

Prof. dr Tadeusz Bołd
Instytut Metalurgii Żelaza
ul. Karola Miarki 12-14
44-100 Gliwice

Gliwice, 23.09.2015 r.

R E C E N Z J A
pracy doktorskiej mgra Marcina Prewendowskiego
na temat
"Wysokotemperaturowe odkształcanie stopu na
osnowie alumidku żelaza"
dla
Rady Wydziału Informatyki i Nauki o Materiałach
Uniwersytetu Śląskiego

Stopy na osnowie faz międzymetalicznych należą do nowej generacji metalowych materiałów, które pomimo ponad półwiecznej już historii stanowią nadal przedmiot powszechnego zainteresowania materiałoznawców ze względu na ich liczne sprawdzone i przewidywane właściwości i zastosowania. Możliwości tych zastosowań wiąże się, dotąd głównie z takimi właściwościami intermetalików jak żarowytrzymałość oraz odporność na korozję i ścieranie. Niektóre z tych stopów posiadają unikalne właściwości magnetyczne, inne zaś wykazują duży opór elektryczny. Typowe stopy międzymetaliczne, badane dotąd najczęściej, to fazy z układów Fe-Al, Ni-Al i Ti-Al w różnych stosunkach ilościowych odpowiednich metali. Stosunkowo dobrze zbadano dotąd stopy Ni_3Al , $TiAl$, Fe_3Al pod kątem doboru parametrów klasycznej przeróbki plastycznej na gorąco i obróbki cieplnej. Obiektem szczególnego zainteresowania jest faza FeAl ze względu na dużą zawartość glinu a przez to mniejszą gęstość i stosunkowo niską cenę w porównaniu na przykład z ciężarem i ceną stali odpornych na korozję zawierających chrom, nikiel i molibden. Wśród szeregu atrakcyjnych właściwości tego materiału wymienia się żarowytrzymałość, odporność na utlenianie, odporność w środowisku siarki i wody morskiej, a także odporność na działanie erozyjne. Dla stopów FeAl przewiduje się zastosowanie w energetyce (na palniki, wymienniki ciepła, rury i ekrany termiczne) oraz w przemyśle chemicznym i w motoryzacji. Komercjalizacja stopu Fe Al napotyka jednak na trudności technologiczne spowodowane niską plastycznością i skłonnością

do kruchego pęknięcia, a także z powodu problemów przy spajaniu. Walcowanie i kucie stopu FeAl w zakresie temperatur 700-1200°C prowadzi zwykle do pojawienia się pęknięć.

Recenzowana praca dotyczy tego właśnie problemu, to jest doboru i optymalizacji warunków przeróbki plastycznej alumidku żelaza o przybliżonym składzie atomowym FeAl. Jej wyniki są więc pożądane w technologii produkcji wyrobów zwłaszcza tych na potrzeby energetyki.

Charakterystyka pracy

Rozprawa doktorska mgra Marcina Prewendowskiego jest zwięzłym opracowaniem o objętości 91 stron obejmujących podstawowy tekst, 8 tablic, 61 ilustracji w formie wykresów, schematów i mikrografii struktur oraz spis 84 pozycji literatury źródłowej, z których zdecydowana większość pochodzi z ostatniego dwudziestolecia. Badania własne Autor poprzedził szerokim wstępem motywującym przyjęcie tezy pracy, którą można ująć w ten sposób, że *analiza zjawisk towarzyszących odkształcaniu badanego stopu Fe-40Al w wysokich temperaturach ze szczególnym uwzględnieniem dynamicznych procesów zdrowienia i rekrytalizacji umożliwi określenie optymalnych warunków przeróbki plastycznej*. W trakcie przeróbki plastycznej na gorąco procesy dynamicznego zdrowienia i rekrytalizacji zachodzą równolegle z odkształcaniem lub z niewielkim opóźnieniem. Kinetyka tych procesów zależy od wielu czynników, lecz głównie od parametrów odkształcania (temperatury, stopnia i prędkości odkształcania). Zatem oczekiwać można, że recenzowana praca umożliwi dalszy postęp w przetwórstwie stopów FeAl, bowiem Autor podaje, że *celem pracy jest wykorzystanie metod symulacji numerycznej i fizycznej do opracowania m.in. parametrów wyciskania*. Wyroby wytwarzane przez wyciskanie mogłyby znaleźć zastosowanie, na przykład w energetyce i w motoryzacji.

Układ monografii obejmuje poza obszernym wstępem, siedem rozdziałów merytorycznych oraz wnioski. W obszernym przeglądzie literatury (rozdział drugi) na szczególną uwagę zasługuje omówienie *mechanizmów odkształcania plastycznego intermetalików i charakterystyka zmian strukturalnych w procesie przeróbki plastycznej tych stopów*, które wiążą się bezpośrednio z głównym zagadnieniem

pracy. Bardzo krótki rozdział trzeci charakteryzuje obiecujące przykłady zastosowania związków międzymetalicznych. W kolejnym rozdziale Autor przedstawia przebieg badań własnych na materiale opisanym w rozdziale piątym. W obszernym rozdziale szóstym Doktorant podaje opis zastosowanych metod badawczych, które obejmowały przede wszystkim główną metodę to jest symulację fizyczną procesu przeróbki plastycznej poprzez zginięcie za pomocą plastometru Gleeble 3800 i modelowanie numeryczne tego procesu dla warunków osiowosymetrycznych. Jako uzupełniające metody zastosowano badania metalograficzne, pomiary twardości, rentgenowską analizę fazową, wyznaczanie tekstury i mikroskopię elektronową skaningową i transmisyjną. Opisaną metodykę odkształcania, uważam za właściwą - dla osiągnięcia celu pracy i zgodną z najnowszymi tendencjami stosowania metod symulacji i modelowania w miejsce kosztownych prób przeróbki plastycznej na półwyroby. Pewne uwagi krytyczne, zwłaszcza odnośnie niektórych sformułowań Autora w części badań strukturalnych zawarłem w końcowych fragmentach recenzji.

Skupmy się zatem na charakterystyce głównego nurtu pracy. Odkształcanie za pomocą układu Gleeble przeprowadzono w następujących warunkach:

- temperatura: 750, 800, 850, 900 i 950°C
- wielkość odkształcenia ϵ do około 1.3
- intensywność odkształcania $\dot{\epsilon}$: 0.01, 0.1 i 1s⁻¹

We wszystkich próbach szczególną uwagę zwrócono na istotny parametr charakteryzujący zdolność materiału do odbudowy struktury, tj. naprężenie uplastyczniające σ_{pl} . Niemniej istotny dla oceny zdolności do przeróbki plastycznej jest pomiar udziału struktury zrekrystalizowanej i wielkości ziarna oraz jednorodności struktury w relacji do wielkości parametru Zenera.

Za pomocą transmisyjnego mikroskopu elektronowego dobrze zilustrowano zmiany struktury dyslokacyjnej w zależności od warunków odkształcania. Ujawniono tym sposobem efekty rekrytalizacji dynamicznej przy najniższej i najwyższej intensywności odkształcania. Wyniki eksperymentów wskazują, że największe szanse uzyskania niezdefektowanych wyrobów z intermetaliku FeAl stwarza powolne odkształcanie (w tej pracy $\dot{\epsilon}=0,01s^{-1}$). Nasuwa się tu sugestia, że przez bardzo wolne odkształcanie stopu FeAl wywołać można efekt nadplastyczności.

Ocena pracy

Doktorant wykorzystał eksperymenty odkształcania stopu FeAl do opracowania funkcji naprężenia uplastyczniającego w zależności od parametrów odkształcania. Stosując tę funkcję przeprowadził symulację procesu wyciskania za pomocą programu FORGE 2D przyjmując temperaturę 900°C materiału wyciskanego i prędkość stempla 3 mm/s. W drodze prób dopracowano warunki tarcia/płynięcia (kontaktu materiału z matrycą) i w efekcie uzyskano pozytywne wyniki wyciskania półwyrobu z badanego intermetaliku. Można zatem stwierdzić, że zgodnie z zapowiedzią w tezie rozprawy, wykorzystując model reologiczny materiału oraz charakterystykę zmian zachodzących w strukturze w wyniku zdrowienia i rekrytalizacji dynamicznej podczas procesu wysokotemperaturowego odkształcania opracował warunki technologii przeróbki cieplno-plastycznej (temperaturę, stopień i prędkość odkształcania stopu Fe-40Al). Metoda ta - w niewielkim stopniu stosowana dotąd - stwarza perspektywę opracowania technologii odkształcania także dla całej rodziny intermetalików.

Uwagi krytyczne

W maszynopisie pracy występuje kilka miejsc, w których niedotrzymano poprawności redakcyjnej:

- na str. 7: to nie przebieg warunków topnienia a raczej warunki krystalizacji wpływają na właściwości użytkowe stopu,
- na str. 8: to nie "ostatnio" zainteresowano się badaniami mechanizmów odkształcania w wysokich temperaturach,
- na str. 13: końcowy fragment tekstu jest powtórzeniem ze str. 5,
- na str. 15: od góry strony do wiersza 6. tekst wielowątkowy przez co niezbyt elegancki i klarowny,
- na str. 32: komentarz powiązany z rys. 17. tyczący się tekstury rekrytalizacji jest nieuprawniony, bo tekstury nie weryfikowano,
- na str. 36 i 39: występuje niezgodność co do warunków temperatury odkształcania w układzie plastometru Gleeble,

- na str. 37: w środkowej części strony, dziwić może stosunkowo niska (1000°C) temperatura ujednorodniania struktury przez wyżarzanie,
- str. 40: siarczkiem nazwano błędnie siarczan molibdenu MoSO_3 ; w rzeczywistości pewnie stosowano siarczek MoS_2 jako czynnik smarujący,
- str. 43: We wzorze (13) powinno być β_i ,
- str. 49: W opisie dyfraktometrycznej metody wyznaczania tekstury, przytoczono klasyczne podejście związane z walcowaniem (KW, KP), podczas gdy w pracy stosowano ściskanie; co w takim razie oznaczają kąty α , β itd.
- str. 51: Występuje niezgodność oznaczenia badanego stopu z danymi z tablicy 3. Oznaczenie stopu na str. 51 jest częściowo w procentach atomowych a częściowo w procentach wagowych,
- str. 52: W wierszu 5. od dołu, poprawnie byłoby użyć "mikroanalizy rentgenowskiej" a nie mikroanalizy elektronowej,
Pod rys. 21 podpis jest błędny, nie chodzi o dyfraktogram promieniowania charakterystycznego próbki, a lampy rentgenowskiej
Obrazy rozmieszczenia pierwiastków na rys. 22, zwłaszcza niewidoczne rozmieszczenie Al, są nieczytelne,
- str. 53, rys.23: Figury biegunowe z zaznaczeniem RD i TD nie mogą odnosić się do techniki odkształcania zastosowanej w pracy; trudno zgodzić się ze stwierdzeniem braku tekstury po odkształcaniu 50% nawet w temperaturze 1050°C.

W części pracy dotyczącej symulacji analitycznej i fizycznej odkształcania nie mam żadnych uwag.

- str. 78: Autor stwierdza "Stosując opracowaną funkcję naprężenia uplastyczniającego" itd. uważałbym za stosowne przytoczenie tej funkcji,
- Na str.79: nie wiem czym różnią się czynnik tarcia (0,15) i współczynnik tarcia (0.075),
- str. 84: Dlaczego Doktorant nie spróbował zinterpretować struktury pokazanej na rys. 61b, pod kątem procesów wydzieleniowych dyfraktogram rentgenowski zapewne mógłby to wyjaśnić; wiąże się to także z wątpliwym stwierdzeniem na początku str. 85, które odnosi się do materiału w stanie wyjściowym a nie po procesie wyciskania.

Wymienione powyżej uwagi, wątpliwości a nawet niedopracowania nie dotyczą głównej części pracy, w której Doktorant udowodnił postawioną tezę o roli procesów przeróbki plastycznej w dochodzeniu do technologii wytwarzania półwyrobów ze stopu Fe-40Al.

Wniosek

Stwierdzam, że przedstawiona do oceny rozprawa doktorska mgra Marcina Prewendowskiego zawiera opracowanie zagadnienia określonego celem i tezą pracy na wymaganym poziomie, posiada cechy nowości w zakresie metodyki badania procesu odnowy struktury prowadzącej do technologii wytwarzania półwyrobów ze stopu międzymetalicznego FeAl, przeto stawiam wniosek o dopuszczenie Go do publicznej obrony i nadanie stopnia doktora w dyscyplinie *inżynieria materiałowa*.

