



**POLITECHNIKA
RZESZOWSKA**
im. IGNACEGO ŁUKASIEWICZA



**WYDZIAŁ
MECHANICZNO-
-TECHNOLOGICZNY**
POLITECHNIKI RZESZOWSKIEJ

Stalowa Wola, 12 września 2019 r.

dr hab. inż. Andrzej TRYTEK, prof. PRZ

POLITECHNIKA RZESZOWSKA im. Ignacego Łukasiewicza
Wydział Mechaniczno-Technologiczny
Zakład Wytwarzania Komponentów i Organizacji Produkcji
ul. Kwiatkowskiego 4, 37-450 Stalowa Wola

RECENZJA

rozprawy doktorskiej

mgr inż. Zofii Kwak,

pt.: „*Indeks jakości stopu aluminium układu Al-Zn-Mg-Cu w zależności od parametrów obróbki cieplnej*”,

której promotorem jest dr hab. inż. Edward Czekaj, prof. IOd.,
promotorem pomocniczym dr inż. Aldona Garbacz - Klempka

Recenzję wykonano na zlecenie Dziekana Wydziału Odlewnictwa Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie dr hab. inż. Rafała Dańko, prof. nadzw. AGH, z dnia 16 lipca 2019 roku, pismo: WO-sd. 510-30-02/2019

1. Tematyka rozprawy

Rosnące zapotrzebowanie na wyroby metalowe a jednocześnie oczekiwania odbiorców sprawiają, że wytwórcy poszukują nowych materiałów o wysokiej jakości i niewielkich kosztach wytwarzania. Gwarancją jakości jest stabilizacja parametrów procesu wytwarzania oraz umiejętne ich dobór.

Przemysł metalurgiczny, a w szczególności odlewnie związane z produkcją motoryzacyjną stają przed wieloma wyzwaniami technologicznymi jak pogodzić wysoką jakość przy zachowaniu niskich kosztów wytwarzania. W tym celu stosowanych jest wiele narzędzi nadzorujących produkcję i zarządzanie nią. Jednakże do oceny właściwości mechanicznych konieczna jest bezpośrednia ich ocena za pomocą badań materiałowych. Każdorazowa zmiana dostawcy materiału wsadowego do topienia powoduje konieczność przeprowadzania prób technologicznych i wytrzymałościowych. Stąd też do określenia kompleksowej oceny stopów coraz powszechniej znajdują zastosowanie współczynniki jakości.

Podjęcie tematu rozprawy doktorskiej związanego z Indeksem Jakości w odniesieniu do stopów aluminium, którego właściwości są kształtowane poprzez obróbkę cieplną, wydaje się być trafne dla branży metalurgicznej. Tematyką tą szczególnie zainteresowane są branże motoryzacyjna i lotnicza. Dlatego uważam, że tematyka rozprawy doktorskiej mgr inż. Zofii Kwak

pt. „*Indeks jakości stopu aluminium układu Al-Zn-Mg-Cu w zależności od parametrów obróbki cieplnej*” jest potrzebna dla branży odlewniczej w Polsce.

2. Charakterystyka i układ pracy

Rozprawa doktorska mgr inż. Zofii Kwak liczy 212 stron, na które składają się: streszczenie oraz 11 rozdziałów podzielonych na część teoretyczną i część eksperymentalną. W pracy zamieszczono 41 tabel, 194 rysunki oraz 30 wzorów. Literatura zawiera 96 pozycji bibliograficznych w tym 11 to publikacje współautorskie Doktorantki.

Część teoretyczną rozprawy stanowi wprowadzenie oraz 5 rozdziałów głównych. W rozdziale 2 Doktorantka scharakteryzowała aluminium i jego stopy przedstawiając jego produkcję i zapotrzebowanie przemysłowe, a także właściwości w zależności od dodatków stopowych. Opisano systematykę oznaczeń stopów aluminium ze względu na pierwiastki stopowe oraz identyfikację technologii wytwarzania.

Rozdział 3 to charakterystyka stopów na bazie aluminium. Omówiono wpływ poszczególnych składników stopowych Zn, Mg i Cu na zmianę wytrzymałości, plastyczności i twardości. Analiza właściwości tych stopów jest przedstawiona opisowo oraz w formie danych tabelarycznych i graficznych (schematów, wykresów oraz mikrostruktur).

W rozdziale 4 przedstawiono proces przygotowania aluminium do odlewania. Scharakteryzowano piece odlewnicze stosowane do topienia stopów aluminium, wsad metalowy i topienie a także obróbkę ciekłego metalu (zabieg rafinacji i modyfikacji). Podrozdział 4.6 charakteryzuje odlewanie półciągle stopów aluminium.

Rozdział 5 to głównie charakterystyka i analiza dwóch stopów aluminium 7003 oraz 7010, które są przedmiotem badań w części eksperymentalnej. Doktorantka w tym rozdziale dokonuje analizy właściwości tych stopów na podstawie danych literaturowych głównie własnych opracowań (poz. lit. 5, 36, 37). W rozdziale 5 wydaje się zbędnym podrozdział 5.3 pt. właściwości mechaniczne w próbie rozciągania, w którym przedstawiono metodę badań wytrzymałościowych, analizę wykresu rozciągania, opis matematyczny i wzory do obliczania wytrzymałości na rozciąganie, naprężenie, wydłużenie, granicę plastyczności, wydłużenie i przewężenie.

Kolejny rozdział 6, Indeks Jakości, nawiązuje bezpośrednio do tematyki rozprawy. Doktorantka analizuje stan i wiedzę dotyczącą wskaźników jakości. Scharakteryzowano kilka rodzajów wskaźników stosowanych do analizy jakości stopów aluminium w zależności od wytrzymałości na rozciąganie i wydłużenie, od gęstości energii odkształcenia, granicy plastyczności. W kolejnych podrozdziałach analizowano indeks jakości stopu AlSi7Mg0,3 w zależności od obróbki cieplnej. Scharakteryzowano także indeks jakości stopu aluminium w zależności od sposobu rafinacji. Opisano również zmianę Indeksu Jakości w zależności od parametrów homogenizacji dla stopu Al-Zn-Mg-Cu. Opis ten to głównie praca autorki (poz. lit. 79).

Część eksperymentalna rozprawy doktorskiej składa się z 5 rozdziałów zawierających cel i zakres badań, tezy pracy, metodykę badawczą, wyniki badań i wnioski.

W rozdziale 7 dotyczącym celu pracy zbędna jest część dotycząca opisu pobierania próbek, metodyki czy też maszyny wytrzymałościowej. W dalszej części Autorka przedstawia cele pracy, które dotyczą:

„ ...połączenia właściwości wytrzymałościowych i plastycznych stopów, we wskaźnik zwany indeksem jakości... ”;

„ ...wykazanie, że te stopy posiadają również wysoki potencjał w stanie po odlaniu, a dodatkowa precyzyjna ich obróbka cieplna umożliwiła otrzymanie wysokich parametrów wytrzymałościowych i podniesienie ich plastyczności... ”.

W rozdziale 8 Doktorantka przedstawiła cztery tezy pracy:

- „stopy układu Al-Zn-Mg-Cu, o składzie chemicznym przeznaczonym do przeróbki plastycznej, mogą być stosowane na odlewy, których właściwości mechaniczne wyniosą: wytrzymałość na rozciąganie $R_m \geq 350$ MPa, plastyczności A_5 powyżej 3% (sięgającej niekiedy nawet 15-18%),
- idea Wskaźnika Jakości QI ma zastosowanie w przypadku stopów aluminium układu Al-Zn-Mg-Cu,
- pomiędzy współczynnikami jakości QI i pracą zniszczenia W_B w próbie (statycznego) rozciągania może występować liniowa lub nieliniowa korelacja.
- poprzez odpowiednią obróbkę cieplną, poprzedzoną dokładną analizą termiczną (DSC, ATD, TMA), możliwe jest zwiększenie wytrzymałości i w stopniu znaczącym plastyczności odlewanych stopów serii 7XXX, pierwotnie przeznaczonych do przeróbki plastycznej”.

Rozdział 9, metodyka badań, charakteryzuje materiał do badań i jego przygotowanie. Materiał do badań stanowiły wytopy stopów 7010 i 7003 wykonane w postaci wlewków w Grupie Kęty S.A. Z wlewka wycinano próbki do badań o kształcie plastrów oraz próbki zblizonych kształtem i geometrią do próbek wytrzymałościowych. Materiał badawczy analizowano z wykorzystaniem analizy składu chemicznego na spektrometrze iskrowym. Przeprowadzono analizę termiczną z zastosowaniem różnicowej kalorymetrii skaningowej DSC. Kinetykę krystalizacji stopów przeprowadzono za pomocą analizy termo-derywacyjnej ATD. Analizę termomechaniczną prowadzono z wykorzystaniem analizatora termomechanicznego TMA. Zabiegi obróbki cieplnej wykonano z zastosowaniem pieca komorowego z komputerowym sterowaniem oraz chłodzeniem w wodzie w koszu stalowym a starzenie wykonano w suszarce z cyfrowym termostatem. Właściwości mechaniczne oceniano z wykorzystaniem pomiarów twardości metodą Brinella oraz wytrzymałości na rozciąganie. Kolejno wykonano badania metalograficzne z wykorzystaniem mikroskopu optycznego oraz elektronowego skaningowego. Uzupełnienie badań na mikroskopie skaningowym stanowiła analiza składu chemicznego w mikroobszarach.

W rozdziale 10 zaprezentowano wyniki badań. Doktorantka przedstawiła wyniki badań składu chemicznego stopów 7010 i 7003, wyniki różnicowej kalorymetrii skaningowej, scharakteryzowano i opisano przebiegi krzywych termiczno-derywacyjnych oraz wykresy analizy termomechanicznej. Zaprezentowano charakterystyczne krzywe nagrzewania i chłodzenia podczas obróbki cieplnej oraz starzenia. W podrozdziale 10.4 zaprezentowano wyniki pomiarów twardości metodą Brinella oraz wytrzymałości na rozciąganie oraz opisano a następnie przedstawiono w postaci graficznej zależności R_m , $R_{0,2}$, A, HB, i równań matematycznych wraz ze

współczynnikiem korelacji R^2 : $R_m=f(A)$; $R_{0,2}=f(A)$; $R_m=f(HB)$; $R_{0,2}=f(R_m)$. Obszerne wyniki badań mikrostruktury oraz analizę składu chemicznego mikroobszarów przedstawiono w rozdziale 10.5. Zaprezentowano atlas mikrostruktur dla stopów 7010 oraz 7003 w skrajnych wariantach Indeksu Jakości QI. Prezentowane wyniki mikroanalizy składu chemicznego dotyczą obszarów wydzieleni fazowych, dendrytów oraz osnowy metalowej. W rozdziale 10.6 przedstawiono tabelarycznie, opisano oraz wyznaczono zależności matematyczne wykresinie dla Indeksu Jakości QI = f (A, $R_{0,2}$, R_m , HB). Dla stopu 7003 uzyskano bardzo wysoki współczynnik korelacji R^2 (rys. 191). Kolejny podrozdział 10.7 przedstawia analizę wyznaczonych indeksów jakości stopów 7010 oraz 7003. Wyniki opisano i przedstawiono w formie tabelarycznej oraz graficznie w formie wykresów liniowych i logarytmicznych wraz ze współczynnikami korelacji. W podrozdziale 10.7 Doktorantka podsumowała w formie opisowej otrzymane rezultaty badań dla stopów 7010 oraz 7003.

Pracę zakończono rozdziałem 11. Przedstawiono w nim wnioski dotyczące potwierdzenia założonej tezy, możliwości obliczania, praktycznego wykorzystania oraz możliwości zmiany indeksu jakości w zależności od zastosowanych parametrów obróbki cieplnej.

Ocena rozprawy.

Przedstawiona do recenzji praca doktorska mgr inż. Zofii Kwak jest obszerna. Zapewne tak duża objętość nie pozwoliła Doktorantce ustrzec się wielu drobnych błędów ortograficznych, stylistycznych i edytorskich. W związku z ilością tych błędów nie będą one przytaczane w recenzji. Uwagi te zostaną przekazane Doktorantce. Przytoczę tylko część tych błędów:

- str. 20: „W związku z tym stopy aluminium są wykorzystywane, jako materiały na rurociągi, zbiorniki, beczki czy spręży AGH,” - sprząty AGH ?
- str. 21: „...zespalańia...” - powinno być: spajania
- str. 21: „W obrębie artystycznego zastosowania stopów aluminium można wymienić wszystkie te sytuacje, w których stopy aluminium wykorzystywane są na urządzenia wymiany ciepła”.
- str. 25: „...przy większych powiększeniach widać obserwuje się...”
- str. 25: „...Nie następuje zupełny brak wzajemnej rozpuszczalności ...”
- str. 27: „...lepsza zdolność do przyjmowania obróbki cieplnej poprzez ...”
- str. 29: „...Źródła literaturowe podają, że magnez sprzyja zwiększeniu żarowytrzymałości aluminium i jego stopów...” - Jakie źródła?
- str. 36: „...Na wstępie należy rozpoznać po zrozumieniu systemu identyfikacji...” - ?
- str. 58: „...w okresie uszlachetniających zabiegów technologicznych...”
- str. 51: „...Wprowadzenie casting ciągłego i półciągłego odlewania...”
- str. 63: „...przy użyciu skaningowego mikroskopu optycznego...”
- str. 65: „...przeprowadzono analizę masywów danych...”
- str. 69: „...czysty znormowany stop 7010...”
- str. 71: rys. 52-58, Czy tu widać porowatość czy zagazowanie ? Czy to może mieć wpływ na wyniki badań ? Na które ?
- str. 74: „...Wyniki badań wielkości ziarna uwidaczniają się również w wyraźny sposób w barwnej mozaice mikrostruktur...”
- str. 114 i 115: „...Prędkość odlewania...” - powinno być: Prędkość zalewania.
- str. 118: „...ponieważ wolne opracowanie próbek umożliwiło...”
- str. 128: „...ewentualną korektę badania...” . Jak rozumieć to sformułowanie ?
- str. 128: „...jeżeli po dwóch pomiarach obserwowano różnicę wyników większą niż 3 HB wówczas wykonywano trzeci pomiar...” . Minimum to 3 a standard to 5 pomiarów.
- str. 131: instrukcja 13/PM - na czym ona polega, co opisuje ?
- str. 141 tabela 36 - Które dane własne, a które literaturowe ?

- str. 150 (uwaga str. 191): „...Wszystkie prace mające na celu potwierdzenie otrzymanych w innych częściach badań są kluczowe, zapewniają rozwój oraz gwarantują powodzenie przedsięwzięcia.
- str. 154: brak tabeli wyników na podstawie której wytypowano próbki do obserwacji.
- str. 154 (uwaga str. 193): „...prawdopodobnie fazę $N(Al_7Cu_2Fe)$. Z kolei na podstawie mikroanalizy rentgenowskiej fazy można przypuszczać, że jest to faza $S(Al_2CuFe)$.” Skąd ta różnica i który wynik uznać za właściwy ?
- str. 157: „...Przy takiej budowie mikroskopowej...”
- str. 190: „Badania DSC były prowadzone równoległe w dwóch jednostkach badawczych, co pozwoliło na wyeliminowanie potencjalnych błędów aparatury i wysnutych na tej podstawie wniosków.” A jakie były te wnioski ?
- str. 191 (uwaga str. 150): „...wszystkie prace mające na celu potwierdzenie otrzymanych w innych częściach badań są kluczowe, zapewniają rozwój oraz gwarantują powodzenie przedsięwzięcia...”
- str. 193: (uwaga str. 154): „...prawdopodobnie fazę $N(Al_7Cu_2Fe)$. Z kolei na podstawie mikroanalizy rentgenowskiej fazy można przypuszczać, że jest to faza $S(Al_2CuFe)$.” Skąd ta różnica i który wynik uznać za właściwy ?
- str. 193: „...Na przybliżeniu 200x...”

Wiele rysunków jest słabej jakości (np. rys. 37-42, 66-68, 77-80) co utrudnia ich interpretację. Znaczna część z nich jest przygotowana przez Autorkę w innych publikacjach stąd też można je było łatwo przerobić i przygotować do rozprawy. Zdarzają się w opisach rysunków stare jednostki (np. rys. 18) MN/m² zamiast MPa lub opisy na rysunkach w języku angielskim (np. rys. 30-33, 79, 80), brak opisów osi X, Y na rysunkach (np. rys. 43-46). Na niektórych rysunkach brak dokładniejszego opisu w tekście lub podpisie rysunku. Autorka bardzo często stosuje zamiennie oznaczenie anglojęzyczne UTS, YS w miejsce R_m , $R_{0,2}$ w rozprawie powinno to być ujednolicone.

Przedstawione powyżej błędy nie umniejszają jakości merytorycznej recenzowanej rozprawy doktorskiej.

3. Osiągnięcia Doktorantki

Doktorantka zaprezentowała w rozprawie problem badawczy i podjęła próbę rozwiązania. Dla potrzeb realizacji postawionych zadań i zakresu pracy oraz dla rozwiązania tego problemu opracowała metodykę badawczą i program naukowo-badawczy. Przygotowanie materiału oraz wykonanie próbek zostało zrealizowane w warunkach przemysłowych. Jest to o tyle cenne, że wyniki badań przemysłowych często znacząco odbiegają od wyników laboratoryjnych. Stąd też można sądzić, że uzyskane wyniki badań będą powtarzalne dla odlewni, w której wykonywano te badania.

Autorka opracowała także specjalny kształt próbek do badań wytrzymałościowych w celu jak najdokładniejszego odzwierciedlenia efektów obróbki cieplnej na ich przekroju.

Doktorantka w badaniach stopów posługuje się nowoczesnymi narzędziami, aparaturą i urządzeniami naukowymi: analizą z wykorzystaniem skaningowego mikroskopu elektronowego z mikroanalizą SEM-EDS, różnicową kalorymetrią skaningową DSC, analizą termiczno-derywacyjną ATD, analizą termo-mechaniczną TMA. Świadczy to o dobrej znajomości metod badawczych oraz umiejętności ich doborze do rozwiązania problemu naukowego.

Wyznaczenie przez Doktorantkę zależności graficznych (wykreślenie) oraz zależności matematycznych: $R_m=f(A)$; $R_{0,2}=f(A)$; $R_m=f(HB)$; $R_{0,2}=f(R_m)$ a następnie $QI = f(A, R_{0,2}, R_m, HB)$ umożliwiła praktyczne wykorzystanie wyników badań.

4. Uwagi i pytania do Doktorantki

1. W tabeli 21 (str. 98) zawartość Mg jest 0.174% przytoczona norma mówi o zawartości od 0,2% do 0,45% (str. 97, tab. 20). Dlaczego taki skład zastosowano do badań ? Jaki to miało wpływ na wyniki badań ?
2. W rozdziale 6.1. Doktorantka przedstawiła kilka interpretacji Indeksu Jakości. W części eksperymentalnej rozprawy w rozdziale 10.6 dotyczącym indeksu jakości badanych stopów nie ma jednoznacznego określenia który indeks zastosowano ? I tu kolejne pytanie dlaczego nie porównano wszystkich znanych indeksów jakości ?
3. Strona 98 „...mierzone przy pomocy termopary 2xNiCr-Ni typu K-2, z dokładnością $\pm 5^{\circ}\text{C}$...” To duży zakres, ponieważ błąd może wynosić nawet 10 °C. Dlaczego zastosowano termoparę o takiej dokładności pomiaru ?
4. W rankingu Indeksu Jakości QJ (rozdz. 10.6) dla stopu 7003 uzyskano bardzo wysoki współczynnik korelacji R^2 (rys. 191) a dla stopu 7010 o wiele niższy (rys. 187). Jak to można uzasadnić ?

5. Wniosek końcowy

Rozprawa doktorska mgr inż. Zofii Kwak dotycząca „*Indeks jakości stopu aluminium układu Al-Zn-Mg-Cu w zależności od parametrów obróbki cieplnej*” spełnia wymagania dotyczące prac doktorskich:

- przedstawione w rozprawie tezy Doktorantka udowodniła i poparła uzyskanymi wynikami badań, które zrealizowała poprzez przedstawiony zakres pracy,
- opracowała własną metodykę i procedury badawcze umożliwiające realizację tej metodyki, jest to dowód na umiejętność samodzielnego planowania i realizacji prac badawczych,
- wyniki badań przedstawiła w formie graficznej oraz zależności matematycznych, które pozwalają na ich wykorzystanie w praktyce przemysłowej,
- zrealizowana praca wnosi nową wiedzę do praktyki przemysłowej i jest oryginalnym naukowym wkładem w rozwoju branży odlewniczej.

Recenzowana rozprawa doktorska mgr inż. Zofii Kwak jest oryginalnym opracowaniem, w którym dowiodła umiejętności samodzielnego rozwiązywania zadań badawczych poprzez analizę literatury, planowanie eksperymentu oraz opracowanie procedur i wykonanie badań. Doktorantka wykazała również predyspozycje do opracowania, interpretacji i analizy wyników badań, wskazuje także na ich możliwości aplikacyjne w praktyce przemysłowej.

Mając na uwadze powyższe stwierdzenia uważam, że rozprawa doktorska mgr inż. Zofii Kwak dotycząca „*Indeks jakości stopu aluminium układu Al-Zn-Mg-Cu w zależności od parametrów obróbki cieplnej*” spełnia wymagania ustawy o stopniach naukowych i tytułach naukowych. W związku z tym wnioskuję Wysokiej Radzie Wydziału Odlewnictwa Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie o dopuszczenie do publicznej obrony mgr inż. Zofii Kwak.

