

RECENZJA

pracy doktorskiej mgr inż. Kamila Majchrowicza

p.t. "*Mikrostruktura i właściwości modelowych stopów Mg-Sn przetwarzanych w procesie walcowania z udziałem odkształceń ścinających*"

wykonana na zlecenie Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Warszawskiej

1. Przedmiot oceny

Recenzowana rozprawa doktorska została napisana w klasycznym układzie. Praca zawiera spis treści, przegląd literatury, cel i tezę pracy, wyniki badań własnych (wstępnych i podstawowych), wnioski oraz wykaz literatury. Obejmuje zagadnienia eksperymentalne i technologiczne związane z procesem odkształcania stopów magnezu Mg-Sn, Mg-Sn-Zn oraz Mg-Al-Zn) walcowanych w sposób konwencjonalny oraz metodą asymetryczną (DSR). Tematyka rozprawy wiąże się z prowadzonymi obecnie w wielu ośrodkach badaniami nad opracowaniem technologii wytwarzania elementów konstrukcyjnych z lekkich materiałów, szczególnie dla przemysłu motoryzacyjnego oraz lotnictwa. Lekkie stopy magnezu spełniają oczekiwania w stosunku do obniżenia masy wyrobu, ale ich mała odkształcalność ogranicza szersze wykorzystanie w charakterze materiałów konstrukcyjnych. Dodatkowo poszukuje się możliwości stosowania różnych dodatków stopowych, które poprawiają odkształcalność stopów, stąd wybór dodatku cyny i cynku. Do tej pory większość wyrobów ze stopów magnezu była wykonywana technikami odlewniczymi. Dlatego podjęcie badań nad rozwojem metod walcowania z udziałem odkształceń ścinających stopów magnezu ma charakter aktualny i nowatorski, tematyka jest w pełni uzasadniona, a tym samym ma wysoki aspekt naukowy. Silna tekstura powstająca podczas konwencjonalnych procesów przeróbki plastycznej stopów magnezu dodatkowo utrudnia aktywację systemów poślizgu, stąd zastosowana metoda walcowania z wykorzystaniem odkształceń ścinających może ograniczać jej intensywność, a dzięki temu poprawić odkształcalność i wpłynąć na ograniczenie anizotropii wyrobu. Ponadto dzięki intensywnemu rozdrobnieniu ziaren, w warunkach walcowania zaproponowaną metodą

otrzymuje się materiał o podwyższonych właściwościach mechanicznych. Tematyka ma duże znaczenie zarówno z punktu widzenia poznawczego jak i technologicznego.

W pracy przedstawiono aktualny stan wiedzy o stosowanej przez Autora metodzie walcowania asymetrycznego wymieniono podstawowe zalety procesu walcowania z różną prędkością obrotową walców. Ponadto Autor w zwięzły sposób zaprezentował inne metody kształtowania metali i stopów z wykorzystaniem silnego odkształcenia plastycznego metodami przeróbki plastycznej, wymienił problemy technologiczne w trakcie procesów kształtowania wyrobów z tych materiałów. Przedstawione zostały wyniki badań doświadczalnych analizowanego procesu, badano zmiany mikrostruktury z zastosowaniem najnowszych dostępnych techniki pod względem wielkości ziarna oraz rozkładu dezorientacji granic ziaren metodą dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych (EBSD). Teksturę określano metodą dyfrakcji rentgenowskiej (XRD). Bibliografia zawiera aż 245 cytowań, co świadczy o dokładnym przeanalizowaniu dostępnej bazy wiedzy przez Autora. Wiele pozycji literaturowych obejmuje najnowszą literaturę światową w zakresie analizowanej problematyki. Poprawne są proporcje zawartości przeglądu piśmiennictwa i badań własnych. Przedstawione w pracy wyniki badań własnych w wystarczającym stopniu stanowią wsparcie merytoryczne dla wyciągniętych wniosków końcowych rozprawy. Autor używa poprawnej terminologii technicznej. Rozprawa napisana jest w języku polskim.

2. Ocena pracy

W przeglądzie literatury pracy opisano mechanizmy odkształcania stopów magnezu, czynniki wpływające na odkształcalność tych stopów takie jak: energia błędu ułożenia, rozmiar ziarna i tekstura. Autor dokładnie opisał przyczyny niskiej odkształcalności magnezu i jego stopów w temperaturze pokojowej, która wynika z małej liczby systemów łatwego poślizgu w temperaturze otoczenia i dużym udziale bliźniakowania mechanicznego jako mechanizmu odkształcenia plastycznego. Prowadzi to do intensywnej koncentracji defektów w bliźniakach, a w konsekwencji do lokalizacji odkształcenia. Więcej systemów uaktywnia się w temperaturze 200÷250°C, stąd konieczność kształtowania plastycznego w wyższej temperaturze. Następnie podsumowano stan wiedzy dotyczący kształtowania plastycznego metali i stopów metodami SPD - wykorzystującymi duże odkształcenie do rozdrobnienia ziarn w mikrostrukturze. Na uwagę zasługuje rozdział poświęcony omówieniu stopów magnezu z cyną, gdzie Autor przekonująco wyjaśnia zalety tej nowej grupy stopów magnezu i czytelnik nie ma wątpliwości odnośnie doboru materiału badawczego. Doktorant szczegółowo opisał metody walcowania z udziałem odkształceń ścinających ze szczególnym uwzględnieniem metody

asymetrycznej stosowanej w eksperymentach. i możliwości uzyskania materiału konstrukcyjnego na bazie lekkich stopów magnezu. Wskazał, że obecnie doskonalą się proces m.in. poprzez zastosowanie asymetrycznego walcowania, co może pozwolić na uzyskanie stopów metali o podwyższonych właściwościach użytkowych.

Przegląd literatury jest obszerny, treść jest wzbogacona dużą liczbą ilustracji i tablic, co ułatwia czytelnikowi zrozumienie istoty omawianego zagadnienia.

Na podstawie dokonanego przeglądu literatury i podsumowania Autor słusznie postawił tezę rozprawy cyt. *"Wprowadzenie odkształceń ścinających podczas przeróbki plastycznej modelowych stopów Mg-6Sn i Mg-6Sn-1Zn prowadzi do zwiększenia ich odkształcalności poprzez obniżenie intensywności tekstury podstawy i modyfikację mikrostruktury"*.

W pracy Autor zastosował modyfikację procesu walcowania poprzez wykorzystanie asymetrii prędkości obrotowej walców, co indukuje w materiale dodatkowe pasma ścinania, a dzięki temu uzyskuje się większe rozdrobnienie mikrostruktury co korzystnie wpływa na tworzącą się teksturę.

Badania własne obejmowały szeroki zakres prac:

- badania mikrostruktury i właściwości mechanicznych stopów w stanie wyjściowych po wyciskaniu i obróbce cieplnej,
- badania mikrostruktury i właściwości mechanicznych stopów po walcowaniu konwencjonalnym,
- badania mikrostruktury i właściwości mechanicznych stopów po walcowaniu asymetrycznym dla różnych parametrów procesu,
- analizę parametrów siłowo - energetycznych,
- badania odkształcalności (próby tłoczności metodą Erichsena).

Ponadto, analiza dostępnej literatury wskazuje, że wielu autorów koncentruje się jedynie na zmianie rozmiaru ziarna podczas obróbki cieplno-plastycznej pomijając ewolucje tekstury. Jednakże dopiero skorelowanie tych cech daje poprawne wyniki i umożliwia dokładną analizę odkształcalności. Silna tekstura, która powstaje podczas przeróbki plastycznej stopów magnezu znacznie utrudnia aktywację systemów łatwego poślizgu, co w skali makroskopowej doprowadza do szybkiego pęknięcia w trakcie odkształcania. Stąd badania zmian tekstury, wykonane przez Doktoranta dostarczają istotnej wiedzy i znacząco wspierają uzyskaną bazę wiedzy do wyciągnięcia wniosków wynikających z pracy.

Jako materiał badawczy stosowano stopy Mg-Sn i Mg-Sn-Zn po odlewaniu i wyciskaniu współbieżnym. Natomiast jak materiał porównawczy wykorzystano klasyczny stop Mg-Al-Zn (AZ61). Stop ten jest jednak stosowany głównie w stanie po wyciskaniu na gorąco. Dlatego badania odkształcalności tego stopu metodą walcowania, szczególnie asymetrycznego, jest nowatorskie.

Wydaje się jednak, że Autor powinien również zawrzeć algorytmy w formie schematów blokowych, co ułatwiłoby zrozumienie idei kolejności działań w opracowanym planie badań. Schematy prezentowałyby jasno klarownie program badań, umożliwiłyby to analizę postępowania w prowadzonych tak obszernych badaniach.

W rozdziale 8.2. scharakteryzowano badane materiały w stanie wyjściowym. Rozdrobnienie ziarna, po procesie wyciskania zmniejsza się wyraźnie dla stopu zawierającego Zn, natomiast nawiększe jest w przypadku stopu AZ61. Proszę o wyjaśnienie jakie są tego przyczyny?. Zastanawiająca jest również duża anizotropia właściwości mechanicznych, przedstawionych w tablicy 8.1?. W wyciskanym i obrobionym cieplnie materiale występują wyraźne różnice granicy plastyczności i wydłużenia w zależności od kierunku badania. Proszę o wyjaśnienie. W badaniach wstępnych określono mikrostrukturę, teksturę i zmiany właściwości mechanicznych stopu Mg-6Sn w kolejnych przepustach podczas walcowania konwencjonalnego, co pozwoliło na zdefiniowanie zachodzących mechanizmów odkształcenia plastycznego. Porównano mikrostrukturę, teksturę i właściwości mechaniczne stopu Mg-6Sn po walcowaniu konwencjonalnym i metodą DSR przy tych samych gniotach całkowitych w celu przedstawienia potencjału procesu DSR w kształtowaniu stopów Mg-Sn. Doktorant wykonał dogłębne badania wpływu stopnia gniotu na zmianę właściwości mechanicznych. Ewidentnie widać znaczne obniżenie właściwości walcowanego stopu przy całkowitym gniocie 60%, obserwowane dla próbek badanych w kierunku walcowania (rys. 8.10a). Z czego może wynikać taka prawidłowość?.

W badaniach wstępnych wykazano ewidentnie, że cyt. *„ze względu na dodatkowy udział odkształceń ścinających, zastosowanie procesu DSR poskutkowało efektywniejszą reorganizacją mikrostruktury stopu Mg-6Sn i uzyskaniem zarówno wyższych parametrów wytrzymałościowych jak i większej plastyczności w porównaniu do konwencjonalnego walcowania wzdłużnego”*. Zmiana mikrostruktury obejmowała zarówno większe rozdrobnienie ziarn spowodowane dużym skumulowanym odkształceniem plastycznym w materiale w porównaniu do klasycznego walcowania jak i korzystnej zmiany tekstury.

W ramach badań zasadniczych skupiono się na dokładnej analizie wpływu udziału odkształceń ścinających (kontrolowanego poprzez współczynnik asymetrii R zmieniający się od 1 do 3) na mikrostrukturę, teksturę, właściwości mechaniczne i odkształcalność stopów Mg-6Sn, Mg-6Sn-1Zn oraz w celach porównawczych dla stopu AZ61. Wykonano szereg prób, co pozwoliło na dobór optymalnych parametrów procesu dla uzyskania wyrobów o podwyższonych właściwościach mechanicznych, co przedstawiono w kolejnych rozdziałach. Wyniki pokazują znacznie mniejszą anizotropię właściwości w stosunku do stanu wyciskanego dla wszystkich badanych stopów. Doktorant wykazał, że uzyskanie pasma bez pęknięć jest możliwe po walcowaniu wsadu nagrzanego do temperatury 400°C. Jednakże z uwagi na małą pojemność cieplną stopów magnezu, proces walcowania jest realizowany w niższej temperaturze. Przy opracowaniu przemysłowej technologii, należy się zastanowić na wyeliminowaniu obserwowanych pęknięć krawędziowych, które powstają na skutek szybkiego ochładzania blachy – w niższej temperaturze magnez jest mniej plastyczny. Stopy magnezu najlepiej kształtuje się w warunkach izotermicznych. Stop szybko wychładza się w kontakcie z zimnymi walcami. Stąd prośba o komentarz, jak ograniczyć lub wyeliminować pęknięcia krawędziowe - czy można zastosować podgrzewanie walców?. Jak wpłynie na koszty wytwarzania z ekonomicznego punktu widzenia?.

W dalszej części pracy Autor przeprowadził badania właściwości mechanicznych, które potwierdzają przyjęte założenia pracy. Przy odpowiednio dobranych parametrach asymetrycznego walcowania uzyskano materiały o korzystniejszych właściwościach wytrzymałościowych - granicy plastyczności ($R_{0,2}$) i wytrzymałości na rozciąganie (R_m) oraz plastyczności ocenianej na podstawie wydłużenia (A) w porównaniu do stopów walcowanych w sposób konwencjonalny. Wykazano korzystniejszy zespół właściwości mechanicznych dla stopu zawierającego cynk, pomimo znacznie wyższej intensywności tekstury. Stop z Mg-Sn z dodatkiem Zn odznacza się większym rozdrobieniem mikrostruktury w stosunku do stopu w układzie dwuskładnikowym, co dokładnie widać na zaprezentowanych mapach wykonanych metodą EBSD (rys.9.1 rys.9.10). Pojawia się pytanie, co wpływa na ten efekt i jakim stopniu - obecność występujących faz międzymetalicznych ograniczających mobilność granic ziarn, obniżenie energii błędu ułożenia wpływającą na większą skłonność do rekrytalizacji) czy inne czynniki?

Stwierdzono również poprawę formowalności wytworzonych blach metodą walcowania DSR w porównaniu do uzyskanych w procesie klasycznego walcowania, co potwierdzono w przeprowadzonych testach tłoczności sposobem Erichsena.

Analizując zachowanie stopu AZ61 pod wpływem odkształcania i wyniki właściwości (przedstawione w tablicach 9.9 i 9.10), czy w dalszych badaniach nie należałoby zastanowić się na zwiększenie liczby dodatków stopowych w badanych stopach, co może wpłynąć korzystnie na efektu umocnienia stopów magnezu z cyną i cynkiem? (proszę o komentarz)

Zrealizowane badania przez Doktoranta są obszerne i dogłębne. Do największych Jego osiągnięć, zaprezentowanych w pracy należy zaliczyć:

- opracowanie przeglądu literaturowe w szczególności w zakresie grupy stopów magnezu z dodatkiem cyny i innych pierwiastków, walcowania asymetrycznego i innych metod wykorzystujących duże odkształcenie plastyczne, co rozszerza zakres wiedzy na temat kształtowania plastycznego wyrobów ze stopów metali,
- określenie podatności do kształtowania plastycznego badanych materiałów w warunkach wysokotemperaturowego odkształcania w złożonym stanie.
- dokładne badania mikrostruktury i określenie zmian tekstury oraz skorelowanie tych parametrów.

Całość pracy można ocenić bardzo wysoko, cechuje ją bardzo dobry warsztat badawczy, starannie dobrany materiał eksperymentalny. Na szczególną uwagę zasługują osiągnięcia Autora w zakresie realizacji badań doświadczalnych na stanowiskach laboratoryjnych i prowadzenia badań mikrostruktury. Dużym sukcesem jest fakt, że uzyskane przez Doktoranta wyniki badań i zebrane doświadczenia dają podstawy do opracowania przemysłowej technologii asymetrycznego walcowania blach ze stopów magnezu metodą DSR do zastosowań na elementy konstrukcyjne m.in. w motoryzacji i lotnictwie. Autor w ostatnim rozdziale wskazał kierunki dalszych prac, dotyczący dalszej poprawy odkształcalności badanych stopów. Przedstawiony w tej części opis świadczy o dużej wiedzy zdobytej przez Niego w trakcie realizacji pracy. Dobrze zdaje sobie sprawę z pewnych możliwości modyfikacji zaproponowanej metodyki walcowania dla uzyskania jeszcze lepszych wyników. Stąd prośba o wyjaśnienie wpływu dodatkowego wstępnego odkształcania i związanego z tym generowania bliźniaków co wpłynie na modyfikację tekstury. Ponadto pojawia się pytanie, który typ bliźniaków według Autora będzie sprzyjał przyspieszeniu procesu rekrytalizacji?.

W podsumowaniu można stwierdzić, że przeprowadzone badania i ich analiza w pełni potwierdzają przyjętą tezę pracy, że *zastosowanie asymetrii prędkości obrotowej walców w metodzie akumulacyjnego walcowania pakietowego indukuje dodatkowe pasma ścinania dzięki dodatkowym odkształceniom ścinającym, co zapewnia większe rozdrobnienie mikrostruktury w mniejszej liczbie przepustów w porównaniu do konwencjonalnego procesu.*

3. Wniosek końcowy

Przedstawione w pracy doktorskiej wyniki badań mają dużą wartość naukową i użyteczną. Należy docenić osiągnięcia Autora dotyczące wykonania obszernych badań właściwości mechanicznych, strukturalnych, które umożliwiły opracowanie zmodyfikowanej technologii walcowania stopów magnezu z cyną i cynkiem. Uwagę zwraca również obszerny i dobrze przygotowany przegląd literatury obejmujący wiedzę z zakresu struktury stopów magnezu i ich przetwarzania nowymi metodami przeróbki plastycznej wykorzystującymi duże odkształcenia plastyczne. Moim zdaniem opracowana technologia w zakresie przerabianych plastycznie stopów magnezu jest nowatorska i jedyna w skali krajowej. Stąd również prośba o komentarz do Doktoranta o możliwości i perspektywy praktycznego zastosowania tego typu wyrobów z zaproponowanych stopów magnezu. Czy są przesłanki do zastosowań tych stopów do pracy w podwyższonej temperaturze?.

Doktorant wykazał się niezbędną wiedzą, umiejętnością twórczego prowadzenia badań eksperymentalnych oraz ich analizy, co pozwala pozytywnie ocenić pracę doktorską mgr inż. Kamila Majchrowicza. Na uwagę zasługuje również obszerny dorobek naukowy w innych obszarach związanych z inżynierią materiałową. Na tej podstawie można stwierdzić, że Doktorant jest już doświadczonym badaczem.

Stwierdzam, że opiniowana praca doktorska nt. „*Mikrostruktura i właściwości modelowych stopów Mg-Sn przetwarzanych w procesie walcowania z udziałem odkształceń ścinających*” spełnia wymagania stawiane kandydatom do stopnia doktora, określone w art.13 ustawy z dnia 14 marca 2003r. o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz. U. nr 65/2003 poz. 595 z późniejszymi zmianami) i wnioskuję do Wysokiej Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Warszawskiej o dopuszczenie mgr inż. Kamila Majchrowicza do publicznej obrony po spełnieniu pozostałych wymagań.

dr hab. inż. Dariusz Kuc
prof. PŚ



Ponadto zwracam się do Wysokiej Rady o rozważenie możliwości wyróżnienia opiniowanej pracy doktorskiej. Prowadzone prace odznaczają się wysokim poziomem naukowym. Autor na podstawie obserwacji bardzo dobrze potrafi łączyć i analizować wiedzę z różnych obszarów inżynierii materiałowej - przeróbki plastycznej i zaawansowanych badań mikrostruktury. Udowadnia to w przedstawionym przeglądzie literatury, przekonywującym doborze materiału badawczego, wiedzy o stosowanych metodach odkształcenia plastycznego i badaniach struktur z zastosowaniem najnowszych dostępnych metod. Zaprezentowane wyniki świadczą o dużej pracowitości oraz zaangażowaniu Doktoranta w podjętą tematykę badawczą. Autor realizuje badania naukowe z dużą dociekliwością stąd duża ilość przeprowadzonych eksperymentów dla uzyskania stopów o najkorzystniejszych właściwościach. Umiejętnie analizuje uzyskane rezultaty i potrafi krytycznie spojrzeć na otrzymane wyniki. O szerokiej wiedzy uzyskanej podczas realizacji pracy świadczy również spójne wskazanie kierunków dalszych badań w analizowanym obszarze. Takich specjalistów jest mało i dobrze aby mgr inż. Kamil Majchrowicz po pozytywnej obronie pracy dalej kontynuował działalność naukową.

Wyróżnienie rozprawy może przyczynić się do jeszcze większego zaangażowania Doktoranta w doskonalenie opracowanych rozwiązań i związanych z tym rozwój badań.

dr hab. inż. Dariusz Kuc
prof. PŚ

