

RECENZJA

pracy doktorskiej mgr inż. Marcina Prewendowskiego

nt. "Wysokotemperaturowe odkształcanie stopu na osnowie aluminidku żelaza"

wykonana na zlecenie Dziekana Wydziału Informatyki i Nauki o Materiałach Uniwersytetu Śląskiego z dnia 5 marca 2014 r.

1. Przedmiot oceny

Recenzja dotyczy pracy doktorskiej obejmującej 91 stron, 61 rysunków i 8 tablic. Praca została napisana w klasycznym układzie. Zawiera spis treści, wykaz ważniejszych oznaczeń, przegląd literatury, cel i tezę pracy, wyniki badań własnych, dyskusję wyników i wnioski oraz wykaz literatury. Obejmuje zagadnienie procesu odkształcania na gorąco stopu na osnowie fazy międzymetalicznej typu Fe-Al. Wiąże się z prowadzonymi w ostatnich latach badaniami w wielu ośrodkach nad wytwarzaniem nowej generacji materiałów dla przemysłu samochodowego, lotniczego i kosmicznego, bardziej wytrzymałymi, lżejszymi i odpornymi na działanie coraz wyższej temperatury. Cechy te posiadają stopy na osnowie uporządkowanych faz międzymetalicznych, tzw. „intermetaliki” (z ang. „intermetallics”), należące do unikalnej klasy materiałów metalicznych o właściwościach pośrednich pomiędzy metalami a ceramiką. Zasadniczą słabością stopów na osnowie uporządkowanych faz międzymetalicznych jest niska plastyczność w temperaturze pokojowej i w warunkach przeróbki plastycznej oraz podatność do kruchego pęknięcia. Te niekorzystne właściwości ograniczają powszechne wykorzystanie stopów na osnowie uporządkowanych faz międzymetalicznych w charakterze materiałów konstrukcyjnych. Stopy na osnowie fazy międzymetalicznej FeAl, ze względu na większą zawartość aluminium, a przez to mniejszą gęstość, stanowią przedmiot szczególnych zainteresowań. Charakteryzują się unikalną kombinacją doskonałej odporności na działanie atmosfery utleniającej, nawęglającej lub zawierającej związki siarki, połączonej z wysoką odpornością na zużycie ścierne i erozję, względnie niską gęstością i wysoką opornością w podwyższonej temperaturze.

Realizacja badań w zakresie procesu odkształcania na gorąco stopu na osnowie fazy międzymetalicznej typu Fe-Al ma charakter aktualny i nowatorski, jest w pełni uzasadniona, spełnia oczekiwania w aspekcie naukowym i ma znaczenie zarówno poznawcze jak

i technologiczne. W pracy zawarto kompleksową analizę wpływu podstawowych parametrów procesu odkształcania takich jak: temperatura, odkształcenie, prędkość odkształcenia, warunki chłodzenia na strukturę i właściwości mechaniczne stopu na osnowie aluminidku żelaza. Na podkreślenie zasługuje zawarta w pracy analiza teoretyczna procesu wyciskania oparta o wyniki modelowania matematycznego oraz wykonane próby wyciskania na gorąco stopu Fe-Al w warunkach laboratoryjnych na skonstruowanych narzędziach. Bibliografia zawiera 84 cytowania, w tym jedna pozycja z udziałem Autora. Do przyjęcia są proporcje zawartości przeglądu piśmiennictwa, badań własnych oraz podsumowania wyników badań. Zamieszczony w pracy materiał ilustracyjny w postaci wykresów i tabel dostatecznie podkreśla wyniki badań własnych i w wystarczającym stopniu stanowi wsparcie merytoryczne dla wniosków końcowych rozprawy. Autor używa poprawnej terminologii technicznej. Rozprawa napisana jest w języku polskim.

2. Ogólna ocena pracy

Studium literaturowe obejmuje zagadnienia dotyczące tematyki pracy i składa się z pięciu części. Zostało przeprowadzone kompetentnie z krytycznym podejściem do omawianych problemów. Pierwsza część zawiera podstawowe informacje dotyczące struktury i właściwości fizyko-chemicznych stopów na osnowie Fe-Al. Autor charakteryzuje fazę międzymetaliczną Fe-Al, przedstawia wykres fazowy żelazo-glin, podaje wpływ glinu na właściwości fizyczne. Drugi rozdział dotyczy metod wytwarzania intermetalików, w którym Autor wskazuje, że najbardziej efektywną metodą wytwarzania aluminidków żelaza jest metoda indukcyjnego topienia. Podkreśla także rolę dodatków stopowych takich jak chrom, cyrkon oraz bor. Trzeci rozdział jest poświęcony mechanizmom odkształcania plastycznego intermetalików, a czwarty jest bezpośrednio związany z tematyką rozprawy i dotyczy zmian strukturalnych zachodzących w czasie plastycznego odkształcania stopów Fe-Al. Autor opisuje procesy odbudowy struktury podczas odkształcania na gorąco oraz wpływ procesów zdrowienia i rekrytalizacji dynamicznej na zależność naprężenia uplastyczniającego od odkształcenia. Nie jest jasne tłumaczenie Autora, że kryterium mechaniczne ma zastosowanie głównie w próbie skręcania, natomiast kryterium strukturalne dobrze charakteryzuje próby ściskania i rozciągania. Piąta część przeglądu piśmiennictwa zawiera podstawowe dane dotyczące struktury i właściwości stopu Fe-Al po odlaniu, wyciskaniu, kształtowaniu dynamicznemu, prasowaniu proszków. Nie jest jasnym tłumaczenie Autora dotyczące zakresu występowania zjawiska rekrytalizacji dynamicznej i nadplastyczności (rys. 16). Jakie jest kryterium nadplastyczności możliwe do określenia w próbie ściskania, dla stosunkowo

małych odkształceń? Zwracam uwagę, że zamiast stopni odkształcenia należy stosować miary odkształcenia takie jak: odkształcenie względne, w przypadku ściskania pojęcie gniotu względnego, a przy rozciąganiu wydłużenie względne wyrażone w %. Kolejny rozdział pracy dotyczący potencjalnego zastosowania intermetalików, wskazuje przykłady ich zastosowań w środkach komunikacji, turbinach gazowych, kotłach energetycznych. Szkoda, że część literaturową nie zakończono podsumowaniem ale można uznać, że takie podsumowanie znajduje się w rozdziale teza i organizacja badań. Moje uwagi do części literaturowej dotyczą braku odnośników do rysunków oraz powołań, zwłaszcza w rozdziale 3. Zdecydowana ilość pozycji literaturowych jest sprzed więcej niż dziesięciu lat, a brak mi takich pozycji jak monografia W. Szkliniarza p.t. „Stopy na osnowie faz międzymetalicznych z układu Ti-Al” oraz monografia habilitacyjna D. Kuca p.t.: „Modelowanie zmian mikrostruktury i właściwości odkształczanych na gorąco stopów metali z zastosowaniem metody automatów komórkowych”.

W rozdziale 4 sformułowano tezę pracy: „Model reologiczny materiału oraz charakterystyka zmian zachodzących w strukturze w wyniku zdrowienia i rekrytalizacji dynamicznej podczas procesu wysokotemperaturowego odkształcania pozwalają opracować warunki przeróbki cieplno-plastycznej (temperatury, stopnia i prędkości odkształcania) stopów Fe-Al. Moim zdaniem wymienione parametry odnoszą się do warunków przeróbki plastycznej na gorąco tylko w ograniczonym zakresie, gdyż procesy kształtowania plastycznego takie jak kucie i walcowanie są procesami nieciągłymi i duże znaczenie ma także czas pomiędzy odkształceniami. W pracy analizowany jest proces wyciskania, który jest procesem ciągłym i analiza wymienionych parametrów odkształcania jest słuszna. Dlatego w tezie zamiast przeróbki cieplno-plastycznej proponuję pewne ograniczenie i użycie sformułowania - ...procesu wyciskania. Szkoda, że nie podano schematu programu badań własnych, co ułatwia ocenę zakresu badań własnych.

Badania własne obejmują charakterystykę materiału do badań, procesu obróbki cieplnej, próby ściskania na gorąco, badania właściwości mechanicznych i struktury oraz modelowanie procesu wyciskania. Wyjaśnieniu wymaga czym się kierował Autor w doborze składu chemicznego, określeniu zakresu temperatury i warunków chłodzenia. Zwracam uwagę, że podany zakres temperatur w tablicy 2 różni się od podanego na str. 39 i na rys. 24. Czy nie należało dobrać jednakową temperaturę nagrzewania do procesu odkształcania?

Autor zdaje sobie sprawę, że nie sposób wyeliminować tarcia pomiędzy kowadłami a próbką, co prowadzi do niejednorodnego rozkładu odkształceń w objętości ściskanej próbki. Stąd słusznym jest zastosowanie metody inverse do korekty średniego nacisku

jednostkowego we wzorze (7), a nie jak Autor pisze naprężenia rzeczywistego, aby otrzymać zależność naprężenia uplastyczniającego od odkształcenia, czyli krzywą umocnienia. Niejednorodność rozkładu odkształceń powoduje, że wymagana jest ocena mikrostruktury z obszaru, który odpowiada zadanemu odkształceniu wyliczonemu ze zmiany wymiarów zewnętrznych (patrz. F.Grosman, E.Hadasik: Badania plastometryczne, Wyd. Pol.Śl., Gliwice 2005). Stąd wyjaśnieniu wymaga dobór miejsca do oceny mikrostruktury - na powierzchni bocznej, równoległej do osi odkształcania oraz na powierzchniach czołowych (prostopadłych) wartości odkształcenia mogą różnić się od odkształcenia zadanego.

Jak wynika z opisu w badaniach zastosowano stop poddany wcześniej wyżarzaniu ujednorodniającemu i następnie poddanemu obróbce cieplnej polegającej na długotrwałym wygrzewaniu w temperaturze 400°C. Natomiast zaprezentowany dyfraktogram (str.52) dotyczy jedynie stopu po odlaniu. Dla pełnej charakterystyki materiału, dla którego prowadzono proces przeróbki plastycznej wydaje się być celowe zamieszczenie wyników badań nie tylko w stanie po odlaniu ale również po obróbce cieplnej, gdyż mogła ona spowodować wydzielanie się faz bogatych w Cr i Zr w osnowie badanego stopu, które widoczne są na rysunkach struktury w dalszej części badań. Uzupełnieniem analizy mogło być podanie wpływu obróbki cieplnej na stężenie wakansów, skoro celem tej właśnie dodatkowej obróbki cieplnej miało być usunięcie nadmiarowych nierównowagowych wakansów. Rysunki rozkładu pierwiastków są bardzo mało czytelne. Należy zaznaczyć, że rozkłady pierwiastków analizowano jedynie w mikroobszarach, a zatem stwierdzenie, że stop jest jednorodny pod względem składu chemicznego jest nieco na wyrost. Niemniej jednak można zauważyć na nich, że w badanym stopie nie ujawniono wyraźniej segregacji analizowanych pierwiastków.

Przedstawione na rysunku 23 figury biegunowe dotyczą jedynie temperatury odkształcenia 1050°C a zatem twierdzenie, że ze wzrostem temperatury zmniejsza się stekstrowanie próbek jest niedokładne. Faktycznie stekstrowanie w stanie wyjściowym jest większe, jednak nie badano wpływu temperatury odkształcania na tekstrowanie, gdyż analiza była wykonana tylko dla jednej temperatury i jednej wielkości i prędkości odkształcenia. Poza tym w jakim stanie materiałowym znajdowała się próbka zwana „próbka nieodkształconą”. Czy jest to próbka w stanie po odlaniu, gdzie faktycznie w wyniku procesu technologicznego wytwarzania materiał mógł wykazywać stekstrowanie, czy też jest to próbka w stanie po obróbce cieplnej? Opis tekstury ogólnie wzbudza kontrowersje, a jak sam doktorant twierdzi te wyniki badań są „trudne do interpretacji gdyż materiał odkształca się niejednorodnie”.

Nie jest dla mnie oczywistym sposób określenia naprężenia uplastyczniającego oraz ustalonej jego wartości, co pokazano na rys. 27. Wskazana wartość σ_p odnosi się do maksymalnej wartości naprężenia uplastyczniającego, a ustalona jego wartość nie jest do określenia jeśli naprężenie uplastyczniające maleje w sposób ciągły ze zwiększaniem odkształcenia. Określone wartości σ_p i podane w tablicy 5 istotnie różnią się od podanych na rys. 24. Na str. 59-62 Autor przedstawia sposób wyznaczania energii aktywacji procesu odkształcania oraz parametru Zenera-Hollomona. Zwracam uwagę, że do wyznaczenia parametru Z wymagana jest znajomość energii aktywacji i ta powinna być najpierw podana.

Na rysunku 31 pokazana jest mikrostruktura stopu w stanie wyjściowym. Nie wskazano jednoznacznie jaki to stan wyjściowy dla badanego stopu? Czy po wyżarzaniu ujednorodniającym w 1000°C, czy też po podwójnej obróbce cieplnej, czy może w stanie po odlaniu? W strukturze badanego stopu widoczne są prawdopodobnie jakieś fazy w postaci ciemnych wydzieleni. Czy analizowano te fazy metodą EDS? Jeśli nie to należałoby w przyszłości takiej analizy dokonać. Stwierdzenie, że na rysunku 32 widoczne jest rozpoczęcie procesu rekrytalizacji jest zbyt daleko idące. Na tym rysunku nie są widoczne jakiegokolwiek oznaki rozpoczęcia procesu rekrytalizacji np. w postaci pojawiania się nowych ziarn. Jeśli natomiast doktorant widzi takie oznaki to powinien je jednoznacznie wskazać.

Faktycznie na wybranych obrazach mikrostruktury obserwuje się „pasma odkształcenia” ale jedynie w obrębie pojedynczych ziarn, co nie jest potwierdzeniem, że następuje lokalizacja odkształcenia. Stwierdzenie, że są to pasma zlokalizowanego odkształcenia należałoby w tym przypadku zastąpić stwierdzeniem że są widoczne pasma odkształcenia. W strukturze widoczne są wyraźnie pofałdowane granice ziarn, co świadczy o występowaniu procesu ciągłej rekrytalizacji zachodzącej w badanym stopie.

Mam wątpliwości, czy w stanie po odlaniu mikrotwardość stopu jest wartością odniesienia. Dlaczego nie w stanie po obróbce cieplnej? W badanym stopie po odkształceniu w temperaturze 750°C nie występuje rekrytalizacja dynamiczna, a zatem skąd wynika pomiar twardości obszarów zrekrystalizowanych (rys. 44)? W jaki sposób dokonano analizy ilościowej obszarów zrekrystalizowanych? Brak opisu metodyki tej analizy.

Doktorant nie analizuje szczegółowo struktury dyslokacyjnej zatem opis i powołanie się w tym miejscu na prace 82, 83 i 84 nie wnoszą nic do opisu jakościowego substruktury badanego stopu. Stwierdzenie na stronie 74, że linie dyslokacji w obszarach o zwiększonej gęstości są znacznie bardziej nieregularne dla większego odkształcenia nie znajduje potwierdzenia na obrazach substruktury.

Na rysunku 61 pokazano widok próbek z badanego stopu po procesie wyciskania oraz uzyskaną mikrostrukturę po 42% odkształceniu. W strukturze wyjściowej pokazanej na rys. 31, str. 63 przy danym powiększeniu oraz na obrazie struktury po wyciskaniu przy zastosowanym powiększeniu nie widać spodziewanego rozdrobnienia ziarna, co wskazuje doktorant w wynikach analizy ilościowej. Być może wkraść się tu błąd, a dla pewności należałoby pokazać strukturę przy tym samym powiększeniu.

W badaniach procesu wyciskania wymaga wyjaśnienia dobór wartości współczynnika tarcia równego 0,075, co jest małą wartością w procesach kształtowania na gorąco. Z rozkładu temperatury pokazanego na rys. 55 wynika, że proces wyciskania realizowano w temperaturze około 600°C, a więc w temperaturze w której nie zachodzą procesy rekrytalizacji. Czy nie należało założyć wyższej temperatury nagrzewania wsadu do wyciskania?

Badania realizowane przez Doktoranta są obszerne i dogłębne. Do największych osiągnięć Autora należy zaliczyć wykazanie współzależności pomiędzy parametrami odkształcenia, plastycznością i strukturą w zakresie kształtowania na gorąco. Na uwagę zasługuje opracowanie funkcji naprężenia uplastyczniającego oraz zastosowanie metod numerycznych do analizy procesu wyciskania.

Pewien niedosyt budzą wnioski wynikające z realizowanej pracy doktorskiej. Wniosek pierwszy nie jest odkrywczy w świetle danych literaturowych. Brak jest potwierdzenia w strukturze, że zarodki rekrytalizacji tworzą się w pasmach odkształcenia, co zawarto we wniosku drugim. Widoczne jest, że tworzą się na granicach ziarn pierwotnych. Podanie zakresu parametru Z we wniosku trzecim jest trudne do przełożenia na parametry obróbki plastycznej.

Uzyskane wyniki badań należy uznać za wartościowe i oryginalne osiągnięcie Autora rozprawy. Idea rozwiązania postawionego problemu zasługuje na uznanie, chociaż sposób realizacji badań i interpretacji wyników budzi pewne uwagi dyskusyjne, które zawarłem w recenzji. Wymienione wątpliwości nie obniżają oceny pracy, a jedynie mogą być pomocne przy publikowaniu wyników pracy i dalszych badaniach.

3. Wniosek końcowy

Podsumowując ocenę pracy stwierdzam, że zaprezentowane w recenzowanym opracowaniu wyniki badań i wnioski mają dużą wartość poznawczą i naukową. Doktorant wykazał się niezbędną wiedzą, umiejętnością twórczego prowadzenia badań

eksperymentalnych oraz ich analizy, co pozwala pozytywnie ocenić pracę doktorską mgr inż. Marcina Prewendowskiego.

Stwierdzam, że opiniowana praca doktorska nt. „Wysokotemperaturowe odkształcanie stopu na osnowie aluminidku żelaza” spełnia wymagania stawiane w Ustawie o Stopniach i Tytule Naukowym oraz o Stopniach i Tytule Naukowym w Zakresie Sztuki i wnioskuję o dopuszczenie mgr inż. Marcina Prewendowskiego do publicznej obrony.

Eugeniusz Głazowski