

Prof. dr hab. inż. Małgorzata Lewandowska  
Politechnika Warszawska  
Wydział Inżynierii Materiałowej

**Recenzja rozprawy doktorskiej**

mgr inż. Pawła Koprowskiego

pt.

**Mikrostruktura i właściwości mechaniczne aluminium i jego stopów po  
wyciskaniu metodą KoBo**

**Uwagi ogólne o tematyce rozprawy**

Rozprawa doktorska mgr inż. Pawła Koprowskiego dotyczy przemian mikrostruktury i właściwości aluminium i jego stopów w trakcie wyciskania metodą KoBo (wyciskanie w oscylującej matrycy) oraz wpływu mikrostruktury ukształtowanej podczas wyciskania na procesy wydzieleniowe na przykładzie stopu AA6013. Wpisuje się doskonale w dyscyplinę naukową inżynierię materiałową, której głównym zadaniem jest poznanie związków pomiędzy mikrostrukturą a właściwościami materiałów. Dotyczy bardzo aktualnego jej nurtu, tj. możliwości kształtowania mikrostruktury i właściwości materiałów metodami przeróbki plastycznej. W ostatnich 20 latach duże zainteresowanie środowiska naukowego na całym świecie przyciągnęły metody dużego odkształcenia plastycznego, nazywane także metodami SPD od angielskiej nazwy *severe plastic deformation*. Kształtowanie materiałów metodami SPD pozwala na rozdrobnienie ziarna i wytwarzanie materiałów o strukturze ultradrobnoziarnistej i nanometrycznej, które charakteryzują się bardzo wysokimi właściwościami wytrzymałościowymi w niskiej temperaturze oraz zdolnością do odkształcenia nadplastycznego przy dużej szybkości odkształcenia w podwyższonej temperaturze. Znaczącym ograniczeniem metod SPD jest ich laboratoryjny charakter i problemy ze zwiększeniem skali produkcji przejściem do zastosowań przemysłowych. Dlatego coraz częściej uwaga zwraca się w kierunku bardziej konwencjonalnych technik, jak walcowanie czy wyciskanie i próby takiego sterowania parametrami procesu, aby otrzymać materiały o pożądanych właściwościach. W tym kontekście wykorzystanie niekonwencjonalnej metody odkształcania, jaką jest KoBo, należy uznać za ciekawe podejście wpisujące się w aktualne światowe trendy w tematyce rozprawy. Dobór tematyki rozprawy doktorskiej uważam więc za w pełni uzasadniony i atrakcyjny z naukowego i aplikacyjnego punktu widzenia.

## **Najważniejsze wyniki i ocena merytoryczna pracy**

Część eksperymentalna pracy poprzedzona jest przeglądem literaturowym obejmującym zagadnienia związane z charakterystyką stopów aluminium ze szczególnym uwzględnieniem badanych w pracy stopów serii 1xxx i 6xxx, odkształceniem plastycznym materiałów w niskiej i podwyższonej temperaturze, a także metodami dużego odkształcenia plastycznego, w tym ich wpływu na mikrostrukturę, właściwości i procesy wydzieleniowe. Bazuje on na aktualnych źródłach literaturowych, w zdecydowanej większości publikacjach z uznanych czasopism. Sam zakres tej części pracy nie budzi większych zastrzeżeń. Natomiast wydaje mi się, że można go trochę inaczej ustrukturyzować. W szczególności podpunkty (2.1.4 i 2.1.5) omawiające odkształcenie plastyczne powinny być wyodrębnione do oddzielnego punktu 2.2, a nie zostać podpunktem w punkcie 2.1 dotyczącym charakterystyki stopów aluminium. Za takim wyodrębnieniem przemawia fakt, że zagadnienia te opisywane są ogólnie, a nie w odniesieniu do stopów aluminium. W tej części pracy znalazły się pewne uchybienia merytoryczne. W opisie mechanizmów odkształcenia plastycznego w temperaturach podwyższonych (2.1.5) znalazł się akapit dotyczący zdrowienia i rekrytalizacji, a przecież w żadnej mierze nie są to mechanizmy odkształcenia plastycznego, zabrakło natomiast ważnego mechanizmu - poślizgu po granicach ziaren. Nie mogę też się zgodzić z opisem pełzania dyslokacyjnego, które jest w pracy utożsamione ze zdrowieniem i rekrytalizacją. Nie wiem też, co miał na myśli autor pisząc, że „... dla aluminium uruchomienie konkretnego systemu poślizgu zależy w dużej mierze od orientacji krystalograficznej, natomiast w mniejszym od parametru Schmid'a” (strona 19). Przecież parametr Schmid'a bezpośrednio zależy od orientacji.

Kolejne zagadnienie, na które chciałam zwrócić uwagę, dotyczy wpływu intensywnego odkształcenia plastycznego na mikrostrukturę i właściwości mechaniczne materiałów. Opis mikrostruktury skupia się na mało istotnych szczegółach, nie dotykając istoty sprawy. W konsekwencji nie wiadomo, jaka właściwie tworzy się mikrostruktura (oprócz tego, że występują pasma ścinania, błędy ułożenia i granice nierównowagowe). Tymczasem istotą rzeczy jest to, że następuje rozdrobnienie ziarna, ziarna stają się (a przynajmniej powinny stać się) równoosiowe, a granice ziaren wykazują (w większości) duże wartości kąta dezorientacji. Opis właściwości mechanicznych dotyczy tylko wpływu starzenia na właściwości mechaniczne, co nie jest przecież tematem tego punktu. Lepiej byłoby przedstawić wpływ dużego odkształcenia plastycznego na właściwości, a zmiany związane z umocnieniem wydzieleniowym przedstawić w punkcie następnym (2.4).

W rozprawie doktorant stawia dość dziwaczną tezę złożoną z 3 zdań. Teza (lub hipoteza) to jedno twierdzenie - zdanie twierdzące, które należy udowodnić. Można też postawić 2 lub 3 tezy. Tutaj mamy cały akapit wyglądający na podsumowanie wyników, a nie tezę do udowodnienia. Zdanie 1 – nie bardzo rozumiem, jak mechanizmy mogą

nakładać się z odbudową i właściwie, o które mechanizmy odkształcenia chodzi? Zdanie 2 – jak doktorant rozumie pojęcie gęstość granic ziaren? Nie zgadzam się także, że zmiana parametrów wyciskania może wpływać na procesy wydzieleniowe. To mikrostruktura ukształtowana w procesie wyciskania może wpływać na procesy wydzieleniowe. Zdanie 3 jest oczywiste – dobór parametrów każdego procesu pozwala na kontrolę mikrostruktury i właściwości, nie ma więc powodów, aby metoda KoBo była wyjątkiem, a na pewno nie wynika to z przedstawionego przeglądu literaturowego. Generalnie nie ma obowiązku stawiania tezy w rozprawie doktorskiej i czasami lepiej jej nie postawić niż stawiać na siłę.

Cel ogólny pracy, jakim było scharakteryzowanie struktury i właściwości mechanicznych 3 materiałów poddanych przeróbce plastycznej metodą KoBo, został poprawnie sformułowany. Praca ma dostarczyć nowej wiedzy o badanych materiałach i metodzie przeróbki plastycznej. Ale już cele szczegółowe, takie jak odkształcenie materiałów, analiza mikrostruktury itp., są raczej zadaniami badawczymi, a nie celami. Do badań wybrano 3 materiały – aluminium o czystości 6N i czystości technicznej (AA1070) oraz stop do umacniania wydzieleniowego AA6013. Ten ostatni materiał jest najciekawszy z punktu widzenia zachodzących w nim przemian. Jemu też poświęcono największą i najbardziej wartościową część pracy. Zakres badań obejmował przygotowanie materiałów wsadowych (Al6N zostało zakupione, a pozostałe materiały odlane) wraz z konwencjonalnym wyciskaniem, następnie przeprowadzono odkształcenie metodą KoBo (dla Al6N i AA1070 zastosowano te same, jedne, warunki odkształcenia, natomiast dla stopu AA6013 zastosowano 2 częstotliwości oscylacji matrycy). Dodatkowo dla stopu 6013 zastosowano 2 warianty obróbki cieplnej przed odkształceniem KoBo – przesycanie lub przesycanie i wstępne starzenie w temperaturze 160°C przez 2 godziny. Próżno jednak w pracy szukać uzasadnienia, dlaczego zastosowano wstępne starzenie. Nie ma też informacji, jaki był czas pomiędzy zabiegiem przesycania a odkształceniem KoBo lub wstępnym starzeniem. W przypadku stopów serii 6xxx ten parametr jest niezwykle istotny z punktu widzenia zachodzących procesów wydzieleniowych i dlatego jego kontrola jest niezwykle ważna. A już w ogóle nie rozumiem, dlaczego materiałem referencyjnym był odlew. Stop 6013 jest typowym stopem do przeróbki plastycznej i naturalnym kandydatem na materiał referencyjny był ten po konwencjonalnym wyciskaniu i obróbce typu T6. Takie porównanie byłoby znacznie ciekawsze i wartościowe.

Charakterystyka wytworzonych materiałów obejmowała statyczną próbę rozciągania, pomiary twardości oraz szczegółową analizę mikrostruktury wybranych próbek z wykorzystaniem takich technik jak SEM/EBSD, TEM, DSC, XRD. Taki dobór metod badawczych uważam za w pełni adekwatny do postawionego celu głównego pracy, a doktorant wykazał się ich zrozumieniem i umiejętnością interpretacji wyników badań. Jak widać z przedstawionego opisu, zakres przeprowadzonych badań jest bardzo szeroki, co nie

ułatwia późniejszego opisu uzyskanych wyników w sposób przejrzysty i atrakcyjny dla czytelnika.

Analiza wyników dla Al6N i AA1070 skupia się głównie na wpływie odkształcenia KoBo na wielkość ziarna, udział granic o dużym i małym kącie dezorientacji, teksturę oraz właściwości mechaniczne. Mam dwie uwagi do tej części pracy. Na Rys. 6.1 widzimy bardzo ładne mapy orientacji dla Al6N po wyciskaniu konwencjonalnym z równoosiowymi ziarnami o średnicy około 40  $\mu\text{m}$ . Dalej w tekście pojawia się informacja, że średnia wielkość podziaren jest zbliżona do średniej wielkości ziarna. O czym właściwie mówi ta informacja? Co widzimy na Rys. 6.1 a i b – podziarna, ziarna, obydwa te elementy? Wydaje mi się, że warto byłoby podać, jaki ułamek powierzchni zajmowały podziarna, a jaki ziarna. Dla AA1070 (strona 51) napisano, że „średnia wielkość ziarna uzyskana po wyciskaniu konwencjonalnym jest na dwóch przekrojach zbliżona, co potwierdza brak wydłużonego charakteru ziaren”. Wydaje mi się, że o wydłużeniu ziaren mówi zupełnie inny parametr (stosunek maksymalnej średnicy do średnicy równoważnej), a dodatkowo, gdy spojrzymy na Rys. 6.6 b, widzimy wydłużone ziarna. Generalnie razi mnie używane pojęcie gęstości granic. Gęstość to stosunek masy do objętości i obawiam się, że nie o taką gęstość tutaj chodzi. Wydaje mi się, że lepiej ten parametr nazywać długość granic na jednostkę powierzchni.

Omówienie wyników dla stopu AA6013 rozpoczyna analiza parametrów podczas wyciskania KoBo. Poza suchym opisem przebiegu krzywych na Rys. 6.11 nie przedstawiono wpływu przebiegu tych krzywych na mikrostrukturę czy właściwości materiałów, a ich zamieszczenie wzbudza tylko pytanie, dlaczego krzywych tych nie analizowano dla Al6N i AA1070 i czy były one istotnie różne od krzywych dla stopu AA6013? Głębsza analiza tych krzywych pojawia się potem w dyskusji wyników, ale w moim odczuciu lepiej byłoby przenieść ją do punktu 6.3.1, bo ułatwiłaby zrozumienie dalszych niekiedy zaskakujących wyników.

Analiza współdziałania odkształcenia plastycznego i procesów wydzieleniowych jest najwartościowszą częścią recenzowanej pracy. Tym niemniej przy lekturze tego zagadnienia nasuwają się następujące uwagi:

1. Dla próbek odkształcanych metodą KoBo zarówno bezpośrednio po przesycaaniu, jak i po przesycaaniu i wstępnym starzeniu zaobserwowano istotne różnice w przebiegu krzywych starzenia dla próbek odkształcanych z częstotliwością oscylacji matrycy 2,5 Hz (brak efektu umocnienia wydzieleniowego) i 8 Hz (silny efekt umocnieniowy). Trudno natomiast dopatrzeć się istotnych różnic dla próbek wstępnie tylko przesyconych i tych przesyconych i starzonych. Co jest przyczyną takiego stanu rzeczy? dlaczego wstępne starzenie nie zmienia przebiegu krzywych starzenia po procesie KoBo, a częstotliwość oscylacji tak? Przydałoby się także chociaż wstępne wyjaśnienie, skąd procesy ponownego starzenia po procesie KoBo dla próbek

wstępnie starzonych. Na niektóre z tych pytań (w szczególności te dotyczące wpływu częstotliwości oscylacji) doktorant próbuje odpowiadać w dyskusji wyników, ale nie do końca jestem przekonana co do poprawności tych rozważań. Doktorant tłumaczy brak efektu starzenia w próbkach odkształcanych z częstotliwością 2,5 Hz procesami wydzieleniowymi zachodzącymi w trakcie KoBo. Owszem to może być przyczyną, tylko dlaczego w tych próbkach te procesy są intensywniejsze niż w próbkach odkształcanych z częstotliwością 8 Hz, skoro efekt cieplny jest większy w tym drugim przypadku. Doktorant pisze o „przesyceniu”, ale do tego niezbędne jest nagrzanie powyżej linii zmiennej rozpuszczalności i szybkie schłodzenie. Czy taki wzrost temperatury jest możliwy w metodzie KoBo i czy próbki były chłodzone wodą na wyjściu z matrycy?

2. Nie jest dla mnie jasne, dlaczego do badań mikrostrukturalnych wybrano próbki wstępnie starzone, a nie tylko przesyczone (przebiegi krzywych starzenia jak i poziomy twardości są bardzo podobne). I dlaczego nie wykonano badań mikrostruktury próbek po wstępnym starzeniu (przed procesem KoBo)? Tylko obserwacje tej próbki mogą dać podstawy do analizy procesów wydzieleniowych w próbkach po procesach KoBo. W przeciwnym razie nie wiemy, które wydzielenia utworzyły się przed, a które w trakcie lub po procesie KoBo.
3. Doktorant szczegółowo analizuje zmiany udziału granic dużego i małego kąta dla poszczególnych próbek, ale potem nie wyciąga z nich wniosków. A ta analiza mogłaby podłużyć do dyskusji na temat np. intensywności procesów zdrowienia i rekrytalizacji w różnych materiałach i różnych warunkach odkształcania.
4. Dyskusja wyników jest trudną lekturą dla czytelnika. Sugerowałabym po pierwsze część zagadnień przenieść do opisu wyników, bo tak są niezbędne, a po drugie ustrukturyzować dyskusję wyników wokół omawianych problemów, a nie szczegółowej omawiania wyników dla poszczególnych próbek. Tymi zagadnieniami do dyskusji (a zarazem podpunktami w dyskusji wyników) mogłyby być: wpływ czystości aluminium, analiza nakładania się procesów odkształcenia i odbudowy struktury (zwłaszcza że tego dotyczy pierwsze zdanie tezy, trochę niefortunnie sformułowane), wpływu mikrostruktury (ukształtowanej w procesie KoBo) na statyczne procesy wydzieleniowe (podczas starzenia po procesie KoBo), analiza dynamicznych procesów wydzieleniowych w trakcie procesu KoBo. To tylko przykładowe zagadnienia, które warto podjąć w dyskusji wyników.
5. W zasadzie brak jest w pracy odniesienia do postawionych tez, a przecież prowadzone rozważania powinny doprowadzić do stwierdzenia, czy postawiona teza została udowodniona czy nie. Owszem pojawiają się wnioski nawiązujące do niektórych tez, ale wyglądają, jakby zostały dopisane bez nawiązania do wyników.

#### Uwagi szczegółowe:

1. Na stronie 61 napisano, że „Szerokość ziarna zmierzona w kierunku prostopadłym do KW dochodzi do 200  $\mu\text{m}$ , natomiast długość przekracza 500  $\mu\text{m}$ ”. Przyglądając się Rys. 6.14 d zupełnie tego nie widać. Szerokość ziaren wydaje się dużo mniejsza. Na Rys. 6.14 c i d zaprezentowano mapy orientacji dla próbki po wyciskaniu konwencjonalnym. Pytanie, czy przesycanie i wstępne starzenie zmienia tę mikrostrukturę? Można się spodziewać, że przesycanie prowadzi do rekrytalizacji stopu. Należałoby to uwzględnić w opisie zmian udziału granic na stronie 66, bo odkształcenie KoBo nie następowało bezpośrednio po konwencjonalnym, a przedzielone było obróbką cieplną w wysokiej temperaturze. Nie ma więc sensu analiza wpływu odkształcenia KoBo w porównaniu do wyciskania konwencjonalnego.
2. Na Rys. 6.15 przedstawiono mapy orientacji próbek wyciskanych metodą KoBo z różną częstotliwością oscylacji matrycy. W opisie na stronie 65 napisano, że „dla materiału wyciskanego z częstotliwością 8 Hz zanotowano większe rozdrobnienie mikrostruktury w porównaniu do wariantu 2,5 Hz”. Tymczasem na rysunku widać odwrotną sytuację. Warto tę obserwację powiązać z właściwościami mechanicznymi po procesie KoBo, które są wyższe dla częstotliwości 8 Hz.
3. Na Rys. 6.16 przedstawiono wykres zmian wielkości ziarna po kolejnych procesach. Zaobserwować można, że próbka KoBo 2,5 Hz (TS) wykazuje wielkość ziarna 14,5  $\mu\text{m}$ , natomiast ta sama próbka po dodatkowym wygrzewaniu w 165°C przez 2 h 4,5  $\mu\text{m}$ . Skąd tak istotne rozdrobnienie ziarna tylko w wyniku procesów starzenia we względnie niskiej temperaturze? Podobną tendencję zaobserwowano dla próbek KoBo 8 Hz, ale o mniejszej intensywności.
4. Badania TEM ujawniły obecność „wydłużonych, pałeczkowanych wydzielen” po procesie KoBo z częstotliwością 2,5 Hz. Autor pisze, że to proces KoBo doprowadził do pojawienia się tych wydzielen. Zważywszy na fakt, że próbka była wstępnie starzona przed procesem KoBo nie ryzykowałabym takiego stwierdzenia bez obserwacji mikrostruktury na wcześniejszych etapach kształtowania. Te cząstki mogły powstawać przed procesem KoBo, albo nie rozpuścić się podczas przesycania. Nie wiemy, jaka była mikrostruktura na kolejnych etapach kształtowania przed procesem KoBo.

#### Uwagi redakcyjne

Recenzowana rozprawa ma układ klasyczny, typowy dla rozpraw doktorskich, obejmujący stan zagadnienia, cel i tezę pracy, materiał i metodykę badań, wyniki badań, dyskusję wyników oraz wnioski. Należy podkreślić, że praca napisana jest generalnie poprawnym językiem, czyta się ją generalnie dobrze (z wyjątkiem dyskusji wyników), jest

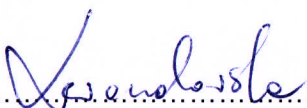
dopracowana pod względem edycyjnym, z wyjątkiem streszczeń w języku polskim i angielskim, które formatowaniem odbiegają od całości pracy. Na pochwałę zasługuje materiał ilustracyjny w postaci zdjęć mikroskopowych i map EBSD, które są bardzo dobrej jakości, a wykresy są w większości czytelne (z wyjątkiem Rys. 6.8, gdzie zupełnie nieczytelne są wartości na wykresie dla wyciskania konwencjonalnego). Sugerowałabym także zwiększyć czcionkę w opisach osi i próbek na Rys. 6.12 i 6.13. W pracy zauważyłam liczne błędy interpunkcyjne, ale nie jest to miejsce, aby szczegółowo je wymieniać. Ponieważ praca będzie poprawiana przed ostatecznym wydrukiem, to sugeruję, aby dać ją do przeczytania osobie obeznanej w zasadach interpunkcji. Zwracam także uwagę, że generalnie pomiędzy liczbą a jednostką jest spacja (z wyjątkiem % i °C), a więc piszemy na przykład 50 MPa, a nie 50MPa. Sugeruję unikać sformułowań typu 'niezwykle duży', To mało techniczne określenie, lepiej podać jakieś wartości. Podobnie lepiej operować numerami rysunków, a nie określeniami typu 'kolejny rysunek' lub poniższy rysunek. W badaniach XRD nie dostajemy widm tylko dyfraktogramy.

### **Opinia końcowa**

Pomimo dość dużej liczby uwag przedstawionych powyżej, moja opinia o rozprawie doktorskiej mgr inż. Pawła Koprowskiego jest jednoznacznie pozytywna. Doktorant zaproponował ciekawą tematykę, ambitny program badawczy i wykazał się znajomością stosowanych technik badawczych, które zostały prawidłowo dobrane. Opis otrzymanych wyników nie był łatwy ze względu na duże zróżnicowanie próbek i parametrów.

Po zapoznaniu się z treścią recenzowanej rozprawy doktorskiej mgr inż. Pawła Koprowskiego pt. „Mikrostruktura i właściwości mechaniczne aluminium i jego stopów po wyciskaniu metodą KoBo” stwierdzam, że spełnia ona wymagania formalne stawiane rozprawom doktorskim i wnoszę o jej dopuszczenie do publicznej obrony.

Warszawa, 22 czerwca 2018

..........

