



AGH Akademia Górniczo - Hutnicza
im. STANISŁAWA STASZICA W KRAKOWIE

Wydział Inżynierii Metali i Informatyki Przemysłowej
Dr hab. inż. Agnieszka Kopia prof. AGH

Tel. +48 012 617 2552, +48 012 617 2914; e-mail: kopia@agh.edu.pl

Kraków 08.03.2021

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr. inż. Agaty Brzezińskiej pt.

”Uwarunkowania strukturalne wpływające na poprawę właściwości mechanicznych
odlewniczych stopów Al-Cu po zastosowaniu odkształcania SPD”

wykonana na zlecenie Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Śląskiej z dnia
26 stycznia 2021

Rozwój materiałów, w tym w szczególności materiałów konstrukcyjnych spełnia istotną rolę w naszej cywilizacji. Do materiałów tych zaliczają się stopy aluminium. Czyste aluminium w stanie wyżarzonym posiada wytrzymałość ok. 70-110 MPa, co ogranicza jego stosowanie, jako materiału konstrukcyjnego. Natomiast stopy aluminium po procesie umacniania (roztworowe, dyslokacyjne, rozdrobnienie ziarna, cząstkami innych faz), które w znaczny sposób zwiększa ich własności mechaniczne, są idealnym materiałem konstrukcyjnym. Jednym ze sposobów umacniania stopów Al są fazy międzymetaliczne. Do zastosowań w wysokiej temperaturze opracowano stopy z fazami międzymetalicznymi takimi jak Al_2Cu , Al_3Ni czy Al_3Sc . Obecność kruchych i dużych faz może inicjować pęknięcia, dlatego rozwiązaniem mogą być materiały o strukturze ultradroboziarnistej (UFG— Ultra Fine Grain) lub też nanostrukturalnej (NS— nanostructural). Taką strukturę można uzyskać między innymi metodami SPD. Metodami tymi można wytwarzać lite materiały między innymi w postaci blach czy prętów, a zaliczają się do nich metody ECAP, HPT, HE czy ARB.

W tematykę związaną ze zwiększeniem własności wytrzymałościowych odlewniczych stopów aluminium wpisuje się podjęta przez doktorantkę problematyka badawcza. Zjawiska związane z odkształcaniem tego rodzaju stopów nie zostało jednoznacznie rozpoznane. Stąd celowość podjętych badań uzasadniona jest niewielką liczbą prac w literaturze światowej dotyczącej tego zagadnienia.

Praca została napisana w tradycyjny sposób, tzn. Doktorantka po wprowadzeniu dokonała przeglądu literatury, następnie wskazała cel i zakres badań. Rozdział 4 poświęcony jest omówieniu technik badawczych a wyniki badań przedstawiła w Rozdziale 5. Praca zawiera także dyskusję wyników (Rozdział 6) i wnioski (Rozdział 7).

Omówienie i ocena części teoretycznej

Część teoretyczna rozpoczyna się od omówienia odkształcalności materiałów polikrystalicznych niskotemperaturowego, wysokotemperaturowego i nadplastyczności. Omawiana literatura dotyczy głównie stopów aluminium. W rozdziale 2.3 doktorantka omawia materiały metaliczne oraz kompozyty metalowe poddawane odkształcaniu SPD. W tej części nie omawia literatury w której do odkształcenia stopów zastosowano metodę KoBo. Czy to oznacza, że takich badań nie prowadzono? Z analizy tego rozdziału nie wynika dlaczego w badaniach zastosowano właśnie metodę KoBo. Przy opisie tej metody także podano tylko informację, że technologia ta była stosowana między innymi do odkształcania stopów aluminium i kompozytów o osnowie aluminiowej. Czy to oznacza, że w literaturze nie stosowano tej metody do stopów Al-Cu? Podsumowującą tą część pracy stwierdzam, iż brakuje mi powiązania rozdziałów 2.3 z 2.4 oraz rozdziału dotyczącego tylko stopów Al-Cu. W dodatkowym rozdziale doktorantka mogłaby omówić układ równowagi (rysunek znajduje się na str.40), kolejność powstawania wydzielen, sposób obróbki cieplnej tego typu stopów, kierunki badań pod kątem potencjalnych zastosowań np. w postaci prętów. Ze względu na brak takich informacji proszę wymienić potencjalne zastosowanie stopów Al-Cu po procesie KoBo.

Uwagi edytorskie:

1. Stosowane skróty powinny znajdować się w wykazie ważniejszych oznaczeń i skrótów lub pierwszy raz cytowane powinny być podane w pełnej nazwie np. SFE czy RD-ECAP, MDF, BM, DPD itp.
2. Str. 25, 34 nie powinno się pisać „Autorzy pracy [69-69].” „Przeprowadzone przez [68-69].” lub „... była przeanalizowana w [106]”.

Część teoretyczną kończy rozdział „Cel i zakres badań”.

Celem badawczym było „poznanie zjawisk strukturalnych jakie zachodzą w odlewniczych stopach Al-Cu pod wpływem odkształcania SPD z wykorzystaniem metody KoBo”. Do realizacji celu badawczego doktorantka wytypowała 6 celów naukowych. Plan badań został przedstawiony schematycznie na Rys. 18.

Omówienie i ocena części doświadczalnej

Część doświadczalna zaczyna się od omówieniem badań własnych czyli zastosowanego materiału do badań (rozdział 4.1), jego sposobu otrzymania (rozdział 4.2) i metodyki badań (rozdział 4.3). W rozdziale tym doktorantka opisała stosowane metody badawcze do charakterystyki struktury (LM, SEM, STEM, XRD), własności fizycznych i mechanicznych (pomiary mikrotwardości, próba ściskania, statyczna próba rozciągania i badania nadplastyczności). Nie zrozumiałam dla mnie wybór metody badawczej „Pomiar konduktywności elektrycznej”. Konduktywnością nazywamy wielkość służącą do oceny własności przewodników. Jednak w recenzowanej pracy nie było to celem badawczym. Proszę o wyjaśnienie skąd taki dobór metod badań własności fizycznych i jakie informacje wnoszą wyniki konduktywności do postawionego zasadniczego celu badawczego.

Bardzo proszę o uzupełnienie informacji odnośnie badań XRD. Z jakim czasem zliczania prowadzono analizy? Na Rys. 23 przedstawiono przykładową próbkę po wykonaniu pomiarów mikrotwardości HV_{0.2}. Niestety na podstawie przedstawionego rysunku mogę stwierdzić, że doktorantka nie zapoznała się z normą PN-EN ISO 6507-1:1999. Zgodnie z Normą odległość między środkiem odcisku a krawędzią próbki powinna być co najmniej 2,5 razy większa od średniej długości przekątnej odcisku w przypadku stali, miedzi i stopów miedzi oraz co najmniej 3 razy większa od średniej długości przekątnej odcisku w przypadku metali lekkich oraz ich stopów. Odległość między środkami dwóch sąsiednich odcisków powinna być co najmniej 3 razy większa od średniej długości przekątnej odcisku w przypadku stali, miedzi i stopów i co najmniej 6 razy większa od średniej długości przekątnej w przypadku metali lekkich. Z przedstawionego rysunku nie wynika, że odpowiednie odległości zostały zachowane. W rozdziale tym brakuje mi także informacji w jaki sposób przygotowano próbki do badań EBSD.

Chociaż część wyników zaprezentowanej pracy zostały już częściowo opublikowane w recenzowanych czasopismach, to ze względu na znacznie szersze omówienie poruszanego tematu w rozprawie doktorskiej pozwolę sobie na przedstawienie własnej opinii.

Wyniki badań przedstawiono w Rozdziale 5. Rozpoczyna się on od wyników badań stopów Al-Cu po odlaniu. Doktorantka przedstawiła dwie analizy XRD na podstawie których stwierdziła „Analiza widm XRD wskazuje na to, iż mikrostruktura stopów zarówno po odlaniu jak i odkształceniu KoBo składa się z roztworu stałego fazy fcc- α Al i fazy międzymetalicznej (C16) Al₂Cu. Zawartość fazy Al₂Cu zwiększa się wraz ze wzrostem zawartości Cu.”. Przedstawione wyniki nie są podstawą do powyższego stwierdzenia. W tym

miejscu brakuje analizy ilościowej XRD dla wszystkich próbek po odlaniu i procesie KoBo. W pracy nie zamieszczono wyników XRD dla żadnej z próbek po odkształceniu KoBo. Dodatkowo brak podanego czasu zliczania nie uprawnia doktorantki to przedstawionego wniosku.

Następnie doktorantka charakteryzuje strukturę poszczególnych odlewów. Taki układ jest nieczytelny. Tym bardziej, że zakończony jest pomiarami twardości i konduktywności bez wyszczególnienia np. **Badania własności**. Na str. 48 doktorantka przedstawia przykładowe wyniki z EDS wraz z rozwiązanymi dyfrakcjami Kikuchi'ego bez komentarza. Jakie informacje wnoszą przedstawione wyniki do pracy? Wyniki analiz EDS powinny znajdować się przy omawianiu struktury każdego z odlewów. Na str. 48 znajduje się stwierdzenie „...Za pomocą badań LM wykazano, że zarówno w środku próbek jak i na brzegach struktura stopu była porównywalna” czyli porównywalna do czego? Sugerowałbym sformułowanie „Za pomocą badań LM wykazano, że zarówno w środku próbek jak i na brzegach struktura stopu nie różniła się.” Z wyników badań twardości (Tabela 6) nie wynika, że „... w stopach, wraz ze wzrostem zawartości fazy międzymetalicznej dochodzi do wzrostu twardości.” Proszę o głębszą analizę wyników, dlaczego twardość próbki Al-33%Cu spadła do 67 HV_{0,2}? Błąd stylistyczny na str. 52 „...twardość rośnie ponad dwa trzy w porównaniu..” powinno być „...twardość rośnie ponad dwu trzy krotnie w porównaniu..”

Charakterystyka mikrostruktury stopów Al-Cu odkształcanych metodą KoBo została omówiona w Rozdziale 5.2. W rozdziale tym najbardziej brakuje wyników badań z obserwacji za pomocą mikroskopu świetlnego. Wyniki uzyskane ze zglądów metalograficznych pozwoliłyby na określenie wielkości ziaren osnowy i wpływu zawartości Cu oraz odkształcenia na rozdrobnienie struktury. Wyznaczone przez doktorantkę średnie wielkości ziaren na podstawie wyników EBSD nie odzwierciedlają rzeczywistości. Z Rys. 45 a wynika, że ziarna osnowy mają wielkość około 50µm. Bazując tylko na wynikach z EBSD popełniono duży błąd. Także wyniki TEM nie potwierdzają wyników z EBSD (Rys. 49). Uwagi te odnoszą się do wszystkich próbek. Np. na str. 64 znajduje się stwierdzenie „Mikrostruktura SEM/EBSD wskazuje, że ziarna w większości przypadków są równoosiowe, a część ziaren ma wymiar nanometryczny (<100 nm) (rys. 63 b, d)” Na jakiej podstawie powyższe stwierdzenie skoro skala na Rys. 63. wynosi 2 µm. Z ilu map i w jaki sposób wyznaczano wielkości ziaren EBSD? Jak zdefiniowana ziarno? W tym miejscu chciałam się odnieść do wszystkich rysunków z SEM/EBSD, są one zbyt małe i nie widoczna jest zastosowana skala.

Proszę o wyjaśnienie zjawiska dlaczego w przypadku próbek Al-5%Cu „Zastosowanie większego stopnia przerobu (rys. 43-44) nie wpływa istotnie na zmianę struktury.” str. 53, a w innych próbkach wpływa „...że wzrost stopnia odkształcenia (wzrost λ) wpływa na rozdrobnienie zarówno fazy Al_2Cu , jak i rozdrobnienie fazy $\alpha\text{-Al}$.” str. 59.

Na str. 54 doktorantka napisała „Uzyskane techniką EBSD obrazy przedstawiają lokalną teksturę materiału i nie jest to ujęcie globalne (rys. 48).” Bardzo proszę o wyjaśnienie o jakiej teksturze jest mowa.

Kolejna nieścisłość dotyczy interpretacji wyników map zmian orientacji. Na przedstawionych mapach tekstura obserwowana jest w fazie Al_2Cu o czym świadczy intensywność koloru max.13,66 w porównaniu do Al max. 3,67 (Rys. 48). Mapy te można porównywać jeżeli mają tą samą skalę. W tekście doktorantka natomiast stwierdza „W stopie Al-5%Cu tekstura jest obserwowana dla fazy $\alpha\text{-Al}$ natomiast ziarna fazy Al_2Cu są niemal zorientowane przypadkowo”. Proszę o wyjaśnienie. Na rysunkach map nie określono kierunku wyciskania, co jest ważne przy interpretacji wyników. Także zaznaczono orientację (001), która w tych stopach nie daje refleksów, powinna być zaznaczona orientacja (002) lub grupa {001}.

Główna uwaga, dotycząca wyników badań przedstawionych w tym rozdziale, odnosi się do interpretacji wyników EBSD. Na rysunkach analizy EBSD brak opisu fazowego, nie podano kroku skanu co jest informacją bardzo ważną. Dlaczego przy rozgraniczeniu podziarna i ziarna przyjęto kąt 15° a nie jak pokazana na wynikach 5° ? Dlaczego na rysunkach analizy EBSD „f” nie nałożono granic ziaren? Brak granic ziaren utrudnia interpretację, co jest ziarnem, co podziarnem.

Błędy edytorskie:

Str. 56 podpis pod rys. 46 powinno być a-b) $\lambda=30$; c-d) $\lambda=98$

Str. 57 Rys. 49 powinien być na jednej stronie, część c) znajduje się na str.58

W rozdziale 5.3 omówiono własności mechaniczne.

Zgodnie z teorią wzrost ilości fazy międzymetalicznej powinien wpłynąć na wzrost twardości i ten efekt jest obserwowany. Jednak zbyt duży udział fazy Al_2Cu powoduje kruche pękanie. Dlatego nie powinno się stosować ogólnych stwierdzeń „Wzrost frakcji fazy Al_2Cu , wpływa na poprawę właściwości mechanicznych. Opis powinien odnosić się do próbek o zawartości Cu 5-33%. W rozdziale tym Rys.97 i Rys. 99 znajduje się na dwóch stronach – uwaga edytorska.

Część doświadczalną kończą rozdziały dyskusja wyników i wnioski. Aby praca była bardziej czytelna można byłoby połączyć dwa rozdziały wyniki badań z ich dyskusją. Doktorantka sformułowała 7 wniosków odzwierciedlających uzyskane wyniki badań. Zarówno w dyskusji wyników jak i we wnioskach nie odniosła się doktorantka do wyników badań własności fizycznych. Czy to oznacza, że przeprowadzenie tych badań nie wniosło istotnych informacji do charakterystyki stopów? W jakim celu więc je wykonano?

Główną wartością pracy jest opisanie mechanizmów umocnienia w stopach Al-Cu z różną zawartością miedzi po procesie KoBo. Zastosowane metody badawcze wskazują, iż doktorantka powinna bardziej uwzględnić komplementarność badań. Szczególnie widoczny jest brak wyników z mikroskopii optycznej. Brak także w celu badawczym uzasadnienia badań własności fizycznych.

Mimo przedstawionych uwag krytycznych stwierdzam, iż opiniowana rozprawa Pani mgr inż. Agaty Brzezińskiej pt. „Uwarunkowania strukturalne wpływające na poprawę właściwości mechanicznych odlewniczych stopów Al-Cu po zastosowaniu odkształcania SPD” spełnia wymagania ustawowe stawiane rozprawom doktorskim i wnioskuję o jej dopuszczenie do publicznej obrony przed Radą Dyscypliny Inżynieria Materiałowej Politechniki Śląskiej.

Agnieszka Kopia

