

Recenzja

**pracy doktorskiej mgr inż. Przemysława Snopińskiego pt.: „Kształtowanie struktury i własności odlewniczych stopów Al-Mg w procesach obróbki cieplnej i intensywnego odkształcenia plastycznego” opracowana na zlecenie Dziekana Wydziału Mechanicznego Technologicznego Politechniki Śląskiej
dr hab. inż. Anny Timofiejczuk prof. Pol. Śl. z dnia 07 lutego 2018 roku.**

1. Zakres rozprawy

Stopy metali lekkich, do których należą między innymi Al i Mg stanowią obecnie bardzo ważną grupę materiałów konstrukcyjnych. Uzyskiwane wysokie własności wytrzymałościowe oraz plastyczne tych stopów przy relatywnie niskiej masie umożliwiają ich zastosowanie w przemyśle maszynowym i transportowym, a szczególnie w branży lotniczej i motoryzacyjnej. Od wielu lat prowadzone są prace badawcze ukierunkowane na wytwarzanie materiałów o rozdrobionej w sposób kontrolowany strukturze, gwarantującej wzrost własności wytrzymałościowych. Materiały ultradrobnoziarniste charakteryzują się w stosunku do ich klasycznych odpowiedników około dwukrotnie większą wytrzymałością, przy nieznacznym spadku ciągliwości, a w obniżonych temperaturach zachowują właściwości plastyczne. Najczęściej stosowanym sposobem uzyskiwania kontrolowanego rozdrobienia struktury są procesy przeróbki plastycznej umożliwiające wprowadzenie do materiału dużych odkształceń plastycznych bez istotnej zmiany ich kształtu. Ważnymi czynnikami w tego typu procesach są: podatność materiału do wprowadzania odkształcenia plastycznego oraz stan naprężeń podczas odkształcania, które powinny sprzyjać zachowaniu ciągliwości materiału podczas przeróbki. Istotnym staje się zatem stan struktury materiału przed rozpoczęciem operacji odkształcenia plastycznego, który można kształtować za pomocą odpowiednio dobranej obróbki cieplnej.

Doktorant w swojej rozprawie podjął się analizy złożonego i interesującego problemu naukowego, jakim jest możliwość uzyskiwania materiałów o zwiększonej wytrzymałości i wysokich własnościach plastycznych w oparciu o trudno odkształcalne stopy aluminium serii 5xxx. Jako metodę uzyskiwania takich materiałów Autor zaproponował połączenie procesów obróbki cieplnej: przesycania i sztucznego starzenia z intensywnym odkształceniem plastycznym zadawanym w procesie przeciskania materiału przez kanał kątowy (ECAP). Swoje badania przeprowadził dla dwóch wybranych stopów aluminium serii 5xxx: AlMg3 i AlMg5 o różnicowanej zawartości magnezu. Swoje badania rozpoczął od określenia funkcji opisujących proces krystalizacji wybranych stopów, wykorzystując w tym celu metodę analizy termiczno-derywacyjnej (ATD). W kolejnym etapie analizował wpływ parametrów obróbki cieplnej: przesycania oraz sztucznego starzenia na kształtowanie mikrostruktury i własności mechanicznych badanych materiałów. Przeprowadzone w tym etapie analizy umożliwiły Autorowi wybór najlepszych z punktu widzenia uzyskiwanych własności materiału schematów obróbki cieplnej. Parametry te wykorzystał w kolejnym etapie badań, podczas którego analizował łączny wpływ obróbki cieplnej i intensywnego

odkształcenia plastycznego na zmiany strukturalne stopów oraz uzyskiwane własności mechaniczne. Odkształcenia plastyczne zadawał w procesie przeciskania próbek okrągłych przez kanał kątowy o kącie 120° oraz przez zmodyfikowaną matrycę o przekroju kwadratowym, kącie 90° i skręcającym kanale wyjściowym (kąt skręcenia 30°). W pierwszym wariancie jednokrotne przecięnięcie materiału przez kanał powodowało wprowadzenie do materiału odkształcenia rzeczywistego o wartości około 0,6, natomiast w wariancie drugim około 1,0. Doktorant wykonał szereg badań mikrostruktury uzyskanych w wyniku eksperymentów materiałów, wykorzystując do tych celów: mikroskopię optyczną, elektronową – skaningową i prześwietleniową wraz z analizami składu chemicznego wydzielen (EDS), orientacji krystalograficznej ziaren (EBSD), rentgenowską analizę fazową za pomocą dyfraktometru. Badania struktury uzyskanych stopów Autor uzupełnił analizą własności mechanicznych wykonaną za pomocą maszyny wytrzymałościowej, twardościomierza Rockwella i mikrotwardościomierza Vickersa.

Przedstawiona do recenzji praca doktorska zawiera 191 stron, łącznie ze spisem treści, streszczeniami w dwóch językach oraz bibliografią. Zamieszczono w niej 104 rysunki, 32 tablice oraz przywołano cytowania 205 źródeł, pochodzących z szerokiego przedziału czasowego, przy czym blisko połowa cytowanych prac powstała w ostatnich 10-ciu latach. Pośród materiałów źródłowych znajduje się 5 pozycji współautorskich Doktoranta. Przywołano również 2 źródła internetowe, nie podano jednak daty pobrania informacji z zasobów. Pomijając spis treści i wykaz literatury, pracę podzielono na 6 numerowanych rozdziałów. Pierwszy i dwa ostatnie zawierają odpowiednio: wstęp oraz podsumowanie i wnioski. Drugi rozdział zawiera przegląd literaturowy obejmujący trzy podrozdziały dotyczące: aluminium i jego stopów, mechanizmów odkształcenia plastycznego oraz materiałów ultradrobnoziarnistych i ich wytwarzania. W rozdziale 3 zatytułowanym „Badania własne” opisane są analizowane stopy, umieszczono tezę pracy oraz metodykę prowadzonych procesów, badań i analiz. W rozdziale 4 Autor przedstawił w czterech wyróżnionych podrozdziałach analizę wyników wspomnianych wyżej badań doświadczalnych.

Podjęta tematyka pracy oraz jej aspekt naukowy pozwalają stwierdzić, że rozważana problematyka nadaje się do opracowania w formie rozprawy doktorskiej. Ponadto przeprowadzone przez Autora procesy obróbki cieplnej oraz przeróbki plastycznej i wykonane badania struktury i własności mechanicznych uzyskanych materiałów pozwalają zakwalifikować tematykę pracy do dyscypliny inżynieria materiałowa w dziedzinie nauk technicznych.

2. Ocena rozprawy

Rozprawa doktorska mgr inż. Przemysława Snopińskiego napisana jest poprawnym językiem technicznym w klasycznym układzie odpowiadającym tego typu opracowaniom. Wprowadzenie literaturowe do zagadnień badawczych zamieszczono na 42 stronach i obejmuje ono trzy podrozdziały poświęcone: ogólnym wiadomościom o stopach aluminium, wybranym zagadnieniom dotyczącym mechanizmów odkształcenia plastycznego metali o średniej wielkości ziaren poniżej $1\ \mu\text{m}$ oraz sposobom wytwarzania i charakterystyce materiałów ultradrobnoziarnistych. Opracowany przegląd literaturowy w sposób właściwy wprowadza czytelnika do zagadnień poruszonych w części badawczej pracy. Kolejny rozdział, zatytułowany „Badania własne” Autor poświęcił na opis materiału, który poddał analizom, sformułowaniu tezy pracy oraz przedstawieniu technik badawczych i analitycznych, które wykorzystał w pracy. Badania prowadził na dwóch stopach aluminium w gatunkach AlMg3 i AlMg5, których skład chemiczny zbadał przed rozpoczęciem dalszych analiz. W pracy na stronie 48 znajduje się sformułowanie, że „Analizę składu chemicznego wykonano ... na próbkach reprezentatywnych dla całej partii badanego materiału”. Nie

podano natomiast w jakim stanie był materiał dostarczony do badań, ani w jaki sposób owa reprezentatywność została zachowana. Jako cel pracy Doktorant zdefiniował ustalenie wpływu zespołu odpowiednio dobranych zabiegów obróbki cieplnej i intensywnego odkształcenia plastycznego na własności mechaniczne stopów aluminium. Aby zrealizować cel pracy zaproponował przeprowadzenie następujących badań: analizy termiczno-derywacyjnej, analizy mikrostruktury (mikroskop optyczny i SEM), analizy mikrostruktury (TEM), składu fazowego i chemicznego (analiza rentgenowska, TEM oraz EDS), orientacji krystalograficznej ziaren (EBSD), wielkości odkształceń sieciowych i krystalitów (analiza rentgenowska) oraz badania własności mechanicznych stopów. W podrozdziałach 3.3 do 3.10 precyzyjnie opisał metodykę prowadzenia poszczególnych badań. Natomiast w podrozdziale 3.2 Autor po dość obszernym wprowadzeniu przedstawił tezę pracy, która brzmi: „własności wytrzymałościowe oraz plastyczność stopów Al-Mg serii 5xxx można kształtować w procesach obróbki cieplnej oraz poprzez kontrolowane rozdrobnienie ziarna z wykorzystaniem metody przeciskania przez kanał kątowy”. Postawiona teza pracy sugeruje w mojej opinii użyteczność rozwiązania polegającego na odpowiednim doborze obróbki cieplnej oraz zastosowania metod SPD w temperaturze otoczenia w celu uzyskania komercyjnego produktu o podwyższonych własnościach mechanicznych. Jednak ten aspekt w pracy nie został rozwinięty i Autor ograniczył się do rozważań naukowych, wyjaśniając wnikliwie zjawiska zachodzące w strukturze obrabianych cieplnie i odkształcanych plastycznie stopów aluminium.

Wyniki swoich badań przedstawił merytorycznie poprawnie w rozdziale czwartym pracy. Jednakże sposób prezentacji materiału przyjęty w tym rozdziale w istotny stopniu utrudnia czytanie pracy. Autor na początku każdego z podrozdziałów dokonuje analizy uzyskanych wyników badań powołując się jednocześnie na zdjęcia struktur, odnośne wykresy, czy też dane liczbowe zawarte w tabelach, które konsekwentnie umieszcza skomasowane na końcu każdego podrozdziału. Zmusza tym samym czytelnika do nieustannego „przemieszczania się” pomiędzy kolejnymi stronami pracy w celu konfrontacji wywołu Autora z podawanymi przez niego w innym miejscu pracy danymi. Stwarza tym samym wrażenie, że część pokazanych obrazów mikrostruktury nie została skomentowana w pracy.

Bardzo interesującymi są wyniki badań zamieszczone w podrozdziałach 4.3 i 4.4 dotyczące wpływu połączonych procesów: przesycania, intensywnego odkształcenia plastycznego i sztucznego starzenia (stan T8) oraz przesycania, sztucznego starzenia i intensywnego odkształcenia plastycznego (stan T9). Na podstawie wykonanych analiz Autor wykazał znaczny wpływ skumulowanego odkształcenia plastycznego na strukturę stopów oraz własności mechaniczne, które szczególnie w zakresie wytrzymałości uległy znacznemu zwiększeniu. W rozdziale 4.4 Doktorant dokonał analizy wpływu zmodyfikowanego kształtu matrycy ECAP na strukturę i własności mechaniczne stopów. Przeprowadził również porównania z procesem prowadzonym w klasycznej matrycy. Pewnym niedomówieniem jest brak wyjaśnienia, czy przeciskanie w klasycznej matrycy było prowadzone z wykorzystaniem kanału i próbek cylindrycznych oraz innego kąta kanału, czy też matryca klasyczna użyta do porównań była również wyposażona w kanał o przekroju kwadratowym i kąt 90° , a pozbawiona jedynie wyjściowej części skręcającej. Problem ten jest istotny z uwagi na wielkość odkształcenia zadawaną próbkom podczas pojedynczego przejścia przez kanał.

Pracę kończą dwa rozdziały zawierające podsumowanie i wnioski z przeprowadzonych badań, które napisane są poprawnie i nie zawierają błędów merytorycznych.

Poniżej przedstawiam kilka uwag krytycznych dotyczących sformułowań i zapisów w tekście pracy:

str 39 – nie mówimy o intensywności odkształcenia zastępczego, a o intensywności odkształcenia rzeczywistego lub odkształceniu zastępczym;

str 39 – wzór (6) w Polsce funkcję cotangens zapisujemy skrótem *ctg*, a nie *cot*;

str 53 i wiele innych – szybkość chłodzenia podana w jednostce: $^{\circ}\text{C}/\text{s}^{-1}$, powinno być: $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ lub $^{\circ}\text{C}\text{s}^{-1}$;

str 54 – w opisie wzoru (11) podano dwie różne wartości funkcji $f_s(t)$ dla $t = tN$;

str 55 i 56 – podano szybkość odkształcenia 40 mm/min, powinno być: szybkość przeciskania, rzeczywista szybkość odkształcenia w tym procesie jest dość trudna do wyliczenia;

str 74-76 – w podpisach rysunków powtórzone oznaczenia a, b, c, brak opisu do oznaczeń d, e, f;

str 102 – rys. 62a obszar próbki oznaczony cyfrą 1 w podpisie rysunku cyfra 3;

str 133 – w jęz. polskim nie istnieje termin „stopień odkształcenia”, można mówić o wielkości odkształcenia plastycznego.

Pomimo widocznej bardzo dużej staranności opracowania rozprawy Autor nie ustrzegł się w kilkunastu miejscach w pracy drobnych błędów literowych i interpunkcyjnych, które powinny być poprawione w przypadku dalszych publikacji fragmentów lub całości rozprawy. Przedstawione powyżej pytania i uwagi, mające charakter polemiki, nie obniżają mojej ogólnej dobrej oceny rozprawy doktorskiej.

3. Wniosek końcowy

Biorąc pod uwagę aktualność tematyki rozprawy doktorskiej, jej znaczenie poznawcze oraz umiejętności Autora, który:

- wykazał dobre opanowanie warsztatu naukowego w zakresie projektowania procesów obróbki cieplnej i przeróbki plastycznej, analizy struktury ultradrobnoziarnistych materiałów z wykorzystaniem mikroskopii optycznej i elektronowej oraz standardowych metod badania własności mechanicznych,
- sformułował i rozwiązał samodzielnie określony problem naukowy, zgodnie z postawioną tezą oraz zastosował do jego rozwiązania właściwie dobrane metody badawcze,
- udowodnił, że za pomocą połączonych procesów obróbki cieplnej i dużych odkształceń plastycznych można uzyskać w trudnoodkształcalnych stopach Al-Mg struktury ultradrobnoziarniste, charakteryzujące się podwyższonymi własnościami mechanicznymi,
- na podstawie badań doświadczalnych i analiz teoretycznych uzupełnił wiedzę naukową w zakresie istotnego wpływu mechanizmów umocnienia roztworowego, dyslokacyjnego oraz związanego z rozdrobnieniem ziarna na wzrost własności mechanicznych ultradrobnoziarnistych stopów Al-Mg,
- w przedstawionej rozprawie doktorskiej wykazał ogólną wiedzę w obszarze projektowania i badania struktury wybranych materiałów metalicznych, który to obszar przynależy do dyscypliny naukowej inżynieria materiałowa,

stwierdzam, że przedstawiona do recenzji praca doktorska spełnia wymagania określone w Ustawie o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki z dnia 14 marca 2003 r. (Dz. U. Nr 65, poz. 595 z późniejszymi zmianami) i wnioskuje o dopuszczenie mgr inż. Przemysława Snopińskiego do publicznej obrony tej rozprawy.



Marcin Knapiński