinach zawierających wiórki różnych stopów (tytanu i niklu), dla określenia różnic zarówno pomiędzy stopami jak i czystą zawiesziną. Wpływ dodatku do mieszaniny metalicznych wiórków zaobserwowano wyraźnie podczas nagrzewania w atmosferze powietrza dla mieszaniny z wiórkami nadstopu niklu. Nagrzanie mieszanin w atmosferze argonu do 900°C spowodowało powstanie faz międzymetalicznych

Al_3Ti dla mieszaniny z wiórkami stopu tytanu i Al_3Ni dla mieszaniny z wiórkami nadstopu niklu.

Wpływ użycia różnych składów zawiesin oraz ilości nakładanej zawiesiny na strukturę warstw na stopie niklu opisano w artykule [H2]. Stwierdzono, że skład fazowy warstw wytworzonych przy różnej ilości nałożonej zawiesiny jest podobny. Zwiększenie ilości nałożonej zawiesiny wpłynęło na zwiększenie grubości warstw tylko do określonej jej zawartości ($1g/cm^2$). Istotny wpływ na strukturę miała ponadto zamiana aluminium w zawiesinie na tlenek aluminium. Zastąpienie połowy ilości aluminium w zawiesinie tlenkiem aluminium wpłynęło na zmniejszenie grubości otrzymanych warstw o połowę. Całkowite zastąpienie aluminium tlenkiem aluminium w zawiesinie powoduje, że warstwa nie tworzy się w temp. $800^\circ C$, natomiast powstaje w temperaturze $1000^\circ C$ i ma skład fazowy zbliżony do warstw po krzemowaniu.

Wpływ różnych proporcji składników w zawiesinie na strukturę warstw otrzymanych na stopach żelaza przedstawia artykuł [H9]. Warstwy wytwarzane były w temperaturze 800 , 900 i $1000^\circ C$. Zmiana proporcji aluminium i krzemu w zawiesinie istotnie wpłynęła na strukturę otrzymanych warstw. Generalnie wprowadzenie większej ilości krzemu w zawiesinie sprzyjało pojawianiu się na przekroju warstw większej ilości faz zawierających krzem np. $CrSi_2$. Natomiast mniejsza ilość krzemu w zawiesinie skutkowała tworzeniem aluminidków, w których krzem był rozpuszczony. W niższej temperaturze wytwarzania warstw tj. $800^\circ C$ obserwuje się również tendencję do tworzenia innych aluminidków w zewnętrznej części warstwy. Mniejsza ilość Si sprzyja tworzeniu fazy Al_8Cr_5 , natomiast większa fazy Al_5FeNi .

Wyniki tych badań wykorzystane zostały w projektowaniu składu i ilości zawiesin dla otrzymania warstw aluminidkowych na różnych podłożach. Warstwy wytworzone zostały metodą zawiesinową na: stalach i staliwach (głównie stopowych żarowytrzymałych lub kwasoodpornych), stopach tytanu, stopach niklu, stopach molibdenu, stopach cyrkonu. W zależności od zastosowanego podłoża uzyskano inny skład fazowy warstw. Głównym składnikiem warstw są aluminidki pierwiastków podłoża. Jeśli aluminium z głównym pierwiastkiem podłoża tworzy kilka faz międzymetalicznych możliwe jest uzyskiwanie **warstw o strukturze wielostrefowej, czyli gradientowych**. Każda strefa warstwy zawiera inny składnik fazowy i reprezentuje inne właściwości. Gradientowość warstw jest szczególnie korzystna w kontekście zawartości aluminium. Jeśli w zewnętrznej części warstwy zawartość aluminium jest największa, sprzyja to podwyższonej odporności na utlenianie lub ogólnie korozję wysokotemperaturową. Niestety, jak już wcześniej było podkreślone, większa zawartość aluminium będzie również sprzyjać mniejszej plastyczności danej fazy. Zmniejszenie ilości aluminium w strefach położonych bliżej podłoża zwiększy plastyczność warstw, natomiast nie będzie miało istotnego znaczenia z punktu widzenia odporności na utlenianie.

Uzyskanie określonego składu fazowego było zależne od parametrów wytwarzania warstw, czyli głównie od zastosowanej temperatury wygrzewania, ale również czasu trwania procesu. Prowadzone badania wytwarzania warstw zawierały się w zakresie temperatury od 700 do 1100°C. W całym tym przedziale udało wytworzyć się warstwy, a skład fazowy silnie zależał od temperatury, w jakiej proces był prowadzony i oczywiście od rodzaju podłoża. Główne badania prowadzone były na warstwach na podłożach ze **stopu niklu** [H2÷H5], **tytanu** [H6÷H8] **oraz stali i staliw stopowych** [H9÷H12]. Obecnie badania w szerokim zakresie prowadzone są również na podłożach ze stopu molibdenu oraz cyrkonu.

Struktura warstw wytworzonych na **stopie niklu Inconel 617** przedstawiona została w pracach [H2÷H5]. Wstępne badania na temat wytwarzania warstw znajdują się w pracy [H3], opis struktury z uwzględnieniem metody EBSD w pracy [H4], natomiast wpływ zmiany składu zawiesiny na strukturę warstw w pracy [H1]. Praca [H5] szerzej opisuje wpływ zmiennych parametrów wytwarzania na strukturę warstw. Podczas wytwarzania zmieniana była głównie temperatura wygrzewania w zakresie 900÷1100°C oraz czas z zakresie 2÷6 godziny. Uzyskano warstwy o zróżnicowanym składzie fazowym, który ma istotny wpływ na właściwości warstw, głównie żaroodporność oraz plastyczność. Warstwy uzyskane na podłożu stopu niklu miały budowę dwustrefową, przy czym strefa zewnętrzna stanowiła główny udział w grubości warstwy. Całkowita grubość warstw wynosiła do 300 µm. Dobór parametrów wytwarzania w szerokim zakresie pozwolił na opracowanie korelacji pomiędzy temperaturą i czasem wytwarzania a grubościami poszczególnych stref warstwy. Obliczone zostały modele regresji o wysokim dopasowaniu. Miały one charakter wykładniczy (ekspotencjalny). Logarytm naturalny z grubości warstw zależał od kwadratu czasu i odwrotności temperatury. Uzyskane modele regresji opisują kinetykę tworzenia warstw oraz mogą służyć do szacowania grubości warstw w zależności od zastosowanych parametrów procesu. Struktura warstw wytworzonych w temperaturze 1000°C i niższych składała się w zewnętrznej strefie głównie z fazy Al_3Ni_2 oraz $\beta Al(Ni,Co)$. Na jej tle obserwuje się wydzielenia fazy $CrSi_2$. Strefa przy podłożu zawierała kolumnowe wydzielenia o podwyższonej zawartości Cr, Ni, Co i Mo na tle fazy $AlNi_3$. Na granicy strefy pierwszej i drugiej znajduje się często podwarstewka zawierająca wydzielenia węglików chromu.

Strukturę warstw wytworzonych na **stopie tytanu TiAl6V4** opisano w artykule [H6], natomiast żaroodporność tychże warstw w pracy [H7]. Wyniki przedstawione w tych pracach są wynikami wstępnymi, natomiast szerszy opis przedstawiający strukturę warstw na stopie tytanu znajduje się w pracy [H8]. Jako parametry zmienne, podobnie jak wyżej, uwzględniono tu temperaturę i czas wytwarzania warstw. Uzyskane warstwy składały się z podobnych składników fazowych, ale charakteryzowały się odmienną budową strefową. Uzyskany skład fazowy wskazuje na korzystne właściwości z punktu widzenia żaroodporności, natomiast strefowe zróżnicowanie budowy ma istotny wpływ na odporność na szoki termiczne. Warstwy na stopie tytanu charakteryzowały się budową czterostrefową. Uzyskano grubość warstw od 30 do 60 µm. Kinetyka tworzenia warstw opisana została również modelami regresji. W odróżnieniu do warstw uzyskanych na podłożu stopu niklu,

poszczególne strefy warstwy na stopie tytanu charakteryzował inny model. Graficzna postać obliczonych zależności pozwala stwierdzić, że grubość pierwszych trzech stref położonych najbliżej podłoża rośnie wraz ze wzrostem temperatury i czasu, natomiast strefa zewnętrzna zależy głównie od temperatury i rośnie do temperatury wytwarzania 1000°C osiągając maksimum, a następnie maleje w 1100°C. Warstwy na stopach tytanu składają się kolejno od powierzchni z faz Al_3Ti , Al_2Ti , $AlTi$ oraz $AlTi_3$. Każda z tych faz stanowi odrębną strefę warstwy. Krzem lokuje się głównie w fazie Ti_5Si_4 , mającej budowę kłębiastą, znajdującej się na tle fazy Al_2Ti (w strefie 3 od podłoża) w warstwach wytwarzanych w temperaturze 1000°C i niższej. Natomiast w warstwach wytwarzanych w wyższych temperaturach krzem obserwuje się w kulistych wydzieleniach Ti_5Si_3 na tle całej warstwy [H8].

Strukturę warstw otrzymanych na **staliwie żarowytrzymałym** przedstawiono w pracy [H9]. W pracy przedstawiono uproszczony model formowania warstw stosując zawiesinę w ilości 0,5g/cm². Badanie odporności na korozję wysokotemperaturową tych warstw prowadzono w temperaturze 900°C i w dwóch różnych atmosferach nawęglającej (400h) i utleniającej (400h), co przedstawione zostało w pracy [H10]. Szerszy eksperyment opisujący wytwarzanie tych warstw przy różnych parametrach procesu i szczegółowy opis struktury znajdują się w pracy [H11]. Zastosowana ilość zawiesiny to 0,3g/cm². W tej pracy opisano modelami regresji grubość uzyskanych warstw w zależności od parametrów technologicznych. W pracy tej uwzględniono również narzędzie mikroanalityczne „Compass”, pozwalające na grupowanie spektrów energetycznych wygenerowanych na badanych obszarze. Takie grupowanie pozwala wskazać, w jakiej części warstwy lokuje się faza o danym składzie chemicznym, a dodatkowa analiza fazowa XRD warstwy na przekroju pozwala na dokładne dopasowanie właściwej fazy. Warstwy wytwarzano również na **stalach stopowych (ferrytycznych i austenitycznych)** z uwzględnieniem możliwości wytworzenia warstw **na złączach spawanych** tychże stali [H12]. Możliwość wytworzenia warstwy na gotowej konstrukcji po procesie spawania może mieć istotne znaczenie w całym cyklu technologicznym. Obserwowano tworzenie się warstwy zarówno na materiale rodzimym, jak i na spoinie oraz łagodne przejście w strukturze warstwy pomiędzy jednym i drugim. Nieciągłości w warstwie obserwowano jedynie w przypadku stosowania elektrody do spawania o wyraźnie innym składzie niż dana stal stopowa.

Artykuły [H13] oraz [H14] są pracami porównawczymi i przedstawiają zestawienie warstw wytworzonych w podobnych warunkach (tj. temperatura i czas wygrzewania) oraz przy zastosowaniu podobnych składów zawiesin na różnych podłożach (stop tytanu, stop niklu, staliwo żarowytrzymałe). W artykułach opisano głównie mikrostrukturę warstw oraz obserwowane różnice w zakresie składu fazowego, chemicznego oraz grubości.

Wybrane przeze mnie podłoża, na których wytwarzane są warstwy charakteryzują się zróżnicowanymi właściwościami i przez to znajdują odmienne zastosowania. Stale i staliwo żarowytrzymałe, nadstopy niklu czy stopy molibdenu posiadają wysoką żarowytrzymałość, stopy tytanu są stopami lekkimi. Przedłużenie czasu pracy danego stopu w wysokiej

temperaturze wymaga dodatkowego zabezpieczenia powierzchni tego stopu przed kontaktem z atmosferą, w jakiej pracuje. Podwyższenie żaroodporności stopu przez zastosowanie odpowiedniej warstwy ma korzystny wpływ na żywotność danego elementu. W związku z różnym przeznaczeniem stopów, które wykorzystywałam w badaniach mogą one również pracować w różnych atmosferach: utleniających, redukujących (nawęglających i azotujących). Mogą również być narażone na szoki termiczne występujące w trakcie pracy, co z kolei wpływa na stabilność warstw. Jak zostało wcześniej przedstawione, warstwy te mogą mieć obniżoną plastyczność, ze względu na swój skład fazowy. Dodatkowa obecność w warstwach krzemu, który lokuje się w drobnych wydzieleniach na przekroju całej warstwy, może wpływać na podwyższenie właściwości użytkowych warstw. Krzem może również być rozpuszczony w aluminidkach. Również gradientowość aluminium na przekroju warstw powoduje zmianę właściwości na przekroju. Stwierdzono, że np. twardość warstw jest najwyższa w części zewnętrznej i maleje w kierunku podłoża [H3, H10, H13]. Jest to zjawisko korzystne, gdy obserwuje się łagodne przejście pomiędzy właściwościami kolejnych stref warstwy aż do podłoża. Wyraźna różnica we właściwościach pomiędzy podłożem a warstwą podczas występowania szoków termicznych jest bardzo niekorzystna i może powodować nie tylko pęknięcie warstwy, ale również jej odpryskiwanie pod wpływem powstałych naprężeń. W trakcie pracy w podwyższonej temperaturze, większa zawartość aluminium w fazach znajdujących się na zewnątrz warstw sprzyja powstawaniu tlenkowej warstewki ochronnej Al_2O_3 , zarówno na powierzchni warstwy, jak i w miejscach pęknięć tych kruchych faz wysokoaluminidkowych [H7, H10]. Można zatem stwierdzić, że projektowane warstwy gradientowe są również samoleczące, ponieważ miejsca uszkodzeń warstwy wypełniają się tlenkiem aluminium podczas pracy w atmosferze utleniającej.

Podstawowym celem prac stanowiących istotę osiągnięcia naukowego było określenie możliwości kształtowania mikrostruktury warstw aluminidkowych wytwarzanych nowatorską metodą zawieszinową na materiałach głównie żarowytrzymałych. Przy doborze parametrów skupiałam się na tym, aby w efekcie końcowym uzyskać w składzie warstw fazy korzystne z punktu widzenia żaroodporności. Kierowałam się tu opisem żaroodporności aluminidków dostępnym w danych literaturowych. Niemniej podjęłam się również prac badawczych nad określeniem, w jakim stopniu otrzymane warstwy podwyższają żaroodporność materiału w zadanych warunkach.

Żaroodporność warstw wytworzonych przeze mnie, wstępnie przedstawiona w pracach [H7, H10], będzie szerzej opisana w kolejnych pracach. Żaroodporność warstw na stopie niklu, których struktura jest opisana w pracy [H5] była prezentowana przeze mnie na konferencji [I22] i jest przedmiotem kolejnej pracy (w redakcji). Praca dotyczy cyklicznego utleniania warstw wytworzonych na stopie Inconel 617, które było prowadzone przez 660 godzin w temperaturze 1100°C. Po każdym 20 godzinnym cyklu utleniania, materiał z warstwami był poddawany szokowi termicznemu polegającemu na ochłodzeniu do temperatury otoczenia. Żaroodporność w tych warunkach oszacowano porównując materiały pokryte warstwami z materiałem bez warstwy. Jeśli przyrost masy próbki bez

warstwy określić na 100%, to dla najgorszej warstwy było to również 100%, a dla najlepszej 43%. Charakterystyczne dla tych warstw było powstawanie w wyniku szoków termicznych pęknięć w niektórych warstwach wzdłuż powierzchni. Powodowało to, że niektóre z tych warstw odpadły w tych warunkach i uległy zniszczeniu, na innych nie obserwowano pęknięć. Było to ściśle związane z parametrami wytwarzania warstw, które istotnie wpływają na skład fazowy i grubość warstw.

Na szczególną uwagę zasługują wyniki badań nad mikrostrukturą warstw wytworzonych na stopie tytanu opisane w pracy [H8]. Aktualnie praca dotycząca żaroodporności tych warstw jest również w redakcji. Cykliczne utlenianie prowadzono podobnie jak dla warstw na stopie niklu, ale w niższej temperaturze w 800°C. Po procesie cyklicznego utleniania przez 660 godzin nie stwierdzono żadnych ubytków w warstwach. Na ich powierzchni obserwowano warstewkę ochronnego tlenku Al_2O_3 i tylko na jednej z dziewięciu warstw (wytworzonych przy różnych parametrach) stwierdzono obecność tlenku TiO_2 jednocześnie z tlenkiem Al_2O_3 . Podobnie jak poprzednio, jeśli przyrost masy próbki bez warstwy określić na 100%, to dla najgorszej warstwy było to 2,1%, a dla najlepszej 0,5%. Szoki termiczne powodowały pęknięcia prostopadłe do powierzchni i w pęknięciach tych obserwowano tworzenie się tlenku Al_2O_3 .

Podsumowanie

Istotny wkład wskazanego osiągnięcia w rozwój dyscypliny Inżynieria Materiałowa stanowi:

- 1. Wykazanie skuteczności metody zawiesinowej w kształtowaniu mikrostruktury żaroodpornych warstw aluminidkowych.**
- 2. Zaproponowanie modelu formowania mikrostruktury warstw aluminidkowych na podłożu ze stopów tytanu, niklu i żelaza przy wykorzystaniu autorskiej metody zawiesinowej.**
- 3. Zastosowanie metod statystycznych do opisu wzrostu warstw oraz podwarstw wytworzonych metodą zawiesinową.**
- 4. Wykazanie możliwości sterowania budową fazową warstw zależnie od parametrów technologicznych procesu wytwarzania.**
- 5. Opracowanie założeń dla doboru odpowiednich składników zawiesin oraz ich proporcji w szczególności użycie spoiwa nieorganicznego zamiast organicznego w zawiesinie.**
- 6. Wypracowanie koncepcji uniwersalnej technologii wytwarzania warstw aluminidkowych na różnych podłożach o dużym potencjale aplikacyjnym dzięki elastyczności i prostocie zastosowania.**

V. Omówienie pozostałych osiągnięć naukowo-badawczych

Studia doktoranckie rozpoczęłam w roku 2000 w Instytucie Inżynierii Materiałowej Politechniki Szczecińskiej. Moja praca w początkowym okresie była czysto eksperymentalna i dotyczyła określenia składu zawiesin przeznaczonych do wytwarzania powłok na materiały pracujące jako żarowytrzymałe w piecach do obróbki cieplnej i cieplno-chemicznej. Próbowałam ustalić optymalne proporcje składników zawiesin i nie ograniczałam się wyłącznie do tych opisanych później w rozprawie doktorskiej. Studia doktoranckie przerwałam na jeden rok akademicki 2001/2002 (ze względu na opiekę nad dzieckiem). Rozprawę doktorską obroniłam w 2006r. w dyscyplinie Budowa i Eksploatacja Maszyn na Politechnice Szczecińskiej. Opisałam w niej strukturę powłok wytwarzanych na staliwie żarowytrzymałym. W tym okresie pogłębiłam swoją wiedzę w obszarze planowania oraz metod statystycznych. Określiłam wpływ atmosfery nawęglającej oraz szoków termicznych na stabilność tych powłok. Wynikiem moich badań w tym okresie 2000 – 2006 były prace [C1-C9] oraz grant promotorski [E1]. W czasie studiów doktoranckich rozpoczęłam także naukę obsługi i pracę na mikroskopie elektronowym skaningowym oraz pracę z metodą analizy składu fazowego XRD wraz z obsługą dyfraktometru rentgenowskiego. Wiedzę i umiejętności w tych obszarach wykorzystywałam do opisu struktury powłok będących przedmiotem mojej rozprawy doktorskiej.

Pierwszego marca 2006r. zostałam zatrudniona na stanowisku asystenta, natomiast 1.10.2007r. na stanowisku adiunkta. Ze względu na bardzo obiecujące wyniki, podjęłam się kontynuacji badań prowadzonych w ramach rozprawy doktorskiej. Efektem mojej pracy były w pierwszej kolejności prace [B9-B16] oraz patent [D1].

W 2008 roku rozpoczęłam badania związane z moją pracą habilitacyjną. Przeprowadzone badania pozwoliły mi na uzyskanie w 2009r. grantu NN 507 419736 „Badanie mechanizmu konstytuowania gradientowej powłoki aluminiowo - krzemowej nanoszonej metodą zawieszinową”, którego byłam Kierownikiem [E3].

Równoległe z prowadzonymi pracami badawczymi rozwijałam moje dodatkowe zainteresowania zawodowe, które skupiały się początkowo wokół **mikroskopii elektronowej i technik mikroanalitycznych oraz dyfrakcyjnych**. Należy tu podkreślić, że wszystkie badania znajdujące się w moich pracach wykorzystujące mikroskop elektronowy skaningowy, techniki mikroanalityczne oraz analizę składu fazowego, są mojego autorstwa.

Od 2006r. rozpoczęłam również pracę z innymi metodami badawczymi związanymi z korozją i tribologią. Między innymi pracuję na takich urządzeniach jak: komora klimatyczna, komora solna, tribometr, profilometr.

Moją wiedzę z zakresu metod badań wykorzystuję w pracach wykonywanych **we współpracy z innymi zespołami badawczymi także zagranicznymi oraz firmami**. Poniżej przedstawiam zestawienie głównych zagadnień badawczych, jakimi się zajmowałam w ramach grantów badawczych oraz prac zleconych:

1. **Preparatyka oraz zdjęcia wysokorozdzielcze SEM tworzyw polimerowych z wypełnieniem w postaci nanorurek węglowych lub grafenu oraz haloizytu** – wykonawca w grantach [E6, E8, E9]; współpraca z Zakładem Tworzyw Polimerowych ZUT oraz Instytutem Fizyki ZUT.

2. **Preparatyka oraz badania materiałów (m. in. pian metalicznych) z użyciem mikroskopu elektronowego, technik mikroanalizy, analizy fazowej XRD** - wykonawca w grantach [E7, E10, E11, E12], współpraca z Akademią Morską w Szczecinie.

3. **Preparatyka oraz badania mikroskopowe SEM biomateriałów przeznaczonych na opakowania** - autorstwo raportu z badań [M1], współpraca z Akademią Rolniczą w Szczecinie.

4. **Preparatyka i badania mikroskopowe SEM przełomów materiałów biologicznych (zębów)** - autorstwo raportu z badań [M25], współpraca z Pomorskim Uniwersytetem Medycznym w Szczecinie.

5. **Testy korozyjne przyspieszone w mgłę solnej** – autorstwo raportów badawczych w zakresie opisu zjawisk korozyjnych [M10÷M13, M16, M18÷M21, M29÷M31, M33÷M35], współpraca z firmami Cargotec Poland Sp. z o.o., KRASPOL S.C., 3Shape Poland Sp. z o.o., SKRAW-MET Sp. z o.o. Sp. K.

6. **Testy klimatyczne** - autorstwo raportów badawczych [M6, M7, M14, M22], współpraca z firmami Philips Lighting Piła, Ferrosan Medical Devices Sp. z o.o., Faurecia Gorzów S.A.

7. **Chemiczne badania szczelności powłok** - autorstwo raportów badawczych [M9, M15, M26], współpraca z firmą Cargotec Poland Sp. z o.o.

Poniżej przedstawiam zestawienie głównych zagadnień badawczych jakimi się zajmowałam w ramach współpracy, których wynikiem były artykuły naukowe:

1. **Testy tribologiczne oraz badania mikroskopowe LM** - współautorstwo pracy [A9], współpraca z Philips Applied Technologies (Holandia).

2. **Preparatyka oraz zdjęcia wysokorozdzielcze tworzyw polimerowych z wypełnieniem w postaci nanorurek węglowych lub grafenu oraz haloizytu** – współautorstwo prac [A1, A3, A5, A6], współpraca z Zakładem Tworzyw Polimerowych ZUT oraz Instytutem Fizyki ZUT.

3. **Preparatyka oraz badania cienkich, twardych powłok MoCN, CrON z użyciem mikroanalizy WDS** - współautorstwo prac [A4, A8], współpraca z Katedrą Fizyki Technicznej i Nanotechnologii Politechniki Koszalińskiej, Instytutem Fizyki i Technologii z National Science Center w Charkowie (Ukraina) i Instytutem Transportu Ciepła i Masy z National Academy of Science w Mińsku (Białoruś).

4. **Preparatyka oraz badania katalizatorów z użyciem mikroanalizy EDS** - współautorstwo prac [A7, B2], współpraca z Instytutem Technologii Chemii Organicznej ZUT.

5. **Preparatyka oraz badania materiałów ceramicznych z użyciem mikroanalizy EDS** - współautorstwo prac [A2], współpraca z Katedrą Chemii Nieorganicznej i Analitycznej ZUT.

6. Preparatyka oraz badania materiałów z użyciem mikroskopu elektronowego - współautorstwo pracy [B6], współpraca z Akademią Morską w Szczecinie.

W latach 2012 – 2013 byłam **stażystką** w ramach projektu „Innowacja poprzez komunikację” POKL.08.02.01-32-016/11 – w firmie Cargotec Poland Sp z o. o. w Stargardzie. Projekt był współfinansowany przez Unię Europejską w ramach Europejskiego Funduszu Społecznego. Projekt miał na celu połączenie nauki z przemysłem oraz nawiązanie szerszej współpracy między ZUT i (w moim przypadku) firmą Cargotec na płaszczyźnie dotyczącej zabezpieczeń korozyjnych konstrukcji stalowych. Ważne było również określenie wspólnych standardów dotyczących badań korozyjnych i poszerzenie wiedzy z zakresu zarówno zjawisk korozyjnych, laboratoryjnych badań przyspieszonych jak i wiedzy na temat funkcjonowania dużej Uczelni oraz dużej firmy produkcyjnej. Korzyści, jakie osiągnęłam po zakończeniu stażu (które zostały ujęte w raporcie końcowym) to między innymi:

1. Zdobyte wiedzy na temat funkcjonowania dużej firmy produkcyjnej.
2. Określenie procedur dotyczących badań korozyjnych spełniających wymagania firmy Cargotec (lub innych firm przemysłowych).
3. Zapoznanie się z międzynarodowymi standardami przy wdrażaniu technologii inżynierii powierzchni.
4. Zapoznanie się z nowoczesnymi systemami zapewnienia jakości w przedsiębiorstwie.
5. Rozwój kompetencji na płaszczyźnie współpracy i komunikacji z zakładem produkcyjnym.
6. Wzajemna wymiana doświadczeń i informacji w procesie badania i zatwierdzania systemów ochrony antykorozyjnej w konstrukcjach i elementach stalowych.
7. Możliwość wykorzystania praktycznych informacji w pracy dydaktycznej w zakresie procesów korozyjnych, badań korozyjnych przyspieszonych oraz norm i procedur w tym obszarze.

Dodatkowo w ramach projektu prowadzone były szkolenia dotyczące komercjalizacji wiedzy powstałej na uczelni, praktycznych aspektów zakładania i prowadzenia spółek spin off i spin out, ochrony własności intelektualnej w procesie komercjalizacji wiedzy. Omawiano również jak zwiększyć umiejętności z zakresu komunikacji, budowania zespołu, kierowania zespołem i współpracy w zespole stanowiące istotną wartość dodaną uczestnictwa w projekcie.

Przez cały okres mojego zatrudnienia angażowałam się również we **współpracę z przemysłem**. Efektem tej działalności są ekspertyzy badawcze oraz zlecenia wykonane przeze mnie jako kierownika [M2÷M5, M8÷M22, M26÷M27, M29÷M34] oraz wykonawcę [M6, M7, M23, M24, M28, M35]. Prowadziłam również wykłady na zamówienie firm związane głównie ze zjawiskami korozyjnymi, ochroną przed korozją oraz inżynierią powierzchni [N1÷N3].

Badania aplikacyjne

We współpracy z firmą Seco/Warwick podjęłam się sprawdzenia odporności w atmosferze azotującej wytwarzanych przeze mnie metodą zawieszinową warstw

aluminidkowych. Efekty pracy zostały przedstawione na spotkaniu z firmą w dniu 21.12.2016r. w formie prezentacji multimedialnej pt. „Zastosowanie warstw krzemowo – aluminiowych na stali żaroodpornej (szlifowanej i nieszlifowanej) w atmosferze azotującej”. Ponadto częściowo wyniki tych badań znajdują się w pracy [L12], pt. „Charakterystyka odporności warstw aluminidkowych w atmosferze azotu”. Praca dotyczy zagadnienia odporności stali wysokostopowych w atmosferze azotu, stosowanych często na retorty do azotowania. Wytworzenie na tych stalach warstw metodą zawiesinową przy zadanych parametrach procesu wytwarzania pozwoliło skutecznie zabezpieczyć materiał w atmosferze azotującej. Na niektórych warstwach nie zaobserwowano azotków (analiza azotu metodą WDS) nawet po 150 godzinach azotowania, gdzie na próbce bez warstwy w tych samych warunkach warstwa azotków była już wyraźnie widoczna zarówno na powierzchni jak na przekroju materiału po kilku godzinach azotowania. Aktualnie badania w tym obszarze są kontynuowane, a wyniki będą przedmiotem publikacji.

We współpracy z Instytutem Chemii i Techniki Jądrowej w Warszawie podjęłam się próby wytworzenia warstw aluminidkowych i krzemkowych metodą zawiesinową na stopie cyrkonu, mającego zastosowanie m.in. w elektrowniach jądrowych. Badania te nie są jeszcze opisane, a wstępne wyniki tych badań dotyczące struktury warstw oraz żaroodporności znajdują się w pracach [L16, L17].

Działalność dydaktyczna

W mojej pracy angażuję się również w **obszarze dydaktycznym**. Prowadzę zajęcia dotyczące materiałoznawstwa, metod badań, korozji, inżynierii powierzchni, chemii. Opracowałam autorskie cykle wykładów i laboratoriów z przedmiotów:

- Metaliczne Tworzywa Konstrukcyjne i Funkcjonalne (W, L),
- Metody i Techniki Badań (W, L),
- Metody i Techniki Badań w Inżynierii Materiałowej (W, S),
- Surface Engineering (Erasmus) (L) w języku angielskim.

Obecnie jestem **promotorem pomocniczym** w pracy doktorskiej mgr inż. Anety Jarlaczyńskiej. Jej praca doktorska dotyczy badania odporności na utlenianie warstw aluminidkowych i krzemkowych wytworzonych na stopie molibdenu TZM i na czystym molibdenie. Opis warstw rozpoczęłam pracą [B4] przedstawiając badania wstępne w zakresie warstw krzemkowo-aluminidkowych uzyskanych na stopie molibdenu TZM. Razem z doktorantką temat był rozwijany i opisany w pracach [B1, B3], które dotyczyły zarówno warstw krzemkowo-aluminidkowych, jak i krzemkowych. Wyniki kolejnych badań będą przedmiotem artykułów oraz rozprawy doktorskiej doktorantki Anety Jarlaczyńskiej.

Jestem również promotorem 18 prac dyplomowych inżynierskich i magisterskich [L1÷L18]. Niektóre z wyników tych prac stały się elementem publikacji [B1, B7, B8, H1]. Efektem współpracy ze studentami z koła studenckiego Solidus były projekty [K1, K2]. Byłam również opiekunem studenta z Brazylii w ramach programu IAESTE [K4]. Aktualnie jestem

Opiekunem Kierunku studiów Inżynieria Materiałowa oraz Przewodniczącą Uczelnianej Odwoławczej Komisji Dyscyplinarnej.

Działalność popularyzatorsko - organizacyjna

W trakcie mojej pracy zawodowej uczestniczyłam w **27 Konferencjach** krajowych i międzynarodowych. Wygłosiłam siedem referatów [G1÷G7] i przedstawiłam 23 postery prezentujące wyniki moich badań naukowych [I1÷I23]. Dwa postery zostały wyróżnione nagrodą [F4, F6]. Byłam również współorganizatorem 6 konferencji [J1÷J6].

W ramach **popularyzowania nauki** prowadzę dodatkowe wykłady i pokazy dotyczące mikroskopii elektronowej dla uczniów liceów i gimnazjów z województwa zachodniopomorskiego w ramach cyklu „**Spotkania z nauką**”. Od wielu lat prowadzę również pokazy mikroskopu elektronowego skaningowego pt. „**Zobaczyć więcej**” w ramach **corocznych imprez Noc Naukowca, Moc Naukowca oraz Festiwal Nauki** organizowanych przez ZUT w Szczecinie.

Angażuję się również w działalność Wydziału Inżynierii Mechanicznej i Mechatroniki ZUT w Szczecinie. W latach 2006-2007 byłam członkiem zespołu ds. promocji Wydziału. Uczestniczyłam również w Wydziałowej Komisji ds. Rekrutacji. Od 2008 jestem członkiem Rady Wydziału oraz od 2016r. członkiem Wydziałowej Komisji ds. Jakości Kształcenia. Byłam członkiem Komitetu Organizacyjnego Obchodów 70-lecia tradycji akademickich na Wydziale oraz współredaktorem książki związanej z Jubileuszem 70-lecia (2017r.) oraz 60-lecia Wydziału (2007r.).

W latach 2006-2007 uczestniczyłam przy realizacji dwóch projektów inwestycyjnych [E4, E5] dotyczących stworzenia Laboratoriów Badań Właściwości Materiałów (Biocentrum) oraz Inżynierii Powierzchni (TLIP) w Instytucie Inżynierii Materiałowej ZUT.

Jestem członkiem oraz (od 2008r.) Sekretarzem Stowarzyszenia Technicznego Odlewników Polskich Oddział Szczecin. W 2016r. na Konferencji Technicznej w Krakowie związanej z Jubileuszem 80-lecia działalności Stowarzyszenia otrzymałam Złotą Odznakę STOP.

Prywatnie jestem mężatką i mamą czwórki dzieci. Z uwagi na to kilka razy przerywałam moją pracę przebywając na urloпах macierzyńskich. Opieka nad małymi dziećmi uniemożliwiła mi również uczestnictwo w międzynarodowych stażach wyjazdowych.



Podsumowanie parametryczne dorobku naukowo - badawczego, dydaktycznego

WYSZCZEGÓLNIENIE	Przed obroną pracy doktorskiej	Po obronie pracy doktorskiej	RAZEM
Publikacje w czasopiśmiech:			
Krajowych	6	17	23
Zagranicznych	1	3	4
z listy JCR	-	15	15
Publikacje w materiałach konferencji:			
krajowych	2	2	4
Publikacje w pracach zbiorowych	-	2	2
Razem	9	39	48
Czynny udział w konferencjach:			
krajowych	3	17	20
międzynarodowych	1	6	7
Razem	4	23	27
Punktacja MNiSW	83	532	615
z uwzględnieniem udziałów	39,1	252,0	291,1
Sumaryczny impact factor	0	19,868	19,868
z uwzględnieniem udziałów	0	4,548	4,548
Prace naukowo-badawcze stosowane, ekspertyzy, recenzje			
Patenty	-	1	1
Kierownictwo grantu KBN NN 507 419736	-	1	1
Udział w projektach badawczych	2	9	11
Ekspertyzy w języku polskim	-	20	21
w języku angielskim	-	13	14
Prace dyplomowe inż. i mgr - promotor	-	18	18
Recenzje prac dyplomowych inż. i mgr	-	5	5
Razem	-	58	58

Mój dorobek naukowy obejmuje **48 publikacji** (w tym **15 publikacji w czasopiśmiech JCR**). Oprócz tego w jego zakres wchodzi 1 patent. Wartość łącznego współczynnika oddziaływania (IF) dla moich publikacji obliczonego na podstawie danych Journal Citation Reports wynosi **19,868**. Moje prace były cytowane **53** razy (**46** bez autocytowań), a Index Hirscha opublikowanych przeze mnie prac wynosi **5** wg bazy Web of Science (dane z dnia 14.08.2018r.). Według bazy Scopus moje prace były cytowane **57** razy (**31** bez autocytowań), a Index Hirscha wynosi **4**, natomiast według Google Scholar (uwzględniającego polskie cytowania) moje prace były cytowane **120** razy, a Index Hirscha wynosi **7** (dane z dnia 14.08.2018r.).

