

Prof. dr hab. inż. Sebastian Mróz

Częstochowa, 04.08.2022 r.

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Marty Ciemiorek-Bartkowskiej
pt.: „*Anisotropy of Mechanical Properties and Formability of Ultrafine-Grained Plate
Made of Aluminium Alloys*” – wykonana na zlecenie Z-cy Przewodniczącej Rady
Naukowej Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Warszawskiej
prof. dr hab. inż. Anny Boczkowskiej z dnia 22 czerwca 2022 r.

Wzrost właściwości wytrzymałościowych odkształcanych metali można uzyskać między innymi na drodze rozdrobnienia mikrostruktury przy zastosowaniu dużych odkształceń plastycznych - SPD (*Severe Plastic Deformation*). Do metod SPD zaliczane jest wiele procesów przeróbki plastycznej, znacząco różniących się w swoim przebiegu, jednak ich wspólną cechą jest zadanie dużych odkształceń materiałom w ściśle określonych warunkach. Do tej grupy należy zaliczyć m.in. wyciskanie przez kanał kątowy ECAP (*Equal Channel Angular Pressing*), kucie wieloosiowe MF (*Multiaxial Forging*), akumulacyjne walcowanie pakietowe ARB (*Accumulative Roll Bonding*), akumulacyjne wyciskanie przeciwbieżne ABE (*Accumulative Back Extrusion*), a także wiele innych. Niestety, wskazane metody wciąż są na etapie badań laboratoryjnych i brak jest szerszych informacji na temat wdrożenia ich do praktyki przemysłowej. Badania jakich podjęła się Doktorantka są skupione na doborze warunków i parametrów procesowych, dzięki którym przybliży się możliwość wdrożenia dwóch metod opartych na zmodyfikowanym ECAP do wytwarzania materiałów ze stopów aluminium charakteryzujących się strukturą ultra drobnoziarnistą (UFG), które następnie będzie można zastosować w procesach formowania plastycznego. Stąd też tematykę pracy należy uznać za uzasadnioną i bardzo aktualną.



Podstawą pracy jest 6 artykułów opublikowanych w bardzo wysoko punktowanych czasopismach i charakteryzujących się wysokim wskaźnikiem oddziaływania IF. We wszystkich artykułach Doktorantka jest pierwszą autorką, a Jej wkład merytoryczny został potwierdzony przez promotora pracy Panią prof. dr hab. inż. Małgorzatę Lewandowską. Recenzowana praca, oprócz wymienionych już artykułów, składa się ze streszczenia w języku polskim oraz angielskim, wstępu, sześciu rozdziałów, wniosków oraz spisu literatury. Należy podkreślić, że praca napisana jest w języku angielskim, a książkowa jej postać na pewno będzie miała możliwość szerszego rozpowszechnienia w porównaniu do tradycyjnych prac doktorskich. W tym miejscu należy również zauważyć, że artykuły będące podstawą rozprawy podlegały już ocenie merytorycznej przez recenzentów poszczególnych czasopism. Cytowana literatura w części wprowadzającej rozprawy (98 pozycji) jest bardzo aktualna, a sam jej dobór jest jak najbardziej adekwatny do tematyki rozprawy. Znaczna liczba publikacji dotycząca analizowanych zagadnień potwierdza również aktualność tematyki badawczej podjętej przez Doktorantkę. Bibliografia w głównej mierze składa się z najnowszych pozycji światowej literatury, które zostały opublikowane w czasopismach charakteryzujących się wysokim IF w okresie ostatnich 10 lat. W żadnej pozycji Doktorantka nie występuje jako współautorka.

Tematyka rozprawy skupia się na zastosowaniu dwóch zmodyfikowanych metod ECAP do wytworzenia materiałów UFG z komercyjnych stopów aluminium. Doktorantka do badań wykorzystała metody opracowane w Politechnice Warszawskiej: I-ECAP oraz mt-ECAP z następnym spęczaniem. Badania wykonano na dwóch stopach aluminium, tj. AA3003 oraz AA5754, a także na materiale modelowym jakim było aluminium AA1050. Celem badań był dobór warunków odkształcenia oraz parametrów procesowych zapewniających uzyskanie izotropowych właściwości materiałów, a następnie wykazanie możliwości ich dalszego kształtowania plastycznego na podstawie próby misczkowania.

Przed postawieniem tezy pracy, w przeglądzie literatury, Autorka bardzo szczegółowo omówiła materiały UFG, dokonała ich charakterystyki pod względem strukturalnym i wytrzymałościowym. Doktorantka opisała charakterystykę ich umocnienia



oraz wpływu prędkości odkształcenia na ich odkształcalność. W kolejnym rozdziale Autorka omówiła metody SPD, słusznie w głównej mierze skupiając się na metodzie ECAP, jako podstawowej do realizacji badań. W kolejnym podrozdziale Doktorantka omówiła wpływ anizotropii na wady wyrobów tłoczonych (na podstawie próby mieszczkowania). W ostatnim rozdziale Autorka skupiła się na odkształcalności materiałów UFG, również słusznie wykorzystując do tego krzywą odkształceń granicznych. Niestety w rozdziale dotyczącym przeglądu literatury brak jest podsumowania, w którym to mgr inż. Marta Ciemiorek-Bartkowska mogłaby uzasadnić główne kierunki i konieczność przeprowadzenia badań w analizowanej tematyce rozprawy. Podsumowanie takie można znaleźć w każdym z 6 artykułów, które są podstawą dysertacji. Pomijając fakt braku wyszczególnionego podsumowania w przeglądzie literatury stwierdzam, że przegląd ten został wykonany bardzo starannie wskazując trendy oraz braki w prowadzonych badaniach naukowych w krajowych oraz światowych ośrodkach badawczych.

Cel pracy zdefiniowano jako „... *manufacture ultrafine-grained aluminium alloys plates characterized by low anisotropy and improved ductility, and to subject them to forming tests*”. Tak postawiony cel jest w pełni uzasadniony w kontekście zrealizowanych badań, jednakże mogłaby pojawić się dodatkowa informacja, tak jak w tezie pracy, w stosunku do czego ma nastąpić poprawa odkształcalności, „... *to a material of conventional grain size.*”

Tezę pracy stanowi stwierdzenie „... *an isotropic microstructure of ultrafine-grained plates together with proper external conditions, i.e. strain rate and temperature, will make possible to increase ductility and obtain a formability at least equivalent to a material of conventional grain size.*” Należy stwierdzić, że wykonane przez Autorkę badania były jednoznacznie ukierunkowane na zrealizowanie założonego celu i udowodnienia tezy pracy. W tym celu Doktorantka zrealizowała bardzo szeroki zakres badań doświadczalnych i teoretycznych w postaci:

- wytworzenia materiałów ze stopów aluminium o strukturze UFG z wykorzystaniem zmodyfikowanych metod ECAP,

- kompleksowych badań strukturalnych i rentgenograficznych z wykorzystaniem EBSD, TEM,
- określeniu anizotropii oraz odkształcalności otrzymanych materiałów z wykorzystaniem statycznej próby rozciągania oraz próby miseczkowania,
- określeniu wpływu prędkości odkształcenia i temperatury na plastyczność otrzymanych materiałów,
- symulacji numerycznych z wykorzystaniem MES.

Schemat badań, co prawda w bardzo uproszczonej formie, Doktorantka przedstawiła na rys. 27. Należy tutaj podkreślić zastosowanie przez Doktorantkę najnowszej aparatury oraz wielu technik badawczych dających możliwość wzajemnego uzupełnienia, co umożliwiło kompleksowe ujęcie analizowanego tematu. Wykonane eksperymenty przeprowadzono bardzo starannie, co umożliwiło otrzymanie wyników o wysokim poziomie naukowym.

Jako główne osiągnięcie naukowe Doktorantki uznaję wyjaśnienie mechanizmów zapewniających zwiększenie odkształcalności materiałów o strukturze UFG oraz zmniejszenie ich anizotropii, w porównaniu do tradycyjnych materiałów CG. Doktorantka wykazała, że zastosowanie zmodyfikowanych metod ECAP zapewnia otrzymanie materiałów z badanych stopów aluminium charakteryzujących się na tyle dużą plastycznością, że można je wykorzystać do dalszych procesów przeróbki plastycznej, co wykazała w próbach miseczkowania. Autorka określiła zakres temperatur, przy których otrzymane materiały UFG zwiększają swoją odkształcalność, nie tracąc przy tym zbyt wiele właściwości wytrzymałościowych. Do cennych informacji należą również wyniki badań określające wpływ prędkości odkształcenia na plastyczność badanych materiałów. Tym samym stwierdzam, że przedstawione wyniki badań mają dużą wartość poznawczą. Należy również podkreślić, że dogłębna analiza w wielu przypadkach jest podparta poprzez cytowaną literaturę. Chciałbym również podkreślić, że Doktorantka nie ogranicza się tylko do analizy własnych wyników, ale konfrontuje je z wynikami innych autorów, co zamieszcza na stosownych rysunkach. Dzięki temu w jednoznaczny sposób wykazała przydatność zastosowanych zmodyfikowanych metod ECAP do



otrzymania materiałów ze stopów aluminium charakteryzujących się strukturą UFG, które można następnie kształtować plastycznie. Pod tym względem zastosowane metody można porównać do metody ARB, jednakże w przypadku metody ARB wadą jest uzyskanie silnie anizotropowych właściwości typowych dla struktur walcowanych. Tym samym stwierdzam, że otrzymane wyniki badań jednoznacznie potwierdzają zrealizowanie ambitnego celu oraz udowadniają postawioną tezę pracy.

Uwagi do pracy:

Praca została przygotowana bardzo starannie, poprawnie pod względem redakcyjnym i językowym, jednakże Autorka nie ustrzegła się pewnych nieścisłości, a niektóre zagadnienia nie zostały wyjaśnione w sposób wyczerpujący:

I. Uwagi o charakterze ogólnym:

- 1) Autorka wykorzystuje do otrzymania materiałów UFG dwie zmodyfikowane metody ECAP oraz 3 gatunki aluminium. W celu większej możliwości uogólnienia otrzymanych wyników wszystkie materiały powinny być badane w dwóch procesach ECAP. Ponadto, Autorka stwierdza, że materiałem modelowym jest aluminium AA1050, jednakże i w tym przypadku materiał ten zastosowano tylko w jednej metodzie ECAP. Stąd też brak możliwości jednoznacznego stwierdzenia jak zastosowane metody ECAP wpływają na możliwość zmniejszenia anizotropii dla różnych stopów aluminium.
- 2) Autorka stwierdza, że procesy ARB muszą być realizowane poniżej temperatury rekrytalizacji materiałów (str. 27). Jak to stwierdzenie można odnieść do prac dotyczących walcowania stopów magnezu?
- 3) Celem pracy było wykazanie możliwości wykorzystania otrzymanych materiałów UFG do dalszych procesów przeróbki plastycznej i wdrożenia do warunków przemysłowych. Wszystkie badania przeprowadzono w warunkach laboratoryjnych (TRL=4). Proszę o komentarz jak Doktorantka widzi możliwość wdrożenia zmodyfikowanej metody mt-ECAP z dodatkowym spęczaniem, gdzie otrzymujemy wyrób o owalnym kształcie, a więc odpad będzie bardzo duży. Czy konieczność dalszej przeróbki pla-

stycznej w podwyższonych temperaturach jest ekonomicznie opłacalna, pomijając efekt rozrostu ziarna i zmniejszenia właściwości wytrzymałościowych?

4) W artykule nr 1 wykazano, że już po 4 przepuszczeniu uzyskano wystarczające rozdrobnienie struktury oraz zminimalizowano anizotropię próbek. Rozpatrując komercyjne zastosowanie opracowanej metody, czy uzasadnione jest wykonanie 4 kolejnych przepustów? Dla stopów Al zmniejszono liczbę przepustów do 4.

5) Doktorantka do prób miseczkowania mechanicznie redukuje grubość otrzymanych materiałów (artykuły 4-6). W warunkach przemysłowych taki zabieg nie będzie ekonomicznie opłacalny. Stąd też nasuwa się pytanie, czy możliwe będzie otrzymanie materiałów o tak małej grubości w zaproponowanych metodach ECAP, gdzie blachy wsadowe będą miały grubość 0,4-0,5 mm?

6) W artykułach 4 i 5 prędkość rozciągania próbek jest taka sama, jednakże wyliczone prędkości odkształcenia są różne, proszę o komentarz.

7) Autorka „sztucznie” wprowadza wstępną chropowatość do materiałów po zmodyfikowanych procesach ECAP. Tym samym nie można porównać ich wpływu na ten parametr. Dodatkowo chropowatość odkształczanych materiałów zależy nie tylko od zastosowanego środka smarującego, ale również od chropowatości narzędzi. Jaka była ich chropowatość?

II. Uwagi o charakterze szczegółowym:

1) Autorka zamiennie używa (nawet w tym samym artykule) określenia *plate* i *sheet*. Proszę o wyjaśnienie różnic w stosowanym nazewnictwie.

2) Streszczenie w języku polskim: jest szybkość odkształcenia, powinno być prędkość odkształcenia, jest „uch”, jest wielozakrętowego przeciskania, powinno być wielokanałowego, jest płytek, płyt?

3) Rys. 8 i 33a – brak objaśnień.

4) Wzór 10 – podano jak wyznaczane jest odkształcenie w metodzie HPT, a jak wyznaczane jest odkształcenie w zmodyfikowanych metodach ECAP, które są podstawą pracy?



5) Artykuł 6, rys. 8f – brak jednostek na osi Y.

Wnioski końcowe:

Biorąc pod uwagę aktualność doboru tematu, który ma bardzo istotne znaczenie poznawcze, właściwą i wartościową tezę rozprawy, która została w pełni udowodniona, a także umiejętności Doktorantki, która:

- wykazała bardzo dobre opanowanie warsztatu naukowego w dyscyplinie inżynieria materiałowa,
- potrafiła zastosować wiele nowoczesnych metod badawczych do analizy struktury i właściwości w badanych stopach aluminium, co umożliwiło poszerzenie wiedzy w zakresie wpływu zastosowania metod ECAP na zmniejszenie anizotropii oraz zwiększenia odkształcalności przerabianych plastycznie materiałów UFG,
- sformułowała poprawne i wartościowe wnioski wynikające z wyników bardzo szerokiego zakresu badań doświadczalnych i teoretycznych, stwierdzam, że przedstawiona do recenzji praca doktorska pt.: „*Anisotropy of Mechanical Properties and Formability of Ultrafine-Grained Plate Made of Aluminium Alloys*” spełnia wszystkie wymagania stawiane rozprawom doktorskim przez ustawę o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki, a także ustawy prawo o szkolnictwie wyższym i nauce i wnioskuję o dopuszczenie mgr inż. Marty Ciemiorek-Bartkowskiej do publicznej obrony.

Jednocześnie wnioskuję do Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa na Politechnice Warszawskiej o **przyznanie wyróżnienia recenzowanej przeze mnie rozprawy doktorskiej** Pani mgr inż. Marty Ciemiorek-Bartkowskiej pt.: „*Anisotropy of Mechanical Properties and Formability of Ultrafine-Grained Plate Made of Aluminium Alloys*”.

Doktorantka w ramach rozprawy wykorzystwała szeroki zakres technik i metod badawczych znacznie wykraczających poza ramy dyscypliny inżynieria materiałowa (modelowanie numeryczne). Umożliwiło to od strony teoretycznej i doświadczalnej

wyjaśnienie wpływu zastosowania zmodyfikowanych metod ECAP na zwiększenie odkształcalności i zmniejszenie anizotropii badanych materiałów. Umożliwiło to również wyjaśnienie występujących zjawisk, co niewątpliwie jest nowością na skalę światową. Uwzględniając powyższe stwierdzam, że recenzowana praca doktorska posiada udokumentowane walory naukowe, wykraczające poza wymagania stawiane rozprawom doktorskim.

Potwierdzeniem nowości i jakości otrzymanych wyników są współautorskie publikacje Doktorantki w uznanych czasopismach charakteryzujących się wysokim IF, oraz liczbą punktów 140, co powoduje, że sumaryczna liczba punktów znacznie przekracza 240.

