

RECENZJA

**Rozprawy doktorskiej mgr inż. Agaty Brzezińskiej
nt.” Uwarunkowania strukturalne wpływające na poprawę właściwości mechanicznych
odlewniczych stopów Al-Cu po zastosowaniu odkształcania SPD ”
przedstawionej na Radzie Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Śląskiej**

**Recenzja wykonana zgodnie z pismem L.dz. RDIMa 33/2020/2021 i na podstawie uchwały
nr 6/2021 Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Śląskiej**

1. Zakres opiniowanej rozprawy

Różne aplikacje techniczne determinują wybór rodzaju zastosowanego materiału do spełnienia wymagań eksploatacyjnych danego wyrobu metalicznego. W poszukiwaniu nowych rozwiązań materiałowych spełniających wymagania eksploatacyjne a jednocześnie np. ekonomicznie uzasadnionych, rozważa się wykorzystanie materiałów tradycyjnie klasyfikowanych wg. dominującej cechy np. dobrej lejućności z przeznaczeniem do wykonywania odlewów, wskazując możliwość wykorzystania specyficznych rozwiązań technicznych poprawiających odkształćalność tego rodzaju stopów aby te materiały mogłyby w określonych zastosowaniach konkurować ze stopami kwalifikowanymi do przeróbki plastycznej, w tym ze stopami trudno odkształćalnymi.

Do technik umożliwiających tego rodzaju podejście badawcze zaliczane są metody procesów SPD, do których należy proces wyciskania KOBÓ. Odlew o dobrej lejućności oraz małym skurczu (stanowiący wlew do wyciskania) nadający się do uzyskania skomplikowanego kształtu elementu w tym o cienkich ściankach, posiadający odporność na korozję jest wykorzystany powszechnie w przemyśle lotniczym, motoryzacyjnym i innych. Wymienione cechy w połączeniu z ewentualną możliwą poprawą odkształćalności mogą być interesującym rozwiązaniem dla różnych aplikacji, zwłaszcza wymagających materiałów np. lekkich i wytrzymałych.

Przedstawiona do recenzji praca mieści się w nurcie takich badań, tym bardziej interesujących, gdy możliwe byłoby wskazanie uzasadnionych zamienników materiałów na określone elementy konstrukcyjne. Niemniej jednak warunkiem realizacji takiego zadania jest dokładne rozpoznanie i udokumentowanie mechanizmów i efektów realizacji procesu odkształćenia w warunkach SPD z udziałem proponowanego odlewniczego stopu Al-Cu. Określenie uwarunkowań strukturalnych wpływających na poprawę właściwości mechanicznych odlewniczych stopów Al-Cu poddanych procesowi odkształćania SPD (tu wyciskaniu KOBÓ) stanowi zatem uzasadnienie podjęcia tej tematyki badawczej.

W przypadku stopów aluminium, czy kompozytów na osnowie aluminium ma to szczególne znaczenie zwłaszcza z punktu widzenia zastosowań lekkich materiałów konstrukcyjnych w lotnictwie, motoryzacji itp. Przedstawione przykładowo kompozyty o osnowie aluminiowej wzmocnione cząstkami ceramicznymi cechują się wysokimi właściwościami wytrzymałościowymi czy odpornością na zużycie. Jednak liczne badania wykazały, że kompozyty takie cechują się niską plastycznością. Dobrym przykładem kompozytów, które są odkształćane plastycznie są kompozyty Al/Cu. Przy odkształćaniu kompozytów technikami SPD, parametry procesu muszą być tak dobrane, by nie powodować zniszczenia kruchej fazy wzmacniającej poprzez generowanie w niej

pęknięć, a połączenie między komponentami zachowało ciągłość. Dlatego korzystne jest przeprowadzanie odkształcania w temperaturach wysokich lub podwyższonych. Dane literaturowe wykazują, że zastosowanie technik SPD do odkształcania materiałów kompozytowych sprzyja zmniejszeniu mikro porów pierwotnych w osnowie i na granicy rozdziału faz, powoduje rozbięcie skupisk fazy wzmacniającej i rozdrobnienie cząstek w osnowie, co skutkuje wzrostem umocnienia.

Możliwość wykorzystania metody generującej duże odkształcenia plastyczne (SPD) w odlewniczych stopach aluminium czy kompozytach na bazie aluminium daje możliwość wytwarzania lekkich elementów konstrukcyjnych, ze stosunkowo niską granicą plastyczności, stąd celowe jest poszukiwanie zwłaszcza adekwatnych warunków termicznych dla opracowania stopów na bazie Al o podwyższonej wytrzymałości zarówno w temperaturze pokojowej jak i w temperaturze podwyższonej. Analiza literatury wskazuje, że w celu poprawy właściwości wytrzymałościowych powinno stosować się materiały o dużym udziale fazy międzymetalicznej. Dlatego przy opracowywaniu stopów na bazie Al przeznaczonych do zastosowań w wysokiej i podwyższonej temperaturze badania koncentruje się na wytwarzaniu stopów o dużej objętości frakcji faz międzymetalicznych typu: Al-Al₂Cu. W odlewniczych stopach Al-Cu powstaje heterogeniczna mikrostruktura złożona z fazy α -Al oraz związków międzymetalicznych, do których należy faza θ -Al₂Cu, stanowiąca wzmocnienie plastycznej fazy α -Al. Kształty faz, ich udział objętościowy a także ich rozmieszczenie są istotne przy rozpatrywaniu takich właściwości jak: wytrzymałość na rozciąganie w wysokiej temperaturze, zmęczenie cieplne czy odporność na pełzanie. Jest to szczególnie ważne, gdyż takie materiały poddawane są trwałym obciążeniom mechanicznym, w tym zmiennych.

Fizyka zjawisk towarzyszących procesowi wyciskania KOBÓ oraz badania nad identyfikacją mechanizmów plastycznego odkształcania w specyficznych warunkach, stanu naprężenia i odkształcania panującym w tym procesie jest przedmiotem całej serii badań, których wyniki wskazują na różne interpretacje i teorie dotyczące mechanizmów tego szczególnego rodzaju odkształcania, w tym rozważanego mechanizmu odkształcania nadplastycznego.

Stosowanie materiałów o właściwościach specyficznych po kształtowaniu plastycznym w procesach SPD jako materiałów przeznaczonych na elementy konstrukcji pracujących w określonych warunkach eksploatacyjnych wiąże się nie tylko z technologią ich wytwarzania ale też z formowaniem kształtowym. Stąd realizacja badań efektów strukturalnych odkształcania plastycznego z uwzględnieniem wpływu warunków procesu wyciskania KOBÓ wywołujących cykliczną drogę odkształcania w wyniku wahliwego ruchu matrycy i w odniesieniu do kształtowania wyrobów ze stopów odlewniczych aluminium - miedź, stanowi dobre uzasadnienie tematu niniejszej pracy doktorskiej.

Wyznaczone zadania badawcze: analiza mikrostruktury i badania właściwości mechanicznych wybranych 4 wariantów materiałów metalicznych z układu Al – Cu uzyskanych w procesie odlewania oraz ich odkształcania w procesie wyciskania KOBÓ stanowią zasadniczą część opracowania. Postawiony główny cel badawczy pracy - poznanie zjawisk strukturalnych jakie zachodzą w odlewniczych stopach Al-Cu pod wpływem odkształcania SPD w warunkach wyciskania KoBo. zrealizowany poprzez zakres badań obejmujący: rozdrobnienie stopów: granicznego, podeutektycznego, eutektycznego i nadeutektycznego z układu Al-Cu przy użyciu techniki SPD; określenie zmian strukturalnych po zastosowaniu SPD (kształt, wielkość ziaren, struktura dyslokacyjna, typ utworzonych granic); określenie mechanizmu rozdrobnienia struktury stopów Al-Cu; określenie wpływu odkształcania na wytrzymałość, plastyczność (nadplastyczność) i właściwości fizyczne; ustalenie zależności pomiędzy strukturą a właściwościami mechanicznymi,

oraz określenie mechanizmu odkształcania rozdrobnionej struktury, można uznać za dobrze postawiony.

Struktura pracy obejmuje analizę stanu wiedzy w zakresie przedstawianej problematyki na podstawie której zaproponowano ww. cel badawczy ujmujący cele naukowe dla osiągnięcia których przedstawiono zakres i wyniki prac badawczych, których analiza pozwoliła na wyciągnięcie wniosków końcowych.

Za oryginalne osiągnięcia pracy można uznać :

1. Aspekty: poznawczy i użytkowy w obszarze badań strukturalnych dokumentujących wpływ różnych parametrów procesu kształtowania w wyciskaniu KOBO i ich efekt w postaci poprawy właściwości mechanicznych odlewniczych stopów Al-Cu w dobranych, ustalonych warunkach procesu wyciskania KOBO
2. Możliwe wykorzystanie przedstawionych wyników badań do bardziej precyzyjnego opisu efektów i mechanizmów odkształcania, w tym nadplastycznego oraz do bardziej efektywnego projektowania i wykorzystania procesu wyciskania KOBO jako techniki SPD w przyszłej implementacji rozwiązania materiałowo – technologicznego w warunkach rzeczywistego procesu przemysłowego.

II. Ocena merytoryczna rozprawy

a) Uwagi ogólne

Problem wytwarzaniu nowych materiałów o szczególnych właściwościach np. wytrzymałościowych przeznaczonych do danej aplikacji technicznej stanowi zawsze ważne zagadnienie zarówno od strony poznawczej jak i aplikacyjnej. Dotyczy to w szczególności materiałów złożonych – kompozytów jak ale też np. stopów odlewniczych, których odkształcalność jest zwykle bardzo ograniczona. Procesy prowadzące do zwiększenia odkształcalności tj. zwiększenia możliwości plastycznego kształtowania tych metali to procesy umożliwiające duże odkształcenie plastyczne (SPD), cechujące się m.in. uzyskaniem struktury nano - lub ultra drobnoziarnistej odpowiedzialnej za oczekiwane, odpowiednio wyższe właściwości wytrzymałościowe. Spośród różnych przedstawianych metod zaliczanych do SPD - procesy plastycznego odkształcania w wyciskaniu KOBO mogą doprowadzić zarówno do wzrostu właściwości wytrzymałościowych a jednocześnie wpłynąć na poprawę właściwości plastycznych, co jest niezwykle ważne w przypadku materiałów złożonych czy wieloskładnikowych.

W pracy wykazano, że podejście do odkształcalności stopów odlewniczych Al-Cu nie zostało jednoznacznie rozpoznane i wymaga gruntownych badań, przede wszystkim na poziomie analizy transformacji mikrostruktury, zwłaszcza w warunkach procesu SPD np. w wyciskaniu KOBO opartym na cyklicznej zmianie drogi odkształcania. .

Trzeba jednak zwrócić uwagę, że przedstawione teoretyczne informacje o procesie KOBO są potraktowane w pracy zbyt ogólnie i skrótowo, gdyż nie wskazano wszystkich zasadniczych parametrów procesu np. geometria matrycy, kąt jej naprzemiennego wychylenia (jako części obrotu), częstotliwość, współczynnik wyciskania. Nie dokonano też analizy ich potencjalnego wpływu na finalny efekt odkształcania, transformację mikrostruktury i właściwości mechaniczne, w oparciu o istniejące wybrane źródła literaturowe. Przedstawiony schemat procesu na rys. 17 pokazuje klasyczne wyciskanie a nie proces KOBO (brak jest strzałki wskazującej na obrót matrycy - informacja o cyklicznym obrocie matrycy jest tylko w podpisie rysunku). W części badań własnych Doktorantka podaje jedynie kąt obrotu (8 st.) i informacje o maksymalnej sile wyciskania prasy KOBO 2,5 MN .

Kwestia niewspomnianej częstotliwości jest bardzo istotna, z uwagi na fakt, że dowiedzione jest, że ze wzrostem częstotliwości siła wyciskania maleje.

Nasuwa się zatem pytanie, na jakiej podstawie dobrano wskazane parametry? tj. kąt obrotu 8 st. oraz nagrzewanie pojemnika do 150 st. C?. Ponadto temperatura nagrzewania pojemnika nie przekłada się dokładnie na temperaturę metalu. Z opisu eksperymentu ponadto wynika, że zapoczątkowanie procesu wyciskania było utrudnione o czym świadczy podany czas 5-8 min. do pojawienia się wyciskanego wyrobu. Stąd można się spodziewać dużego wzrostu temperatury nawet rzędu 300 czy 400 st. C we wlewkę w pojemniku, co również ma wpływ strukturę wewnętrzną. Na Rys. 21 zamieszczono zarejestrowane wykresy z parametrami: droga, siła, temperatura, częstotliwość, ale niektórych istotnych wartości jak właśnie ważnej częstotliwości czy temperatury (w którym miejscu mierzonej?) nie da się zidentyfikować, bo brak jest odpowiedniej skali i wartości, opisu osi współrzędnych, etc.

Biorąc po uwagę stopy Al-Cu w 4 wariantach będących przedmiotem pracy oraz cechy szczególne ich mikrostruktury, większość cytowanych przed Doktorantką prac wskazywała, że miękkie dendryty, w skali mikrometrycznej są odpowiedzialne za dobre właściwości plastyczne, ale niewystarczające są informacje pozwalające zinterpretować rolę nanostrukturalnej eutektycznej osnowy. Wykazano również, że generowanie pasm poślizgu jest zwykle inicjowane na styku sztywnej osnowy eutektycznej z plastyczną fazą α -Al jako efekt niedopasowania faz podczas odkształcenia plastycznego. W miarę wzrostu odkształcenia pasma poślizgu przechodzą przez ziarna fazy α -Al, dopóki nie zostaną zatrzymane po drugiej stronie granicy. pasm poślizgu. Duże naprężenia nagromadzone w plastycznej fazie α -Al powodują znaczne odkształcenie sieci, gdy rozważa się odkształcenie na poziomie sieci krystalicznej. Zidentyfikowano również efekt rozwoju lokalnych naprężeń prowadzących do zarodkowania pierwotnych pasm ścinania, przechodzących przez osnowę eutektyczną, dopóki nie zostaną zablokowane przez dendryty. Ciągła faza dendrytyczna może służyć jako miejsce inicjowania pasm ścinania a także może opóźniać lub hamować ich propagację.

Rozważana jest rola dużej gęstości dyslokacji (splotów dyslokacji) występujących w dendrytach fazy α -Al, deformacja twardej fazy międzymetalicznej (Al_2Cu) występującej na skutek generowania pasm ścinania inicjowanych w twardej fazie międzymetalicznej i ich propagacja zatrzymywana w obszarach fazy ciągłej. Uznano, że bimodalny i multimodalny układ mikrostrukturalny stopów odlewniczych jest korzystny w otrzymaniu wysokiej wytrzymałości na styku dendryt-osnowa i ułatwia przejście pasm poślizgu z osnowy do dendrytów. Analizowane są ponadto identyfikowane pasma ścinania, które zarodkują na granicach rozdziału faz dendryt / osnowa i propagują do dendrytów i osnowy. Jednakże dalsza propagacja pasm ścinania może być zatrzymywana przez umocnione dendryty. Wskazywany w pracy kolejny mechanizm odkształcania odlewniczych materiałów, stanowi odkształcenie poprzez obrotowy ruch dendrytów wywołujący propagację pasm ścinania.

Biorąc jednak pod uwagę dotychczasowe wyniki badań strukturalnych metali kształtowanych w warunkach wyciskania KOBÓ niewystarczająco zwrócono uwagę w analizie stanu zagadnienia na rolę defektów punktowych w mechanizmie odkształcenia w procesie KOBÓ, co jest szczególnie dla tego procesu i co już jest prezentowane w wielu publikacjach np. A. Korbel, W. Bochniak *Liquid like behavior of solid metals*, *Manufacturing Letters* 11 (2017) 5–7, poz.[122], umieszczona w spisie literatury a charakteryzująca lekko plastyczne płynięcie.

W opiniowanej pracy przedstawiono analizę wyników z różnych źródeł literaturowych dotyczących aktualnych problemów badawczych związanych z uzyskaniem żądanych właściwości materiałów metalicznych w różnych procesach bazujących głównie na mechanizmach

nadplastyczności. Dokonana analiza w części teoretycznej pracy obejmuje: odkształcalność materiałów polikrystalicznych traktowana jako niskotemperaturowe odkształcanie, wysokotemperaturowe odkształcanie, nadplastyczność, mechanizmy odkształcania kompozytów i stopów odlewniczych, materiały metaliczne oraz kompozyty metalowe o szczególnych właściwościach wytrzymałościowych i funkcjonalnych poddawanych odkształcaniu SPD oraz charakterystykę procesu wyciskania KOBO.

Praca dotyczy badań strukturalnych nad rozdrobnionymi stopami odlewniczymi o różnej zawartości Cu (5%, 25%, 33%, 45 %) w procesie odlewania i po wyciskaniu KOBO. Przeanalizowano wpływ rozdrobnienia struktury na właściwości wytrzymałościowe i fizyczne badanych stopów.

W rozprawie przedstawiono szczegółową analizę stanu zagadnienia w oparciu o 126 dobrze dobranych pozycji literaturowych krajowych i zagranicznych obejmujących najnowsze osiągnięcia w tej dziedzinie z uwzględnieniem pozycji już historycznych oraz wielu najnowszych z 2020r. Trzeba też zwrócić uwagę na wkład publikacyjny doktorantki w rozwój badań w tym zakresie, co zostało wykazane w poz. [112, 113, 114] cytowanych źródeł literatury .

Program badań eksperymentalnych podzielono na 3 zasadnicze etapy:

Etap I – odlewanie stopów Al – 5% Cu, Al-25% Cu , Al-33% Cu oraz Al-45% Cu z ich charakteryzacją poprzez badania mikrostruktury (mikroskopia świetlna LM, skaningowa SEM oraz skaningowo transmisyjna mikroskopia elektronowa i rentgenowska analiza mikrostrukturalna STEM), rentgenowską analizę mikrostrukturalną XRD, pomiary mikrotwardości, statyczna próbę rozciągania , statyczna próbę ściskania, pomiar konduktywności elektrycznej

Etap II - wyciskanie w warunkach procesu KOBO - charakteryzacja wyrobów poprzez : badania mikrostruktury (LM, SEM, STEM), pomiary mikrotwardości, statyczną próbę rozciągania , statyczną próbę ściskania, badania nadplastyczności, badania rozszerzalności cieplnej, pomiar konduktywności elektrycznej,

Etap III- określenie związków pomiędzy parametrami odkształcenia (λ), składowymi struktury, właściwościami mechanicznymi, właściwościami fizycznymi.

Prace eksperymentalne objęły wykonanie odlewów stopu granicznego, podeutektycznego, eutektycznego i nadeutektycznego z układu Al-Cu a następnie rozdrobnienie materiału w procesie wyciskania KOBO. Praca miała na celu: określenie zmian strukturalnych w wyniku zastosowania procesu SPD (wielkość ziaren, struktura dyslokacyjna, typ utworzonych granic), zdefiniowanie mechanizmu rozdrobnienia struktury stopów Al-Cu, sformułowanie wpływu odkształcenia na wytrzymałość, plastyczność (nadplastyczność) i właściwości fizyczne oraz ustalenie zależności pomiędzy strukturą, a właściwościami mechanicznymi.

W pracy wykazano, że wyciskanie KOBO umożliwia rozdrobnienie fazy α -Al oraz Al_2Cu do poziomu ultra drobnoziarnistego materiału . Wskazano, że wielkość odkształcenia (λ) odgrywa istotną rolę w procesie rozdrabniania elementów mikrostruktury i że mikrostruktura jest jednorodna. Wzrost odkształcenia powoduje wzrost właściwości plastycznych przy spadku właściwości wytrzymałościowych. Konsekwencją rozdrobnienia ziarna jest wzrost właściwości mechanicznych wykazany w próbach statycznego ściskania i rozciągania. Próbkę odkształconą szczególnie w 400°C wykazywały właściwości nadplastyczne a elementy mikrostrukturalne w warunkach odkształcenia nadplastycznego ułatwiają odkształcanie realizowane poprzez mechanizm poślizgu po granicy ziaren.

Zasadniczy cel badawczy pracy polegający na poznaniu efektów zjawisk strukturalnych jakie zachodzą w odlewniczych stopach Al-Cu pod wpływem odkształcania SPD z wykorzystaniem metody KOBO oraz ich wpływ na właściwości materiału został osiągnięty. Wytrzymałość stopów

Al-Cu zwiększana poprzez dodatek Cu, która z Al tworzy twardą fazę międzymetaliczną odporną na działanie temperatury została określona. Wobec obecności w stopie dużej ilości fazy międzymetalicznej utrudniającej proces deformacji zastosowanie wybranej techniki SPD tj. wyciskania KOBO do rozdrabniania struktury tych stopów spełniło oczekiwaną rolę.

Wobec ww. uwag ogólnych do przedstawionych wyników i ich interpretacji przez Autorkę nasuwają się następujące pytania :

1. Czym kierowała się Doktorantka w formułowaniu szczegółowych celów pracy ?
2. Czym kierowała się Doktorantka w doborze metod badawczych w celu dokonania analizy wyników pod kątem sprecyzowanych celów badawczych ?
3. W podsumowaniu rozdziału *Przegląd literatury* brak jest wniosków z krytycznej analizy stanu zagadnienia, które powinny stanowić inspirację do sprecyzowania celów pracy .
4. Wobec konieczności zapewnienia stabilności struktury i właściwości mechanicznych stopów odlewniczych Al-Cu w warunkach eksploatacji (w tym temperatury) elementów konstrukcji z tego materiału, czy i jak to uwzględniono w dokonanych analizach i programie badań ?
5. Str.59. Celowym byłoby odniesienie do zasadniczych efektów procesu wyciskania współbieżnego klasycznego i procesu wyciskania KOBO. Transformacje mikrostruktury są wynikiem redukcji przekroju poprzecznego wlewka w stosunku od przekroju poprzecznego wyrobu. Chodzi o efekt ujednoludnienia mikrostruktury ze wzrostem λ .
6. Badania tekstury materiałów odkształcanych w procesie KOBO, które wykonano za pomocą techniki EBSD nie uwzględniono w programie badań własnych.
7. Czemu służyło wykonanie badań konduktywności elektrycznej i rozszerzalności cieplnej ?
8. Str.59 Wyjaśnienia wymaga interpretacja roli kąta dezorientacji ziaren w odniesieniu do głównej orientacji krystalograficznej wynikłej ze schematu odkształcenia procesu wyciskania.
9. Do wniosku nr 4.Cyt „Zastosowana wartość odkształcenia (λ) odgrywa istotną rolę w odkształceniu KoBo. Jeżeli próbki są odkształcone przy $\lambda = 98$, wówczas ziarna są rozdrobnione do mniejszych rozmiarów, dodatkowo mikrostruktura jest jednorodna. Wzrost odkształcenia powoduje wzrost właściwości plastycznych przy spadku właściwości wytrzymałościowych „. – Proszę to odnieść do wpływu temperatury oraz ewentualnego efektu umocnienia.
10. W odniesieniu do wniosków końcowych należy zwrócić uwagę na fakt, że są one zbiorem wniosków cząstkowych po poszczególnych etapach badań natomiast brak jest we wnioskach bezpośredniej odpowiedzi na problem wskazany przez temat pracy tj. dotyczący bezpośrednio uwarunkowań strukturalnych wpływających na poprawę właściwości mechanicznych odlewniczych stopów Al-Cu przy zastosowaniu odkształcenia SPD – ogólnie oraz w szczególności we wskazanych warunkach wyciskania KOBO.
11. Biorąc pod uwagę aspekt aplikacyjny : jak odnieść uzyskane wyniki badań realizowanych w warunkach obciążeń statycznych do aplikacji np. lotniczych, które wymagają badań przy obciążeniach nie tylko statycznych, ale też zmiennych ?

W podsumowaniu trzeba stwierdzić, że wyniki badań są dobrze udokumentowane i zinterpretowane w oparciu o stan wiedzy z powołaniem na konkretne pozycje i stanowią dobre wypełnienie celów pracy.

Ułożenie programu badań oraz zastosowane metody badawcze świadczą o znajomości problemu naukowego przez Doktorantkę.

b) Uwagi szczegółowe

- Czytelne przedstawienie zagadnienia badawczego zarówno od strony sformułowanych treści jak i zasadniczej formy rozprawy, z uwagami przedstawionymi w p. a).

- Przedstawione wizualizacje wyników dobrze odzwierciedlają analizowane współzależności ale podpisy pod rysunkami w większości są zbyt ogólne

- Rozprawa jest przejrzysta, ale Doktorantka nie ustrzegła się błędów edytorskich i wielu nieścisłości terminologicznych oraz skrótów myślowych, których tylko przykłady podaję poniżej :
Nieścisłości/ błędy terminologiczne:

- niezgodność wskazanej terminologii w spisie skrótów i oznaczeń z używanymi w wielu miejscach w tekście pracy, np. ECAP to nie prasowanie kątowe tylko wyciskanie czy przeciskanie przez kanał kątowy

- należy używać terminu : osnowa . zamiast matryca w opisach osnowa/faza wzmacniająca (matryca w jęz. polskim to narzędzie, tu : w procesie wyciskania)

- Niewłaściwe sformułowania / określenia :

np. co oznacza : napężenie wsteczne ? , nagromadzenie odkształcenia ? niekompatybilność odkształcenia ?

- Przykładowe błędy:

- Brak w spisie literatury wielokrotnie cytowanej poz. [63]

- Brak oznaczeń opisów w oznaczonych na rysunkach segmentach : a), b), c) czy d) przy obrazach / segmentach danego rysunku i/ lub precyzyjnych podpisów pod rysunkami odnośnie tych podpunktów, co utrudnia adekwatną ocenę wyników przedstawianych.

Rysunki kolejno bez wymaganych podpisów i istotnych oznaczeń np. dotyczących powiększenia a niemożliwych do identyfikacji przy nieczytelnych oznaczeniach z wydruku wyniku – obrazu z mikroskopu :. Rys. 11 brak rozdzielienia (a, b), Rys. 12 brak (a, b, c), Rys. 13 brak (a oraz b i c nierozdzielone), Rys. 27 brak (b), Rys. 31, 32,,33, 34,35 36, 36, 37, 38, 39, 40, 41 brak rozdzielienia (a, b), Rys. 42, 43, 44 brak rozdzielienia (a, b, c), Rys. 45 brak rozdzielienia (a, b, c, d, e, f), Rys. 46 brak rozdzielienia (a, b, c, d), Rys. 47, 48 brak rozdzielienia (a, b), Rys. 49, 50 51, 52, 53, 54 brak rozdzielienia opisów (a, b, c), Rys. 55 brak rozdzielienia (a, b, c, d, e, f), Rys. 56 – brak rozdzielienia (a, b, c, d), Rys. 59 – brak rozdzielienia (a, b, c), Rys. 60 – brak rozdzielienia (a, b), Rys 61, 62 brak podpisów dla a),b),c) Rys 63, 64, 65 brak rozdzielienia podpisów dla (a, b, c, d), Rys 66, 67 brak rozdzielienia podpisów dla (a, b, c), Rys. 68, 69, 70, 71 brak podpisów dla a),b),c); Rys 72 brak rozdzielienia podpisów (a, b, c, d, e, f), Rys. 73, 74 brak rozdzielienia (a, b, c, d), Rys 75 brak rozdzielienia podpisów (a, b, c, d), Rys. 76, 77 brak rozdzielienia podpisów (a, b, c), Rys. 78 brak oznaczeń p. a) ,b),c),d), Rys. 81, 82, 83, 84, 85,86, 89.90 brak podpisów dla a),b),c); Rys. 91, 96 brak rozdzielienia podpisów dla (a, b, c, d, e, f), Rys. 97, 98, 99 brak rozdzielienia podpisów dla(a, b, c)

c) Uwagi o charakterze dyskusyjnym

- W Tab. 5. podano, że prędkość wypływu prasówki wynosi 10mm/s. Do której wartości współczynnika odkształcenia λ się to odnosi? Jak była prędkość przesuwu stempla?

- str. 53 –Interpretacja wyników w tab.6 wymaga wyjaśnienia ($HV_{0,2}$ w stosunku do γ), zwłaszcza w odniesieniu do tekstu na str. 52.

-str. 53 Trudno zgodzić się ze stwierdzeniem, że „zastosowanie większego stopnia przerobu (rys. 43-44) nie wpływa na zmianę struktury”.

- Str. 77. Jak wytłumaczyć fakt, że R_c wyrobu wyciskanego z $\lambda = 30$ i $\lambda = 98$ jest takie samo?

- str. 85 cyt.: „wiele dużych cząstek i cząstek średniej wielkości, pęka lub odrywa się od osnowy z powodu ich przypadkowej orientacji”. dlaczego?
- Str.87 :Analizę struktury na poziomie oceny: dezorientacji ziaren, ujawnienia konstelacji dyslokacyjnych oraz efektu poślizgu i skręcenia ziaren w kierunku rozciągania oraz przedstawianej analizy ruchu dyslokacji jako nośnika odkształcenia plastycznego, należy odnieść do wykazywanej w publikacjach roli defektów punktowych w realizacji procesu wyciskania KOBO.
- Z jakiego powodu nie badano zjawiska nadplastyczności w stopie Al-45% Cu ?
- Skoro w stanie odlanym konduktywność jest większa to co jest odpowiedzialne za jej obniżenie po odkształceniu w procesie wyciskania KOBO ?
- Jak określono związki pomiędzy parametrami odkształcenia (λ), składowymi struktury, właściwościami mechanicznymi i właściwościami fizycznymi wg. planu badań (Rys. 18) ?

W podsumowaniu należy zwrócić uwagę na **wielość i wszechstronność prezentowanych wyników badań mikrostruktury i właściwości mechanicznych stopów z układu Al-Cu w stanie odlanym i po wyciskaniu KOBO oraz ich merytoryczną wartość** jako wkład do rozwoju stanu wiedzy w tym zagadnieniu ale też na potrzebę skorygowania wskazanych niedociągnięć pracy przy przygotowywaniu ewentualnych publikacji czy opracowań z wykorzystaniem prezentowanych wyników.

Wykazane ww. niedociągnięcia pracy nie wpływają na zasadniczą bardzo pozytywną jej ocenę.

III. Wniosek końcowy

Opiniowana rozprawa doktorska **mgr inż. Agaty Brzezińskiej** stanowi istotny wkład w rozwój wiedzy pozwalającej na wytwarzanie ultra-drobnodziarnistych materiałów bazujących na stopach odlewniczych z układu Al - Cu, z wykorzystaniem efektu SPD osiągniętego w warunkach procesu wyciskania KOBO a szczególności w zakresie badań strukturalnych nad rozdrobnionymi stopami odlewniczymi Al -Cu o różnej zawartości Cu z użyciem tej metody.

W oparciu o przedstawione wyniki prac eksperymentalnych oraz ocenę dokonanej ich analizy należy uznać, że Autorka osiągnęła zamierzony cel wykazując się znajomością zagadnień inżynierii materiałowej, wybranych zagadnień technologicznych oraz nowoczesnej metodyki i technik badawczych, adekwatnie dobranych do analizowanej problematyki badawczej. Wykazała się również umiejętnością rozwiązywania postawionych zadań i pracy naukowej.

Rozprawa spełnia wymagania stawiane pracom doktorskim w myśl aktualnej Ustawy Stopniach Naukowych i Tytułach Naukowych .

Na tej podstawie wnioskuję o dopuszczenie Autorki rozprawy do publicznej obrony.

