



AGH

**AKADEMIA GÓRNICZO–HUTNICZA
IM. STANISŁAWA STASZICA W KRAKOWIE**

**WYDZIAŁ ODLEWNICTWA
KATEDRA TWORZYW FORMIERSKICH, TECHNOLOGII FORMY I ODLEWNICTWA METALI NIEŻELAZNYCH**

DR HAB. INŻ. ALDONA GARBACZ-KLEMPKA, PROF. AGH

Kraków, 2.01.2025 r.

RECENZJA

**rozprawy doktorskiej mgr inż. Kamili Limanówki pt.
*Wpływ mikrodotyków na zmiany strukturalne stopów
aluminium-magnez serii 5xxx o podwyższonej zawartości
magnezu przeznaczonych do przeróbki plastycznej***

Promotor rozprawy dr hab. inż. Anna Góral, prof. instytutu

Promotor pomocniczy dr inż. Sonia Boczkal

Podstawą formalną opracowania opinii jest pismo Z-cy Dyrektora ds. Ogólnych Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej Polskiej Akademii Nauk z dnia 6 listopada 2024 roku (DP.520.3.2024), informujące o wyznaczeniu na recenzenta rozprawy doktorskiej mgr inż. Kamili Limanówki, pt. „Wpływ mikrodotyków na zmiany strukturalne stopów aluminium-magnez serii 5xxx o podwyższonej zawartości magnezu przeznaczonych do przeróbki plastycznej” na podstawie uchwały Rady Naukowej Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej im. A. Krupkowskiego PAN w Krakowie z dnia 17 października 2024 r.

Podstawę prawną stanowi Ustawa z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz.U. 2023 poz. 742 z późn. zm.).



Akademia Górniczo–Hutnicza | Wydział Odlewnictwa

KATEDRA TWORZYW FORMIERSKICH, TECHNOLOGII FORMY I ODLEWNICTWA METALI NIEŻELAZNYCH
ul. Reymonta 23, 30–059 Kraków,
tel. +48 12 617 2774, tel.+48 12 617 2701
e-mail: agarbacz@agh.edu.pl, www.agh.edu.pl

1. Uzasadnienie wyboru tematu rozprawy doktorskiej

Stopy aluminium z magnezem są przeznaczone zarówno do przeróbki plastycznej, jak i do odlewania. Mają korzystny stosunek wytrzymałości do masy właściwej oraz pożądane właściwości użytkowe, do których należą podwyższone właściwości mechaniczne stopów nie obrabianych cieplnie. Charakteryzują się również wysoką odpornością na korozję w środowisku wody morskiej i w atmosferze, a więc i wysoką trwałością, a także dobrą spawalnością oraz podatnością na głębokie tłoczenie. Z tych względów znajdują zastosowanie w przemyśle samochodowym, lotniczym, a także morskim. Ze względu na ich bardzo dobrą podatność na anodyzowanie spełniają dodatkowe kryterium estetyczne. Bardzo istotne znaczenie ma tu również możliwość recyklingu stopów aluminium, a więc pozytywny wpływ na środowisko naturalne. Nie bez znaczenia jest więc poprawa właściwości mechanicznych stopów i docelowo poszerzanie możliwości ich zastosowania.

Problematyka opracowania stopu z grupy aluminium-magnez o optymalnym składzie chemicznym, zapewniającym stabilne właściwości mechaniczne po przeróbce plastycznej na zimno jest istotnym zagadnieniem, ważnym m.in. z punktu widzenia rozwoju przemysłu. Wyniki tych badań, prowadzące do wyznaczenia nowego korzystnego składu stopu aluminium z podwyższoną zawartością magnezu oraz udziału mikrododatków mają na celu potwierdzenie, że nowe stopy mogą z powodzeniem zastąpić stopy znormalizowane w zastosowaniach motoryzacyjnych, lotniczych i innych, zapewniając równocześnie wyższe właściwości wytrzymałościowe.

Dodatkowo opracowanie technologii odlewania oraz przeróbki plastycznej na zimno, nowych stopów Al-Mg o wyższej niż standardowa zawartości Mg z mikrododatkami, stworzyło możliwość wdrożenia do produkcji zoptymalizowanych stopów z uwzględnieniem zarówno aspektów technologicznych, jak i ekonomicznych. W rezultacie przeprowadzonych prac w Sieci Badawczej Łukasiewicz - Instytucie Metali Nieżelaznych wdrożono i udostępniono w ramach nowej oferty technologicznej trzy nowe, nowoczesne stopy aluminium o podwyższonej zawartości magnezu z udziałem mikrododatków.

Badania Pani mgr inż. Kamili Limanówki, zgodne z wymaganiami w zakresie podnoszenia właściwości mechanicznych przy równoczesnym zmniejszeniu masy stopów aluminium, pod względem zastosowania w produkcji oraz warunkami w zakresie ochrony środowiska, podkreślają też znaczenie doboru materiałów w zrównoważonym rozwoju.

Z przedstawionych względów uważam, że dokonany przez Panią mgr inż. Kamilę Limanówkę wybór problematyki badawczej i tematu rozprawy doktorskiej jest w pełni uzasadniony, z perspektywy zarówno poznawczej, jak i aplikacyjnej.

2. Ogólna charakterystyka i ocena formalna pracy

Recenzowana rozprawa obejmuje 110 stron, składa się z części teoretycznej (1. Wstępu oraz 3. Przeglądu literatury), obejmującej 21 stron oraz części badawczo-eksperymentalnej (4. Materiał i metody badawcze; 5. Wyniki badań eksperymentalnych; 6. Dyskusja wyników, 7. Podsumowanie i wnioski, 8. Aspekty wdrożeniowe) obejmującej razem 70 stron. Część teoretyczna stanowi zatem 19,1% całości rozprawy, natomiast część empiryczna 63,6%. Wprowadzeniem do części badawczej pracy jest przedstawienie tezy i celu pracy (3. Teza i cel pracy). Pracę rozpoczyna wykaz skrótów i oznaczeń, a kończy spis literatury. Układ pracy jest prawidłowy, co więcej starannie przemyślany i ujęty w 8 rozdziałach i 12 wyodrębnionych podrozdziałach, z których każdy następny jest logiczną kontynuacją poprzedniego. Proporcje poszczególnych części pracy są adekwatne.

Praca została opatrzona obszernym wstępem, wprowadzającym czytelnika w zagadnienia ujęte w pracy. Badania po właściwie przeprowadzonej dyskusji naukowej zostały zakończone logicznymi i trafnymi wnioskami, które zawierają odpowiedź na sformułowany problem badawczy. Niezbędnym uzupełnieniem pracy jest Bibliografia, obejmująca 123 cytowane w tekście pozycje źródłowe, stanowiące kompendium wiedzy w rozpatrywanym zakresie. Zawarto w niej zarówno prace monograficzne, liczne artykuły naukowe, jak i normy oraz materiały o charakterze sprawozdań. Należy podkreślić, iż walor pracy ponoszą ilustracje w ilości 79 obrazów mikroskopowych, schematów, wykresów i rysunków. Praca zawiera również streszczenie w języku polskim i angielskim. Wszystkie elementy pracy niezbitnie dowodzą bardzo dobrego opanowania przez Doktorantkę warsztatu naukowego badacza. Od strony formalnej praca zatem nie budzi żadnych zastrzeżeń.

3. Ogólna merytoryczna rozprawy doktorskiej

Tytuł pracy jest adekwatny z wyznaczonym celem i treścią rozprawy doktorskiej.

We wprowadzeniu do rozprawy Autorka bardzo dobrze uzasadniła celowość podjęcia oraz ukierunkowania zaplanowanych badań. Zwróciła uwagę na istotność problemu, wynikającą z zainteresowania stopami serii 5xxx ze względu na dobrą wytrzymałość przy niskiej gęstości, podatność do przeróbki plastycznej oraz odporność na korozję. Podkreśliła również oczekiwania w stosunku do stopów aluminium, którymi są wysokie właściwości mechaniczne, stabilne w warunkach eksploatacji. Słusznie stwierdziła, iż na wzrost wytrzymałości stopów Al-Mg wpływa zawartość Mg. W konkluzji Autorka trafnie zauważyła, iż procesy zdrowienia i rekrytalizacji zachodzące w stopach Al-Mg z wysoką zawartością Mg po przeróbce plastycznej są przyczyną utraty umocnienia odkształceniowego, zmniejszając tym samym wytrzymałość wyrobów i zakres zastosowania stopów. Wniosek ten jest istotny do sformułowania założeń pracy, którym jest analiza możliwości zahamowania spadku umocnienia odkształceniowego stopów Al-Mg z ponadstandardową zawartością Mg (7% wag. Mg) poprzez wprowadzenie mikrododatków stopowych (Mn, Sc, Zr, Er oraz kombinacji Sc i Zr, Er i Zr oraz Cu i Ag). Ważnym zagadnieniem naukowym podjętym w pracy jest analiza wpływu zastosowanych mikrododatków na mikrostrukturę i właściwości mechaniczne badanych stopów. Problem ten jest wieloaspektowy, gdyż od nowego stopu AlMg7 wymagane są stabilne właściwości mechaniczne. Ponadto, jak zauważa Doktorantka, w opracowaniu nowych stopów konieczne jest uwzględnienie aspektów nie tylko użytkowych, ale również produkcyjno-handlowych i ekonomicznych. Rozumowanie to doprowadziło do strategii wytypowania do badań ośmiu nowych stopów na bazie układu Al-Mg, a po pierwszej serii czterech najbardziej obiecujących stopów, o zawartości 7 % Mg, w tym trzech z udziałem mikrododatków do badań szczegółowych. Ten ważny rozdział wprowadzający cechuje się przejrzystością i logiką wyводу.

Przegląd literatury (Rozdział 2) oparty o różnorodne aktualne publikacje stanowi podstawę do podjęcia badań, określając równocześnie zakres zainteresowań badawczych Doktorantki. W rozdziale tym Autorka dokonała charakterystyki aluminium i jego stopów (Rozdział 2.1) ze szczególnym uwzględnieniem stopów Al-Mg (Rozdział 2.2). Zwróciła również uwagę, iż aktualne normy stopów Al serii 5xxx do przeróbki plastycznej zawierają stopy o zawartości Mg nieprzekraczającej 6% wag. Autorka podkreśliła dążenie do dalszego zmniejszania ciężaru stopów przy jednoczesnej poprawie wytrzymałości poprzez umacnianie roztworu stałego aluminium magnezem oraz procesami przeróbki plastycznej jako ważny i perspektywiczny kierunek rozwoju stopów Al-Mg o wysokiej zawartości Mg.

Bardzo istotne z punktu widzenia zasadności rozprawy doktorskiej jest stwierdzenie, iż stopy aluminium, o zawartości Mg równej lub wyższej niż 7% wag., mogą uzyskać podobną lub nawet większą wytrzymałość na rozciąganie niż stopy aluminium serii 7xxx.

Dużo uwagi poświęciła Autorka mechanizmom umocnienia stopów Al-Mg: umocnieniu roztworowemu i odkształceniowemu, prowadzącym do podwyższenia właściwości mechanicznych, przy równoczesnym obniżeniu właściwości plastycznych (Rozdział 2.3). Przytaczając w pracy dane literaturowe i prace własne, prowadzone w Sieci Badawczej Łukasiewicz- Instytucie Metali Nieżelaznych, zauważa jednak, że umocnienie odkształceniowe stopów Al-Mg samorzutnie zmniejsza się wraz z upływem czasu, a umocnienie roztworowe nie ogranicza ruchliwości dyslokacji w czasie zdrowienia, powodując niestabilność właściwości mechanicznych.

Zagadnienie to zostało rozwinięte w ramach rozdziału „2.4. Procesy strukturalne zachodzące w stopach Al-Mg po odkształceniu plastycznym”, w którym Doktorantka omawia podstawowe mechanizmy prowadzące do przebudowy struktury stopów aluminium. Szczegółowo opisuje procesy zdrowienia i rekrytalizacji, jako odpowiedzialne za obniżenie właściwości mechanicznych stopów Al-Mg.

W następstwie omówienia tych procesów, Autorka w sposób konsekwentny i logiczny, przechodzi do omówienia roli mikrodotyków w stopach Al-Mg z ponadstandardową zawartością Mg, stosowanych w celu zwiększenia wytrzymałości stopów oraz poprawy ich stabilności termicznej (Rozdział 2.5.). Na podstawie znajomości literatury problemu szczegółowo przedstawia atrakcyjne pod względem poprawy właściwości mechanicznych i stabilności termicznej mikrodotyki stopowe w stopach Al-Mg, analizując m.in. wpływ skandu, cyrkonu, erbu, manganu, miedzi i srebra. O bardzo dobrej orientacji Autorki w badaniach naukowych i tendencjach rozwojowych w tym zakresie świadczy fakt znajomości rozwiązań, proponowanych przez międzynarodowe zespoły naukowe, których prace z lat 1998-2023 w ilości 32 pozycji zacytowano w tym rozdziale.

Kontynuując swój wywód Pani mgr inż. Kamila Limanówka analizuje wpływ mikrodotyków na blokowanie ruchu dyslokacji oraz granic ziarn po odkształceniu plastycznym (Rozdział 2.6.), podkreślając, iż obecność w osnowie drobnych, równomiernie rozmieszczonych cząstek przyczynia się do blokowania ruchu dyslokacji, a tym samym do umocnienia stopu.

W dalszej części pracy przedstawia procesy odlewania i przeróbki plastycznej stopów Al-Mg z ponadstandardową zawartością Mg (Rozdział 2.7), podkreślając trudności i ograniczenia odlewania wlewków ze stopów Al-Mg o zwiększonej zawartości Mg w warunkach przemysłowych, jak również pogorszenie odkształcalności materiału w procesie wyciskania współbieżnego. Zauważa przy tym korzystny wzrost wytrzymałości na rozciąganie stopów serii 5xxx o podwyższonej do 6% zawartości Mg, kutyh na zimno, w porównaniu do wyrobów wyciskanych.

W podsumowaniu Autorka podkreśla, iż aktualnie obowiązujące normy opisujące stopy serii 5xxx zawierają stopy o zawartości maksymalnie 6% wag Mg. Na podstawie analizowanej literatury i prac własnych prowadzonych w ramach Sieci Badawczej Łukasiewicz – Instytutu Metali Nieżelaznych podkreśla podwyższenie właściwości mechanicznych tych stopów, następujące wraz ze wzrostem zawartości Mg, szczególnie widoczne po procesach przeróbki plastycznej na zimno. Zauważa przy tym potrzebę dalszej analizy stopów Al-Mg z wysoką zawartością Mg w celu podtrzymania wysokich właściwości mechanicznych osiągniętych w wyniku przeróbki plastycznej. Oczekuje też dużej skuteczności oddziaływania mikroelementów w wytwarzaniu stopów Al-Mg z ponadstandardową zawartością Mg dla zapewnienia stabilnych i wysokich właściwości mechanicznych wyrobów.

Biorąc pod uwagę powyższe, przy uwzględnieniu wszystkich przedstawionych przez Autorkę aspektów, w opinii recenzenta celowym było podjęcie prac w kierunku opracowania i wskazania nowych nowoczesnych stopów serii 5xxx przeznaczonych do przeróbki plastycznej, o optymalnym składzie chemicznym i stabilnych właściwościach mechanicznych, co pozwoli na znaczne poszerzenie ich zastosowania w wielu obszarach współczesnego przemysłu.

Przedstawione w teoretycznej części rozprawy rozważania Autorki stanowiły logiczną podstawę do określenia celu i sformułowania tezy pracy.

Pani mgr inż. Kamila Limanówka, na podstawie wnikliwej i rzetelnej analizy stanu wiedzy i dotychczasowych badań tezę rozprawy sformułowała następująco (Rozdział 3. Teza i cel pracy):

Wprowadzenie do stopu Al-Mg o ponadstandardowej zawartości Mg różnych kombinacji mikroelementów stopowych, takich jak Sc, Zr, Er, Ag i Cu, pozwala na wytworzenie materiału, który po przeróbce plastycznej na zimno charakteryzuje się stabilnymi właściwościami mechanicznymi.

Teza rozprawy jest sformułowana właściwie i dobrze określa zamierzenia Autorki wynikające z tytułu rozprawy, a także jest zbieżna z określonym w niej celem.

W drodze do udowodnienia tezy Autorka wyznaczyła dwa istotne cele, naukowy i wdrożeniowy, do których należą:

1. *Optymalizacja składu chemicznego stopów Al-7% wag. Mg z mikrododatkami oraz określenie wpływu zastosowanych mikrododatków stopowych na mikrostrukturę i poprawę stabilności właściwości mechanicznych po przeróbce plastycznej na zimno* - jako cel naukowy oraz
2. *Opracowanie technologii odlewania oraz przeróbki plastycznej na zimno stopów Al-Mg o ponadstandardowej zawartości Mg (7% wag.) z odpowiednimi mikrododatkami oraz wytworzenie materiału charakteryzującego się stabilnymi właściwościami mechanicznymi. Wytworzony materiał ma obecnie duży potencjał w odniesieniu do możliwości wytwarzania lekkich i wysokowytrzymałych wyrobów* - jako cel wdrożeniowy.

Mgr inż. Kamila Limanówka słusznie założyła, że powyższe cele pracy mogą być osiągnięte w oparciu o dwuetapowy program badań, obejmujący: wpływ mikrododatków na mikrostrukturę i twardość stopu Al-7% wag. Mg, realizowany w skali laboratoryjnej oraz określenie stabilności właściwości mechanicznych wybranych stopów Al-7% wag. Mg z mikrododatkami po przeróbce plastycznej, realizowany w skali półtechnicznej.

Opracowany przez Autorkę zakres badań jest szeroki i w pełni uzasadniony, a przyjęta metodyka jest właściwa. Świadczy to o dobrym przygotowaniu Doktorantki do samodzielnej pracy badawczej.

Badania eksperymentalne przeprowadziła Doktorantka w etapach, zaprezentowanych szczegółowo w rozdziałach 4. Materiał i metody badawcze oraz 5. Wyniki badań eksperymentalnych.

Autorka przyjęła, iż założone cele zrealizuje w oparciu o wytypowane stopy i na podstawie opracowanych przez siebie schematów, które szczegółowo opisała.

W pierwszym, laboratoryjnym etapie badań wytypowała osiem stopów, w których do stopu bazowego AlMg7, stanowiącego podstawowy z wariantów, wprowadzono kolejno określoną ilość: Mn, Sc, Zr, Er, oceniając tym samym wpływ zadanych mikrododatków. Zwróciła też uwagę na korelację pierwiastków: Sc i Zr, Er i Zr, Cu i Ag, zakładając ich korzystny wpływ na właściwości stopów.

Celem badań prac tego etapu było określenie wpływu mikrododatków na mikrostrukturę i twardość stopu Al7Mg.

Stopy odlane w postaci wlewków poddano dwustopniowej homogenizacji, a w dalszej kolejności przeróbce plastycznej na zimno. Na końcu przeprowadzono wyżarzanie w celu symulacji możliwych do wystąpienia procesów zdrowienia. Każdy z etapów oceniano poprzez analizę mikrostruktury i właściwości mechanicznych stopów. W wyniku badań stwierdzono, iż mikrododatki wpływają na zmniejszenie średniej wielkości ziarna oraz wzrost twardości Brinella. Umocnienie stopu następuje w wyniku powstania trudno rozpuszczalnych faz międzymetalicznych, będących konsekwencją wprowadzenia mikrododatków. Po homogenizacji i przeróbce plastycznej na zimno następuje wzrost twardości wszystkich stopów, jednak w wyniku obróbki cieplnej (wyżarzania) właściwości te spadają dla stopu AlMg7 i pojedynczych dodatków. Odnotowano też korzystne właściwości mechaniczne analizowane na podstawie badań twardości dla stopów AlMg7ScZr, AlMg7ErZr i AlMg7CuAg. W wyniku analizy mikrostruktury techniką SEM-EBSD oceniono najsilniejsze rozdrobnienie mikrostruktury zarówno po ścisaniu, jak i po ścisaniu i wyżarzaniu w stopach AlMg7ScZr i AlMg7ErZr. Na podstawie TEM dla stopów AlMg7ScZr, AlMg7ErZr oraz AlMg7CuAg zarejestrowano strukturę dyslokacyjną po ścisaniu, jak i ścisaniu i wyżarzaniu. Z badań wynika, iż zastosowane mikrododatki w znacznym stopniu ograniczają tempo procesów zdrowienia i rekrytalizacji w stopie AlMg7 po statycznej próbie ścisania i wyżarzaniu. Rezultatem tego etapu był wybór najbardziej obiecujących pod względem właściwości stopów do dalszych szczegółowych badań.

W drugim, półtechnicznym etapie badań, dokonano szczegółowej oceny stopu bazowego AlMg7 oraz stopów z mikrododatkami: AlMg7ScZr, AlMg7ErZr, AlMg7CuAg pod względem stabilności właściwości mechanicznych wybranych po przeróbce plastycznej. W tym przypadku schemat badań przewidywał odlewanie wlewków, homogenizację, a następnie wyciskanie na gorąco i kucie matrycowe w temperaturze otoczenia. Podobnie, jak w etapie pierwszym, dokonano tu analizy mikrostruktury i właściwości mechanicznych po każdym procesie.

Wykazano ponownie, iż mikrododatki stopowe powodują zmniejszenie średniej wielkości ziarna. Szczegółowa analiza mikrostruktury w skali mikro/nano za pomocą TEM, wraz z dyfrakcją elektronową oraz mikroanalizą rentgenowską EDS, pozwoliła dokonać identyfikacji wydzielen stopów z mikrododatkami po homogenizacji, które odpowiadają za blokowanie procesów zdrowienia i rekrytalizacji. Charakterystyki mikrostruktury i właściwości dokonano też po przeróbce plastycznej w temperaturze 400°C z wykorzystaniem techniki SEM-

EBSD oraz badania twardości Brinella, co pozwoliło wykazać, że mikrododatki stopowe zahamowały procesy rekrytalizacji w stopach AlMg7 i zwiększyły twardość, zarówno w stosunku do stopu bazowego, jak i stanu po odlaniu. Dalsze badania wykonano dla odkuwki ukształtowanej w procesie kucia matrycowego. W tym przypadku na podstawie badań SEM-EBSD i TEM wykazano wpływ mikrododatków stopowych w postaci powstałych faz międzymetalicznych na wzrost umocnienia i hamowanie dyslokacji. Analizy właściwości mechanicznych odkuwek dokonano na podstawie pomiarów twardości Brinella i Vickersa oraz zmierzono wytrzymałość na rozciąganie w próbie zrywania. W tym przypadku również mikrododatki wpłynęły na wzrost twardości odkuwek, potwierdzony zarówno w badaniach Brinella, jak i Vickersa. Ponadto wykazano, iż twardość odkuwek ze stopów z mikrododatkami była stabilna nawet po upływie 4 i 6 miesięcy po kuciu oraz po kuciu i wyżarzaniu. Potwierdzono również równomierny rozkład twardości Vickersa na przekroju poprzecznym w przypadku stopów z mikrododatkami. Istotnym testem gotowego wyrobu była próba zrywania, która zakończyła się pozytywnie i zgodnie z normą dla stopów z mikrododatkami, również w porównaniu do gotowego wyrobu komercyjnego tego samego typu. Zwrócono również uwagę na aspekt ekonomiczny stopów, porównując koszty mikrododatków wprowadzanych do stopu AlMg7.

Opis przebiegu i wyniki przeprowadzonych badań przedstawiła Doktorantka bardzo przejrzyście i starannie, zestawiając obrazy mikroskopowe w tablicach i ujmując dane szczegółowe w postaci wykresów w różnych konfiguracjach.

Układ i sekwencja następujących po sobie eksperymentów był logiczny i przemyślany. Przeprowadzone badania oceniam jako zasadne i kompleksowe. Doprowadziły one do ważnych wniosków wynikających ze zmiany składu chemicznego stopów przeznaczonych do przeróbki plastycznej serii 5xxx.

Należy podkreślić, iż w pracy zastosowano szereg zaawansowanych metod badawczych z użyciem wysokiej klasy nowoczesnej aparatury: analizę składu chemicznego przeprowadzono metodą optycznej spektrometrii emisyjnej ze wzbudzeniem w plazmie indukcyjnie sprzężonej, obserwacje mikrostruktury z udziałem mikroskopii świetlnej, skaningowej mikroskopii elektronowej z wykorzystaniem spektrometrii dyspersji energii promieniowania rentgenowskiego (EDS) i dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych (EBS), oraz transmisyjnej mikroskopii elektronowej (TEM). Twardość zmierzono metodą Brinella oraz metodą Vickersa, wytrzymałość na rozciąganie badano w próbie zrywania, wyznaczając zależność siły rozciągającej od przemieszczenia, zmiany ciepłne w stopach analizowano metodą różnicowej kalorymetrii skaningowej

(DSC). Dla udowodnienia tezy przeprowadzono szereg celowych procesów technologicznych: odlewania i przeróbki plastycznej (statycznej próby ściskania, wyciskania na gorąco, gięcia oraz kucia matrycowego w temperaturze otoczenia), a także obróbki cieplnej (homogenizacji i wyżarzania), przeprowadzonej w celu ujednorodnienia struktury oraz w celu zasymulowania długotrwałych procesów zdrowienia i rekrytalizacji. Badania wykonano w akredytowanych przez Polskie Centrum Akredytacji laboratoriach: Laboratorium Metaloznawstwa i Analiz Chemicznych, w Sieci Badawczej Łukasiewicz – Instytucie Metali Nieżelaznych Oddziale w Skawinie oraz w Instytucie Metalurgii i Inżynierii Materiałowej Polskiej Akademii Nauk.

Dokonane przez Doktorantkę podsumowanie kolejnych etapów badań (Rozdział 6), stanowi bardzo wnikliwą i rzeczową analizę mikrostruktury i właściwości materiałów w różnych warunkach realizowanych procesów (w tym parametrów odlewania i przeróbki plastycznej w warunkach laboratoryjnych i półprzemysłowych) oraz ich wpływu na osiągnięte wyniki badań. Efekty zaprezentowanych w rozprawie prac eksperymentalnych stanowią wartościowe źródło informacji o możliwości osiągnięcia oczekiwanej mikrostruktury i właściwości stopów układu Al-Mg w procesach odlewania i przeróbki plastycznej, o parametrach wyższych niż ujęte w normie dla stopów znormalizowanych. Niewątpliwie może to istotnie przyczynić się do znacznego poszerzenia zastosowania nowych stopów o zoptymalizowanym składzie i stabilnych właściwościach w praktyce przemysłowej.

Dyskusja naukowa wyników przeprowadzona przez Doktorantkę dobrze uzasadnia przeprowadzoną optymalizację składu chemicznego stopów Al-7% wag. Mg z mikrodotatkami, które zmieniły mikrostrukturę stopów poprzez jej modyfikację i ograniczenie ruchliwości dyslokacji. Potwierdza również celowość przeprowadzonych procesów, w tym homogenizacji, w czym upatruje głównej przyczyny pękania wlewków w czasie walcowania. Wyjaśnia przy tym, opierając się na badaniach własnych, jak również na literaturze, szereg mechanizmów zjawisk prowadzących do zmian mikrostruktury, których efekt wskazuje w pracy w postaci obrazów mikroskopowych i wyników badań właściwości mechanicznych. Powyższe, z pełną odpowiedzialnością, pozwala stwierdzić, iż stopy AlMg7 z odpowiednimi kompozycjami mikrodotatków Sc i Zr, Er i Zr oraz Cu i Ag charakteryzują się stabilnymi właściwościami mechanicznymi, co umożliwia ich wykorzystanie jako elementy konstrukcyjne czy podzespoły w przemyśle transportowym czy morskim. Dowodzi również, iż opracowana technologia odlewania oraz przeróbki plastycznej na zimno nowych stopów Al-Mg umożliwiła

wykorzystanie ich ulepszonych właściwości w ramach Sieci Badawczej Łukasiewicz - Instytutu Metali Nieżelaznych w postaci wdrożenia nowej oferty technologicznej nowoczesnych stopów aluminium o podwyższonej zawartości magnezu, co potwierdza załącznik 1 – karty technologii produktu. Największym umocnieniem charakteryzował się stop AlMg7ScZr, który jednak, ze względu na zawartość skandu i wysoką jego cenę, ogranicza komercyjne zastosowanie stopu. Z ekonomicznego punktu widzenia rekomendowany został stop AlMg7ErZr o niewiele niższych właściwościach mechanicznych.

Sformułowane przez mgr inż. Kamilę Limanówkę wnioski końcowe (Rozdział 7) dotyczą najważniejszych osiągnięć, wynikających z przeprowadzonych badań eksperymentalnych i pozwalają stwierdzić, że:

- *Możliwe jest wytworzenie wyrobów ze stopu Al-7% wag. Mg z mikrododatkami, tj. AlMg7ScZr, AlMg7ErZr i AlMg7CuAg posiadających stabilne właściwości mechaniczne po przeróbce plastycznej na zimno.*
- *Twardości Brinella po procesie kucia matrycowego na zimno wzrosła dla wszystkich badanych stopów o ok. 60% w porównaniu do twardości po odlewaniu.*
- *Stopy z mikrododatkami charakteryzowały się stabilnymi właściwościami mechanicznymi po wyżarzaniu w 140 °C przez 1440 min, gdyż różnica twardości Brinella odkuwek po kuciu na zimno w porównaniu do twardości po wyżarzaniu wynosiła ok. 5%. Twardość Brinella odkuwki ze stopu AlMg7 zmniejszyła się po wyżarzaniu o ok. 20%.*
- *Stop AlMgErZr po procesie kucia matrycowego na zimno charakteryzował o ok. 10% niższym umocnieniem w porównaniu do stopu AlMg7ScZr. Za zastosowaniem stopu AlMgErZr przemawiają jednak korzyści ekonomiczne, bowiem koszt wytworzenia 1 kg stopu AlMgErZr jest ok. 10-krotnie mniejszy niż stopu AlMg7ScZr”.*
- *Kluczowe dla znaczenia przemysłowego pracy jest jednak stwierdzenie, że możliwe jest wytworzenie wyrobów ze stopu Al-7% wag. Mg z mikrododatkami, tj. AlMg7ScZr, AlMg7ErZr i AlMg7CuAg posiadających stabilne właściwości mechaniczne po przeróbce plastycznej na zimno.*

Powyższe wnioski umożliwiają rozpatrywanie nowych stopów układu Al-Mg, nie tylko w aspekcie naukowym, ale również wdrożeniowym w odniesieniu do rynku krajowego i międzynarodowego.

4. Pytania i uwagi

Podkreślając, iż w mojej opinii praca napisana została na wysokim poziomie i starannie zredagowana, zwracam uwagę na kilka kwestii do wyjaśnienia:

— Str. 46 Rys. 5.1.6. Wykres zawiera dużą ilość danych i przez to jest mniej czytelny. Odbiorcy w lepszym jego zrozumieniu pomogłaby tabela z zestawieniem wartości. W pracy Autorka stwierdza, iż *Najwyższą twardością Brinella charakteryzowały się próbki ze stopów AlMg7ScZr oraz AlMg7ErZr*. Tymczasem z wykresu wynika, iż najwyższe średnie wartości twardości po statycznej próbie ściskania i obróbce cieplnej (wyżarzaniu) w czasie: 16 min, 48 min, 435 min i 1440 min zarejestrowano dla próbek AlMg7ScZr oraz AlMg7CuAg. Jedynie po wyżarzaniu w czasie 150 min twardość AlMg7CuAg jest niższa. Zakładam, że wykres przedstawia wartości średnie. Dla jakiej ilości próbek danego stopu zostały wykonane badania?

— Str. 64. Rys. 5.2.4. Obraz STEM-HAADF wraz z mapą rozkładu Sc i Zr oraz *wynik analizy składu chemicznego wzdłuż linii przechodzącej przez wydzielenie w stopie AlMg7ScZr (zielona strzałka)* – skala rysunku i strzałka na zdjęciu (50 nm) nie pokrywa się z długością odcinka analizy, którego długość, jak wynika z wykresu wynosi 20 nm.

— Str. 81 Rys. 5.2.24. *Twardość HV5 na przekroju poprzecznym odkuwek w odstępach czasu* pokazuje schemat przeprowadzonych pomiarów na przekroju próbki. Z jakiego obszaru odkuwki została wycięta próbka do badań HV5? Jak dokonano wyboru tego obszaru, czy był to obszar o najniższych czy najwyższych wartościach HB? Schemat obszarów badań HB odkuwki przedstawiono powyżej na rys. 5.2.23. Adekwatne byłoby analogiczne przedstawienie pomiarów HV5. Dla ilu próbek wykonano badania HV5, których wyniki przedstawiano w postaci wykresu na Rysunku 5.2.24?

— Str. 80 i str. 81 przy porównaniu analizy właściwości mechanicznych odkuwek na podstawie pomiarów twardości Brinella i Vickersa, rys. 5.2.23 i 5.2.24, zauważalne są różnice między pomiarami przeprowadzonymi bezpośrednio po kuciu tymi dwiema metodami dla stopów AlMg7 – 105-110 HB (ok. 132 HV5) i w mniejszym stopniu dla stopów AlMg7CuAg – 119-126 HB (ok. 135 HV5). Przy uwzględnieniu różnic wynikających z zastosowanych metod HB i HV5 oraz tabel porównawczych jednostek twardości, pewna niezgodność danych jest zauważalna. Jak wytłumaczyć te różnice, jeśli wartości na wykresach zostały przedstawione prawidłowo? Zestawienie wyników w tabelach ułatwiłoby porównanie wyników.

— Str. 83-85 przedstawiono ciekawe porównanie właściwości stopów testowanych w pracy i wyrobu komercyjnego. Jaka jest zawartość składników stopowych w stopie, z którego wykonano karabinek dostępny w handlu? Interesującym uzupełnieniem pracy byłoby końcowe zestawienie właściwości otrzymanych wyników dla nowych stopów i stopów znormalizowanych z wyższą zawartością magnezu np. zestawionym w tabeli 4.1 (str.34) stopem EN AW 5119A.

— W rozdziale 4.3. Techniki badawcze (4.3.5. Próba zrywania, str. 40) pada stwierdzenie, iż *na podstawie przeprowadzonej próby wyznaczono podstawowe właściwości wytrzymałościowe badanych materiałów, tj. wytrzymałość na rozciąganie R_m oraz granicę plastyczności $R_{p0,2}$* . Właściwości te wyznacza się na próbkach znormalizowanych zgodnie z normą PN-EN-ISO-6892-1:2020-05. Tymczasem w tabeli 5.2., powołując się na normę ASTM F 1774-99, określono, jak wynika z wykresów (Rys. 5.2.29), wartość maksymalnej siły niszczącej, odpowiadającej wytrzymałości kształtowej odkuwki.

Odnosząc się do przeprowadzonych przez Panią mgr inż. Kamilę Limanówkę badań własnych, chciałabym wskazać chęć rozwinięcia następujących kwestii:

1. W pracy opisano odlewanie stopów Al-Mg w postaci wlewków o średnicy $\varnothing 15$ i $\varnothing 40$ mm. Stwierdzono również, iż opracowane materiały zostały zaimplementowane do oferty Sieci Badawczej Łukasiewicz – Instytutu Metali Nieżelaznych Oddziału w Skawinie. Czy w skali przemysłowej odlewania wlewków o standardowej średnicy $\varnothing 60-300$ mm metodą półciągnego (ciągnego) odlewania zachowane zostały właściwości materiału opisane w pracy? Czy do wdrożenia konieczna była modyfikacja parametrów procesów technologicznych dobranych w ramach w pracy? Jakie dodatkowe parametry procesu odlewania mają wpływ na mikrostrukturę i właściwości wlewków?
2. Proszę o objaśnienie, w którym etapie procesu technologicznego powstają widoczne w mikrostrukturze drobne wydzielenia występujące w stopach z mikrododatkami?
3. Przedstawiono szereg badań na próbkach po kuciu matrycowym na zimno. Elementy takie (karabinki) są narażone na korozję np. w wyniku kontaktu z wodą, wilgocią, solą oraz innymi czynnikami chemicznymi. Korozja może osłabić materiał i zmniejszyć wytrzymałość karabinka. Nasuwa się zatem pytanie - czy wykonano badania związane z odpornością stopów na korozję?

5. Podsumowanie i wniosek końcowy

Podsumowanie

Oceniana rozprawa cechuje się wysokim poziomem merytorycznym oraz bardzo dobrą znajomością problematyki w aspekcie teorii i praktyki. Przyjęty i zrealizowany plan badawczy wskazuje na duże doświadczenie Doktorantki w tym obszarze. Poprzez dyskusję i syntezę wyników dowodzi Ona zarówno bardzo dobrej znajomości procesów technologicznych, jak i opanowania w wysokim stopniu aparatu naukowego.

Podsumowując moją opinię stwierdzam, że Doktorantka bardzo starannie i poprawnie zrealizowała obszerną pracę badawczą o dużej wartości naukowej, potencjale i rozwoju w kierunku aplikacyjnym. Dowiodła przy tym bardzo dobrego przygotowania teoretycznego, znajomości literatury przedmiotu, zdolności samodzielnego planowania i realizacji badań eksperymentalnych, znajomości metodyki badawczej oraz umiejętności właściwego wykorzystania aparatury i zaplecza technologicznego. Doktorantka wykazała również predyspozycje do opracowania, interpretacji i analizy wyników badań, wskazując na możliwości ich wykorzystania w praktyce przemysłowej.

Przedstawione przez Autorkę rozprawy teza oraz cele badań zostały zrealizowane, udowodnione i poparte uzyskanymi wynikami, będącymi rezultatem obszernego planu badawczego pracy. Doktorantka dokonała doboru metodyki badań i procedury eksperymentu, co jest dowodem na umiejętność planowania i samodzielnego przeprowadzenia badań. Dokonała przy tym rzeczowej analizy i syntezy wyników prowadząc do sformułowania logicznych wniosków. Na tej podstawie, z pełnym przekonaniem stwierdzam, iż zrealizowana praca wnosi nową wiedzę do praktyki przemysłowej i jest oryginalnym naukowym wkładem w rozwoju sektorów odlewniczego i przeróbki plastycznej.

Podkreślić należy, iż praca została przeprowadzona w warunkach laboratoryjnych i półprzemysłowych w ramach Sieci Badawczej Łukasiewicz - Instytucie Metali Nieżelaznych oraz Instytucie Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN w Krakowie. Wyniki badań w tym obszarze przedstawiała Doktorantka w Sprawozdaniach Łukasiewicz – IMN (2018) oraz opublikowała w czasopiśmie *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering* (2023).

Powyższe dane oraz przedstawiona do oceny dysertacja wskazują na dogłębne zaangażowanie Doktorantki w problematykę badań stopów aluminium z magnezem do przeróbki plastycznej i technologicznych aspektów ich produkcji

i obróbki. Z pełną odpowiedzialnością stwierdzam, iż Pani mgr inż. Kamila Limanówka osiągnęła efekty kształcenia przewidzianego wg Polskich Ram Kwalifikacji dla danego poziomu kształcenia.

Wniosek końcowy

Dokonana ocena utwierdza mnie w przekonaniu, iż przedstawiona do oceny rozprawa doktorska mgr inż. Kamili Limanówki pt. „Wpływ mikrodotyków na zmiany strukturalne stopów aluminium-magnez serii 5xxx o podwyższonej zawartości magnezu przeznaczonych do przeróbki plastycznej”, zrealizowana pod kierunkiem dr hab. inż. Anna Góral, prof. instytutu (Promotora rozprawy) i dr inż. Soni Boczkal (Promotora Pomocniczego), zarówno pod względem badanej problematyki jak też poziomu naukowego, w pełni odpowiada wymogom stawianym rozprawom doktorskim w myśl Ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz.U. 2023 poz. 742 z późn. zm.).

Doktorantka wykazała się wnikliwą znajomością problematyki, umiejętnością stawiania i realizacji celów badawczych, a także biegłością w realizacji badań i prezentacji uzyskanych wyników. Stworzyła też oryginalne rozwiązanie technologiczne w zakresie opracowania nowych stopów do odlewnictwa i przeróbki plastycznej o specjalnych wymaganiach. W związku z powyższym zwracam się do Rady Naukowej Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej im. A. Krupkowskiego PAN w Krakowie o dopuszczenie Pani mgr inż. Kamili Limanówki do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

Jednocześnie, biorąc pod uwagę podjętą tematykę, wpisującą się w nurt badań w zakresie doboru materiału zgodnego z oczekiwaniami nowoczesnego przemysłu i znaczenie tych badań dla procesu opracowywania nowych rozwiązań technologicznych wnoszę do Wysokiej Rady o **wyróżnienie rozprawy doktorskiej** mgr inż. Kamili Limanówki pt. „Wpływ mikrodotyków na zmiany strukturalne stopów aluminium-magnez serii 5xxx o podwyższonej zawartości magnezu przeznaczonych do przeróbki plastycznej”. Wysoki poziom przeprowadzonych badań, wpisujących się w aktualne trendy, naukowa i użyteczna wartość pracy i widoczne w każdym aspekcie duże zaangażowanie i umiejętności Doktorantki, pozwalają mi uznać pracę za wyróżniającą się.

Andrzej Gawron - Memphis

