

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Mileny Koralnik zatytułowanej „Wpływ osiowo-symetrycznych metod odkształcania na kształtowanie mikrostruktury oraz zmęczenie niskocyklowe przemysłowego stopu aluminium 6063”

1. Tematyka pracy

Przedstawiona do oceny rozprawa dotyczy kształtowania mikrostruktury i właściwości mechanicznych powszechnie stosowanego w przemyśle stopu aluminium 6063 w wyniku zastosowania różnych osiowo-symetrycznych metod odkształcania. Przedmiotowy stop aluminium w stanie przesyconym odkształcono przy wykorzystaniu następujących metod: wyciskanie hydrostatyczne, wyciskanie na gorąco, wyciskanie ze skręcaniem (KOBO) oraz ciągnięcie. Kolejno materiał poddano procesowi umacniania wydzieleniowego w procesie starzenia naturalnego oraz starzenia sztucznego. Wybór do badań stopu umacnianego wydzieleniowego i analiza jego mikrostruktury oraz właściwości mechanicznych po różnych procesach przeróbki plastycznej umożliwiły ocenę zdolności łączenia różnych mechanizmów umocnienia (dyslokacyjnego, granicami ziaren oraz utwardzania wydzieleniowego) do kształtowania końcowych właściwości materiału.

Zaproponowane w recenzowanej pracy ujęcie problematyki pozwala na bardzo szerokie spojrzenie na zagadnienie kształtowania mikrostruktury i właściwości mechanicznych, a także zmęczenie niskocyklowe stopu aluminium 6063. Metody intensywnych odkształceń plastycznych i inne metody umożliwiające rozdrobnienie ziaren do rozmiarów submikronowych, jak np. ECAP, CWS, HPT umożliwiają odkształcenie próbek o małych rozmiarach. Z kolei zastosowana w pracy metoda wyciskania hydrostatycznego oraz metoda KOBO pozwalają na uzyskanie wyrobów o wymiarach umożliwiających ich dalsze praktyczne wykorzystanie. Jednakże, jak pokazują badania przedstawione w pracy, zastosowanie klasycznego procesu ciągnięcia umożliwia uzyskanie wyrobów cechujących się zbliżonymi, a nawet lepszymi właściwościami, aniżeli po procesie wyciskania hydrostatycznego, czy też KOBO przy zdecydowanie niższych kosztach wytwarzania i większej skali produkcji. Stąd pytanie, czy zasadnym jest stosowanie zaawansowanych metod odkształcania, jak np. wyciskanie hydrostatyczne czy też KOBO do odkształcania tego typu materiałów?

Jak pisze mgr inż. Milena Koralnik, motywacją do podjęcia badań była próba uzupełnienia dotychczasowych doniesień literaturowych o porównanie niekonwencjonalnych oraz klasycznych metod odkształcania w zakresie kształtowania mikrostruktury i właściwości

mechanicznych. Po lekturze pracy mogę stwierdzić, że udało się to zrealizować. Przedstawiona do recenzji praca jest dobrze opracowanym zbiorem wyników badań mikrostrukturalnych oraz właściwości mechanicznych, uzupełnionych o analizę zmęczenia w zakresie niskocyklowym. Stwierdzam, że dobór tematyki pracy jest właściwy, a zagadnienia w niej poruszane mają duży aspekt poznawczy i praktyczny, a także wpisują się w najnowsze trendy badawcze.

2. Charakterystyka pracy i jej ocena merytoryczna

Recenzowana praca podzielona jest na 8 rozdziałów, liczy 157 stron maszynopisu łącznie z wykazem literatury obejmującym 248 pozycji, zawiera 86 rysunków i 8 tabel. Rozprawa napisana jest pod kierunkiem Pana prof. dra hab. inż. Jarosława Mizery.

Analizę stanu zagadnienia opracowano w oparciu o szeroki zakres publikacji i książek, które obejmują oprócz najnowszych, z ostatnich 10 lat, również materiały źródłowe starsze, co jest bardzo cenne i dowodzi dobrego rozeznania analizowanej tematyki.

Struktura rozprawy jest przejrzysta, treść poszczególnych rozdziałów i podrozdziałów w pełni odpowiada ich tytułom. Podział rozprawy zaproponowany przez Doktorantkę można uznać za prawidłowy. Recenzowana praca jest napisana poprawnym językiem z użyciem na ogół poprawnej terminologii i została wydana na bardzo dobrym poziomie edycyjnym.

W pierwszym rozdziale zatytułowanym **Wprowadzenie** Doktorantka wprowadza czytelnika w tematykę pracy.

W rozdziale 2 swojej pracy zatytułowanym **Stan zagadnienia** Autorka dokonała przeglądu literatury, który podzieliła na cztery grupy zagadnień. W pierwszej z nich dokonała przeglądu prac dotyczących odkształcenia plastycznego metali. Kolejną część stanowi omówienie zagadnień związanych ze zmianami mikrostruktury podczas odkształcenia plastycznego, a w szczególności różne koncepcje rozdrobnienia mikrostruktury. W trzeciej części omówione zostały zagadnienia związane z obróbką cieplno-plastyczną stopów aluminium, a w ostatniej, czwartej części - cykliczne odkształcenie. Ostatni rozdział jest niezmiernie istotny, Autorka zawarła w nim między innymi informacje o wpływie wielkości ziarna oraz typu granic ziarn na wytrzymałość zmęczeniową, a także opisała mechanizmy ewolucji mikrostruktury podczas odkształceń cyklicznych w zakresie niskocyklowym oraz zmęczenie niskocyklowe umacnianych wydzieleniowo stopów aluminium. Z uwagi na brak usystematyzowanej wiedzy dotyczącej zmęczenia niskocyklowego materiałów o rozdrobnionej mikrostrukturze, tematyka ta jest bardzo interesująca i jak Autorka pisze, rozważania te stały się motywacją do realizacji części badań prowadzonych w ramach niniejszej pracy.

Podsumowując tę część pracy należy stwierdzić, że zebrane dane literaturowe stanowią dobrze opracowany zbiór odpowiadający tematowi pracy i stanowi on wystarczającą podstawę teoretyczną do realizacji podjętego tematu prac badawczych.

W rozdziale trzecim **Geneza i cel pracy** wyjaśniono motywację do podjęcia pracy o takiej tematyce. Autorka podkreśliła w tym miejscu, że praca stanowi próbę uzupełnienia dotychczasowych doniesień literaturowych o porównanie niekonwencjonalnych oraz klasycznych metod odkształcenia w zakresie kształtowania mikrostruktury i właściwości mechanicznych. Głównym celem pracy było „*określenie w jaki sposób dostępne na skalę*

przemysłową, osiowo-symetryczne metody odkształcenia plastycznego wpływają na mikrostrukturę i właściwości mechaniczne, ze szczególnym uwzględnieniem zachowania w warunkach zmęczenia niskocyklowego, przemysłowego stopu aluminium 6063". Dodatkowo Doktorantka dokonała również porównania zastosowanych metod odkształcenia pod kątem możliwości uzyskania optymalnej mikrostruktury z punktu widzenia badanych właściwości mechanicznych.

W rozdziale czwartym **Materiał i metodyka badań** omówiono badany stop, opisano rodzaje faz występujących w nim, a także sekwencję wydzielenia. Materiałem wyjściowym, traktowanym jako próbki referencyjne były pręty umacniane wydzieleniowo. Obróbka obejmowała przesycanie w temp. 540°C przez 1 godzinę, kolejno chłodzenie w wodzie i starzenie naturalne przez co najmniej 30 dni lub sztuczne w temperaturze 180°C przez 6 godzin z chłodzeniem swobodnym na powietrzu. Parametry obróbki cieplnej dobrano na podstawie danych literaturowych.

Autorka w tym rozdziale scharakteryzowała także zastosowane metody odkształcenia plastycznego (wyciskanie hydrostatyczne, wyciskanie na gorąco, ciągnięcie oraz wyciskanie współbieżne ze skręcaniem KOBO). Na potrzeby pracy, jako skumulowane odkształcenie rzeczywiste przyjęto stopień przerobu plastycznego (jednakowy dla wszystkich procesów $\varphi \approx 2,8$) określany na podstawie wzoru: $\varphi = \ln(d_0^2/d_k^2)$, gdzie d_0 i d_k to odpowiednio średnica początkowa i średnica końcowa pręta.

Materiał odkształcano w stanie przesyconym, a po odkształceniu stosowano starzenie naturalne (SN) oraz starzenie sztuczne (SS) w identycznych warunkach, jak dla materiału referencyjnego. W dalszej części tego rozdziału Doktorantka scharakteryzowała metody badawcze zastosowane do badania mikrostruktury oraz właściwości mechanicznych. Wykonano badania mikrostruktury przy zastosowaniu technik skaningowej i transmisyjnej mikroskopii elektronowej, analizę stereologiczną, pomiary gęstości dyslokacji, badania orientacji i dezorientacji granic ziaren met. EBSD, przy użyciu TEM oraz wysokorozdzielczego skaningowego transmisyjnego mikroskopu elektronowego, scharakteryzowano wydzielenia wtórne powstałe podczas zabiegów obróbki cieplnej, przeprowadzono także pomiary mikrotwardości, próbę statycznego rozciągania, a także bardzo cenne badania zmęczenia niskocyklowego. Warto dodać, że pełną charakterystykę mikrostrukturalną przeprowadzono również dla próbek po badaniach zmęczeniowych.

W tym miejscu należy zaznaczyć, że przyjęto bardzo ambitny program badań, co potwierdza dużą dojrzałość naukową Autorki rozprawy i dowodzi jej kompleksowego podejścia do analizowanego zagadnienia.

Rozdział piąty to **Wyniki badań**. W rozdziale tym przedstawiono i przedyskutowano wyniki prowadzonych badań. Dla przejrzystości, rozdział ten podzielono na trzy części, pierwsza część obejmuje charakterystykę mikrostrukturalną badanego stopu po odkształceniu różnymi technikami, druga to wyniki badań właściwości mechanicznych, z kolei trzecia zawiera charakterystyki zmian z prób zmęczenia niskocyklowego.

W przypadku próbek po procesie wyciskania na gorąco Autorka zwróciła uwagę na dużą niejednorodność mikrostruktury – obok dużych ziaren obserwowano bardzo drobne o wielkości kilku mikrometrów, przy czym efekt niejednorodności bardziej intensywny jest w przypadku próbek starzonych sztucznie, gdzie zaobserwowano więcej obszarów o rozdrobnionej mikrostrukturze. Dodatkowo nie stwierdzono istotnych zmian w orientacji ziaren,

w porównaniu do materiału nie odkształconego, jednakże zaobserwowano wzrost populacji małych kątów dezorientacji.

Po wyciskaniu hydrostatycznym materiał był bardziej niejednorodny i charakteryzował się znacznie większą gęstością dyslokacji, aniżeli po procesie wyciskania na gorąco, przy czym gęstość dyslokacji była trzykrotnie wyższa po starzeniu naturalnym, niż po starzeniu sztucznym. Również w tym przypadku dominowały granice małego kąta – udział na poziomie 70%.

Podobnie po procesie ciągnięcia, mikrostruktura na przekroju próbki jest bardzo niejednorodna. Stwierdzono występowanie zarówno wydłużonych ziaren, jak i zbliżonych do równoosiowych, a także układów komórkowych, które szczególnie widoczne były w materiale po procesie starzenia naturalnego. Materiał cechował się dużą gęstością dyslokacji, przy czym po starzeniu naturalnym gęstość dyslokacji była większa niż po starzeniu sztucznym (odpowiednio: $9,6 \times 10^{14} \text{m}^{-2}$ i $3,3 \times 10^{14} \text{m}^{-2}$).

W wyniku odkształcenia w procesie KOBO uzyskano materiał charakteryzujący się znacznym zróżnicowaniem wielkości ziarna na przekroju, przy czym w części początkowej pręta ziarno jest ok. dwukrotnie mniejsze, aniżeli w części końcowej pręta. Mikrostruktura cechuje się obecnością ziarn o kształcie zbliżonym do równoosiowych i małej gęstości dyslokacji, jednakże w porównaniu do materiału nie odkształconego, gęstość dyslokacji jest większa. W zależności od miejsca (początek/koniec pręta) i sposobu starzenia (sztuczne/naturalne) gęstość dyslokacji była zróżnicowana. Podobnie, jak w przypadku materiału odkształcanego pozostałymi metodami, również w tym przypadku dominują małe kąty dezorientacji.

Celem wyznaczenia właściwości mechanicznych, przeprowadzono pomiary mikrotwardości oraz próbę statycznego rozciągania. Uzyskane wyniki dowiodły, że najwyższym poziomem właściwości mechanicznych cechował się materiał odkształcony w procesie wyciskania hydrostatycznego oraz konwencjonalnej techniki ciągnięcia. Próbki te cechują się również największą gęstością dyslokacji i największym rozdrobieniem ziarna. Poziom właściwości mechanicznych uzależniony jest również od zastosowanego rodzaju starzenia – dla większości przypadków zastosowanie starzenia sztucznego skutkowało większym wzrostem właściwości mechanicznych.

Kolejny wątek pracy, to badania materiałów podczas zmęczenia niskocyklowego dla stałych amplitud odkształcenia z sinusoidalnym charakterem obciążeń poszerzone o charakterystykę mikrostrukturalną po procesie LCF. Dowiedziono, że w przypadku materiałów o wielkości ziaren w zakresie mikrometrycznym (SW, WG) lepszą odpornością zmęczeniową charakteryzują się materiały starzone naturalnie. W przypadku materiałów UFG po procesach wyciskania hydrostatycznego i ciągnięcia, zmiany w odporności zmęczeniowej uzależnione są od wariantu starzenia oraz poziomu amplitudy odkształceń plastycznych. Materiały odkształcone techniką KOBO, zarówno z początkowej, jak i końcowej części pręta charakteryzują się lepszą odpornością zmęczeniową dla próbek starzonych sztucznie, przy czym efekt jest silniejszy dla próbek pobranych z końcowej części pręta.

Szósty rozdział pracy to **Dyskusja wyników badań**. Ciekawym wątkiem zawartym w tym rozdziale jest przeprowadzenie rozważań dotyczących kształtowania mikrostruktury poszerzonych o analizę faz wtórnych. Obserwacje przy wykorzystaniu TEM rozszerzono o badania faz wtórnych wykonane z zastosowaniem mikroskopii wysokorozdzielczej, co

w odniesieniu do danych literaturowych dla stopów AlMgSi pozwoliło na identyfikację dominującego typu cząstek obecnych w mikrostrukturze.

W rozdziale siódmym **Podsumowanie i wnioski** Autorka dokonała podsumowania uzyskanych wyników badań przedstawionych w niniejszej pracy, a także przedstawiła wnioski wynikające z przeprowadzonych badań. Doktorantka dowiodła między innymi, że przy zastosowaniu konwencjonalnego procesu ciągnięcia, możliwe jest uzyskanie wyrobu cechującego się wysokim poziomem właściwości mechanicznych i znacznym rozdrobieniem mikrostruktury, porównywalnym jak w przypadku odkształcenia w procesie bardziej zaawansowanej techniki wyciskania hydrostatycznego. Równie cennym jest dowiedzenie, że rodzaj generowanych wydzielen wtórnych uzależniony jest od metody odkształcenia.

Podsumowując tę część recenzji pragnę docenić bardzo duży wysiłek Doktorantki w przeprowadzenie tak obszernych i czasochłonnych badań zarówno mikrostruktury, jak i właściwości mechanicznych, w tym prób zmęczenia niskocyklowego i charakterystyki mikrostrukturalnej próbek po badaniach zmęczeniowych. Przedstawione w pracy zdjęcia mikrostruktur są wykonane z dużą starannością, również wyniki prezentowane zarówno na wykresach, jak i w tabelach są przedstawione w sposób bardzo staranny. Dodatkowo należy dodać, że Autorka prawidłowo i na dobrym poziomie prowadzi dyskusję wyników i dokonuje ich krytycznej oceny, co potwierdza jej dojrzałość naukową.

3. Uwagi i pytania do pracy

Praca jest napisana dobrym językiem, korekta edytorska jest bardzo staranna. Mimo na ogół starannej redakcji pracy, Doktorantka nie ustrzegła się pewnych niedociągnięć i nieścisłości. Dodatkowo podczas lektury pracy nasunęło mi się kilka pytań/uwag, najważniejsze z nich wymienię poniżej:

- W pracy do odkształcenia zastosowano cztery metody: wyciskanie hydrostatyczne, wyciskanie współbieżne na gorąco, ciągnięcie oraz wyciskanie współbieżne ze skręcaniem KOBO. Wybrano jeden stopień przerobu plastycznego dla wszystkich metod o wartości $\varphi \approx 2,8$, jako warunek umożliwiający porównanie różnych osiowo-symetrycznych metod odkształcenia i zbadanie jego wpływu na ewolucję mikrostruktury i kształtowanie właściwości mechanicznych. W przypadku wyciskania hydrostatycznego redukcję przekroju do średnicy końcowej 5mm i skumulowane odkształcenie na poziomie 2,8 uzyskano dwuetapowo (1. redukcja ze średnicy 20mm na 10 mm; 2. redukcja ze średnicy 10mm na 5 mm), z kolei w procesie wyciskania na gorąco wymagany stopień odkształcenia osiągnięto w jednej operacji (redukcja ze średnicy początkowej 40mm do średnicy 10mm). Również proces ciągnięcia realizowany był w kilku etapach, drut o końcowej średnicy 5mm uzyskano w procesie ciągnięcia pręta o średnicy początkowej 20mm kolejno przez ciągadła o średnicy: 10mm, 7mm i 5mm. W przypadku metody KOBO nie podano, jak uzyskano końcową założoną wartość odkształcenia na poziomie $\varphi \approx 2,8$.

Stąd moje pytanie dotyczące tego, jakie jest zdanie Doktorantki na temat wpływu sposobu uzyskiwania końcowej, zamierzonej wielkości odkształcenia w danym procesie na późniejsze właściwości materiału. Czy materiał, który odkształcono

w jednym „przejściu” uzyskując zakładaną wielkość odkształcenia będzie cechował się identycznymi właściwościami, jak odkształcony w kilku operacjach?

- Kolejne pytanie dotyczy prędkości odkształcenia, której to aspektu nie poruszano w pracy, procesy użyte do odkształcenia próbek w pracy realizowane były zapewne z różnymi prędkościami odkształcenia. Jaki wg Doktorantki wpływ na końcowe właściwości i mikrostrukturę materiału ma prędkość odkształcenia?
- Czy próbowano oszacować temperaturę w procesie odkształcenia metodą KOBO? Przedstawiona w pracy obszerna dokumentacja mikrostruktury wskazuje na znaczne nagrzewanie się materiału podczas tego procesu.
- W pracy dokonano analizy gęstości dyslokacji z zastosowaniem metody rentgenowskiej. W tym miejscu chciałabym zapytać, jaki jest błąd oszacowania gęstości dyslokacji przy wykorzystaniu tej metody?
- Na str. 67 zamieszczono krzywe rozciągania próbek (rys. 33 i 34). W przypadku materiału po procesie ciągnięcia pojawiają się charakterystyczne „ząbkowania” (efekt Portevin-Chatelier – PLC), co Doktorantka opatrzyła szerokim komentarzem. Jednakże również krzywa dla materiału wyciskanego na gorąco i kolejno starzonego sztucznie wykazuje obecność cyklicznych fluktuacji – chciałabym poprosić o komentarz i wytłumaczenie tego efektu dla tego konkretnego przypadku.
- Na str. 75 w tabeli 6 zestawiono średnie wielkości ziaren po próbach zmęczenia niskocyklowego dla materiału wyciskanego na gorąco. W przypadku materiału starzonego naturalnie po próbach LCF zaobserwowano znaczne zwiększenie się wielkości ziaren w porównaniu do materiału WG_SN ($E(d_{eq})_m=43\mu\text{m}$ dla WG_SN, z kolei po próbach LCF $E(d_{eq})_m=64-81\mu\text{m}$), a także zwiększenie frakcji ziaren drobnych - poproszę o komentarz w tej kwestii.
- Doktorantka zamiennie używa pojęcia twardość i mikrotwardość, przy czym pomiary wykonano, jak sama pisze, przy obciążeniu 100 g (0,98N) – zgodnie z normą, są to pomiary mikrotwardości.
- W pracy zamieszczono wyniki pomiaru wielkości ziaren – parametr $E(d_{eq})_m$ podając wyniki z dokładnością do dwóch miejsc po przecinku (tabela 6, 7, 8). Myślę że w przypadku ziaren o wielkości kilkudziesięciu mikrometrów nie ma takiej potrzeby i można wynik zaokrąglić do jedności.
- Autorka pracy stosuje zamiennie określenia „struktura” i „mikrostruktura”, stąd moje pytanie czym dla Doktorantki jest struktura, a czym mikrostruktura, słowa te nie są przecież synonimami i nie powinno się ich zamiennie używać.
- Na rys. 8, 9, 10 i 13 część opisów jest w języku angielskim.
- Uważam, że bardzo przydatnym przy analizie pracy byłby spis skrótów i oznaczeń użytych w pracy.

Inne zauważone drobne usterki o charakterze redakcyjnym nie mają istotnego wpływu na końcową ocenę rozprawy, dlatego zostaną pominięte w recenzji. Z kolei wymienione uwagi nie mają wpływu na wartość merytoryczną pracy, która w ocenie recenzenta jest bardzo wysoka.

4. Ocena pracy i wniosek końcowy

Na podstawie przeprowadzonej oceny rozprawy doktorskiej mgr inż. Mileny Koralnik pt. „*Wpływ osiowo-symetrycznych metod odkształcania na kształtowanie mikrostruktury oraz zmęczenie niskocyklowe przemysłowego stopu aluminium 6063*” przygotowanej pod kierunkiem prof. dr hab. inż. Jarosława Mizery stwierdzam, że Doktorantka osiągnęła zamierzony cel pracy, zrealizowała obszerny i ambitny program badawczy, a uzyskane wyniki są oryginalne i zawierają elementy nowości. Autorka rozprawy udowodniła, że posiada umiejętność projektowania badań, wykonywania eksperymentów przy zastosowaniu zaawansowanych i nowoczesnych technik badawczych, prowadzenia dojrzałej dyskusji otrzymanych wyników, a także formułowania poprawnych wniosków. Oceniam recenzowaną pracę bardzo wysoko.

Biorąc pod uwagę wartość naukową rozprawy, szeroki zakres przeprowadzonych prac stwierdzam, że recenzowana rozprawa doktorska pt. „*Wpływ osiowo-symetrycznych metod odkształcania na kształtowanie mikrostruktury oraz zmęczenie niskocyklowe przemysłowego stopu aluminium 6063*” wykonana pod kierunkiem prof. dr hab. inż. Jarosława Mizery i promotora pomocniczego dr inż. Bogusławy Adamczyk-Cieślak spełnia wymagania określone w Ustawie o Stopniach Naukowych i Tytule Naukowym oraz o Stopniach i Tytule w Zakresie Sztuki z dnia 14.03.2003 r. (Dz. U. Nr 65 poz. 595) z późniejszymi zmianami w brzmieniu z dnia 15 września 2017 r. (Dz. U. 2017 r. poz. 1789.), zgodnie z Art. 179 ust. 1. Ustawy z dnia 3 lipca 2018 r. Przepisy wprowadzające ustawę – Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz.U. 2018 poz. 1669).

W związku z powyższym wnioskuję o dopuszczenie mgr inż. Mileny Koralnik do dalszych etapów przewodu doktorskiego na Wydziale Inżynierii Materiałowej Politechniki Warszawskiej.

