

Gliwice, dn. 06.03.2018 r.

RECENZJA

pracy doktorskiej mgr. inż. Przemysława Snopińskiego pt.

“Kształtowanie struktury i własności odlewniczych stopów Al-Mg w procesach obróbki cieplnej i intensywnego odkształcenia plastycznego”

1. Podstawa opracowania

Podstawą opracowania recenzji jest pismo Dziekana Wydziału Mechanicznego Technologicznego Politechniki Śląskiej, Pani Prof. nzw. dr hab. inż. Anny Timofiejczuk z dnia 7.02.2018 r., informującego, że Rada Wydziału Mechanicznego Technologicznego Politechniki Śląskiej powołała mnie na recenzenta pracy doktorskiej mgra inż. Przemysława Snopińskiego, w przewodzie prowadzonym w dyscyplinie „Inżynieria Materiałowa”.

2. Ogólna charakterystyka pracy

Praca doktorska mgra inż. Przemysława Snopińskiego, napisana pod opieką promotorską dra hab. inż. Tomasza Tańskiego, prof. PŚ, składa się z 7 rozdziałów oraz zawiera streszczenie pracy w języku polskim i angielskim. Klasycznie po wstępie znajduje się przegląd literatury, a następnie wyodrębniono: badania własne, wyniki badań (stanowiące najdłuższą część rozprawy), podsumowanie, wnioski i literaturę. Trochę nietypowo umiejscowiono streszczenia w języku polskim i angielskim, tzn. po wnioskach a przed literaturą. Dodatkowo nie wyróżniono tych składników rozprawy w spisie treści. Nietypowe jest także zbytnie rozdrobnienie nagłówków w rozdziale 4 (Wyniki badań), których nie można nazwać podrozdziałami, gdyż nie zawierają numeracji. Autor używa skrótowych nagłówków typu: Mikrostruktura, Własności mechaniczne, Struktura – Mikroskopia świetlna, Struktura – Mikroskopia transmisyjna, Analiza XRD, Analiza mechanizmów umocnienia, itp., które powtarza w różnych zestawieniach w podrozdziałach 4.2, 4.4 i 4.4. Układ ten poniekąd może porządkować pewne wyniki badań, jednak zdaniem Recenzenta jest bardziej typowy dla raportów badawczych, w których precyzyjnie należy przyporządkować konkretne wyniki badań do konkretnych zadań badawczych. Powyższe uwagi początkowe są natury porządkowej i nie stanowią wpływu na wartość merytoryczną ocenianej rozprawy.

Praca liczy 191 stron, zawiera 104 rysunki i 32 tabele. Zdaniem Recenzenta poprawnie zbalansowano przegląd piśmiennictwa z częścią badawczą pracy, a przy tym adekwatnie dobrano materiał ilustracyjny i tablicowy, zarówno pod względem jakościowym, jak i ilościowym.

Autor odnosi się do 205 pozycji literaturowych, obejmujących zarówno pozycje źródłowe, jak i najnowsze publikacje naukowe. Odwołania obejmują klasyczne podręczniki akademickie, jak i specjalistyczne czasopisma naukowe, w tym znaczną część z ostatnich kilku lat. Mgr inż. Przemysław Snopiński odwołuje się także do 5 własnych prac współautorskich, w tym co warto podkreślić 4 opublikowanych w czasopismach z listy A MNiSZW.

Pewne zdziwienie Recenzenta wywołuje fakt, że Autor relatywnie rzadko odwołuje się do polskich pozycji literaturowych z zakresu kształtowania mikrostruktury stopów metali nieżelaznych metodami intensywnego odkształcenia plastycznego (poza kilkoma wyjątkami dostępnych podręczników akademickich i artykułów naukowych). Wydaje się, że na tym polu polska nauka wniosła duży wkład w rozwój inżynierii materiałowej na świecie. Recenzent tłumaczy ten fakt niedużym doświadczeniem Autora w całościowym postrzeganiu tematu, co często ma miejsce wśród kandydatów do stopnia naukowego, zbyt trzymających się kurczowo własnego tematu badawczego.

Praca napisana jest poprawnym językiem polskim, chociaż można w niej znaleźć pewne błędy językowe oraz edycyjne, wynikające prawdopodobnie z pośpiechu w jej redakcji. Najczęściej popełniany błąd dotyczy stosowania przyimka: *wskutek*, który powinien być pisany łącznie. Autor używa najczęściej niepoprawnego sformułowania: *w skutek*. Pozostałe błędy literowe oraz edycyjne zostały zaznaczone na egzemplarzu rozprawy dostarczonemu Recenzentowi.

3. Ocena doboru tematyki i zakresu pracy

Stopy z grupy Al-Mg należą do grupy stopów metali lekkich o dużym potencjale zastosowań w przemyśle motoryzacyjnym, morskim, lotniczym, chemicznym, itp. Stopy te ze względu na ich małą gęstość i dużą odporność korozyjną często znajdują zastosowanie w transporcie, aparaturze chemicznej, armaturze morskiej, co wynika z ich relatywnie dobrej wytrzymałości właściwej, definiowanej jako iloraz wytrzymałości do gęstości. Podwyższenie wytrzymałości właściwej w prosty sposób zależy więc od podwyższenia wytrzymałości stopów Al, która jest relatywnie niska. Powszechnie wiadomo, że metody intensywnego odkształcania plastycznego pozwalają na istotne zwiększenie wytrzymałości stopu, przy czym zawsze istotne jest na ile zwiększeniu wytrzymałości towarzyszy zmniejszenie plastyczności, decydujące o technologicznej aplikacji danego stopu do konkretnej postaci geometrycznej.

Praca doktorska mgra inż. Przemysława Snopińskiego dobrze wpisuje się w nurt badań w poszukiwaniu stopów metali lekkich o możliwie wysokiej wytrzymałości, przez rozdrobnienie ziarna. Wprawdzie stopy z grupy Al-Mg dosyć często były poddawane różnym procesom SPD (*Severe Plastic Deformation*), jednak Autor poprzez łączenie w różnej konfiguracji procesów obróbki cieplnej z techniką odkształcania przez kanał kątowy oraz zmodyfikowany kanał kątowy ze skręcaniem znalazł swój obszar badawczy, który pozwolił mu wnieść oryginalny wkład do dyscypliny: inżynieria materiałowa, co będzie przedmiotem dalszej części recenzji.

Tytuł rozprawy jest trafny i odzwierciedla jej zawartość, chociaż nasuwa się pytanie: Dlaczego do celu odkształcenia plastycznego (i to intensywnego) dobrano stopy odlewnicze? Chociaż może to być pytanie natury retorycznej, biorąc pod uwagę nakładanie się stężeń Mg, w tej grupie stopów Al-Mg, przeznaczonych do obróbki plastycznej oraz odlewniczych, może warto byłoby w sposób czytelny zapisać genezę wybrania właśnie tych stopów, czego trudno doszukać się w recenzowanej pracy. Autor dobrał stopy typu AlMg3 i AlMg5, co wydaje się rozsądne, biorąc pod uwagę niekorzystny wpływ magnezu na plastyczność tych stopów.

Co ciekawe w zasadniczej części pracy nie zdefiniowano czytelnie jej celu, co może budzić pewne rozdrażnienie czytelnika podczas jej lektury. Można znaleźć jedynie przesłanki uzasadniające celowość podjęcia tematyki rozprawy. Wyraźny cel rozprawy sformułowano dopiero w końcowej jej części, mianowicie w Streszczeniu, co nie jest zbyt fortunne, ale Recenzent traktuje ten fakt, jako mankament natury porządkowej.

Sformułowano tezę pracy w brzmieniu: „Własności wytrzymałościowe oraz plastyczność stopów Al-Mg serii 5xxx można kształtować w procesach obróbki cieplnej oraz poprzez kontrolowane rozdrobnienie ziarna z wykorzystaniem metody przeciskania przez kanał kątowy”. Tak sformułowana teza wydaje się zbyt uboga. Pierwsza jej część jest wręcz oczywista, bo przecież praktycznie każdy stop można kształtować w procesach obróbki cieplnej. W drugiej części zdaniem Recenzenta brakuje natomiast pewnej miary, która mogłaby posłużyć do kontroli rozdrobnienia ziarna, np. w odniesieniu do jakiegoś parametru mikrostruktury lub wskaźników będących miarą własności mechanicznych. Prowadzone badania doświadczalne w różnych sekwencjach dają tutaj wiele możliwości. Z drugiej strony Autor ustrzegł się jednak częstego błędu formułowania zbyt konkretnie „skrojonej” tezy pod przewidywany profil badawczy.

Zakres badawczy pracy jest szeroki. Autor prowadził trzy serie eksperymentów obejmujących zestawy wyników badań dla:

- stopów obrobionych cieplnie,
- stopów po obróbce cieplnej i odkształceniu ECAP, w różnej konfiguracji,
- stopów odkształconych metodą ECAP w warunkach zmodyfikowanej matrycy.

4. Ocena merytoryczna rozprawy doktorskiej

4.1. Ocena przeglądu piśmiennictwa

Przegląd piśmiennictwa sporządzony jest na dobrym poziomie naukowym. W zasadzie jest pełny. Obejmuje interesujące wprowadzenie czytelnika w tematykę stopów aluminium, ich mechanizmy odkształcenia oraz obejmuje najważniejsze zagadnienia technologiczne i materiałowe dotyczące kształtowania struktur ultradrobnoziarnistych. Na uwagę zasługuje dbałość o aktualne dane statystyczne (do końca roku 2017) oraz odnośniki do aktualnych pozycji literaturowych.

Pewne zastrzeżenia można mieć co do zapisu podrozdziału 2.2 Mechanizmy odkształcenia plastycznego metali. W zasadzie nie uwzględniając mechanizmów wysokotemperaturowych, wyróżnia się: poślizg dyslokacyjny i bliźniakowanie mechaniczne. Autor tymczasem traktuje łącznie mechanizmy odkształcenia wraz z innymi procesami, zdaniem Recenzenta, towarzyszącymi odkształceniu metali i ich stopów, tj. odkształcenie sprężyste, tworzenie się pasm ścinania, zanik

efektu spiętrzania dyslokacji, itp. Pewien niedosyt widoczny jest także w jasnym sprecyzowaniu, co dotychczas przebadano konkretnie w przypadku stopów AlMg3 i AlMg5. Dane zawarte w punktach 2.2 oraz 2.3 dotyczą zbyt ogólnie stopów metali nieżelaznych.

Jak już wcześniej wspomniano brakuje większych odniesień do osiągnięć polskich autorów w zakresie kształtowania stopów metali nieżelaznych metodami SPD, a także oczywistych z punktu widzenia Recenzenta danych książkowych, np.:

- M. Richert: Inżynieria nanomateriałów i struktur ultradrobnociarnistych, Wydawnictwo AGH, Kraków 2006; odzwierciedlającej zakres badawczy podjęty przez Autora niniejszej rozprawy,
- J. Majta: Odkształcanie i własności. Stale mikrostopowe - Wybrane zagadnienia, Wydawnictwo AGH, Kraków 2008; dotyczącej wprawdzie strukturalnym aspektem odkształcania plastycznego stali, jednak odzwierciedlającej w znacznej mierze mechanizmy kształtowania struktur ultradrobnociarnistych (analogiczne w różnych typach materiałów) oraz pomocnej w ilościowej ocenie wkładu poszczególnych mechanizmów umocnienia.

4.2. Ocena zastosowanej metodyki badawczej

Metodyczna część rozprawy zasługuje na szczególne wyróżnienie. Autor umiejętnie dobrał techniki badawcze do realizacji zamierzonych badań szczegółowych. Widoczny jest duży nakład pracy eksperymentalnej i metodycznej przy realizacji kolejnych etapów pracy. Dostyc klarownie Autor dobrał schematy eksperymentów (rys. 29) w sekwencji:

- przesycanie – starzenie,
- przesycanie – ECAP 6x (dla stopu AlMg5 – 2x) – starzenie,
- przesycanie – starzenie – ECAP 6x (dla stopu AlMg5 – 2x),
- ECAP 4x (dla stopu AlMg5 – 1x) w warunkach zmodyfikowanej matrycy z wyciskaniem skręcającym.

Na uwagę zasługuje trafny dobór temperatury przesycania i starzenia, gwarantujący optymalne rozpuszczenie wydzielań podczas przesycania (580°C dla stopu AlMg3 i 560°C dla stopu AlMg5) oraz odpowiednie umocnienie podczas starzenia (160 i 180°C). Szczególnie interesujące wyniki uzyskano dla stopu o mniejszej zawartości Mg, stąd słusznie większość stron poświęcona jest temu stopowi.

Realizacja zakresu pracy wymagała przeprowadzenia serii prób obejmujących: próby SPD, obróbkę cieplną, zaawansowane badania metalograficzne i własności mechanicznych. W szczególności do realizacji celu pracy zastosowano następujący warsztat metodyczny:

- analizę termiczno-derywacyjną,
- metody mikroskopii świetlnej obejmujące obserwacje metalograficzne próbek trawionych w zróżnicowanych warunkach, w tym z zastosowaniem światła spolaryzowanego,
- metodę skaningowej mikroskopii elektronowej z analizą składu chemicznego metodą EDS,
- metodę transmisyjnej mikroskopii elektronowej (w tym wysokorozdzielczej) do identyfikacji

- dyfrakcyjnej wydzieleni oraz cech podstruktury dyslokacyjnej,
- metodę rentgenowskiej analizy fazowej jakościowej wraz z wyznaczeniem wielkości kryształitów oraz odkształceń sieciowych,
 - metodę EBSD do ilościowego opisu cech mikrostrukturalnych ziarn oraz granic ziarn nisko- i szerokokątowych,
 - metodę statycznej próby rozciągania,
 - metodę pomiaru twardości metodami Vickersa i Rockwella (skala HRF).

4.3. Ocena uzyskanych wyników badań i ich dyskusji

Biorąc pod uwagę, że do badań wybrano stopy definiowane jako odlewnicze, Autor słusznie rozpoczął od przeanalizowania krzywych chłodzenia i krystalizacji, uzyskanych na podstawie przeprowadzonej analizy termiczno-derywacyjnej. Dla zakresu szybkości chłodzenia od 0,5°C/s do 1,3°C/s wyznaczono temperatury charakterystyczne oraz określono wpływ kinetyki chłodzenia na parametry mikrostrukturalne, tzn. wielkość ziarn i odległość dendrytów drugiego rzędu. Potwierdzono wpływ przyspieszonej szybkości chłodzenia na rozdrobnienie mikrostruktury.

Po ustaleniu optymalnych warunków utwardzania wydzieleniowego w oparciu o badania mikrostrukturalne i pomiary twardości Autor ustalił cechy mikrostrukturalne w badanych stopach Al-Mg. Na podkreślenie zasługuje kompleksowe wykonanie badań metalograficznych z użyciem kilku odczynników chemicznych (odczynniki Kellera, Barkera, Wecka, Zeerledera), co pozwoliło na selektywną identyfikację poszczególnych składników mikrostrukturalnych oraz ich wybranych cech morfologicznych. Wstępnego ustalenia rodzaju wydzieleni pierwotnych i wtórnych dokonano w badaniach składu chemicznego cząstek w SEM. Dalsze szczegóły podstruktury dyslokacyjnej oraz ustalenie sekwencji wydzieleniowej było możliwe dzięki zastosowaniu transmisyjnej mikroskopii elektronowej i identyfikacji fazowej metodą rentgenowską.

Szczególnie cenne wyniki badań w TEM oraz HR-TEM umożliwiły identyfikację wydzieleni umacniających oraz cech mikrostrukturalnych charakterystycznych dla materiałów odkształcanych metodami SPD, tj. komórki dyslokacyjne, formowanie się podziarn, pasma ścinania, mikropasma ścinania, pasma poślizgu, błędy ułożenia, granice niskokątowe, prążki Mory, itp. Obecność półkoherentnej fazy Al_3Mg_2 o sieci heksagonalnej odpowiedzialnej za umocnienie wydzieleniowe podczas starzenia potwierdzono w badaniach rentgenowskich w stopie AlMg3. Co ciekawe fazy tej nie zidentyfikowano w stopie o większej zawartości magnezu.

Nieodzowne badania w przypadku analizy struktur ultradrobnoziarnistych stanowią wyniki EBSD z wykorzystaniem dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych. Wyniki te stanowią istotny wkład naukowy Autora do ilościowej charakterystyki mechanizmów umocnienia stopów Al-Mg. Dostarczono przekonujących danych ilościowych dotyczących wielkości ziarn, kątów dezorientacji krystalograficznej i mikrotekstury odkształcenia. Szczególnie istotne znaczenie ma jakościowe i ilościowe określenie ewolucji struktury w funkcji kolejnych etapów ECAP, podobnie jak określenie odkształceń sieciowych metodą rentgenowską i wpływu ścieżki odkształcenia / obróbki cieplnej na wielkość kryształitów.

Zasadnicze znaczenie dla sukcesywnego rozdrobnienia struktury w kolejnych etapach ECAP mają zidentyfikowane kilkoma metodami pasma ścinania i mikropasma, których wzajemne przecięcia i obroty w sposób geometryczny fragmentują ziarna, przy stymulującym współdziałaniu procesów zdrowienia struktury dyslokacyjnej. Zastosowanie zmodyfikowanej matrycy intensyfikuje proces rozdrobnienia struktury w wyniku aktywacji większej liczby systemów poślizgu.

Wpływ różnych schematów odkształcenia i obróbki cieplnej na strukturę odniesiono do własności mechanicznych badanych stopów. Niestety nie wszystkie porównania pomiędzy zastosowanymi ścieżkami odkształcenia były możliwe. Trudno jest bowiem dokonać porównania np. pomiędzy dwoma stopami, gdy wartość skumulowanego odkształcenia wprowadzona do materiału była różna. Dla stopu AlMg3 zastosowano 6 przepustów, a dla stopu AlMg5 tylko 2. Dalsze próby odkształcania stopu o większej zawartości Mg kończyły się pękaniem próbek. W tym aspekcie pojawia się odpowiedź dlaczego stopy te zaliczane są do grupy stopów odlewniczych. Podobna sytuacja występuje po zastosowaniu zmodyfikowanej matrycy ze skrzyżowanym kanałem wylotowym, tj. liczba efektywnych przepustów wynosi 4 i 1 – odpowiednio dla stopu AlMg3 i AlMg5.

Z tego względu Autor jednoznacznie nie zdefiniował, która z zastosowanych sekwencji odkształcania była najlepsza. Chociaż byłoby to trudne do jednoznacznej oceny, brak jest podsumowania, która z zastosowanych sekwencji odkształcania byłaby najlepsza dla przyjętego kryterium. Zdaniem Recenzenta sekwencja: przesycanie + ECAP + starzenie jest najlepsza dla kryterium plastyczności, a sekwencja: przesycanie + starzenie + ECAP jest najlepsza dla kryterium maksymalnej wytrzymałości, chociaż wprowadza ona większą niejednorodność odkształcenia, potwierdzoną w badaniach EBSD. Powyższe uwagi potwierdzają uzyskane wyniki badań własności mechanicznych, tzn. statyczna próba rozciągania oraz pomiary twardości. Dla próbek odkształcanych plastycznie i obrobionych cieplnie uzyskano 3-4-krotny przyrost twardości i granicy plastyczności w odniesieniu do stanu przesyconego, co wskazuje na dużą efektywność zaprojektowanych schematów obróbki cieplno-plastycznej. Względnie dobrą plastyczność ($A = 11-12\%$) zachowuje stop AlMg3 obrobiony wg sekwencji z ECAP 6x pomiędzy operacjami przesycania i starzenia.

Ocena wpływu ścieżki odkształcenia na własności mechaniczne w przypadku zmodyfikowanej matrycy ECAP została tylko przebadana w badaniach twardości. W odniesieniu do stanu przesyconego przyrost twardości wyniósł od 2 do 3 razy. Ponadto uzyskano większy przyrost twardości niż w przypadku próbek odkształconych w matrycy konwencjonalnej, tj. bez kanału skrętnego. Wyniki twardości dla stopu AlMg3 wskazują, że nie uzyskano stanu stabilizacji twardości, co może korespondować ze stanem nasycenia ze względu na wygenerowaną gęstość dyslokacji. Niestety bezpośrednie porównanie efektywności procesu ze schematami: ECAP + obróbka cieplna jest trudne ze względu na różną liczbę etapów ECAP (a tym samym różną wartość odkształcenia skumulowanego), a także brak danych ze statycznej próby rozciągania dla próbek uzyskanych dla matrycy skrętniej.

Autor dokonał próby ilościowej oceny synergicznego wkładu poszczególnych mechanizmów umocnienia w przyrost granicy plastyczności. Chociaż końcowe wyniki obliczonej

i wyznaczonej eksperymentalnie granicy plastyczności są bardzo zbliżone wydaje się, że wyznaczenie wkładu oddziaływania poszczególnych mechanizmów umocnienia (roztworowe, odkształceniowe, od granic ziarn, wydzieleniowe) jest bardzo uproszczone. Recenzent nie neguje poczynionych obliczeń, a traktuje je jako dane wstępne do bardziej zaawansowanych analiz, które samie w sobie mogłyby tworzyć odrębną rozprawę doktorską.

4.4. Uwagi dyskusyjne i szczegółowe

Ogólnie pracę doktorską mgr inż. Przemysława Snopińskiego oceniam wysoko. Jednak podczas jej lektury nasuwają się pewne pytania dyskusyjne oraz szczegółowe (natury edycyjnej oraz inne drobne uwagi), który wyrażam poniżej:

Uwagi dyskusyjne:

- Podczas analizy termiczno-derywacyjnej zapisano (strony 62-63), że wraz ze wzrostem szybkości chłodzenia podwyższa się temperatura zarodkowania dendrytów α -Al (również tabele 5 i 6 – pierwsze wiersze). Biorąc pod uwagę większe przechłodzenie stopu należałoby oczekiwać odwrotnej tendencji.
- Wyjaśnienia wymaga dlaczego stop o większym stężeniu Mg nie wykazuje skłonności do utwardzania wydzieleniowego (nie zidentyfikowano wydzieleni faz wtórnych) w odróżnieniu od stopu AlMg3.
- Opisując efektywność rozpuszczenia cząstek podczas przesycania Autor nie precyzuje jaka część wydzieleni przeszła do roztworu stałego. Mając do dyspozycji dosyć dobre dane metalograficzne można by posłużyć się danymi procentowymi, które jasno w ilościowy sposób wskazałyby potencjał obu stopów do stosowania utwardzania wydzieleniowego. W ten sam sposób celowe byłoby procentowe określenie udziału wydzieleni faz pierwotnych. Czy część z nich ulega rozpuszczeniu podczas przesycania ?
- Własności mechaniczne wyznaczone w statycznej próbie rozciągania podano jedynie w postaci tabelarycznej (tabele 20, 21, 25, 26). Nie zamieszczono reprezentatywnych wykresów. W ten sposób niemożliwe jest określenie charakteru umocnienia, w tym np. szybkości umocnienia odkształceniowego. Dodatkowo nie wiadomo jaki był udział odkształcenia równomiernego, a jaki odkształcenia po utworzeniu szyjki. Nie podano również kształtu i wymiarów użytych próbek, co ma istotne znaczenie w przypadku stosowania próbek subwymiarowych. Zazwyczaj obserwuje się pewne zawyżenie własności wytrzymałościowych, a szczególnie plastyczności stopu.
- Podane na stronie 112 średnie wielkości ziarna wyznaczone metodą EBSD wynoszą 0,43 i 0,68 μm – odpowiednio dla stanu T9 i T8 (dla stopu AlMg3). Nie koresponduje to dobrze z histogramami rozkładu wielkości ziarna na rys. 72, gdzie można znaleźć znacznie większe wartości dla przeważającej grupy ziarn.
- Próbki w stanie T8, tzn. przesycane + ECAP 6x + starzone, charakteryzują się zrekrytalizowaną jednorodną strukturą, np. rys. 70c (w odróżnieniu od stanu T9 o dużym stopniu niejednorodności). W rozprawie podano jednak tylko wynik końcowy, tj. po

starzeniu. W takim układzie nie wiadomo, czy uzyskanie nowych ziarn z granicami szerokokątowymi nastąpiło w wyniku rekrytalizacji po starzeniu (jak jest sugerowane), czy zostało zapoczątkowane już wcześniej podczas ECAP. Brakuje tutaj stanu pośredniego, tzn. po ECAP, a przed starzeniem. Wtedy można by nawet ewentualnie ocenić wkład rozdrobnienia od ECAP + dodatkowe rozdrobnienie od rekrytalizacji aktywowanej termicznie.

- W przypadku wyznaczania wielkości krystalitów i odkształcenia sieciowego metodą rentgenowską nie podano analizy statystycznej błędu wyznaczania, chociażby współczynnik determinacji R^2 .
- Odnośnie wydzieleni umacniających podczas starzenia, pewną nadinterpretacją jest sformułowanie użyte we Wnioskach, że wydzielenia fazy β' są równomiernie rozłożone w osnowie. Wydzielenia te zidentyfikowano tylko incydentalnie; w rozprawie nie występuje potwierdzenie graficzne, że wydzielenia są rozmieszczone równomiernie. Dodatkowo błędnie rozwiązano dyfrakcję na rys. 62b.
- Podsumowanie dosyć dobrze spełniło swoją rolę. Brakuje jednak odniesień do analogicznych stopów badanych w literaturze metodami SPD. Czy uzyskane rozdrobnienie w niniejszej pracy (ewentualnie odkształcenia sieci) jest większe, czy mniejsze, czy porównywalne z doniesieniami literaturowymi ?
- Wnioski są dosyć ogólne i zachowawcze, a przecież uzyskano konkretne, interesujące wyniki. Mimo wszystko szkoda, że Autor nie pokusił się o pewne zbiorcze zestawienie i porównanie obu stopów, a przede wszystkim efektywności rozdrobnienia i umocnienia struktury dla zastosowanych 3 schematów odkształcenia (mimo pewnych ograniczeń), tzn. które rozwiązanie jest optymalne: przesycanie + ECAP + starzenie, czy przesycanie + starzenie + ECAP, czy zmodyfikowany ECAP skretny bez obróbki cieplnej.

Uwagi szczegółowe:

- Strona 7, ostatni akapit nie pasuje do treści powyżej.
- Strona 14, w przypadku niedopasowania promieni atomowych względem Al, Autorowi prawdopodobnie chodziło o Si, a nie o Mn, który ma bardzo zbliżony promień atomowy do Al.
- Strona 20, Autor niepoprawnie używa sformułowania *zabieg*, które jest ściśle zdefiniowane w obróbce cieplnej.
- Strona 35, omyłkowo oznaczono skróty ECAP i HPT.
- Strona 39, użyto niefortunnego sformułowania: *ECAP wprowadza dużą ilość defektów punktowych do mikrostruktury ...*
- Strona 48, Autor nie definiuje jakim stężeniem się posługuje: masowe czy atomowe; kilka razy w treści rozprawy (np. strona 54).
- Rysunek 29, w przypadku stopu AlMg5 oznaczenie wariantu powinno być ECAP 2x, nie ECAP 6x.
- Strona 58, nie podano jaką metodą dokonano pomiaru wielkości ziarna.

- Strony 62-63, punkty charakterystyczne w tekście oznaczono I, II, II, podczas gdy na opisywanych rysunkach zastosowano oznaczenia: 1, 2, 3, itd.
- Rysunki 44-46, błędy edycyjne w podpisach pod rysunkami: brak odniesień do *d*), *e*), *f*).
- Strona 77, raczej powinno być *temperaturę rozpuszczania fazy Al₃Mg₂*, niż *temperaturę topnienia fazy Al₃Mg₂*.
- Rysunek 57, czy efekt na granicach ziarn pochodzi od efektu trawienia czy jest wynikiem wydzielania cząstek podczas starzenia ?
- Tabela 17, anomalia w przebiegu twardości dla próbki przesycaanej z temperatury 540°C i starzonej przez 8 godzin.

Poruszone uwagi mają głównie charakter dyskusyjny oraz szczegółowy i tym samym nie umniejszają mojej wysokiej oceny pracy doktorskiej mgra inż. Przemysława Snopińskiego. Wynikają one z obszerności problematyki podjętej w pracy, która charakteryzuje się wysokim poziomem dyskusji merytorycznej na dużym stopniu uszczegółowienia.

5. Główne osiągnięcia pracy

Do najważniejszych osiągnięć pracy doktorskiej mgra inż. Przemysława Snopińskiego zaliczam udokumentowane rozwiązanie problemu naukowego obejmującego opracowanie ewolucji struktury dwóch stopów z grupy Al-Mg, poddanych złożonym sekwencjom intensywnego odkształcenia plastycznego w procesie ECAP oraz obróbki cieplnej. Szczególnie cenna jest identyfikacja rozwoju struktury w zmodyfikowanym procesie ECAP, obejmującym wylotowy kanał skrętny (badania prowadzono we współpracy z VSB – Ostrava). Zastosowanie tego rozwiązania skutkuje dodatkowym rozdrobieniem struktury w porównaniu do klasycznych rozwiązań ECAP. W sposób uporządkowany przeanalizowano zmiany strukturalne towarzyszące kolejnym etapom odkształcenia plastycznego, które identyfikowano zarówno w aspekcie jakościowym, jak i ilościowym. Na uwagę zasługuje wysoki poziom warsztatu naukowego, szczególnie w zakresie zastosowanej metodyki HR-TEM, badań dyfrakcyjnych w TEM oraz badań rentgenowskich, a także z zastosowaniem metody EBSD.

Kompleksowe użycie tych metod pozwoliło na monitorowanie rozwoju fragmentacji ziarn, w tym na opracowanie ewolucji granic ziarn niskokątowych oraz szerokokątowych. Dowiedziono w ten sposób, że rozdrobnienie ziarn następuje w wyniku przegrupowania się dyslokacji tworzących ścianki dyslokacyjne. W miarę akumulacji odkształcenia komórki dyslokacyjne ulegają transformacji w nowe ziarna oddzielone granicami szerokokątowymi. Modyfikacja matrycy ECAP wpłynęła korzystnie na efektywność rozdrobnienia struktury, poprzez aktywację większej liczby systemów poślizgu generowanych w kolejnych cyklach odkształcenia.

6. Wniosek końcowy

Podsumowując osiągnięcia pracy doktorskiej mgra inż. Przemysława Snopińskiego biorę pod uwagę, że Autor rozwiązał oryginalny problem naukowy, sprowadzający się do kompleksowej analizy rozwoju mikrostruktury dwóch stopów aluminium o stężeniu magnezu wynoszącym 3 i 5%,

poddanych niekonwencjonalnym procesom obróbki cieplno-plastycznej w zakresie dużych odkształceń plastycznych. Dowiódł, że możliwe jest rozdrobnienie stopów AlMg3 i AlMg5 do skali ultradrobnoziarnistej, przy czym finalny efekt zależy istotnie od sekwencji odkształcenia (bez lub z obróbką cieplną obejmującą przesycanie i starzenie), oraz od rodzaju zastosowanej matrycy ECAP.

Rozwiązanie problemu naukowego wymagało dużej wiedzy teoretycznej z zakresu metaloznawstwa stopów metali nieżelaznych i strukturalnych aspektów odkształcenia plastycznego, metodycznego prowadzenia eksperymentu przy użyciu zaawansowanej aparatury naukowo-badawczej oraz umiejętności prowadzenia pracy naukowej i wyciągania właściwych wniosków. Biorąc powyższe pod uwagę stwierdzam, że mgr inż. Przemysław Snopiński 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., wobec czego wnioskuję do Rady Wydziału Mechanicznego Technologicznego Politechniki Śląskiej o dopuszczenie mgra inż. Przemysława Snopińskiego do publicznej obrony.

dr hab. inż. Adam Grajcar, prof. PŚ

