

Prof. dr hab. inż. Jarosław Mizera
Wydział Inżynierii Materiałowej
Politechnika Warszawska

Warszawa, 6 stycznia 2025 r.

OCENA ROZPRAWY DOKTORSKIEJ

mgr inż. Kamila LIMANÓWKA

**„Wpływ mikrododatków na zmiany strukturalne stopów aluminium-magnez
serii 5xxx o podwyższonej zawartości magnezu przeznaczonych
do przeróbki plastycznej”**

Uwagi ogólne

Opiniowana praca powstała pod opieką dr hab. inż. Anny Góral, profesor Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN w Krakowie. Rozprawa doktorska wpisuje się doskonale w nurt prac badawczych prowadzonych przez Panią Promotor. Dotyczy ona opracowania nowej serii stopów z układu Al-Mg cechujących się wysokimi właściwościami mechanicznymi i podwyższoną stabilnością właściwości mechanicznych po odkształceniu plastycznym.

Zagadnienie to jest przedmiotem badań wielu ośrodków naukowych pracujących na potrzeby współczesnego przemysłu (głównie transportu) i nigdy nie straciło na aktualności. Tym bardziej podjęte w pracy wątki badawcze posiadają bardzo dużą wartość wdrożeniową.

Recenzowana rozprawa doktorska została przygotowana w ramach programu „Doktorat wdrożeniowy” MNiSzW realizowanego w Sieci Badawczej Łukasiewicz – Instytucie Metali Nieżelaznych Oddziale Metali Lekkich w Skawinie przy współpracy z Instytutem Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN w Krakowie.

W wielu gałęziach przemysłu, a w szczególności w branży transportowej, potrzeba ciągłego zmniejszania masy wyrobów przyczynia się do intensywnych badań w poszukiwaniu rozwiązań materiałowych. Potrzebę tę wydają się spełniać stopy na podstawie Al-Mg z ponadstandardową zawartością Mg (do około 8,5%), które wykazują wysoki stosunek wytrzymałości do masy, dobrą odkształcalność, spawalność i odporność na korozję. Po przeróbce plastycznej wyroby z tych stopów charakteryzują się wysokimi właściwościami mechanicznymi. Jednakże problemem w tych stopach jest utrata z upływem czasu umocnienia odkształceniowego po deformacji na zimno. Wyzwaniem dla inżynierów materiałowych jest więc zahamowanie tego procesu.

Tego zadania podjęła się Doktorantka w ramach realizacji doktoratu wdrożeniowego realizując cykl badań o charakterze naukowym i aplikacyjnym zmierzających do opracowania i wytworzenia stopów Al-7% mas. Mg (AlMg7) zawierających mikrodotatki stopowe, które po przeróbce plastycznej na zimno charakteryzują się stabilnymi właściwościami mechanicznymi.

Uzyskane przez Doktorantkę wyniki badań pozwoliły na opracowanie i wytworzenie stopu Al-Mg z podwyższoną, w stosunku do obecnie stosowanej, zawartością Mg z mikro-dodatkami, który po przeróbce plastycznej cechuje się dużą stabilnością właściwości mechanicznych. Pozwoliły one również określić wpływ zastosowanych mikrodotatków stopowych (Sc, Zr, Erb, Ag i Cu) na modyfikację struktury tych stopów powodującą, że materiał umocniony odkształceniowo nie ulega długotrwałym procesom zdrowienia.

Niewątpliwym osiągnięciem mgr inż. Kamili Limanówki jest fakt, że opracowane materiały zostały włączone do oferty produktów wytwarzanych przez Sieć Badawczą Łukasiewicz – Instytut Metali Nieżelaznych.

Recenzowana praca dotyczy, moim zdaniem, zagadnień o istotnej wartości zarówno poznawczej jak i przede wszystkim aplikacyjnej. Podjęto w niej bardzo aktualny wątek badawczy w inżynierii materiałowej – projektowania i wytwarzania nowoczesnych materiałów konstrukcyjnych.

Uwagi redakcyjne

Recenzowana praca ma klasyczny układ, jest kompletna i napisana w sposób komunikatywny. Autorka wyodrębniła w niej kilka części. Na wstępie przedstawiła aktualny stan wiedzy w obszarze badań podejmowanych w doktoracie ze szczególnym naciskiem na opis zjawiska umacniania roztworowego i odkształceniowego stopów aluminium. Scharakteryzowała również stopy Al-Mg o ponadstandardowej zawartości aluminium

w kontekście stabilności ich właściwości mechanicznych. Następnie, w oparciu o przegląd literatury, Doktorantka przedstawiała tezę, cel i zakres pracy. Po opisie metodyki badań przedstawiła wyniki i dyskusję otrzymanych rezultatów badań. Ostatnia część dysertacji obejmuje podsumowanie uzyskanych wyników, opracowane wnioski oraz rozdział „Aspekty wdrożeniowe” opisujący implementację opracowanego stopów do oferty produktowej Sieci Badawczej Łukasiewicz – Instytutu Metali Nieżelaznych.

Dysertację czyta się z dużym zainteresowaniem tym bardziej, że jest ona napisana bardzo dobrym językiem i praktycznie nie zawiera błędów redakcyjnych. Na uwagę zasługują liczne i trafnie dobrane powołania literaturowe.

Teza, cel i zakres pracy

Z przeprowadzonej przez Doktorantkę krytycznej analizy aktualnego stanu wiedzy związanego z tematem pracy wynika, że celowym jest przeprowadzenie badań nad możliwości zahamowania procesu spadku umocnienia odkształceniowego stopów Al-Mg z ponadstandardową zawartością Mg poprzez ich stopowanie wybranymi mikrodotatkami.

Stąd też na podstawie przeglądu literatury oraz wstępnych badań przeprowadzonych w Sieci Badawczej Łukasiewicz – Instytutu Metali Nieżelaznych Doktorantka postawiła następującą tezę badawczą:

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

Doktoranta postawiła dwa cele badawcze wynikające bezpośrednio z przedstawionej tezy, których realizacja podporządkowana została jej weryfikacji:

- *cel naukowy*

„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”.

- *cel wdrożeniowy*

„Opracowanie technologii odlewania oraz przeróbki plastycznej na zimno stopów o podwyższonej zawartości Mg (7% wag.) z odpowiednimi mikrododatkami oraz wytworzenie materiału charakteryzującego się stabilnymi właściwościami mechanicznymi”.

Koncepcja dowodzenia tezy przyjęta przez Doktorantkę zakładała przeprowadzenie badań obejmujących dwa etapy:

- w skali laboratoryjnej (realizacja celu naukowego): analiza wpływu mikrododatków na mikrostrukturę i twardość stopu AlMg7,
- w skali półtechnicznej (realizacja celu wdrożeniowego): analiza stabilności właściwości mechanicznych wygranych stopów AlMg7 z mikrododatkami po przeróbce plastycznej.

Autorka pracy zrealizowała ambitny program badań dobierając nowoczesne techniki badawcze obejmujące m. in. mikroskopię elektronową (w tym wysokorozdzielczą) i skaningową kalorymetrię różnicową.

Uważam, że przeprowadzone przez Doktorantkę badania dostarczyły spójnych informacji, które pozwoliły na rzetelne zweryfikowanie postawionej tezy. Chciałbym podkreślić raz jeszcze duże znaczenie aplikacyjne uzyskanych wyników badań. Otrzymane rezultaty badań posłużyły do opracowania technologii odlewania i przeróbki plastycznej stopów AlMg7ScZr i AlMg7ErZr, która znalazła się w ofercie Sieci Badawczej Łukasiewicz – Instytutu Metali Nieżelaznych.

W podsumowaniu stwierdzam, że cel i zakres badań opiniowanej pracy w pełni spełniają wymagania stawiane rozprawom doktorskim.

Ocena rozprawy doktorskiej

Uzyskane w niniejszej pracy wyniki badań mają bardzo dużą wartość wdrożeniową. Motywacją mgr inż. Kamili Limanówki do podjęcia badań było zapotrzebowanie ze strony przemysłu na opracowanie nowoczesnych stopów na osnowie Al-Mg z ponadstandardową zawartością Mg cechującymi się wysokimi i stabilnymi właściwościami mechanicznymi po procesach przeróbki plastycznej. Uzyskane przez Doktorantkę wyniki badań doprowadziły do opracowania stopów AlMg7 z mikrododatkami (Sc, Er, Zr), które po procesie kucia matrycowego na zimno charakteryzują się strukturą pozbawioną wad oraz posiadają wysokie i stabilne właściwości mechaniczne.

Moim zdaniem bardzo ważne jest wykazanie przez Doktorantkę, że pojedyncze dodatki Mn, Sc, Er i Zr nie wpływają na poprawę stabilności właściwości mechanicznych stopu AlMg7 po przeróbce plastycznej na zimno. Natomiast jednoczesny dodatek Sc i Zr (AlMg7ScZr) w istotny sposób ogranicza tempo zdrowienia stopu AlMg7. Podobne wyniki otrzymano w przypadku dodatku Er i Zr (AlMg7ErZr). W obu stopach łączna zawartość mikrododatków nie przekraczała 0,45% mas.

Mgr inż. Kamila Limanówka zrealizowała kompleksowe badania, w których wykazała, że w stopach AlMg7ScZr i AlMg7ErZr stabilność właściwości mechanicznych spowodowana jest obecnością twardych faz międzymetalicznych, koherentnych z osnową aluminiową, których obecność powoduje spiętrzanie się dyslokacji podczas odkształcenia plastycznego i w konsekwencji ogranicza ich ruchliwość.

Bardzo wartościową z punktu widzenia naukowego jest ta część dysertacji, która dotyczy analizy stanu wydzielen przy użyciu wysokorozdzielczej mikroskopii elektronowej, a w szczególności nono-metrycznych (około 20nm), sferycznych cząstek o budowie rdzenia i otoczki $Al_3(Sc,Zr)$ i $Al_3(Er,Zr)$. Wydzielenia te skutecznie blokują ruch dyslokacji i granic ziaren podczas deformacji tych stopów w wysokiej temperaturze. Autorka dysertacji wykazała m. in., że w przypadku tych wydzielen nie obserwuje się dyslokacji związanych z niedopasowaniem sieci wydzielen i osnowy. Oznacza to, że wydzielenia te są koherentne z osnową.

Cennym spostrzeżeniem poczynionym przez Autorkę dysertacji, z punktu widzenia aplikacyjnego, jest wykazanie, że wszystkie badane stopy charakteryzują się około 60% wyższą wartością twardości po kuciu matrycowym w porównaniu ze stanem po odlewaniu. Wyżarzanie stopów z mikrododatkami ujawniło ich dużą stabilność właściwości mechanicznych – różnica twardości po wyżarzaniu w 140 °C przez 1 dobę spadła zaledwie o 5% w stosunku do stanu po kuciu na zimno. Podczas gdy twardość odkuwki stopu AlMg7 bez mikrododatków, po wyżarzaniu w tych samych warunkach, spadła o 20%.

W wyniku przeprowadzonych badań Doktorantka dowiodła, że największe umocnienie i najlepszą stabilność właściwości mechanicznych (stabilność termiczna) po kuciu matrycowym posiadają stopy AlMg7ScZr i AlMg7ErZr, z tym, że stop z dodatkiem Er po kuciu na zimno charakteryzował się o około 10% niższym umocnieniem.

Jednakże, jak wykazała Doktorantka, z ekonomicznego punktu widzenia za zastosowaniem stopu AlMg7ErZr przemawia fakt, że koszt jego wytworzenia (20 zł/kg) jest 10 krotnie niższy niż stopu AlMg7ScZr.

Podsumowując osiągnięcia badawcze Doktorantki zaprezentowane w recenzowanej dysertacji uważam, że Jej osiągnięciem jest poszerzenie wiedzy w obszarze podwyższenia trwałości właściwości mechanicznych w stopach Al-Mg o niestandardowej zawartości Mg. Opracowana przez mgr inż. Kamilę Limanówkę technologia wytwarzania i przeróbki plastycznej na zimno stopów AlMg7 z mikrododatkami Sc, Er i Zr została wprowadzona do oferty Sieci Badawczej Łukasiewicz – Instytutu Metali Nieżelaznych.

Moim zdaniem rozprawa doktorska mgr inż. Kamili Limanówki stanowi oryginalne rozwiązanie problemu badawczego o charakterze poznawczym i przede wszystkim bardzo dużym potencjale aplikacyjnym w obszarze projektowania i wytwarzania nowoczesnych lekkich stopów konstrukcyjnych. Recenzowana dysertacja jest bardzo dobrze osadzona w dyscyplinie Inżynieria Materiałowa.

Należy podkreślić, że przedstawione wyniki w ramach niniejszej rozprawy doktorskiej otwierają kolejny etap badań nad rozwojem produkcji nowych wysokomagnezowych stopów aluminium, którymi prócz firm krajowych (m. in. Granges Konin S. A.) zainteresowane są zagraniczne przedsiębiorstwa i ośrodki badawcze (np. Korea Institute of Industrial Technology, Research Institute of Advanced Manufacturing Technology).

Uwagi

- Doktorantka formułując tezę pracy: *„Wprowadzenie do stopu Al-Mg o ponadstandardowej zawartości Mg różnych kombinacji mikrodotyków stopowych, takich jak Sc, Zr, Er, Ag i Cu, pozwala na wytworzenie materiału, który po przeróbce plastycznej na zimno charakteryzuje się stabilnymi właściwościami mechanicznymi”*, nie określiła kryterium tej stabilności – utrata jakiej części wartości parametrów mechanicznych uznać należy za granicę stabilności?

Z pewnością Doktorantka pozytywnie zweryfikowała postawioną tezę zważywszy na fakt, że stopy z mikrodotykami utraciły jedynie 5% wartości parametrów wytrzymałościowych po wyżarzaniu w stosunku do stanu po kuciu na zimno.

Nasuwa się jednak pytanie - czy można przyjąć kryterium tej stabilności?

Czy są w tym względzie jakieś oczekiwania odbiorców rynkowych tego rodzaju stopów?

- W rozdziale 7 „Podsumowanie i wnioski” Doktorantka stwierdza, że „dobrymi właściwościami mechanicznymi charakteryzował się także, stop AlMg7CuAg, którego spadek twardości B_{inella} po wyżarzaniu 140^o C przez 1440 min był porównywalny do spadku twardości stopu AlMg7ScZr”.

Zatem – czy tylko względy ekonomiczne przesądzają, że alternatywą dla stopu AlMg7ScZr jest ten z dodatkiem Er, a nie AlMg7CuAg?

- Czy na podstawie zdobytej wiedzy przy realizacji prac badawczych Doktorantka może wskazać kierunek ewentualnego dalszego rozwoju stopów Al-Mg o ponadstandardowej zawartości magnezu w kierunku uzyskania ich wyższej stabilności właściwości mechanicznych po przeróbce plastycznej na zimno?

Opinia końcowa

Bardzo dobrze oceniam pracę doktorską mgr inż. Kamili Limanówki. Autorka pracy wybrała bardzo interesujący problem badawczy, umiejętnie sformułowała tezę, cel i zakres pracy oraz wnikliwie przeprowadziła analizę otrzymanych wyników badań pod kątem opracowania nowoczesnych stopów na osnowie Al-Mg z ponadstandardową zawartością Mg cechującymi się wysokimi i stabilnymi właściwościami mechanicznymi po procesach przeróbki plastycznej.

Uzyskane przez Autorkę dysertacji wyniki badań pozwoliły na pozytywną weryfikację postawionej tezy. Należy również podkreślić, że opracowane przez Doktorantkę materiały zostały włączone do oferty produktów wytwarzanych przez Sieć Badawczą Łukasiewicz – Instytut Metali Nieżelaznych.

Stwierdzam, że recenzowana rozprawa doktorska przedłożona przez Panią mgr inż. Kamilę Limanówkę pt. „Wpływ mikrodotyków na zmiany strukturalne stopów aluminium-magnez serii 5xxx o podwyższonej zawartości magnezu przeznaczonych do przeróbki plastycznej” spełnia warunki określone w Art. 187. Ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. (Prawo o Szkolnictwie Wyższym i Nauce, Dz. U. 2022, poz. 574) i wnioskuję do Rady Naukowej Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN w Krakowie o dopuszczenie mgr inż. Kamilę Limanówkę do dalszych etapów postępowania o nadanie stopnia doktora w dziedzinie nauk Inżynieryjno-Technicznych w dyscyplinie Inżynieria Materiałowa.

Chciałbym podkreślić, że uzyskane w niniejszej rozprawie wyniki badań stanowią oryginalny wkład do rozwoju wiedzy w obszarze projektowania i wytwarzania nowoczesnych lekkich stopów konstrukcyjnych. Uważam, że Doktorantka wykazała się nieprzeciętną zdolnością do zidentyfikowania i skutecznej realizacji bardzo ambitnego celu badawczego.

W związku z powyższym wnioskuję do Rady Naukowej Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN w Krakowie o wyróżnienie rozprawy doktorskiej Pani mgr inż. Kamili Limanówki pt. „Wpływ mikrodotyków na zmiany strukturalne stopów aluminium-magnez serii 5xxx o podwyższonej zawartości magnezu przeznaczonych do przeróbki plastycznej”.

Jaworski Mizevo