

Gliwice, 12 maj 2017 r.

Prof. dr hab. inż. Zbigniew Rdzawski
Instytut Metali Nieżelaznych
44-100 Gliwice
ul. Sowińskiego 5

OPINIA O PRACY DOKTORSKIEJ

zatytułowanej:

Wpływ obróbki cieplnej na strukturę i własności mechaniczne stopu EN-AW: 7010 w stanach O i T6

Autor: mgr inż. Teresa Sak

Wydział Metali Nieżelaznych AGH w Krakowie

1. Krótka charakterystyka pracy

Przedstawiona do zaopiniowania praca doktorska stanowi opracowanie zagadnień sprecyzowanych w tytule pracy. Praca składa się z 6 zasadniczych rozdziałów zawartych na 105 stronach. Zawiera 94 pozycji bibliograficznych, 64 złożonych rysunków i 6 tabel..

Rozdziały rozprawy ułożone zostały w sposób klasyczny. Rozprawę otwiera Wstęp, w którym Autorka zawarła krótki opis stanu zagadnienia.

W rozdziale pierwszym przedstawiona została charakterystyka stopów aluminium serii 7xxx z uwzględnieniem roli dodatków stopowych oraz metod umacniania stopów.

W drugim rozdziale omówione zostały zasadnicze elementy technologii produkcji prętów ze stopu aluminium AlZn6MgCu (EN: AW 7010) przeznaczonych do kucia i zginania.

W rozdziale trzecim w oparciu o dane literaturowe oraz wyniki badań własnych opisano charakterystyki zmian strukturalnych i własności mechanicznych stopów aluminium serii 7xxx w powiązaniu z procesami topienia, odlewania, obróbki cieplnej, przeróbki plastycznej na gorąco i zimno. Szczególną uwagę poświęcono roli dodatków stopowych oraz faz występujących w tych stopach i ich znaczeniu dla procesu wytwarzania prętów. Omówiono istotę występujących zjawisk strukturalnych obejmujących procesy zdrowienia, rekrytalizacji ciągłej, nieciągłej, rozrostu ziaren w stopie związanych z wyżarzaniem na stan **O** a także efekty kalorymetryczne i dylatometryczne towarzyszące procesom rekrytalizacji. Scharakteryzowane zostały zasadnicze elementy obróbki cieplnej na stan **T6** (utwardzanie wydzieleniowe).

Na tym tle w rozdziale czwartym przedstawiony zostaje cel pracy i konsekwentnie do przyjętego celu pracy w rozdziale piątym obejmującym badania własne scharakteryzowany

został dobrany stop AlZn6MgCu (EN: AW 7010), metodyka badawcza oraz zebrane i opracowane wyniki badań oraz ich analiza.

Osiągnięte rezultaty, w ujęciu syntetycznym zawarte zostały we wnioskach końcowych zamieszczonych w rozdziale szóstym. Rozprawę zamyka zestawienie bibliograficzne..

2. Ocena rozprawy doktorskiej

Cel poznawczy rozprawy ukierunkowany został na bliższe poznanie procesów rozpuszczania faz oraz odbudowy mikrostruktury zachodzących podczas wyżarzania nieizotermicznego odkształconych na zimno prętów ze stopu aluminium AlZn6MgCu (EN AW: 7010) oraz na ustaleniu związków pomiędzy mikrostrukturą, własnościami mechanicznymi i parametrami technologicznymi.

Cele użytkarne powiązane zostały z poszukiwaniem odpowiedzi na pytania badawcze zmierzające do określenia zależności między wielkością odkształcenia a parametrami wyżarzania zapewniającymi świadome kontrolowanie mikrostruktury i własności prętów z tego stopu odpowiednich dla stanu **O** i **T6**

Pręty w stanie **O** (w stanie wyżarzonym) powinny spełniać szereg wymogów dotyczących mikrostruktury, zespołu własności mechanicznych, jakości powierzchni oraz podatności do kucia i gięcia, w szczególności własności mechaniczne powinny osiągać wartości $R_{p0,2} < 130 \text{ MPa}$, $R_m < 230 \text{ MPa}$ i $A > 16\%$ zaś w stanie **T6** (utwardzonym wydzieleniowo) $R_{p0,2} > 485 \text{ MPa}$, $R_m > 540 \text{ MPa}$ i $A < 12\%$.

Mimo innych, korzystnych cech materiałowych występują pewne trudności w zapewnieniu odpowiednio niskich własności wytrzymałościowych prętów ze stopu AlZn6MgCu (7010) dla stanu **O**, które Doktorantka wiąże ze skutkami kilkugodzinnego wyżarzania po ich uprzednim, znacznym odkształceniu plastycznym na zimno na drodze ciągnięcia. Jako uzasadnienie podaje, że usuwanie skutków odkształcenia na zimno zachodzi w zakresie temperatury, w której pojawiają się procesy zdrowienia i/lub rekrytalizacji, którym towarzyszą w tym stopie procesy rozpuszczania (długi czas wyżarzania) fazy „czynnej” $\text{MgZn}_2(\text{Cu})$ usytuowanej najczęściej na granicach ziaren prowadząc do wzbogacenia osnowy dodatkami stopowymi a więc do pewnego stopnia umocnienia. Zwiększeniu stopnia umocnienia sprzyja także obecność innych faz „biernych” jak: AlFe, AlFeSi, AlMn oraz fazy „antyrekrytalizatora” Al_3Zr , których występowanie i rozmieszczenie są powiązane z warunkami topienia, odlewania a także parametrami procesów homogenizacji i wyciskania stopu AlZn6MgCu (7010).

Aby podołać podjętej problematyce badawczej nakreślonej celem pracy oraz znalezieniem odpowiedzi na pojawiające się pytania badawcze Doktorantka we wstępnej

części pracy, opierając się na danych literaturowych dokonuje krytycznego przeglądu zagadnień dotyczących mechanizmów umocnienia metali a w szczególności stopów aluminium z cynkiem, magnezem i miedzią (seria 7xxx).

Stopy te ze względu na podatność do procesów utwardzania wydzieleniowego oraz korzystny parametr konstrukcyjny, jakim jest wytrzymałość właściwa (udział wytrzymałości do gęstości) znajdują szerokie zastosowanie w środkach transportu, (samochody, samoloty, statki, kolejnictwo) przy wytwarzaniu sprzętu sportowego, w tym elementów sprzętu wspinaczkowego, sprzętu dla osób niepełnosprawnych oraz sprzętu ratunkowego. Kolejną, korzystną cechą tej grupy stopów jest łatwość zagospodarowanie odpadów tak na drodze metalurgicznie jak też konsolidacji plastycznej.

Różnorodne zastosowania sprawiają, że seria 7xxx obejmuje ponad 50 stosowanych stopów zawierających także inne dodatki stopowe takie jak Cr, Zr, Ti, Si, Fe, Mn, Sc i inne dodawane oddzielnie lub komplementarnie dla osiągnięcia rozdrobnienia ziaren, zwiększenia stopnia umocnienia roztworowego, wydzieleniowego, poprawę odporności korozyjnej, zmęczeniowej i t.p.

Jak podkreśla Doktorantka różne wielkości stężenia głównych dodatków stopowych (Zn, Mg i Cu) oraz ich wzajemnych udziałów dają możliwość tworzenia całego szeregu faz wywierających określony wpływ na strukturę i własności użytkowe tych stopów. Na podkreślenie zasługuje dokonane przejrzyste i syntetyczne zestawienie oraz omówienie występujących zasadniczych faz w stopach aluminium serii 7xxx, w tym:

- Faz mogących ulegać rozpuszczaniu tzw „czynnych”: η ($MgZn_2$), Θ (Al_2Cu), S (Al_2CuMg), T ($Al_2Mg_3Zn_3$), fazy **M**, a przez to wpływających na strukturę i własności tych stopów.
- Faz nierozpuszczalnych w trakcie wyżarzania tzw. „biernych” tworzących się podczas krystalizacji stopów z domieszkami Fe, Mn, Si jak np. fazy: α $Al_{12}Fe_3Si$; $Al_{12}Mn_3Si$; Al_9Mn_2Si i faza β ($Al_{4,5}FeSi$), które są niepożądane. W skład tych faz wchodzi atomy głównych dodatków stopowych (Cu, Zn) zmniejszających ich udział w umacnianiu roztworowym, a przy tym powodują pękanie stopu podczas przeróbki plastycznej.
- Faz powstających w wyniku świadomego wprowadzania w niewielkich ilościach metali przejściowych (Mn, Zr, Cr, Ti, Sc), które tworzą podczas homogenizacji z aluminium i innymi składnikami bardzo drobne i rozproszone fazy ($Al_{12}Mg_2Cr$, $Al_{20}Cu_2Mn_3$, Al_3Zr).

Na tym tle Doktorantka dokonuje szczegółowej charakterystyki przemysłowej technologii wytwarzania prętów ze stopu 7010 w stanie **O** oraz wykonywanych z nich wyrobów gotowych (karabińczyków) na drodze kucia i gięcia oraz wyżarzania na stan **T6**, wzbogacając opis istotnymi, licznymi własnymi komentarzami i uwagami.

Materiał wsadowy do wytwarzania prętów ze stopu 7010 stanowiły wlewki odlewane w sposób półciągly o średnicy 215 mm, które po długotrwałym procesie homogenizacji (wyżarzaniu ujednorodniającym w temp. 470°C) były wyciskane na gorąco przez matrycę 18-to otworową do średnicy 13 mm, a następnie swobodnie studzone na wybiegu prasy. Po wyżarzaniu międzyoperacyjnym prasówkę przeciągano na zimno a następnie wyżarzano na stan **O**.

W stanie wyżarzonym **O** otrzymane pręty poddawane były formowaniu na gotowe elementy (karabińczyki) na drodze kucia i gięcia. Ukształtowane gotowe wyroby poddawano procesowi utwardzania wydzieleniowego na stan **T6** polegającemu na nagrzeniu i wygrzaniu stopu w temperaturze 465°C przez 1 godzinę, ostudzeniu w wodzie (przesycanie) i żarzeniu w temperaturze 145°C przez 12 godzin (starzenie).

Godne podkreślenia są odniesienia Doktorantki do newralgicznych elementów procesu technologicznego, dokonane w oparciu o dane literaturowe, wyniki badań krajowego środowiska naukowego i inżynierskiego jak też o własne przemyślenia i wiedzę.

Na tle pogłębionego opisu zasadniczych elementów procesu technologicznego jawi się sens podjętej problematyki badawczej objętej tematem rozprawy. Podołanie temu wyzwaniu doprowadziło Doktorantkę do znalezienia odpowiedzi na następujące pytania badawcze:

1. Jak wpływa wielkość i intensywność odkształcenia na zimno oraz warunki wyżarzania (temperatura, czas, prędkość nagrzewania, sposób chłodzenia) na strukturę i własności stopu AlZn6MgCu (EN AW: 7010) w stanie **O** ?.
2. Czy i w jakiej kombinacji tych parametrów możliwe będzie uzyskanie żądanych cech użytkowych stopu w stanie **O**?
3. Czy istnieją alternatywne sposoby uzyskiwania przez pręty ze stopu 7010 żądanych własności mechanicznych i strukturalnych w stanie **O** i **T6**?
4. Czy i w jakim stopniu procesy odbudowy struktury stopu AlZn6MgCu (EN AW: 7010) modyfikują efekty kalorymetryczne i dylatometryczne towarzyszące rozpuszczaniu faz „czynnych” MgZn₂ i ewentualnie Al₂CuMg oraz czy na tej podstawie możliwa jest zarówno identyfikacja procesów odbudowy struktury a także określenie temperatury początku rekrystalizacji?

Szukając odpowiedzi na postawione pytania badawcze dobrano odpowiedni stop, opracowany został odpowiedni zakres prac oparty o trzy eksperymenty badawcze. Do badań użyto przemysłowy stop AlZn6MgCu (EN AW: 7010) o następującym składzie chemicznym [% mas]:

Al = 89,08; Zn = 6,43; Mg = 2,23; Cu = 1,78; Zr = 0,12; Fe = 0,11; Si = 0,1;
Mn = 0,08; Ti = 0,05; Cr = 0,01; Ni = 0,01.

W zamyśle **pierwszego eksperymentu** było szukanie odpowiedzi na pierwsze dwa pytania badawcze. Materiał wyjściowy stanowiła wyciskana przeciwbieżnie prasówka o średnicy 13 mm, którą poddano procesowi ciągnięcia na zimno o zadanym stopniu odkształcenia 5%, 23%, 37% i 67%. Pobrane z przeciąganych prętów próbki wyżarzano w zakresie temperatury od 180⁰ do 465⁰ C stosując trzy warianty nagrzewania:

- a) Nagrzewanie z małą prędkością ~100⁰C/godz. do temperatury odpowiadającej 80% zadanej temperatury (z zakresu od 180⁰ do 465⁰ C) oraz 18⁰C/godz. aż do osiągnięcia temperatury zadanej i chłodzenie z prędkością < 20⁰C/godz.
- b) Nagrzewanie z dużą prędkością ~ 3000⁰C/godz. do temperatury wyżarzania próbki i chłodzenie z prędkością < 20⁰C/godz.
- c) Nagrzewania jak w wariancie a) i chłodzenie z prędkością < 20⁰C/godz. do temperatury 230⁰C, wytrzymanie w tej temperaturze przez 4 godz. I chłodzenie z piecem do temperatury pokojowej.

W zadanej temperaturze próbki wyżarzano przez 1, 5 i 10 godzin. Dla wybranych prętów uzyskanych przy różnych kombinacjach parametrów wyżarzania weryfikowano ich własności w stanie T6.

W **eksperymentcie drugim** użyto dwa rodzaje materiału wsadowego, jeden stanowiła komercyjna prasówka jak w eksperymencie pierwszym, którą wyżarzano według wariantu a) oraz prasówka z homogenizowanych wlewków wyciskana współbieżnie w warunkach laboratoryjnych, którą otrzymano dwoma metodami, konwencjonalną i KOBO. Próbki z wyciśniętych prętów wyżarzano według wariantu c). Wyniki tych badań ukierunkowane zostały na poszukiwanie odpowiedzi na trzecie pytanie badawcze.

Materiałem użytym do badań w **trzecim eksperymencie**, związanym z poszukiwaniem odpowiedzi na czwarte pytanie badawcze były pręty odkształcone na zimno na drodze przeciągania gniotem 5%, 23%, 37% i 67%, a materiał odniesienia stanowiła prasówka o średnicy 13 mm wyciśnięta konwencjonalnie i wyżarzona na stan O (385⁰C/5 godz.).

Na odkształcanych na zimno i obrabianych cieplnie próbkach dokonywano pomiarów HV, R_{p02}, R_{2%}, R_m, oraz wydłużenia A, stosownie do obowiązujących norm, które uzupełniano obserwacjami strukturalnymi z wykorzystaniem mikroskopii świetlnej, elektronowej mikroskopii SEM, STEM, TEM. Do identyfikacji wydzieleni fazowych wykorzystano EDS oraz metody dyfrakcyjne. Do badań efektów cieplnych występujących podczas nagrzewania wykorzystano skaningowy kalorymetr różnicowy oraz dylatometr.

Szeroki i wielowątkowy zakres prac **eksperymentu pierwszego** wymagał odpowiedniego opracowania wyników badań, stąd prezentację wyników badań Doktorantka rozpoczęła od przedstawienia graficznych zależności pomiędzy zmianami twardości (HV1) a temperaturą wyżarzania dla zastosowanych wielkości odkształcenia na zimno (5%, 23%, 37% i 67%), czasu wyżarzania izotermicznego (1, 5 i 10 godz.) oraz wariantu nagrzewania i chłodzenia (a, b i c).

Dokonana analiza otrzymanych wyników doprowadziła Doktorantkę do konkluzji, że znaczne zróżnicowanie prędkości nagrzewania i chłodzenia ani dodatkowe wyżarzanie izotermiczne w temperaturze 230°C/4 godz. przy chłodzeniu (wariant c), nie wpływa istotnie na przebieg krzywych żarzenia w układzie twardość – temperatura (HV1 – T), nie jest też możliwe wnioskowanie o temperaturze rekrytalizacji prętów na podstawie otrzymanych zależności.

Otrzymane wyniki badań pozwoliły jednak na zawężenie zakresu temperatury wyżarzania prętów do testów rozciągania od 300°C do 440°C dla prętów odkształczanych gniosem 5% oraz od 360°C do 440°C dla prętów odkształczanych na zimno gniosem 23%, 37% i 67%.

Poszukując odpowiedzi na pytanie czy i ewentualnie, który z zastosowanych wariantów wyżarzania pozwala na spełnienie wymagań dla stanu **O** wykonane zostały badania dla zawężonego zakresu temperatury, ustalonego czasu żarzenia izotermicznego 5 godz. oraz dwóch prędkości nagrzewania i chłodzenia (wariant a i b), w których wykazano znaczące obniżenie własności wytrzymałościowych badanych prętów.

Niezależnie od wielkości odkształcenia prętów na zimno wartość wytrzymałości na rozciąganie R_m zmalała do wartości niższej od 230 MPa, spełnione zostały także wymagania odnośnie wartości wydłużenia $A > 16\%$, natomiast wymagany poziom umownej granicy plastyczności $R_{p0,2} < 130$ MPa osiągnięto jedynie dla prętów z 5% odkształceniem na zimno, wolno nagrzewanych (wariant a), wyżarzanych izotermicznie w temperaturze 440°C oraz dla prętów nagrzewanych z dużą prędkością (wariant b) w zakresie temperatury od 360°C do 440°C.

Dla wszystkich pozostałych warunków żarzenia wartość umownej granicy plastyczności była $R_{p0,2} \geq 130$ MPa, co po końcowym zabiegu prostowania prętów na drodze przeciągania prowadzi do podwyższenia umownej granicy plastyczności $R_{p0,2} > 150$ MPa.

Odpowiedzi na zaobserwowane zmiany własności mechanicznych wywołane parametrami odkształcania, nagrzewania i chłodzenia oraz parametrami wyżarzania izotermicznego Doktorantka poszukiwała w badaniach mikrostruktury na przekrojach wzdłużnych i poprzecznych prętów. Dokonana wnikliwa analiza w oparciu o obserwacje strukturalne SEM prze użyciu detektora BSE (Back Scattered Eelectrons) w powiązaniu

z otrzymanymi zespołami własności mechanicznych wskazywała na konieczność ich weryfikacji odnośnie możliwości osiągnięcia także własności przewidzianych dla stanu T6.

Otrzymane rezultaty skłoniły Doktorantkę do stwierdzenia, że niezależnie od temperatury (w zakresie od 360°C do 440°C) wyżarzania na stan **O** oraz wielkości odkształcenia plastycznego na zimno możliwe jest osiągnięcie wytrzymałości na rozciąganie $R_m > 540 \text{ MPa}$, umownej granicy plastyczności $R_{p0,2} > 485 \text{ MPa}$, a więc własności odpowiadających stanowi T6 dla większość prętów, (poza prętem odkształcanym na zimno gniosem 67%). Spełniony został także wymóg maksymalnego wydłużenia całkowitego $A < 12\%$. Konkluzję tę podparto uwagą, że stosowanie niskiego stopnia odkształcenia na zimno (5%) prowadzi do formowania obwódki grubokrystalicznej na przekroju pręta, zaś dla prętów odkształcanych gniosem 67% nie występuje obwódka grubokrystaliczna, ale zbyt wysoki poziom wydłużenia (stop jest za miękki).

Podsumowując otrzymane wyniki badań w **eksperymentie pierwszym** Autorka wiąże trudności z osiąganiem niskiej granicy plastyczności stopu dla stanu **O** zarówno w warunkach produkcyjnych jak i laboratoryjnym z wcześniejszymi etapami procesu produkcyjnego a mianowicie z warunkami odlewania, homogenizacji wlewków oraz stosowanymi parametrami procesu wyciskania wlewków.

Celem rozwiązania problemu obejmującego **eksperyment drugi** wykonano badania laboratoryjne wyciskania współbieżnego oraz wyżarzanie prasówki komercyjnej zmierzające do poszukiwania możliwości otrzymania niskich własności wytrzymałościowych stopu 7010 w stanie **O**.

Jak wykazano, wyżarzanie (wariant a) prasówki komercyjnej w zakresie temperatury od 300°C do 465°C w czasie 1 i 5 godzin (wariant a), spełnia wymagania odnośnie $R_{p0,2}$, R_m , A za wyjątkiem $R_{2\%}$ już po 1 godzinie żarzenia. Ponad to przeprowadzone obserwacje mikroskopowe wskazywały na stabilność strukturalną prasówki po wyżarzaniu nawet przez 5 godzin w temperaturze 400°C. Podwyższenie temperatury wyżarzania do 465°C prowadziło do rozrostu ziaren prasówki przy zachowaniu jej włóknistego charakteru. Nie ujawniła się też obwódka gruboziarnista w przypadku nagrzewania do procesu przesycania.

Wyżarzanie komercyjnej prasówki w temperaturze 385°C przez 5 godzin z chodzeniem stosownie do warunków wariantu c (wytrzymanie prasówki podczas chłodzenia w temperaturze 230°C przez 4 godz.) powoduje znaczne obniżenie własności wytrzymałościowych prasówki w stosunku do chłodzenia w sposób ciągły. Jak stwierdza Autorka, **wyżarzana prasówka komercyjna wykazywała zadawalające własności mechaniczne wymagane dla stanu O, jak też dla stanu T6.**

Współbieżnie wyciskaną prasówkę w warunkach laboratoryjnych w oparciu o klasyczną metodę oraz sposób KOBO poddano wyżarzaniu na stan **O** w temperaturze 385°C przez 5 godz.

W badaniach tych starano się ustalić wpływ stopnia przerobu λ po wyciskaniu w temperaturze 410°C z prędkością $v = 0,1$ mm/s na własności mechaniczne, jakie można osiągnąć po wyżarzaniu na stan **O**.

Wykazano, że w procesie wyciskania dominującym czynnikiem jest stopień przerobu, którego zwiększenie z $\lambda = 16$ do $\lambda = 25$ powoduje dwukrotny wzrost własności wytrzymałościowych, natomiast prędkość wyciskania w zakresie od $v = 0,1$ mm/s do $v = 0,5$ mm/s nie wywiera istotnego wpływu na badane własności.

Otrzymane wyniki doprowadziły Autorkę do konkluzji, że wysoka temperatura wyciskania, mała prędkość wyciskania i niski stopień przerobu pozwala na otrzymanie niskich własności wytrzymałościowych prasówki ze stopu 7010 w stanie **O**.

Pręty otrzymane w wyniku wyciskania metodą KOBO w stanie **O** charakteryzowały się wysokim wydłużeniem (A około 50%) lecz wyższymi wartościami R_m i $R_{2\%}$ w porównaniu do klasycznej metody współbieżnego wyciskania.

Otrzymane korzystne zespoły własności mechanicznych, jakie osiągnięto na prętach komercyjnych i prętach wyciskanych współbieżnie w warunkach laboratoryjnych powiązać można z drobnoziarnistą budową stopu, dla której nie stwierdzono występowania grubokrystalicznej obwódki na wyżarzonych prętach.

Eksperyment trzeci obejmował analizę kalorymetryczną i dylatometryczną oraz badania strukturalne prasówki komercyjnej, jak i odkształconych prętów ze stopu 7010 poddanych nieizotermicznemu wyżarzaniu przy szybkości nagrzewania 5°C/min do temperatury 500°C.

Zamieszczone wyniki obserwacji mikrostruktury prasówki komercyjnej po wyżarzaniu na stan **O** wskazały, że miejscami o podwyższonej gęstości dyslokacji były te ziarna, które sąsiadowały z niekoherentnymi (o większych rozmiarach) wydzieleniami.

W prętach odkształconych na zimno stwierdzono formowanie dyslokacyjnej struktury komórkowej, których wielkość (średnia cięciwa) malała z około 500 nm przy odkształceniu na zimno 5% do około 200 nm przy odkształceniu 67%.

Przeprowadzona analiza kalorymetryczna i dylatometryczna dla wyżarzonej prasówki wykazała, że zaobserwowane zmiany przepływu ciepła oraz rozszerzalności cieplnej towarzyszyły jedynie rozpuszczaniu fazy czynnej η ($MgZn_2$).

W przypadku nagrzewania pręta odkształcanego na zimno gniotem 5% stwierdzono duży i gwałtowny spadek przepływu ciepła, któremu towarzyszył znacznie większy wzrost niż

dla prasówki współczynnik wydłużenia α_t do wartości $45 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$. Na podstawie obserwacji strukturalnych stwierdzono, że w tym zakresie temperatury zachodzą w pręcie jedynie procesy zdrowienia. Nagrzewanie jednak do temperatury 445°C powodowało, że procesy zdrowienia znacząco się nasiliły powodując spadek gęstości dyslokacji. Sporadycznie pojawiły się ziarna o wysokokątowych granicach, typowych dla obszarów zrekrystalizowanych.

Dla pręta odkształconego gniotem 23% podczas nagrzewania do temperatury 350°C występowały sporadycznie nowe ziarna o wysokokątowych granicach. Nagrzanie do wyższej temperatury 435°C prowadziło do zwiększenia udziału ziaren zrekrystalizowanych.

W strukturze nagrzewanego pręta odkształconego gniotem 37% nagrzanego do temperatury 330°C (odpowiadającej maksymalnej rozszerzalności) zaobserwowano wyraźne efekty rozpoczynającej się rekrytalizacji. Zwiększenie temperatury nagrzewania do 410°C powodowało oprócz występowania frontów rekrytalizacji znaczne wyzdrowienie ziaren i podziaren oraz pojawienie się we wnętrzu jak i na granicach ziaren drobnych wydzieliń.

Nagrzanie pręta odkształconego gniotem 67% do temperatury pojawienie się pierwszego maksimum rozszerzalności 300°C prowadziło do wystąpienia bardzo małych ziaren (kilkaset nanometrów), oddzielonych granicami wysokokątowymi. W pręcie nagrzanym do temperatury 330°C ujawniły się skutki zachodzącej rekrytalizacji, o czym świadczyło występowanie nowych dużych ziaren o bardzo małej gęstości dyslokacji z charakterystycznym wygięciem granic. Zwiększenie temperatury nagrzewania do 380°C i 465°C powodowało występowanie dominacji obszarów zrekrystalizowanych, co jednak nie prowadziło do pełnej rekrytalizacji.

Podkreślić należy, że otrzymane rezultaty, a w szczególności dokonane obserwacje strukturalne wskazują na warunki temperaturowe początku rekrytalizacji podczas nieizotermicznego wyżarzania: dla gniotu 5% - 445°C , dla gniotu 23% - 350°C dla gniotu 37% - 330°C i dla gniotu 67% - 300°C oraz ich związek z przebiegiem krzywych rozszerzalności cieplnej, które jednak nie były w pełni spójne z przebiegiem krzywych kalorymetrycznych. Tę pozorną niezgodność Autorka dysertacji rozwiązała dokonując porównania przebiegów przepływu ciepła dla prasówki, w której zachodzi jedynie proces rozpuszczania fazy η (MgZn_2) i odkształconych prętów. Opracowana zależność efektu cieplnego „netto” liczona, jako różnica strumienia cieplnego dla prasówki i strumienia cieplnego dla badanych prętów (odkształconych gniotami 5%, 23%, 37% i 67%) w zależności od temperatury wyżarzania okazały się zbieżne z początkiem wyraźnego efektu egzotermicznego, związanego z procesem rekrytalizacji i są zgodne z obserwacjami strukturalnymi. Godną podkreślenia jest w moim przekonaniu interpretacja krzywych kalorymetrycznych i dylatometrycznych, która w powiązaniu z badaniami strukturalnymi pozwala w miarę jednoznacznie powiązać i opisać zachodzące w stopie procesy

rozpuszczania faz i odbudowy struktury, a w szczególności opracowany schemat nakładania się efektów dylatometrycznych pochodzących od procesów rekrytalizacji i rozpuszczania faz.

Jak starałem się wykazać omawiając zasadnicze elementy badań, recenzowana praca stanowi twórcze rozwinięcie zagadnień teoretycznych i praktycznych. Osiągnięte przez Autorkę rezultaty można uważać za istotne, aktualne i liczące się w tej dziedzinie.

Przyjęta przez Doktorantkę tematyka badawcza oraz wynikający stąd bardzo szeroki i wielowątkowy zakres badań znanego stopu, ze względu na jego wyjątkowe przeznaczenie był uzasadniony oraz mieścił się w istotnym i aktualnym nurcie prac naukowo-badawczych..

Dokonany przegląd literatury oraz krytyczna ocena otrzymanych rezultatów pozwala sądzić o bardzo dobrym rozeznaniu problematyki badawczej jak też o świadomości Autorki o koniecznym do wykonania zakresie prac zmierzających do odpowiedzi na przyjęty cel oraz wynikające stąd pytania badawcze.

Godny podkreślenia jest fakt krytycznego podejścia zarówno do doniesień literaturowych jak też do wyników własnych prac. O dojrzałości badawczej świadczyć może świadomość pewnych ograniczeń i utrudnień związanych z osiąganiem odpowiedzi na pojawiające się pytania badawcze.

Autorka wniosła dużo swojej inwencji i własnych pomysłów zmierzających do osiągnięcia zamierzonego celu. Opracowane zagadnienia zawierają w sobie zarówno aspekty poznawcze jak też uytitarne a nawet dydaktyczne.

Osobiste odniesienie do otrzymanych wyników badań zawarła Autorka w podtytułach „Dyskusja wyników” stanowiących merytoryczne podsumowanie prac objętych trzema seriami badań eksperymentalnych, cechujących się dużą dozą obiektywizmu i rzetelności naukowej. Szczęólnego podkreślenia wymaga sprawne posługiwanie się subtelnym warsztatem naukowym oraz umiejętna interpretacja wyników badań, których rzetelność potwierdzana była innymi, adekwatnymi metodami badawczymi a w szczególności badaniami strukturalnymi oraz analizą dylatometryczną i kalorymetryczną. Sposób interpretacji wyników i formułowania wniosków uważam za poprawny.

Mimo tych niekwestionowanych zalet niestety, Autorka nie uniknęła pewnych niedopowiedzeń, które traktuję dyskusyjnie. Pragnę jednak podkreślić, że problematyka odbudowy struktury zachodząca podczas wyżarzania nieizotermicznego odkształconych na zimno prętów została w sposób jednoznaczny i wystarczający udokumentowana. Pewien niedosyt budzi natomiast brak informacji o obecności oraz rozmieszczeniu faz międzymetalicznych (wielkość cząstek, odległości między nimi i udział objętościowy) w wyżarzonej na stan O prasówce jak też odkształconych na zimno i odrobiny ciepłnie

prętach szczególnie na stan T6. Dane te w moim przekonaniu stanowiłyby uzupełniający argument uzasadniający osiągnięte zespoły własności użytkowych badanego stopu.

Pewną niedoskonałość dysertacji połączyć można z pojawiającymi się często niezgrabnościami językowymi (np. w różnych temperaturach, a powinno być w różnej temperaturze, w funkcji... a, powinno być w zależności...., etc) jak też z uchybieniami stylistycznymi wynikającymi prawdopodobnie niewystarczającej korekty końcowej dysertacji.

Kolejną niedogodnością jest brak streszczenia pracy, które najczęściej stanowi pewną wizytówkę Autora dysertacji.

Zasygnalizowane przeze mnie uwagi nie obniżają mojej dobrej oceny pracy, szczególnie za odwagę stawiania trudnych pytań i konsekwentnego szukania na nie odpowiedzi, także za ciekawy i nowatorski pomysł badawczy.

3. Wniosek końcowy

Determinacja, z jaką Autorka starała się rozwiązać problem naukowy oraz ogromna praca włożona w bardzo szeroki zakres badań oraz przygotowanie dysertacji doktorskiej (forma graficzna badanych zależności, dokumentacja metalograficzna) budzą szacunek.

Stwierdzam, że w mojej opinii przedstawiona praca spełnia wymagania stawiane dysertacjom doktorskim przez Ustawę z dnia 14 marca 2003 r. Dz. U. z 2003 r. Nr 65, z 2005 r. Nr 164 z 2010 r. Nr 96 oraz z 2011 r. nr 84 i wnioskuję o dopuszczenie Pani mgr inż. Teresa Sak do publicznej obrony przedstawionej pracy przed Radą Wydziału Metali Nieżelaznych Akademii Górniczo – Hutniczej w Krakowie

Elżbieta Bohuła