

Recenzja
rozprawy doktorskiej mgr inż. Teresy Sak
pt. " Wpływ obróbki cieplnej na strukturę i własności mechaniczne stopu
EN-AW:7010 w stanach O i T6"

Recenzję wykonałem zgodnie z uchwałą Rady Wydziału Metali Nieżelaznych Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie, w oparciu o pismo Prof. dr hab. inż. Mirosława Karbowniczka, z dnia 22. 03. 2017.

Praca doktorska została wykonana pod kierunkiem dr hab. inż. Krzysztofa Pięły, emerytowanego profesora AGH zatrudnionego uprzednio w Katedrze Nauki o Materiałach i Inżynierii Metali Nieżelaznych Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie. Rozprawa liczy 105 stron, składa się z 5 rozdziałów oraz wniosków, spis literatury zawiera 93 pozycje.

Ogólna charakterystyka pracy, ocena tematyki

Stop 7010 należy do grupy stopów aluminium zwanych potocznie duralami cynkowymi. W wyniku klasycznej obróbki cieplnej – przesycania i starzenia – stopy te uzyskują wysokie własności wytrzymałościowe stając się materiałem konstrukcyjnym o bardzo dobrych parametrach mechanicznych. Przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska mgr inż. Teresy Sak dotyczy wpływu obróbki cieplnej na strukturę i własności mechaniczne stopu 7010, zagadnienia istotnego zwłaszcza z praktycznego punktu widzenia, oraz analizy przemian fazowych i procesów regeneracji struktury odkształcenia na podstawie badań kalorymetrycznych i dylatometrycznych. Ta część pracy doktorskiej ma charakter typowo poznawczy.

Pierwsza część pracy dotyczy zatem wpływu technologii obróbki plastycznej i obróbki cieplnej na uzyskanie prętów ze stopu 7010 o wymaganych własnościach mechanicznych. Stosowana technologia produkcji prętów ze stopu 7010 nie spełnia bowiem wymagań odbiorcy: w stanie wyżarzonym wartość granicy plastyczności jest za duża, natomiast w stanie umocnionym wydzieleniowo na stan T6 stop posiadał zbyt wysokie własności plastyczne (za duże wydłużenie A). Doktorantka badała możliwość obniżenia granicy plastyczności stopu 7010 w stanie wyżarzonym do wymaganej przez odbiorcę wartości. Zrealizowała szeroki program eksperymentalny określając wpływ stopnia odkształcenia i warunków wyżarzania (temperatury, czasu, prędkości nagrzewania i sposobu chłodzenia) na własności mechaniczne i strukturę stopu. Następnie badała, czy stop posiada wymagane własności mechaniczne, a zwłaszcza wymaganą plastyczność w stanie T6.

Kształtowanie własności stopu 7010 zachodzi wskutek przemian fazowych oraz umacniania odkształceniowego, a to prowadzi do złożonych zmian w strukturze stopu. Z tego względu należy docenić aspekt naukowy drugiej części pracy – przeprowadzenie badań kalorymetrycznych i dylatometrycznych których celem było określenie relacji między procesem rozpuszczania faz międzymetalicznych i procesem rekrytalizacji.

Reasumując stwierdzam, że praca doktorska Pani mgr inż., Teresy Sak posiada zarówno aspekt użytkowy i naukowy, dlatego podjęty temat pracy doktorskiej należy uznać za właściwy dla ubiegania się o stopień doktora nauk technicznych.

Ocena merytoryczna pracy

Tekst składa się z części wstępnej oraz części prezentującej wyniki badań własnych wraz z dyskusją wyników. Najistotniejsze ustalenia zostały zebrane we wnioskach końcowych.

Część wstępna

W części wstępnej, na podstawie literatury, przedstawiona została charakterystyka stopów aluminium serii 7xxx i technologia produkcji prętów ze stopu 7010. Obecnie produkuje się około 50 rodzajów stopów serii 7xxx o zawartości cynku zróżnicowanej w granicach od 1,5-2,0% do 7,3-8,7% mas., zawartości magnezu od 0,5-1,0 do 2,9-3,7% mas. i zawartości miedzi od 0,1-0,2 do 2,0-2,6% mas. Złożony skład chemiczny stopów powoduje, że w układzie Al-Zn-Mg-Cu występuje szereg faz międzymetalicznych. Autorka pracy doktorskiej dzieli je na fazy „czynne”, biorące udział w procesie umacniania wydzieleniowego i fazy „bierne”, nieaktywne, tworzące się podczas krystalizacji stopów i nie rozpuszczające się podczas wyżarzania. Stopy aluminium serii 7xxx, podobnie jak serii 2xxx i serii 6xxx umacniane są mechanizmami: wydzieleniowym, odkształceniowym, roztworowym i przez zmniejszenie wielkości ziarna. Doktorantka omawia kolejno ich rolę w umocnieniu stopu będącego przedmiotem Jej badań. Szczegółowo omówiono zmianę struktury i własności mechanicznych stopów 7xxx w procesie produkcyjnym, od analizy wpływu parametrów technologicznych odlewania i homogenizacji na mikrostrukturę wlewków i ich własności plastyczne, po formowanie struktury stopu podczas wyciskania oraz odkształcania na zimno. Następne podrozdziały tej części pracy dotyczą wyżarzania prętów na stan O – omówiono proces rekrytalizacji, w szczególności proces rekrytalizacji stopu z cząstkami drugiej fazy. Przedstawiono przemiany fazowe zachodzące podczas umacniania wydzieleniowego – obróbki cieplnej na stan T6.

Analizowana tu część pracy stanowi wyczerpujące wprowadzenie do prezentacji wyników badań własnych nad stopem 7010. Opracowana została w oparciu o współczesną literaturę (większość cytowanych prac publikowana była po roku 2000), przedstawia zatem aktualny stan wiedzy ściśle związanej z opracowywanym tematem. Należy zauważyć, że w omawianej części tekstu cytowane są również wcześniej wykonane, niepublikowane prace, których mgr inż. Teresa Sak jest współautorem. Tekst jest bardzo poprawny pod względem językowym. Dlatego tę część pracy doktorskiej oceniam bardzo pozytywnie, a drobne błędy i nieścisłości przedstawię w dalszej części recenzji.

Cel pracy

Praca doktorska podporządkowana została dwóm celom: badaniom wariantów technologicznych wykonywania prętów ze stopu 7010 oraz badaniom współzależności procesów strukturalnych zachodzących podczas nagrzewania stopu.

Aby rozeznąć możliwości uzyskania własności stopu 7010 spełniających wymagania odbiorcy w stanie wyżarzonym (w stanie O) i w stanie T6 podjęła Doktorantka badania trzech wariantów technologii wykonania prętów:

- 1) Prasówkę poddano ciągnięciu z różnym stopniem odkształcenia plastycznego a następnie wyżarzono stosując trzy zróżnicowane sposoby wyżarzania
- 2) Zastosowano trzy sposoby wyżarzania prasówki komercyjnej, nie poddawanej operacji ciągnięcia
- 3) Prasówkę wyciskano ze zróżnicowanym stopniem przerobu λ , w różnej temperaturze i ze zróżnicowaną prędkością wyciskania. Ten wariant technologii zawierał także wyciskanie metodą KOB

Badania pozwalające określić relacje między procesem przechodzenia faz międzymetalicznych do roztworu stałego a procesem regeneracji struktury odkształcenia podczas podgrzewania stopu 7010 zostały wykonane metodą kalorymetryczną i dylatometryczną.

Wyniki badań i ich analiza

Badania nad technologią

Dużą wagę przypisała Doktorantka badaniom wpływu sposobu i parametrów wyżarzania stopu 7010 na jego własności mechaniczne. Wyżarzanie prowadzono w zakresie temperatur 200-465 °C przy wygrzewaniu w zróżnicowanym czasie 1h, 5h lub 10h. Zastosowano wyżarzanie z wolnym i szybkim podgrzewaniem wsadu (odpowiednio 100 °C/h i 3000 °C/h) i powolne chłodzenie (20 °C/h) po wygrzewaniu, oraz alternatywnie, dla wolnego nagrzewania – chłodzenie z czterogodzinnym wytrzymaniem wsadu w temperaturze 230 °C.

Kończącym etapem badań była obróbka cieplna wyżarzonego stopu na stan T6.

1) Wyżarzanie prętów ciągnionych z prasówki

Prasówkę o średnicy 13 mm poddano ciągnieniu ze stopniem odkształcenia: 5%, 23%, 37% i 67%. Odształconą prasówkę poddano wyżarzaniu. Poddając pomiarom twardości próbki z prętów ciągnionych uzyskała Doktorantka obszerny zestaw wyników pozwalający określić wpływ zgniotu, temperatury, czasu wygrzewania oraz zróżnicowanego sposobu nagrzewania i chłodzenia podczas wyżarzania na twardość stopu 7010. Analiza tych wyników pozwoliła ustalić zakres temperatury i sposób wyżarzania prętów przeznaczonych do testów rozciągania. Zakres temperatury wyżarzania zawężono do 300-440 °C. Przyjęto czas wygrzewania 5h ponieważ nie stwierdzono istotnego wpływu czasu na twardość wyżarzonego materiału, zastosowano małą i dużą prędkość nagrzewania rezygnując z wytrzymywania próbek w temperaturze 230 °C podczas ich chłodzenia. Badania własności mechanicznych uzupełniła Doktorantka obserwacjami struktury próbek wyżarzanych w zakresie temperatury 300-465 °C.

Okazało się, że wyżarzanie na stan O pozwoliło uzyskać wymaganą wartość granicy plastyczności $R_{0.2} < 130$ MPa tylko dla pręta o stopniu odkształcenia 5%. Spełnia on także, z dużym nadstatkiem, wymagania dotyczące granicy plastyczności, wytrzymałości na rozciąganie i wydłużenia w stanie T6. Jednak obróbka cieplna tego pręta na stan T6 powoduje tworzenie się obwódki grubokrystalicznej, co eliminuje materiał o tak niskim stopniu odkształcenia. W konkluzji Doktorantka stwierdza „Analiza wyników badań własności mechanicznych oraz strukturalnych prowadzi do wniosku, że praktycznie wykluczone jest spełnienie przez pręty ze stopu 7010 równocześnie żądanych wymagań dla stanów O i T6 oraz ograniczeń strukturalnych”.

2) Wyżarzanie prasówki komercyjnej

Próbki do rozciągania wykonane z prasówki poddane zostały wyżarzaniu na stan O w zakresie temperatury 300-465 °C. Doktorantka stwierdziła, że niezależnie od czasu wygrzewania (1h lub 5h), przy powolnym nagrzewaniu (100 °C/h) oraz ciągłym chłodzeniu (bez przystanku termicznego), walcówka uzyskuje wymagane własności wytrzymałościowe dla stanu O: $R_{0.2}$ ok. 120 MPa oraz R_m 220-230 MPa a jednocześnie posiada wysokie wydłużenie $A = 20\%$. Stwierdziła także, że wersja chłodzenia z przystankiem termicznym w temperaturze 230 °C powoduje dalsze obniżenie wartości $R_{0.2}$ i R_m oraz niewielki wzrost wydłużenia. Prasówka uzyskuje także wymagane własności mechaniczne w stanie T6.

3) Wyżarzanie prasówki wyciskanej ze zróżnicowanym stopniem przerobu, w różnej temperaturze i ze zróżnicowaną prędkością oraz wyciskanej metodą KOBO

Doktorantka badała wpływ parametrów wyciskania: stopnia przerobu (λ w granicach 11, 16 i 25), prędkości wyciskania (0,1 i 0,5 mm/s) i temperatury wyciskania (380, 410 i 450 °C) na własności mechaniczne prasówki w stanie O. Wyżarzanie na stan O prowadziła stosując wygrzewanie w temperaturze 385 °C w czasie 5 godzin i wersję chłodzenia z przystankiem termicznym w temperaturze 230 °C.

Z badań tych wynika, że po pierwsze, niezależnie od stosowanych w parametrów wyciskania wyżarzona na stan O prasówka uzyskuje wymagane własności wytrzymałościowe i plastyczne. Po drugie, jedynie stopień przerobu prasówki jest parametrem wpływającym na jej własności po wyżarzaniu. Zwiększenie stopnia przerobu wpływa na wzrost własności wytrzymałościowych prasówki, ale w dopuszczalnych granicach.

Prasówka wyciskana metodą KOB0 także uzyskała wymagane własności mechaniczne po wyżarzeniu na stan O. Charakterystyczną cechą tej prasówki jest bardzo wysoka plastyczność – wartość wydłużenia A wynosiła ok. 50%.

Wszystkie warianty badań mechanicznych uzupełnione są badaniami mikrostruktury.

Analiza kalorymetryczna i dylatometryczna przemian strukturalnych zachodzących w funkcji temperatury w stopie 7010

Badaniom poddano próbki pobrane z prasówki oraz prętów odkształconych, którym przez ciągnięcie nadano stopnie odkształcenia 5%, 23%, 37% i 67%. Jedynym procesem strukturalnym, którego należało oczekiwać podczas podwyższania temperatury prasówki jest rozpuszczanie fazy międzymetalicznej $MgZn_2$. W przypadku prętów odkształconych plastycznie procesowi rozpuszczania towarzyszy proces regeneracji struktury odkształcenia. Rozpuszczanie cząstek fazy międzymetalicznej daje efekt endotermiczny, procesy regeneracji struktury odkształcenia – efekt egzotermiczny. Doktorantka stwierdziła, że krzywe kalorymetryczne, uzyskane zarówno dla prasówki jak i dla prętów ciągniętych, zdominowane są przez efekt endotermiczny, związany z przechodzeniem wydzieleni do roztworu stałego. Analiza przebiegu krzywych kalorymetrycznych próbek prętów ciągniętych prowadzi do wniosku, że w stopie odkształconym plastycznie rozpuszczanie wydzieleni rozpoczyna się w temperaturze o około 30 °C niższej w porównaniu z temperaturą wyznaczoną dla walcówki. Doktorantka interpretuje ten wynik przyspieszeniem procesu dyfuzji wskutek podwyższonej gęstości dyslokacji.

Ponieważ określenie temperatury rekrytalizacji na podstawie krzywych kalorymetrycznych było niemożliwe Doktorantka dokonała porównania krzywych kalorymetrycznych próbek prętów odkształconych z różnym stopniem deformacji plastycznej z krzywą kalorymetryczną wyżarzonej na stan O prasówki. W ten sposób uzyskała zależności na których zaznacza się efekt egzotermiczny spowodowany regeneracją struktury odkształcenia. Okazał się on największy dla próbek pobranych z tych prętów, którym nadano duże odkształcenie.

Zestawienie krzywych kalorymetrycznej z dylatometryczną pozwoliło stwierdzić, że początek spadku przepływu ciepła (efekt endotermiczny) dobrze koreluje z początkiem znacznego wzrostu współczynnika rozszerzalności cieplnej. Natomiast wpływ odkształcenia plastycznego na krzywą dylatometryczną zaznacza się po osiągnięciu maksimum tej zależności. W odróżnieniu od obserwowanego dla prasówki monotonicznego spadku współczynnika rozszerzalności cieplnej, krzywe dylatometryczne próbek pobranych z prętów odkształconych plastycznie charakteryzuje załamanie podczas dalszego wzrostu temperatury, a w przypadku próbki o najwyższym stopniu odkształcenia (67%) zarejestrowano nawet ponowny wzrost współczynnika rozszerzalności cieplnej. Niemonotoniczność ta, jest jak wnioskują Doktorantka, efektem dwu konkurencyjnych zjawisk: rozpuszczania faz czynnych typu $MgZn_2$ oraz procesów regeneracji struktury odkształcenia. Wyniki zawarte w tej części pracy uzupełnione są badaniami strukturalnymi.

Błędy i nieścisłości zauważone w tekście, sugestie i pytania recenzenta

Błędy i nieścisłości

Część wstępna pracy, oparta na analizie literatury napisana jest bardzo dobrze pod względem merytorycznym i redakcyjnym. Nie ma zatem potrzeby przytaczania drobnych i nielicznych usterek językowych. Jedyna moja uwaga dotyczy dwu informacji pochodzących z rozdziału 3.5. „Wyżarzanie na stan O”, gdzie na str. 34 proces normalnego rozrostu ziaren został nazwany rekrytalizacją wtórną, a na str.37 stwierdzono, że przy odkształceniach mniejszych od krytycznego występuje normalny rozrost ziaren. Drobna uwaga – w tablicy 4 nie podano parametrów sieci fazy międzymetalicznej η , jak zapowiada podpis na tą tablicą.

Błędy zauważone w części pracy przedstawiającej badania własne:

Str. 54 – zamiast Rysunek 27 a i b powinno być Rysunek 28 a, b i c

Str. 55, Rysunek 31 – zamiast $\min R_{p0,2}$ powinno być $\max R_{p0,2}$

Str. 57, Rysunek 32 – zamiast $\min R_{p0,2}$ powinno być $\max R_{p0,2}$

Str. 59, Rysunek 33 – ziarna nie są równoosiowe jak napisano na str. 58 w komentarzu do prezentowanych mikrostruktur, nawet jeżeli wyżarzanie prowadzono w wysokiej temperaturze. Ta uwaga dotyczy także innych rysunków, np. Rysunku 44 komentowanego na str. 73.

Str. 70, Rysunek 40 c przywołany w tekście przy komentowaniu mikrostruktury dotyczy własności mechanicznych

Str. 73, Rysunek 45 – brak czasu starzenia w podpisie pod rysunkiem

Str. 78, Tablica 6 – czy linia pozioma oddzielająca wyniki dla wyciskania konwencjonalnego od wyników dla wyciskania metodą KOB0 nie powinna być przesunięta o jedno miejsce „w górę” ?

Uwagi i sugestie

- W rozdziale opisującym metodykę badań brak szczegółów dotyczących obróbki cieplnej na stan T6 (temperatura i czas wygrzewania przed przesycaniem stopu, temperatura i czas starzenia). Co prawda, we wstępnej części pracy, w rozdziale 3.6 podano parametry obróbki na stan T6, ale czytelnik nie jest poinformowany czy właśnie takie stosowane były w prowadzonych eksperymentach.
- Str. 77, Rysunek 49 przedstawia wykresy wykonane w oparciu o dwa punkty pomiarowe – czy nie lepiej podać w tekście odpowiednie wartości ? Nie mamy bowiem pewności, że zależność jest liniowa. Poza tym, czy wartość wydłużenia na rysunku 49, dla prędkości stempla 0,1 mm/s, nie powinna wynosić około 30%, jak na rysunku 48 ?
- W tekście pracy doktorskiej liczbowe wyniki pomiarów nazywane są wielkościami, np. wielkość $R_m = 220$ MPa, wielkość $R_{p0,2} < 130$ MPa. Wielkością jest to co mierzymy, natomiast wynik pomiaru wyrażony w odpowiednich jednostkach stanowi wartość wielkości mierzonej. Wielkością mierzona jest np. granica plastyczności, a zmierzona ilość MPa jest wartością granicy plastyczności.
- Określenie „regeneracja struktury” uzupełniłbym słowem „odkształcenia” bo chodzi o strukturę materiału odkształconego
- Dokumentacja struktur jest bardzo obszerna, dotyczy badań przeprowadzonych przy pomocy mikroskopii optycznej oraz głównie, elektronowej. Niestety, część prezentowanych w pracy mikrostruktur jest mało czytelna – są zbyt zaczernione. Czy to może to wina drukarki ?

Pytania recenzenta

- Z analizy przedstawionych w pracy doktorskiej wariantów technologii wykonywania prętów ze stopu EN AW-7010 w stanie O wynika, że prostym sposobem uzyskania wymaganych własności mechanicznych w stanie O i w stanie T6 jest wyżarzanie prasówki wykonanej przez producenta. Powstaje zatem pytanie, na które nie znalazłem odpowiedzi w tekście pracy: jakie własności mechaniczne miała prasówka wyżarzana na stan O przez producenta i przy jakich parametrach producent prowadził wyżarzanie, skoro wymaganych własności nie uzyskał ?
- Jakie były przesłanki do wprowadzenia trzech wariantów wyżarzania stopu 7010? W szczególności, czym kierowała się Doktorantka wprowadzając wersję wyżarzania z wytrzymaniem wsadu w temperaturze 230 °C ?

Najważniejsze osiągnięcia rozprawy

Doktorantka przeprowadziła systematyczne badania dotyczące kształtowania struktury i własności stopu 7010 na drodze przeróbki plastycznej i obróbki cieplnej. Na podstawie uzyskanych wyników wskazać można optymalną technologię zapewniającą uzyskanie stopu o wymaganych własnościach. Jednocześnie przeprowadziła badania o charakterze poznawczym, które dotyczą wzajemnej relacji między zachodzącymi w podwyższonej temperaturze procesami przemian fazowych i regeneracji struktury odkształcenia tego materiału. Wyniki tych badań powinny zostać opublikowane.

Wniosek końcowy

Przechodząc do ostatecznej oceny pracy stwierdzam, że mgr inż. Teresa Sak swoją pracą doktorską, zrealizowaną w oparciu o szeroki zakres badań eksperymentalnych, przyczyniła się do poszerzenia wiedzy o technologii stopu 7010 oraz wiedzy o procesach strukturalnych zachodzących podczas jego obróbki cieplnej. Staranność w prowadzeniu badań oraz umiejętność analizy wyników świadczą o dobrym przygotowaniu Doktorantki do prowadzenia pracy badawczej.

Dlatego stwierdzam, że przedstawiona praca doktorska odpowiada wymogom stawianym do uzyskania stopnia naukowego doktora nauk technicznych przez ustawę o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki z dnia 14. 03. 2003. i stawiam wniosek o dopuszczenie mgr inż. Teresy Sak do jej publicznej obrony.

