



**AGH**

Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica w Krakowie  
Wydział Metali Nieżelaznych  
Katedra Przeróbki Plastycznej i Metaloznawstwa Metali Nieżelaznych  
dr hab. inż. Krzysztof Żaba, prof. AGH

Kraków, 19 lipca 2020 r.

## **Recenzja**

**rozprawy doktorskiej mgr inż. Sylwii Przybysz pt. „Analiza anizotropii właściwości mechanicznych stopu miedzi CuCrZr oraz stopu aluminium 6060 po procesie wyciskania hydrostatycznego”,**

**opracowana na zlecenie Pana Prodziekana Wydziału Inżynierii Materiałowej Politechniki Warszawskiej dr hab. inż. Roberta Sobieckiego, prof. PW,  
pismo z dnia 23 czerwca 2020**

Praca wpisuje się w trendy badawcze w dziedzinie nanotechnologii, dotyczące analizy zjawisk, występujących w stopach metali, poddanych metodom dużych odkształceń plastycznych (ang. Sever Plastic Deformation - SPD). Analiza tych zjawisk, choć od lat będąca przedmiotem publikacji i patentów, wciąż stanowi źródło inspiracji do dalszych, wyspecyfikowanych badań i rozwiązywania istniejących problemów.

W ostatnich latach problematyka w zakresie otrzymywania materiałów nanokrystalicznych stała się jednym z wiodących obszarów badawczych w dyscyplinie inżynierii materiałowej. Z doniesień badaczy wynika jednak, że podjęta w pracy tematyka nie została dotychczas scharakteryzowana w sposób kompleksowy i jednoznaczny, pomimo szeregu metod badawczych oraz mnogości wyników badań i wymaga ciągłego doskonalenia i optymalizacji stosowanych technologii.

Autorka rozprawy podjęła próbę analizy wpływu dużych odkształceń plastycznych, uzyskanych w procesie wysokociśnieniowej przeróbki plastycznej, metodą wyciskania hydrostatycznego (HF), na anizotropię właściwości mechanicznych stopu miedzi CuCrZr oraz

stopu aluminium AA 6060. Anizotropia badanych stopów była określana w oparciu o analizę badań właściwości mechanicznych, udarność oraz obserwacje mikrostrukturalne.

Z powyższych względów uważam, że problematyka i temat rozprawy doktorskiej mgr inż. Sylwii Przybysz zostały trafnie sformułowane i zasługują na uznanie. Wybór tematyki jest jak najbardziej aktualny i wpisuje się w trendy badawcze w obszarze badań materiałów metalicznych metodą dużych odkształceń plastycznych.

### **Ocena rozprawy doktorskiej**

Recenzowana rozprawa, napisana pod opieką naukową prof. dr hab. inż. Jarosława Mizery, obejmuje 122 strony, zawiera 10 rozdziałów, wnioski końcowe i bibliografię, streszczenie w języku polskim i angielskim, 89 rysunków w postaci schematów, wykresów i fotografii, 10 tabel oraz 130 pozycji literaturowych, 42 z ostatnich dziesięciu lat, w tym 6 współautorskich Autorki dysertacji w języku angielskim.

Część I dysertacji, obejmuje Analizę stanu zagadnienia, która podzielona została na pięć rozdziałów (1-5), które zajmują w sumie 30 stron. W rozdziałach pierwszym i drugim Autorka skupia się na wybranych problemach, związanych z nanotechnologią. W rozdziale trzecim Doktorantka przedstawia zagadnienia dotyczące podziału i charakterystyki metod dużych odkształceń plastycznych (SPD), tzn. przeciskania przez kanał kątowy (ECAP), skręcania pod wysokim ciśnieniem (HTP), cyklicznego walcowania materiału wielowarstwowego (ARB), cyklicznego wyciskania ściskającego (CEC) oraz wyciskania hydrostatycznego (HE). W rozdziale czwartym przedstawione zostały aspekty zjawiska anizotropii po procesach SPD, natomiast w rozdziale piątym informacje dotyczące zastosowania materiałów anizotropowych uzyskanych po procesach SPD.

Analiza literaturowa, oparta w większości o publikacje anglojęzyczne, została wykonana na wysokim poziomie, obejmując najważniejsze zagadnienia dotyczące tematyki podjętej w pracy.

Na podstawie analizy stanu zagadnienia Autorka, w rozdziale szóstym dysertacji, przedstawia genezę oraz przyjmuje cel i określa zakres pracy (str. 41), co stanowi zakończenie Części I dysertacji. Według Doktorantki *„wyniki badań oraz wnioski uzyskane w pracy pozwolą na lepsze zrozumienie charakterystycznej anizotropii właściwości mechanicznych powstającej w trakcie procesu wyciskania hydrostatycznego i przyczynią się w przyszłości do efektywnego wykorzystania tych materiałów”*.

Sformułowane cele są właściwe i jednoznacznie określają istotę rozprawy.

Celem pracy jest „zbadanie wpływu dużego odkształcenia plastycznego uzyskanego metodą wyciskania hydrostatycznego na anizotropię właściwości mechanicznych, w szczególności mierzonych w próbie udarności w stopie aluminium 6060 i stopie miedzi CuCrZr”.

Cel pracy, według Doktorantki, powinien zostać osiągnięty poprzez realizację prac badawczych, które zakresem (str. 41) obejmują statyczną próbę rozciągania, badania udarności, obserwacje mikroskopowe i badania tekstury. Przedstawiony zakres prac badawczych nie jest zbyt imponujący. Dopiero metodyka badawcza, przedstawiona w dalszej części dysertacji, prezentuje realny obszar wykonanych prac badawczych i stopień ich zaawansowania.

Część II dysertacji, obejmująca badania własne, została podzielona na cztery rozdziały (7-10), które zajmują w sumie 68 stron.

W rozdziale 7 (str. 42-44) Doktorantka przedstawia powody wyboru zastosowanych w pracy materiałów tzn. stopu aluminium AA 6060 i stopu miedzi CuCrZr, twierdząc, że „materiały te charakteryzują się różną granicą plastyczności, twardością, odkształcalnością i temperaturą topnienia, co wiąże się z ich różną podatnością na dużą deformację plastyczną” oraz zamieszcza ogólną charakterystykę tych materiałów. Autorka stwierdza również, że przeznaczone do badań materiały „są często stosowane ze względu na ich wysoki potencjał aplikacyjny oraz że zastosowanie procesu wyciskania hydrostatycznego (...) pozwala na podniesienie właściwości mechanicznych (...) poszerzając zakres możliwych zastosowań lub podniesienie parametrów eksploatacyjnych w obecnie istniejących rozwiązaniach konstrukcyjnych”. Doktorantka stwierdza także, że „zbadanie anizotropii właściwości strukturalnych oraz mechanicznych obu materiałów po procesie HE pozwoli na efektywniejsze ich wykorzystanie w przyszłych zastosowaniach komercyjnych”.

Wstępne badania przedstawione w publikacji [101], prowadzone ze współudziałem Doktorantki, pozwalają przypuszczać, że wykorzystany w pracy stop na bazie miedzi, po wyciskaniu hydrostatycznym, znajdzie swoje praktyczne zastosowanie.

Przedstawiona w rozdziale 8 metodyka badawcza (str. 45-53) została opracowana bardzo skrupulatnie i przejrzysto. Doktorantka podjęła kompleksowe podejście do kwestii opracowania zagadnień niezbędnych do prawidłowego wykonania eksperymentów. W pracy zastosowano bardzo szeroki aparat badawczy, wykorzystujący nowoczesne metody i urządzenia do przygotowania próbek, wykonywania poszczególnych badań oraz ich analizy, a także specjalistyczne oprogramowanie do analizy statystycznej.

Autorka dysertacji zrealizowała badania procesu wyciskania hydrostatycznego w Instytucie Wysokich Ciśnień PAN na prasach pracujących w zakresie ciśnień 1,4-2GPa. Badania właściwości mechanicznych w próbach statycznych i dynamicznych, obserwacje mikrostrukturalne oraz analizy tekstury wykonała natomiast na urządzeniach będących na wyposażeniu Wydziału Inżynierii Materiałowej Politechniki Warszawskiej.

Wyniki badań przedstawiono w rozdziale 9 (str. 54-78), podzielonym na podrozdziały 9.1 (Stop AA 6060) i 9.2 (Stop CuCrZr) w których w sposób analogiczny przedstawiono wyniki obserwacji mikrostrukturalnych materiałów wyjściowych, charakterystyki siłowe (ciśnienie) w funkcji czasu podczas wyciskania hydrostatycznego, analizę mikrostruktury materiałów po odkształceniu, wyniki właściwości mechanicznych, twardości, udarność, obserwacje przełomów, analizę ewolucji tekstury oraz mapy rozkładu orientacji podziaren.

Obserwacje mikrostrukturalne obu materiałów wyjściowych (rys. 33, 59) wskazują, że ze względu na podobne wartości współczynnika wydłużenia kształtu ziaren  $\alpha$  oraz średniej średnicy ekwiwalentnej  $d_{eq}$  (rys. 34, 60) w przekroju poprzecznym i wzdłużnym, charakter struktury jest zbliżony do stanu izotropowego, który jest istotny z punktu widzenia analizy wpływu deformacji metodą HE na zmiany strukturalne mierzone w obu przekrojach w stosunku do kierunku wyciskania.

Charakterystyki przebiegu ciśnienia w funkcji czasu w trakcie wyciskania hydrostatycznego dla obu materiałów mają podobny charakter, bez względu na wielkość odkształcenia (rys. 37, 62). Początkowe wzrosty ciśnienia prezentują ściśliwość medium ciśnieniowego, plateau oznaczają ustabilizowane procesy HE w których deformacja zachodzi przy stałej prędkości wyciskania, a spadki ciśnienia odpowiadają procesowi rozprężania komory roboczej. Ciśnienie wyciskania stopów rośnie wraz ze wzrostem stopnia odkształcenia w sposób liniowy (rys. 38, 63).

Po procesie wyciskania hydrostatycznego na przekrojach wzdłużnych obu materiałów, niezależnie od stopnia odkształcenia, obserwuje się silną teksturę morfologiczną, objawiającą się wydłużonymi ziarnami w kierunku wyciskania. Natomiast w kierunku poprzecznym ziarna te widoczne są w zdecydowanej większości jako równoosiowe (rys. 39-40, 64-65). Najwięcej ziaren obserwuje się o wielkości ok. 200 nm dla wszystkich trzech stopni odkształcenia (rys. 41, 66). Autorka twierdzi, że „*brak występowania znaczących różnic w wielkości ziarna związany jest z występowaniem znacznego efektu cieplnego (grzania adiabatycznego) - tabela 5, podczas procesu HE, który hamuje i niweluje skutki umocnienia, a tym samym przeciwdziała rozdrabnianiu struktury. Przedstawione rozważania dowodzą, że ze względu na efekt cieplny procesu wyciskania hydrostatycznego możliwość rozdrobnienia ziarna jest ograniczona*”.

W celu scharakteryzowania dezorientacji granic ziaren wykonano analizę EBSD czyli metodę dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych. Doktorantka, jako kryterium podziału wartości kąta dezorientacji dla stopu AA 6060 przyjęła klasyfikację zaproponowaną w pracy [115], tzn. za granice wąskokątowe przyjęto te, w których kąt dezorientacji jest mniejszy niż  $5^\circ$ , średniokątowe to te w zakresie  $5^\circ - 15^\circ$ , natomiast granice szerokokątowe posiadają kąt dezorientacji większy od  $15^\circ$ . Wyniki badań wskazują, że w nieodkształconym materiale wyjściowym obserwuje się występowanie granic wąskokątowych na poziomie blisko 80%. Przy najmniejszym stopniu odkształcenia ( $\epsilon = 1,23$ ) obserwuje się znaczną przewagę subziaren o kącie małej dezorientacji granic ziaren (poniżej  $5^\circ$ ) na poziomie blisko 60%. Większe stopnie odkształcenia powodują zmniejszenie ich występowania na rzecz ziaren o większej dezorientacji (rys. 42). Największy stopień odkształcenia plastycznego  $\epsilon = 2,28$

proceeds to the highest percentage of large angle boundaries on a horizontal plane above 30%. This is, according to the author, „*zarówno efekt dużego odkształcenia plastycznego, jak i aktywowanych cieplnie dynamicznych procesów rekrytalizacji, w wyniku których następuje przegrupowywanie defektów strukturalnych, a tym samym powstawanie bardziej wykształconej mikrostruktury*”. For the CuCrZr alloy, the author adopted, as proposed in the work [122], the classification of grain boundaries: boundaries with a low angle of misorientation defined as having a misorientation below 15°, low high-angle boundaries between 15° and 30°, medium high-angle boundaries in the range 30° – 45° and boundaries with a very high angle of misorientation between grains exceeding 45°. The material's microstructure was characterized by the presence of mainly medium and high angle boundaries. In contrast, after hydrostatic compression, the largest share in the material was taken by boundaries with a low angle of misorientation, regardless of the degree of deformation. The share of such boundaries was 70 – 75%. The author states that „*spadek liczby granic o dużym kącie dezorientacji przy odkształceniu  $\epsilon = 1,57$  w porównaniu do  $\epsilon = 1,23$  związany był z zanikiem granic pierwotnych w materiale przy rosnącym odkształceniu, a niewielki wzrost przy maksymalnym odkształceniu  $\epsilon = 2,28$  wiąże się z zachodzeniem procesów aktywowanych cieplnie, zdrowienia i rekrytalizacji dynamicznej*”.

Analysis of selected mechanical properties, obtained in a static tensile test, indicates a different course of the stress-strain curve for the materials tested, in relation to the stress-strain curves for materials subjected to hydrostatic compression, where the character of these curves, along with the increase in the degree of deformation, did not change (fig. 44, 69). The yield strength increased for the AA 6060 (fig. 45) and CuCrZr (fig. 70) alloys by approximately 50% and 90%, respectively, while the elongation at fracture decreased by more than 100% and 300%.

Anisotropy of mechanical properties is reflected in the yield strength results obtained, based on tests performed on mini-specimens in two perpendicular directions for the AA 6060 (fig. 46) and CuCrZr (fig. 71) alloys. The character of the changes in the yield strength  $R_m$  and  $R_{0,2}$  is similar, and higher values in both cases are obtained for the direction parallel to the compression direction.

Microhardness tests indicate a clear increase for the materials after deformation, in relation to the undeformed material, where for the AA 6060 alloy no anisotropy of hardness was observed (fig. 47), despite what the author states, „*występowania wyraźnej anizotropii mikrostruktury i właściwości mechanicznych, co obserwowano również w niklu po procesie HPT [87] oraz stopie AA 6061 po procesie ECAP [61]*”. In contrast, for the CuCrZr alloy, anisotropy of hardness was observed, „*występowanie anizotropii twardości około 5%, gdzie wyższe wartości uzyskano dla przekroju prostokątnego do osi pręta. Podobne różnice pomiędzy wartościami zmierzonymi na obu przekrojach występują dla wszystkich zastosowanych stopni odkształcenia* (fig. 72)”.

Wyniki badań udarności przy obciążeniu równoległym i prostopadłym realizowanych na próbkach po wyciskaniu hydrostatycznym z różnym stopniem odkształcenia przedstawiono na rys. 48 i 73. Dla stopu AA 6060 i CuCrZr w próbach realizowanych metodą Charpy'ego obserwuje się spadek udarności w odniesieniu do materiału wyjściowego w całym zakresie badanych odkształceń. Badania udarności w udarowej próbie rozciągania w warunkach w których przykładana siła działa wzdłuż wydłużonych ziaren, wykazały, nieznaczny, dla stopu AA 6060, oraz 25%, dla stopu CuCrZr, wzrost udarności w całym zakresie stosowanych stopni odkształcenia plastycznego. Autorka stwierdza, że „obserwowany wzrost wskazuje na to, że materiał badany w warunkach siły przykładanej wzdłuż wydłużonych ziaren zachowuje się jak materiał ultradrobnoziarnisty. W warunkach siły przykładanej poprzecznie do kierunku wydłużenia ziaren, przy wyraźnym spadku udarności obserwuje się zmiany charakterystyczne dla materiałów gruboziarnistych, gdzie charakterystycznym zjawiskiem jest spadek udarności towarzyszący wzrostowi wytrzymałości materiału”.

Przełomy próbek obu stopów (rys. 49-50 i 74-75) po badaniach udarności poddano obserwacjom mikroskopowym i ich analizie. Mają one charakter plastyczny. Materiały charakteryzowały się mniejszymi wielkościami jamek odkształcenia plastycznego po procesie HE, w stosunku do materiału wyjściowego (rys. 52-53). Dodatkowo dla stopu CuCrZr na wgłębieniach występują mikro-pustki, których największą ilość obserwowano w materiale wyjściowym, a przy najwyższym stopniu odkształcenia było ich najmniej (rys. 76-77). Według Autorki „z przeprowadzonych badań można wyciągnąć wnioski, że zwiększenie stopnia odkształcenia w procesie HE nie zmienia w stopie CuCrZr charakteru przełomów. W całym zakresie zastosowanego odkształcenia występował przełom plastyczny, niezależnie od zastosowanej metody badawczej. Na próbkach po zrywaniu dynamicznym widoczne są pasma poślizgu i nierówności powierzchni w postaci reliefu, powstałe w wyniku deformacji próbek”.

Wyniki badań tekstury obu materiałów, zrealizowanej metodą XRD, zobrazowanej za pomocą figur biegunowych, wskazuje na występowanie tekstury włóknistej typowej dla procesu wyciskania hydrostatycznego. Dla stopu AA 6060 (rys. 54) dominująca jest składowa  $\langle 111 \rangle$ , jednak analiza EBDS (rys. 55-58) wskazuje na dominującą składową włóknistą  $\langle 001 \rangle$  z udziałem składowej  $\langle 111 \rangle$ . Natomiast dla stopu CuCrZr analiza XRD (rys. 78) wskazuje, że dominująca jest składowa  $\langle 111 \rangle$  z lokalnymi maksimumami nieciągniętego włókna, co koresponduje z analizą EBDS (rys. 79-82).

W rozdziale 10 (str. 101-110) Doktorantka poddaje dyskusji uzyskane wyniki badań omawiając je niezależnie dla stopu AA6060 i stopu CuCrZr, a także wykazując różnice pomiędzy badanymi materiałami, eksponując je m. in. w postaci wykresów (rys. 85-89).

Rozdział 11 (str. 111-112) to podsumowanie tej, napisanej na wysokim poziomie, dysertacji, a przedstawione wnioski, stanowią kompleksowe wytyczne do badań i analizy zjawiska anizotropii w procesie wyciskania hydrostatycznego stopu aluminium AA6060 i stopu miedzi CuCrZr.

### **Za osiągnięcia Doktorantki uważam:**

- kompleksową analizę anizotropii właściwości mechanicznych stopów AA 6060 i CuCrZr w procesie wyciskania hydrostatycznego, zrealizowaną z zastosowaniem zaawansowanych metod i urządzeń badawczych oraz analizy wyników,
- zastosowanie badań udarności, dotychczas niestosowanych, do określenia anizotropii w różnych warunkach odkształcenia w próbie wyciskania hydrostatycznego stopów AA 6060 i CuCrZr, stanowiące nowość w światowej literaturze przedmiotu.

Lektura pracy była dużą przyjemnością z uwagi na jej logiczny układ oraz sposób przedstawienia, zarówno informacji w części analizy literaturowej, jak i wyników badań. Znaczną ilość zrealizowanych badań eksperymentalnych i materiałowych, niewątpliwie świadczy o dużej wiedzy Doktorantki w wielu obszarach badawczych, zaprezentowanych w dysertacji, jak i umiejętności planowania eksperymentów oraz analizy i wnioskowania.

Praca została zredagowana poprawną polszczyzną, zarówno w znaczeniu ogólnym, jak i technicznym.

**Przedstawiona do oceny dysertacja stanowi oryginalne osiągnięcie Doktorantki. Badania zostały zrealizowane na wysokim poziomie z dbałością o szczegóły, z zachowaniem zasad prawidłowej realizacji eksperymentu naukowego, udokumentowane dużą ilością wykresów i tablic. Dysertację można ją określić jako kompendium wiedzy, które może być wykorzystane przy dalszych pracach naukowo-badawczych oraz aplikacyjnych, dotyczących procesu wyciskania hydrostatycznego dla zróżnicowanych, pod względem właściwości mechanicznych i podatności na dużą deformację plastyczną, materiałów.**

### **Uwagi krytyczne**

Lektura rozprawy nasuwa pewne uwagi i wątpliwości, które mają charakter dyskusyjny.

1. Tytuł rozdziału 1 „Nanotechnologia” oraz treści w nim zawarte na str. 9-10 są zbyt ogólne i lakoniczne. Uważam, że ten rozdział jest niepotrzebnie zamieszczony w pracy. Zawarte w nim informacje mogły zostać przedstawione w rozdziale 2 jako wprowadzenie do metod wytwarzania materiałów nanokrystalicznych.
2. Na str. 13 Autorka stwierdza, że „Najwięcej danych literaturowych przedstawiających wpływ dużych odkształceń plastycznych na mikrostrukturę i właściwości materiałów dotyczy metod: (...) ECAP [20, 21], HPT [22, 23], ARB [24-26], CEC [27] HE [28-30]”. Stanowi to łącznie tylko 14 pozycji literaturowych. Natomiast literatura przedmiotu obejmuje zdecydowanie większą liczbę opracowań. Jaki był zatem powód przedstawienia tej jakże ograniczonej ilości pozycji literaturowych?

3. W pracy brak jest kompleksowej, krytycznej analizy literaturowej na końcu każdego z rozdziałów 1-5, na podstawie której powinno formułować się cel i zakres badań. Autorka przedstawiła taką krytykę w rozdziale 6 „Geneza pracy” (str. 41), stwierdzając, że *„przeprowadzona analiza literaturowa wykazała, że jest niewiele danych dotyczących anizotropii właściwości mechanicznych i strukturalnych po procesach SPD, zwłaszcza po procesie wyciskania hydrostatycznego. W szczególności brak jest danych odnośnie do anizotropii określanej w próbach udarności”*. Takie sformułowanie nasuwa pytanie, czy rzeczywiście jest tak mała liczba danych literaturowych, czy są to tylko spekulacje Autorki dysertacji? Jeżeli bibliografia jest ograniczona do kilku pozycji z lat 2007, 2008 i 2013, to może oznaczać, że tematyka anizotropii materiałów po procesie wyciskania hydrostatycznego nie stanowi interesującego zagadnienia dla badaczy.
4. Na końcu podrozdziałów 3.1-3.4 przedstawiono informacje o zaletach i wadach poszczególnych metod SPD. Czy te informacje wynikają z gruntownej wiedzy Autorki na temat tych metod, czy też nie zostały zamieszczone odnośniki do pozycji literaturowych, na podstawie których opracowano fragmenty tekstu?
5. Na rys. 7 (str. 19) oznaczono:  $t_p$ -grubość początkowa materiału,  $t_k$  grubość końcowa materiału po wyciskaniu. Natomiast we wzorze (4) i jego opisie podane są odpowiednio  $t_0$  i  $t_f$ .
6. W podrozdziale 3.4 (str. 20-21) brak jest odnośnika do patentu, w którym opisano metodę cyklicznego wyciskania ściskającego oraz schematu tej metody, analogicznie jak to zostało przedstawione dla pozostałych metod SPD.
7. Na str. 29 zamieszczono tekst *„i tak materiały poddawane dużym odkształceniom plastycznym, mogą wykazywać anizotropię mikrostruktury i wynikającą z niej anizotropię właściwości, np. mechanicznych [58 - 60]. Jeżeli jest ona niewielka, to przyjmuje się, że materiał ma w przybliżeniu właściwości izotropowe. Występują jednak również przypadki tak dużej anizotropii właściwości plastycznych, że wpływa ona znacznie na przebieg odkształcenia materiału”*. Tekst jest nieco chaotyczny i mało precyzyjny. Proszę o wyjaśnienie jaką inną anizotropię oprócz właściwości mechanicznych miała autorka na myśli, co to znaczy niewielka anizotropia oraz jakie przypadki powodują dużą anizotropię właściwości plastycznych?
8. W wielu miejscach pracy Doktorantka podaje różne oznaczenie stopu aluminium 6060 (np. w tytule dysertacji oraz str. 42, 69) lub AA 6060 (np. str. 42-44, 67) oraz zamiennie stwierdzenia „stopu AA 6060”, a w kolejnym zdaniu „stopu aluminium 6060” (str. 57).
9. Na str. 45-46 Autorka stwierdza, że *„w celu zminimalizowania występowania efektu grzania adiabatycznego, który jest charakterystyczny w procesach dużych deformacji plastycznych (SPD), takich jak np. wyciskanie hydrostatyczne i wynika z pracy mechanicznej zachodzącej podczas deformacji, materiał w czasie procesu wyciskania hydrostatycznego był intensywnie chłodzony”*. Autorka nie przedstawiła jednak



szczegółów dotyczących intensywnego chłodzenia, tj. rodzaju środka chłodzącego, jego ilości i metody chłodzenia.

10. Na str. 50 Doktorantka stwierdza, że „*badania mikrotwardości prowadzono na płaszczyźnie prostopadłej i równoległej do kierunku wyciskania hydrostatycznego. Dla każdej próbki robiono minimum 11 pomiarów, a następnie wyznaczano wartość średnią*”. Autorka nie wyjaśnia natomiast powodu takiej minimalnej ilości pomiarów.
11. Na podstawie danych literaturowych [115] dla stopu AA 6060, Doktorantka zaproponowała jako kryterium podziału wartości kąta dezorientacji granic ziaren w przedziałach  $5^\circ$ ,  $5-15^\circ$  i  $>15^\circ$  (str. 62), natomiast dla stopu CuCrZr [122] w przedziałach  $15^\circ$ ,  $15-30^\circ$ ,  $30-45^\circ$  i  $> 45^\circ$  (str. 86). Czy istnieje inny obiektywny powód, oprócz danych literaturowych, dokonania wyboru i przyjęcie takich przedziałów do analizy?
12. Na str. 89 Autorka poprawnie stwierdza, że „*ocenę właściwości mechanicznych stopu CuCrZr dokonano na podstawie statycznej próby rozciągania*”, natomiast opis tej samej metody badawczej, przedstawiony na str. 65 w formie „*było sprawdzenie w stopie aluminium 6060 właściwości mechanicznych. Zostało to wykonane poprzez zrywanie statyczne*” budzi wątpliwości. Podobnie, jak używane przez Autorkę w kilku miejscach pracy, np. na str. 41 określenie zrywanie dynamiczne. Uważam, że określenie „udarowa próba rozciągania” jest właściwe.
13. W bibliografii Autorka nie przedstawiła roku wydania w pozycjach [7 i 123], daty dostępu do strony internetowej [111] oraz nr stron [2, 21, 94, 113].

Pomimo starannego zredagowania rozprawy wystąpiły w niej błędy edycyjne i niedopatrzenia:

- w części I pracy, obejmującej analizę stanu zagadnienia, brak jest odnośników do pozycji literaturowych pod rysunkami 3, 4, 6, 8, 10, 11, 17, 26,
- str. 5 – zamiast „*ultradronoizyarnistego*” powinno być „*ultradrobnoziarnistego*”,
- str. 9 – stylistyka – zamiast „*Dzięki czemu*”, powinno być „*Dzięki temu*”,
- str. 11 – w pełnej nazwie metody określonej skrótem CVD występują małe litery zamiast wielkich,
- str. 16 – rys. 5 to skan schematu z literatury [32]. Niestety Doktorantka nie wykonała schematu samodzielnie z opisem w języku polskim,
- str. 20 – zamiast „*jedyna*”, powinno być „*jedna*”,
- str. 21 – zamiast „*odkształcenia. [27].*”, powinno być „*odkształcenia [27].*”,
- str. 23 - we wzorze (8) zamiast „*tan $\alpha$* ”, powinno być „*tg $\alpha$* ”
- str. 26 – stylistyka – „*otoczonych otoczką*”,
- str. 27- na fotografiach (rys. 14) jest oznaczenie (c) i (d), natomiast w podpisie pod rys. (a) i (b),
- str. 31 – w podpisie pod rys. 16 pojawia się oznaczenie (a), (b), (c), natomiast na obrazach struktur to oznaczenie nie występuje,
- str. 31 oraz str. 35-36 na rys. 15 oraz 19-21 - opis osi w języku angielskim,

- str.39 – brak konsekwencji w nazewnictwie w zdaniu „w metalach o sieci HCP, podczas gdy w metalach o sieci regularnej”,
- str. 39 – stylistyka – „mają w tym przypadku niewielki lub żaden wpływ”,
- str. 44 – zamiast „konwencyjnych”, powinno być „konwencjonalnych”,
- str. 48 - zamiast „metodę”, powinno być „metodą”,
- str. 52 – na rys. 32a jeden z wymiarów o wielkości 10 został wpisany niezgodnie z zasadami rysunki technicznego. Poza tym, nie podano jednostek,
- str. 54 – stylistyka – „na podstawie 100 losowo wybranych ziarnach”
- str. 55 – zamiast „100 400  $\mu\text{m}$ ”, powinno być „100-400  $\mu\text{m}$ ”
- str. 57-58 – krzywe ukazujące przebieg (zmianę) np. ciśnienia w funkcji czasu (rys. 37) powinny być zaprezentowane w postaci linii ciągłych, natomiast linie łączące punkty (rys. 38) powinny być przerywane,
- str. 66 i 90 – brak opisu osi rzędnych na rys. 45 i 70
- str. 120 – zamiast „metallurgy, , Cambridge”, powinno być „metallurgy, Cambridge”

Dodatkowe zastrzeżenia można mieć do strony edycyjnej pracy w obszarze:

- słabej jakości oznaczeń na krzywych (str. 22, rys. 9, str. 56, rys. 36, str. 79, rys. 61). Poza tym, niektóre schematy nie zostały wykonane samodzielnie przez Autorkę, natomiast wykonano ksero, skan i zamieszczono w pracy,
- oznaczenia wykresów oraz obrazów struktur w postaci a, a), (a) z lewej lub prawej strony (np. rys. 22-23) oraz bez oznaczeń (np. rys. 16-17, 85-87),
- zróżnicowanej wielkości czcionki w opisach osi (np. rys. 34, 37, 43, 46) oraz opisach wykresów słupkowych (np. rys. 41-42), a także zróżnicowane kolorystycznie wypełnienie wykresów słupkowych (np. rys. 34, 41, 42, 45, 48, 60, 66, 67, 70, 73, 83, 89).

Powyższe uwagi merytoryczne i edycyjne nie umniejszają dużej wartości dysertacji. Uważam rozprawę doktorską za bardzo wartościową i oryginalną.

## Ocena końcowa

Ocena przedstawionej do zaopiniowania rozprawy doktorskiej mgr inż. Sylwii Przybysz upoważnia mnie do stwierdzenia, że Autorka dokonała wnikliwej analizy stanu zagadnienia i na tej podstawie trafnie sformułowała cele rozprawy. Poprzez bardzo szerokie badania materiałowe oraz wnikliwą analizę cele zostały przez Doktorantkę osiągnięte.

Podsumowując moją recenzję stwierdzam, że mgr inż. Sylwia Przybysz wykazała się bardzo dobrą znajomością przedmiotu badań i poprawnie oraz bardzo starannie zredagowała dysertację. Wykazała się przy tym bardzo dobrym przygotowaniem merytorycznym, umiejętnością wykorzystania metod, technik i narzędzi badawczych, zdolnością do samodzielnego planowania i realizacji badań naukowych oraz ich analizy.

Recenzowana rozprawa doktorska może być przypisana do dyscypliny naukowej Inżynieria Materiałowa.

## Wniosek

Przedłożona do zaopiniowania rozprawa doktorska mgr inż. Sylwii Przybysz pt. „Analiza anizotropii właściwości mechanicznych stopu miedzi CuCrZr oraz stopu aluminium 6060 po procesie wyciskania hydrostatycznego” spełnia wymogi stawiane pracom doktorskim przez Ustawę o Stopniach Naukowych i Tytule Naukowym oraz o Stopniach i Tytule z Zakresu Sztuki z dnia 14.03.2003r. (Dz. U. Nr 65, poz. 595) z późniejszymi zmianami.

W związku z powyższym wnoszę do Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Warszawskiej o dopuszczenie mgr inż. Sylwii Przybysz do publicznej obrony przedłożonej rozprawy doktorskiej.

dr hab. inż. Krzysztof Żaba, prof. AGH

