Dr hab. inż. Grażyna Mrówka – Nowotnik prof. PRz
Katedra Nauki o Materiałach
Wydział Budowy Maszyn i Lotnictwa
Politechnika Rzeszowska
Al. Powstańców Warszawy 12
35-029 Rzeszów

Rzeszów, 03.11.2026r

RECENZJA

Rozprawy doktorskiej mgr inż. **Alireza Kalhor**
pt. **„Cu-Mg Based Alloys with Strength, Ductility, and High Conductivity Achieved by SPD Technique"**

1. Podstawa opracowania

Podstawą opracowania recenzji jest pismo Przewodniczącego Rady Dyscypliny (RDIMa.512.5.2026), Pana prof. dr. hab. inż. Adama Grajcara z dnia 23.09.2026 r. informujące, że Rada Dyscypliny Inżynierii Materiałowa Politechniki Śląskiej powołała mnie na recenzenta pracy doktorskiej mgr inż. Alireza Kalhor, w przewodzie prowadzonym w dyscyplinie „Inżynieria Materiałowa". Dokumentację otrzymałam w dniu 02.10.2026 r.

2. Ogólna charakterystyka i układ rozprawy

Opiniowana rozprawa doktorska Pana mgr inż. Alireza Kalhor pt.: ***„Cu-Mg Based Alloys with Strength, Ductility, and High Conductivity Achieved by SPD Technique"*** została przygotowana pod kierunkiem prof. dr hab. inż. Kingi Rodak. Jej tematyka mieści się w dziedzinie nauk inżynieryjno-technicznych, w dyscyplinie inżynieria materiałowa.
Praca napisana jest w języku angielskim, liczy 161 stron, w tym sześć stron części wstępnej oraz 155 stron z numeracją arabską. Tekst zasadniczy zajmuje strony 1–126 i obejmuje sześć rozdziałów, w których przedstawiono 73 rysunki oraz 6 tabel. Opracowanie uzupełniają wykazy rysunków i tabel, streszczenia w języku angielskim i polskim oraz wykaz trzech publikacji współautorskich, w których Doktorant jest pierwszym Autorem.
Bibliografia obejmuje aż 395 pozycji, w tym cztery prace współautorskie Doktoranta — pozycje [3], [4], [5] i [245], opublikowane w latach 2023–2025. We wszystkich jest On pierwszym Autorem. Obok starszych opracowań o fundamentalnym znaczeniu dla teoretycznych podstaw analizowanych zagadnień uwzględniono liczne publikacje z ostatnich kilku lat (2019–2025). Dobór źródeł potwierdza aktualność podjętej tematyki i właściwe osadzenie rozprawy we współczesnym stanie wiedzy.

Układ pracy nieco odbiega od tradycyjnego schematu rozprawy doktorskiej, w którym po przeglądzie literatury formułuje się cel i tezę pracy, a następnie w osobnych rozdziałach przedstawia metodykę badań oraz wyniki badań własnych, ich dyskusję i wnioski końcowe. W recenzowanej pracy Autor uporządkował badania własne w trzy zadania badawcze, określone jako podejścia (ang. „*Approaches*"), z których każde obejmuje opis zastosowanych metod, prezentację wyników wraz z dyskusją oraz wnioski cząstkowe. Przyjęty sposób prezentacji uważam za właściwy, ponieważ pozwala bezpośrednio powiązać uzyskane wyniki z metodyką i warunkami realizacji poszczególnych eksperymentów.

Autor wskazuje nadrzędny cel badań, jakim jest uzyskanie korzystnego połączenia właściwości mechanicznych i przewodności elektrycznej materiałów na bazie Cu–Mg. Dwa pierwsze zadania bezpośrednio wpisują się w tę koncepcję. Wyraźniejszego omówienia w dyskusji zbiorczej wymaga natomiast związek z nią trzeciego zadania, poświęconego kompozytowi Cu/Mg, w którym dodatkowym kryterium oceny jest obniżenie gęstości materiału.

Praca autorstwa mgr inż. Alireza Kalhor jest spójna, kolejność rozdziałów pozwala prześledzić tok postępowania badawczego, a przyjęta konstrukcja jest zasadniczo logiczna. Tytuł odpowiada głównemu nurtowi badań, choć nie ujmuje wprost części dotyczącej wytwarzania i charakterystyki kompozytu Cu/Mg.

3. Ocena doboru tematyki oraz celu i zakresu pracy

Tematyka rozprawy dotyczy jednego z zasadniczych problemów projektowania stopów miedzi, jakim jest uzyskanie korzystnego połączenia wytrzymałości mechanicznej, plastyczności i przewodności elektrycznej. Mechanizmy umocnienia związane z obecnością atomów składników stopowych, dyslokacji, cząstek drugiej fazy i granic ziaren mogą jednocześnie zwiększać rozpraszanie elektronów. W rezultacie wzrostowi wytrzymałości często towarzyszy obniżenie przewodności. Istotnym zadaniem badawczym jest zatem określenie, w jaki sposób dobór składu chemicznego i warunków obróbki pozwala kształtować mikrostrukturę zapewniającą pożądany zestaw właściwości. Zagadnienie to ma znaczenie poznawcze, związane z rozpoznaniem mikrostrukturalnych uwarunkowań umocnienia i przewodzenia prądu, oraz praktyczne — dla przewodów, złączy i elementów stykowych pracujących pod obciążeniem mechanicznym.

Podjęcie badań stopów Cu–Mg i Cu–Mg–Ca uważam za uzasadnione możliwością połączenia umocnienia roztworowego z oddziaływaniem cząstek drugiej fazy i rozdrobnieniem mikrostruktury. Magnez zapewnia umocnienie osnowy miedzianej, natomiast niewielki dodatek wapnia prowadzi do powstania cząstek bogatych w Cu i Ca, które mogą wpływać na przebieg odkształcenia oraz podział ziaren. Wielokrotne ściskanie w dwóch prostopadłych kierunkach, realizowane w module MaxStrain, oraz wyciskanie z obustronnie oscylującą matrycą metodą KoBo umożliwiają ocenę wpływu różnych sekwencji przeróbki plastycznej na rozwój podstruktury dyslokacyjnej, granic wielkokątowych i mikrostruktury drobnoziarnistej. Wartość takiego programu polega na rozpatrywaniu skuteczności umocnienia łącznie ze zmianami wydłużenia i przewodności elektrycznej.

Interesującym rozszerzeniem badań jest część dotycząca kompozytu Cu/Mg. Zastosowano w niej odmienną koncepcję materiałową: ciągła osnowa miedziana zapewnia wysoką

przewodność, natomiast filamenty magnezowe służą obniżeniu gęstości. Oryginalności tej części należy upatrywać w realizacji i charakterystyce przyjętej architektury kompozytu w określonych warunkach wyciskania metodą KoBo, a nie w samej idei łączenia miedzi z magnezem. Powiązanie tego zadania z badaniami stopów wynika ze wspólnego dążenia do uzyskania korzystnych właściwości mechanicznych i elektrycznych, przy wprowadzeniu dodatkowego kryterium, jakim jest masa materiału.

Nadrzędny cel rozprawy, wskazany w podsumowaniu przeglądu literatury i dyskusji zbiorczej, dotyczy opracowania materiałów na bazie Cu–Mg o korzystnym połączeniu właściwości mechanicznych i przewodności elektrycznej. Jego realizacji służą trzy zadania obejmujące dobór składu i warunków obróbki, modelowanie odkształcenia, charakterystykę mikrostruktury oraz pomiary właściwości. Zakres ten uważam za odpowiedni do podjętej problematyki. Pozwala on porównać efekty zastosowanych sekwencji technologicznych oraz wskazać zależności między mikrostrukturą a właściwościami. Pełniejsze uzasadnienie ilościowego udziału poszczególnych mechanizmów oraz ocena przydatności użytkowej wymagają jednak szerszej weryfikacji niż samo wykazanie korzystnych wyników dla wybranych stanów materiału.

Dobór tematyki oraz zasadniczy zakres badań oceniam pozytywnie. Największą wartość poznawczą pracy dostrzegam w porównaniu skutków różnych sposobów kształtowania mikrostruktury i określeniu związanych z nimi korzyści oraz ograniczeń.

4. Ocena merytoryczna rozprawy doktorskiej

4.1. Ocena aktualnego stanu wiedzy

Przegląd piśmiennictwa obejmuje zagadnienia istotne dla tematyki rozprawy. Autor rozpoczyna od charakterystyki miedzi i podstawowych grup jej stopów, a następnie koncentruje się na stopach Cu–Mg i Cu–Mg–Ca. Omawia mechanizmy umocnienia roztworowego, wydzieleniowego, dyspersyjnego i odkształceniowego oraz znaczenie rozdrobnienia ziarna. Przedstawia również metody intensywnego odkształcenia plastycznego (SPD), w tym prasowanie w kanale równokątowym (ECAP), skręcanie pod wysokim ciśnieniem (HPT), wielokrotne walcowanie z łączeniem (ARB), odkształcanie w module MaxStrain i wyciskanie metodą KoBo, a także zależności między mikrostrukturą a przewodnością elektryczną.

Za szczególnie wartościowe uważam zestawienie wyników wcześniejszych badań stopów Cu–Mg i Cu–Mg–Ca. Pozwala ono ocenić możliwości wykorzystania dodatków stopowych, obróbki cieplnej i odkształcenia plastycznego do zwiększania wytrzymałości przy zachowaniu wysokiej przewodności elektrycznej. Przywołane przykłady stanowią odpowiednią podstawę do uzasadnienia przyjętego programu badań własnych.

Dobór literatury uwzględnia aktualny stan wiedzy i świadczy o dobrym rozeznaniu Doktoranta w analizowanej problematyce. Miejscami omówienie ma jednak nadmiernie opisowy charakter. Większą wartość niż szerokie przedstawienie znanych rozwiązań miałoby ich krytyczne porównanie, wskazujące ograniczenia dotychczasowych badań oraz kwestie pozostające nierozstrzygnięte.

Część literaturową oceniam pozytywnie jako podstawę podjęcia badań nad kształtowaniem mikrostruktury i właściwości stopów Cu–Mg oraz Cu–Mg–Ca. Uzasadnienie koncepcji rozprawy zyskałoby jednak na precyzyjniejszym określeniu luki badawczej, zwłaszcza

w odniesieniu do wpływu dodatku wapnia i zastosowanych sekwencji obróbki cieplnej oraz przeróbki plastycznej. Potrzeba zwiększenia wytrzymałości przy zachowaniu wysokiej przewodności określa bowiem ogólny kierunek badań, natomiast wskazanie odpowiednich, niedostatecznie poznanych zależności pozwoliłoby wyraźniej ocenić oryginalność programu Doktoranta.

4. 2. Ocena zastosowanej metodyki badawczej

Metodyka badawcza została zaplanowana szeroko i w większości adekwatnie do postawionych zadań. W pierwszym podejściu stopy wytworzono z Cu, Mg i Ca o wysokiej czystości, stosując topienie indukcyjne w tyglu grafitowym pokrytym warstwą azotku boru (BN) i atmosferę argonu. Skład materiałów określano metodą EDS z korekcją PROZA i odniesieniem do wzorców referencyjnych. Zachowanie termiczne badano metodą DSC, co umożliwiło dobór temperatury obróbki cieplnej.

Proces MaxStrain prowadzono w warunkach wielokrotnego odkształcenia, stosując 20 lub 40 przejść. Pozytywnie oceniam monitorowanie temperatury próbek podczas procesu. Zarejestrowana średnia temperatura wynosiła około 32,5°C, a maksymalna około 37°C, co wskazuje na brak istotnej akumulacji ciepła w warunkach zastosowanych badań. Rozkład odkształcenia analizowano numerycznie, a wyniki modelowania zestawiano następnie z lokalnym rozkładem twardości i wynikami EBSD.

Do charakterystyki mikrostruktury wykorzystano mikroskopię świetlną, skaningową mikroskopię elektronową (SEM) z analizą składu chemicznego metodą spektroskopii dyspersji energii promieniowania rentgenowskiego (EDS) oraz dyfrakcję elektronów wstecznie rozproszonych (EBSD). W trzecim zadaniu badawczym zakres ten rozszerzono o transmisyjną mikroskopię elektronową (TEM), skaningowo-transmisyjną mikroskopię elektronową (STEM) i rentgenowską tomografię komputerową (XCT).

Badania EBSD umożliwiły ocenę wielkości ziaren, udziału granic małego i dużego kąta (LAGB i HAGB), lokalnej dezorientacji (KAM), rozrzutu orientacji wewnątrz ziaren (GOS) oraz tekstury krystalograficznej. Obserwacje TEM/STEM dostarczyły informacji o podstrukturze dyslokacyjnej osnowy miedzianej i mikrostrukturze filamentów magnezowych. Zastosowanie XCT pozwoliło natomiast ocenić ich przestrzenne rozmieszczenie i ciągłość w badanej objętości. Właściwości mechaniczne oceniano na podstawie pomiarów twardości oraz statycznej próby rozciągania, przy czym dla materiału po MaxStrain stosowano miniaturowe próbki pobierane z centralnej części strefy największego odkształcenia. Dla każdego stanu wykonano trzy próby, przy szybkości odkształcenia 10^{-3} s^{-1}. W kompozycie Cu/Mg wykonano dodatkowo próby ściskania. Przewodność elektryczną mierzono czteroprzewodową metodą Kelvina, właściwą dla materiałów o bardzo małej rezystancji.

Szczególnie wysoko oceniam komplementarność zastosowanej metodyki. Autor nie ogranicza się do samego pomiaru właściwości, lecz stara się wyjaśnić ich zmiany poprzez wyniki analiz mikrostrukturalnych i modelowanie procesu. Metody badawcze są więc właściwie dobrane do realizacji zasadniczych celów rozprawy.

4.3. Ocena uzyskanych wyników badań i ich dyskusji

Wyniki uzyskane w pierwszym podejściu badawczym pozwoliły określić wpływ niewielkiego dodatku wapnia na mikrostrukturę i właściwości stopu Cu–0,7Mg. W stopie

zawierającym około 0,1% mas. Ca zaobserwowano cząstki bogate w Cu i Ca, interpretowane jako faza Cu_5Ca, oraz zmianę morfologii ziaren w stanie lanym z kolumnowej na przeważająco równoosiową. W porównaniu ze stopem dwuskładnikowym odnotowano wzrost twardości o ok. 33% i wytrzymałości na rozciąganie o ok. 13%, któremu towarzyszyło obniżenie wydłużenia i przewodności elektrycznej. Wartość tego porównania polega na określeniu zarówno korzyści wynikających z modyfikacji składu chemicznego, jak i jej ograniczeń. W przypadku materiałów przewodzących ocena skuteczności umocnienia wymaga bowiem równoczesnego uwzględnienia zmian właściwości elektrycznych i plastyczności.

Interesujące są również wyniki dotyczące obróbki cieplnej poprzedzającej odkształcanie. Obserwacje po wyżarzaniu w temperaturze 650°C przez 75 i 90 min, zakończonym chłodzeniem w wodzie, wskazują na częściową sferoidyzację cząstek w stopie trójskładnikowym. Autor wiąże zmiany właściwości mechanicznych z ujednorodnieniem osnowy, zmianą morfologii cząstek oraz powstawaniem naprężeń własnych i zwiększeniem gęstości dyslokacji podczas chłodzenia. Dokumentacja mikroskopowa potwierdza zmianę kształtu części cząstek, natomiast stopień homogenizacji składu chemicznego, gęstość dyslokacji i stan naprężeń nie zostały określone bezpośrednio. Ich udział należy zatem traktować jako proponowane wyjaśnienie obserwowanych efektów. Jednoczesna zmiana czasu wyżarzania i sposobu chłodzenia w wariantach 75 min/woda oraz 15 min/powietrze umożliwia porównanie całych sekwencji obróbki, lecz nie pozwala jednoznacznie rozdzielić wpływu obu parametrów.

Wielokrotne ściskanie w dwóch prostopadłych kierunkach, realizowane w module MaxStrain, doprowadziło do wyraźnego umocnienia i rozdrobnienia ziarna. Po 40 przejściach średnia wielkość ziarna wynosiła odpowiednio 5,6 i 4,0 μm w stopie dwuskładnikowym oraz 1,8 i 1,5 μm w stopie trójskładnikowym, bez wcześniejszej obróbki cieplnej i po jej zastosowaniu. Wyniki wskazują zatem na drobniejsze ziarno w końcowych stanach stopu zawierającego wapń. Badania metodą dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych (EBSD) ujawniły ponadto niejednorodność mikrostruktury, obejmującej obszary drobnoziarniste oraz większe ziarna odkształcone, a także różnice w udziale granic wielkokątowych.

Autor interpretuje te zmiany jako rezultat podziału ziaren i częściowej dynamicznej rekrystalizacji ciągłej. Jest to możliwe wyjaśnienie, jednak mapy orientacji uzyskane dla końcowych stanów materiału nie pozwalają jednoznacznie odtworzyć przebiegu ewolucji mikrostruktury. Szczególnej ostrożności wymaga utożsamianie udziału ziaren o rozrzucie orientacji GOS poniżej 2° z udziałem ziaren powstałych w wyniku rekrystalizacji. Niewielkie zróżnicowanie orientacji wewnątrz ziarna nie identyfikuje bowiem jednoznacznie mechanizmu jego powstania. Najlepiej udokumentowanym ustaleniem pozostaje końcowy stopień rozdrobnienia ziarna i zróżnicowanie mikrostruktury między badanymi wariantami.

Ważnym elementem pierwszego podejścia jest uwzględnienie niejednorodności odkształcenia. Modelowanie numeryczne wskazuje na koncentrację odkształcenia zastępczego w centralnej części strefy odkształcanej, natomiast pomiary twardości potwierdzają przestrzenne zróżnicowanie umocnienia. Zestawienie tych wyników stanowi wartościową podstawę interpretacji lokalnej odpowiedzi materiału. Zgodność jakościowa nie jest jednak wystarczającym potwierdzeniem dokładności obliczonych wartości odkształcenia. Ponieważ

badania mikrostruktury i próby rozciągania dotyczą przede wszystkim strefy centralnej, uzyskanych wyników nie należy bezpośrednio odnosić do całej objętości próbki.

Drugie podejście badawcze wykazało znaczenie wcześniejszego wyciskania dla efektów późniejszego wielokrotnego ściskania. Porównano stop Cu–Mg bez wcześniejszego wyciskania oraz po wyciskaniu współbieżnym w temperaturze 400°C i metodą KoBo przy początkowej temperaturze pokojowej. Po zakończeniu sekwencji obróbki średnia wielkość ziarna wynosiła około 5,8 μm dla wariantu AM, 1,4 μm dla FM i 2,0 μm dla KM. Wyniki potwierdzają, że końcowa mikrostruktura zależy od całej sekwencji operacji technologicznych, a nie wyłącznie od ostatniego etapu odkształcania.

Zmianom mikrostruktury towarzyszyły wyraźne różnice właściwości. Wytrzymałość na rozciąganie wynosiła 452 MPa dla AM, 513 MPa dla FM i 624 MPa dla KM, przy przewodności elektrycznej odpowiednio 37,9, 35,6 i 32,0 MS/m. Dla wariantu KM uzyskano wydłużenie 26%. Za istotny rezultat uznaję otrzymanie takiego zestawu właściwości oraz wykazanie, że zastosowane sekwencje zapewniają różne relacje między wytrzymałością, wydłużeniem i przewodnością. Nie uzyskano natomiast wariantu najkorzystniejszego według wszystkich tych kryteriów.

Szczególnie interesująca jest większa wytrzymałość wariantu KM niż FM mimo większej średniej wielkości ziarna. Obserwacja ta wskazuje, że samo rozdrobnienie ziarna nie wystarcza do wyjaśnienia uzyskanych właściwości. Pogłębienia wymaga dyskusja roli podstruktury dyslokacyjnej, tekstury i niejednorodności odkształcenia. Odrębną kwestią jest potrzeba doprecyzowania sposobu wyznaczania granicy plastyczności w obu pierwszych podejściach, ponieważ opis pomiaru wydłużenia po zerwaniu nie wyjaśnia tej procedury. Zastrzeżenie to nie podważa samodzielnie wyników twardości i wytrzymałości na rozciąganie, potwierdzających zasadniczy efekt umocnienia.

Trzecie podejście rozszerza zakres rozprawy o wytwarzanie kompozytu Cu/Mg metodą KoBo. Obserwacje metodą skaningowej mikroskopii elektronowej i rentgenowskiej tomografii komputerowej potwierdziły zachowanie zasadniczego rozmieszczenia oraz ciągłości filamentów magnezowych w analizowanej objętości. Stanowi to wartościowy wynik dotyczący możliwości przetwarzania przyjętej konfiguracji składników. Liniowe analizy EDS wykazały wyraźną zmianę składu na granicy osnowy Cu i filamentów Mg, bez ujawnienia strefy przejściowej w granicach rozdzielczości przestrzennej zastosowanej metody. Wynik ten nie wyklucza dyfuzji wzajemnej na mniejszej skali ani obecności cienkiej warstwy reakcyjnej. Nie rozstrzyga również o charakterze i wytrzymałości połączenia międzyfazowego.

Badania EBSD osnowy miedzianej wskazują na obecność ziaren o niewielkim zróżnicowaniu orientacji wewnętrznej, natomiast obserwacje metodami transmisyjnej i skaningowo-transmisyjnej mikroskopii elektronowej (TEM/STEM) ujawniają komórki dyslokacyjne i podziarna. Wyniki te uzasadniają dyskusję udziału zdrowienia i rekrystalizacji, wymagają jednak uwzględnienia różnic skali oraz miejsca obserwacji, zwłaszcza celowego wyboru silnie odkształconych obszarów do badań transmisyjnych. Dla magnezu określono średnią wielkość ziarna na 354 ± 119 nm. Przy interpretacji tego wyniku należy uwzględnić wcześniejsze wyciskanie prętów Mg, tak aby nie przypisywać całego efektu rozdrobnienia wyłącznie przetwarzaniu kompozytu metodą KoBo.

Twardość osnowy Cu wzrosła z 47,1 ± 6,3 do 67,5 ± 1,8 HV. W przypadku Mg zmiana z 34,5 ± 3,8 do 38,2 ± 3,6 HV była znacznie mniejsza i wymaga ostrożnej oceny w odniesieniu do rozrzutu wyników. Dla kompozytu podano przewodność elektryczną 52,6 ± 1,2 MS/m i gęstość około 7,85 g/cm^3. Wartości te wskazują na możliwość obniżenia gęstości materiału przy zachowaniu wysokiej przewodności. Ścisłe porównanie z miedzią wymaga jednak określenia rzeczywistego udziału składników, niepewności pomiaru gęstości oraz odpowiedniego stanu odniesienia. Próby ściskania uzupełniają charakterystykę mechaniczną kompozytu, lecz nie wystarczają do potwierdzenia jego przydatności w warunkach obciążenia rozciągającego ani deklarowanej poprawy wytrzymałości właściwej.

Do mocnych stron rozprawy zaliczam połączenie badań porównawczych różnych sekwencji technologicznych z charakterystyką mikrostruktury i pomiarami właściwości. Zastosowane metody dostarczają wzajemnie uzupełniających się informacji i pozwalają wykazać zasadnicze efekty przetwarzania. Słabszą stroną dyskusji jest miejscami zbyt kategoryczne przypisywanie obserwowanych zmian określonym mechanizmom oraz niewystarczające uwzględnienie niepewności przy interpretacji niewielkich różnic. Dotyczy to zwłaszcza identyfikacji fazy Cu_5Ca, rozpoznania rekrystalizacji, skutków chłodzenia po wyżarzaniu i małych zmian przewodności elektrycznej. Wyraźniejsze oddzielenie obserwacji od proponowanych wyjaśnień oraz zbiorcze porównanie właściwości z uwzględnieniem złożoności zastosowanej obróbki pozwoliłyby pełniej ocenić naukowe i praktyczne znaczenie uzyskanych wyników.

Za najważniejsze osiągnięcia przedstawione w tej części rozprawy uznaję określenie wpływu dodatku wapnia oraz sekwencji obróbki cieplnej i przeróbki plastycznej na rozdrobnienie ziarna i właściwości stopów Cu–Mg i Cu–Mg–Ca. Szczególnie wartościowe jest uzyskanie znacznego wzrostu wytrzymałości przy zachowaniu korzystnego wydłużenia i stosunkowo wysokiej przewodności elektrycznej, a także wykazanie przestrzennego zróżnicowania umocnienia materiału. Odrębnym osiągnięciem jest wytworzenie kompozytu Cu/Mg o obniżonej gęstości i wysokiej przewodności oraz udokumentowanie zachowania ciągłości filamentów magnezowych w badanej objętości. Wyniki te poszerzają wiedzę o możliwościach kształtowania właściwości materiałów na osnowie miedzi przez dobór ich składu, mikrostruktury i warunków przetwarzania.

4.4. Uwagi dyskusyjne i szczegółowe

Rozprawę doktorską Pana mgr. inż. Alirezy Kalhora oceniam pozytywnie, doceniając zakres przeprowadzonych badań i wartość uzyskanych wyników. Lektura pracy nasuwa jednak pewne wątpliwości dotyczące przyjętej metodyki oraz interpretacji wyników. Poniżej przedstawiam uwagi krytyczne i pytania, do których proszę Doktoranta o ustosunkowanie się podczas publicznej obrony. Szczegółowe pytania przedstawiam poniżej:

1. Skład chemiczny stopów określano metodą ESM/EDS, mimo że zawartość Ca wynosi około 0,1% mas. Autor zastosował kalibrację i korekcję PROZA, co zwiększa wiarygodność pomiaru, ale przy tak małym stężeniu względna niepewność nadal jest duża. Czy skład był weryfikowany metodą objętościową, np. ICP-OES lub OES, a jeśli nie, to jak Autor ocenia ograniczenia EDS w tym zakresie?
2. Na jakiej podstawie Autor uznał identyfikację cząstek bogatych w wapń jako fazy Cu_5Ca za jednoznaczną? Przedstawione wyniki analizy EDS oraz układ równowagi fazowej

uzasadniają takie przypuszczenie, lecz nie zastępują identyfikacji krystalograficznej. Ponadto oznaczony stosunek atomowy Cu/Ca wynosił 4,18, podczas gdy dla Cu_5Ca wynosi on 5. Czy obecność tej fazy potwierdzono badaniami dyfrakcyjnymi, np. rentgenowskimi lub dyfrakcją elektronową w transmisyjnym mikroskopie elektronowym? Jeżeli nie, należałoby ograniczyć kategoryczność przypisania fazowego i określić Cu_5Ca jako fazę prawdopodobną, uwzględniając niepewność analizy EDS oraz możliwy udział sygnału osnowy.

3. Po obróbce cieplnej zaobserwowano zmianę morfologii cząstek, interpretowaną jako ich częściowa sferoidyzacja. Czy zdaniem Autora zmianom tym mogła towarzyszyć również zmiana składu chemicznego? W stanie lanym oznaczony metodą EDS stosunek atomowy Cu/Ca wynosił 4,18 i odbiegał od wartości stechiometrycznej dla Cu_5Ca. Jak Autor ocenia możliwość zbliżenia składu cząstek do tej proporcji w wyniku procesów dyfuzyjnych zachodzących podczas wyżarzania?
4. Autor uzasadnia wybór temperatury wyżarzania 650°C wynikami analizy DSC. Z termogramu przedstawionego na rys. 22 wynika jednak, że możliwe było rozważenie wyższej temperatury, ponieważ dodatkowy efekt endotermiczny podczas nagrzewania występuje dopiero przy około 856°C. Dlaczego zatem przyjęto właśnie 650°C? Czy wybór ten wynikał z danych literaturowych, badań wstępnych, czy z potrzeby ograniczenia zmian mikrostruktury?
5. Jakie przesłanki zdecydowały o zastosowaniu w wariancie (iii) wyżarzania przez 15 minut i chłodzenia na powietrzu? Ogólne uzasadnienie ograniczania czasu obróbki, przedstawione na s. 43, nie wyjaśnia wyboru tych warunków. Jednoczesna zmiana czasu wyżarzania i sposobu chłodzenia względem wariantu (ii) utrudnia ponadto rozdzielenie wpływu obu czynników na mikrostrukturę i właściwości materiału. Dlaczego w pracy nie przedstawiono również wyników obserwacji mikroskopowych bezpośrednio po tej obróbce, analogicznie do wariantów (i) i (ii)? Podobna sytuacja jest w przypadku porównywania 20 i 40 przejść MaxStrain, przy różnicach w warunkach poprzedzającej obróbki cieplnej.
6. Na jakiej podstawie przypisano cząstkom Cu_5Ca dominujący wpływ na obniżenie przewodności stopu trójskładnikowego? Czy przedstawione wyniki pozwalają rozdzielić oddziaływanie cząstek, składu chemicznego osnowy i defektów struktury krystalicznej?
7. W rozdziale 3.1.2.7, na s. 63, Autor napisał: „….the use of an extensometer for direct displacement measurement was not feasible". Następnie przedstawiono sposób określania wydłużenia na podstawie pomiaru fragmentów zerwanej próbki. Nie wyjaśniono jednak w sposób jednoznaczny wyznaczania YS, mimo że parametr ten stanowi podstawę licznych porównań i wniosków. Nie jest jasne, jak rejestrowano odkształcenie podczas obciążania, jakie kryterium przyjęto przy wyznaczaniu granicy plastyczności oraz czy uwzględniono podatność układu pomiarowego. W odniesieniu do wydłużenia nie określono jednoznacznie, czy po zerwaniu odtwarzano długość pierwotnej bazy pomiarowej, czy mierzono całkowitą długość złożonych fragmentów. Kwestie te wymagają wyjaśnienia przez Doktoranta, zwłaszcza ze względu na długość pomiarową wynoszącą zaledwie 2,5 mm. Przy porównywaniu wydłużenia z wynikami literaturowymi należało również uwzględnić wpływ geometrii próbek.
8. W rozdziale 3.2.2.2, na s. 85–86, podano średnią wielkość ziarna 1,4 μm dla FM i 2,0 μm dla KM. Jednocześnie próbka KM wykazuje wyższe YS i UTS — odpowiednio 547 i 624 MPa — niż FM, dla której uzyskano 462 i 513 MPa, mimo nieco niższej maksymalnej twardości w centralnej części próbki. Nie jest to sprzeczność fizyczna, lecz wskazuje, że same różnice wielkości ziarna nie wyjaśniają uzyskanych właściwości. Znaczenie mogą mieć tekstura, podstruktura dyslokacyjna, niejednorodność odkształcenia i kierunek pobrania próbek.

Ogólne odwołanie do rozdrobnienia ziaren i umocnienia odkształceniowego jest w tym przypadku niewystarczające. Proszę Doktoranta o wyjaśnienie, jakie czynniki uważa za decydujące dla większej wytrzymałości próbki KM i które z nich znajdują potwierdzenie w przedstawionych wynikach?

9. W rozdziale 3.3.1.1, na s. 99, odwołano się do wcześniejszej procedury pomiaru przewodności, opisanej dla próbek o przekroju około 2 mm^2. Kompozyt ma natomiast postać pręta o średnicy 8 mm z siedmioma filamentami – włóknami Mg. Nie określono jednoznacznie, czy badano pełny przekrój pręta, czy jego fragment, jaki był kierunek przepływu prądu i czy badana objętość zawierała reprezentatywny udział obu składników. Informacje te są niezbędne do prawidłowej interpretacji wartości 52,6 ± 1,2 MS/m jako przewodności całego kompozytu. Doktorant powinien doprecyzować geometrię próbki i konfigurację pomiaru oraz odnieść wynik do kierunkowej budowy materiału.
10. Który z trzech zaproponowanych kierunków Autor uważa za najbardziej perspektywiczny przemysłowo: modyfikację stopu Cu-Mg dodatkiem Ca, sekwencyjne odkształcenie z udziałem MaxStrain/KoBo czy kompozyt Cu/Mg? Proszę uwzględnić nie tylko osiągnięte właściwości, ale również skalowalność, koszt procesu i powtarzalność produkcji.

Przedstawione uwagi wskazują przede wszystkim na potrzebę ostrożniejszej interpretacji części wyników i bardziej precyzyjnego dokumentowania metodyki. Nie wszystkie zastrzeżenia oznaczają błędność proponowanych mechanizmów; w wielu przypadkach problemem jest stopień pewności, z jakim Doktorant je przedstawia. Poruszone uwagi mają głównie charakter dyskusyjny oraz porządkowy i tym samym nie umniejszają mojej pozytywnej oceny pracy doktorskiej mgra inż. Alirezy Kalhora.

5. Formalna strona pracy i uwagi o charakterze edytorskim

Rozprawę oceniam jako starannie przygotowaną pod względem formalnym i strukturalnym. Logiczna kolejność rozdziałów, przejrzyste schematy programu badań oraz dokładne objaśnienia oznaczeń próbek znacząco ułatwiają analizę przebiegu zrealizowanych prac eksperymentalnych. Wysoki poziom reprezentuje również strona dokumentacyjna rozprawy – materiał ilustracyjny, obejmujący dokumentację mikroskopową, wykresy i tabele, charakteryzuje się dużą klarownością i został właściwie powiązany z tekstem. Pewnym mankamentem są nadmiernie rozbudowane opisy oraz powtórzenia. Uwaga ta odnosi się w szczególności do dyskusji zbiorczej i wniosków, w których Autor niepotrzebnie przytacza argumentację przedstawioną już przy omawianiu cząstkowych rezultatów. Należy podkreślić, że w dysertacji doktorskiej rozdział dyskusyjny powinien w wyższym stopniu służyć pogłębionej syntezie uzyskanych danych, natomiast wnioski końcowe – stanowić zwięzłe, precyzyjne podsumowanie najważniejszych ustaleń wynikających z przeprowadzonych badań. Nieliczne, szczegółowe uwagi redakcyjne przedstawiam poniżej:

1. Na s. 35 Autor błędnie posługuje się jednostką energii zamiast napięcia. Zapis „accelerating voltage of 15 keV" jest niepoprawny i powinien zostać zastąpiony wartością 15 kV.
2. Przy określeniu obciążenia podczas pomiaru twardości Autor posługuje się jednostką masy zamiast siły „under a load of 1 kg (HV1)" — s. 36. Właściwy zapis to siła obciążająca 9,807 N, odpowiadająca 1 kgf i oznaczeniu HV1.
3. Sformułowanie tytułu rozdziału 3. („This Investigation") jest zbyt lakoniczne. Precyzyjniejszy byłby tytuł wskazujący badania własne Autora.

4. Należy uzgodnić podpisy rysunków z ich wykazem. W podpisie rys. 2 wskazano pozycję [36], natomiast w wykazie rysunków — [41]. Dla rys. 4 występuje odwrotna rozbieżność. Ponadto w tekście na s. 3 układ Cu–Ca przedstawiony na rys. 4 powiązano z pozycją [3], podczas gdy podpis wskazuje [41]. Należy uzgodnić te odwołania.
5. Przy powołaniu ASTM E9 na s. 101 wskazano pozycję [345], będącą artykułem naukowym, a nie opisem bibliograficznym normy. Również zapis [369] powinien zawierać jednoznaczny identyfikator i rok wydania ASTM E8/E8M zamiast niepełnego opisu „(n.d.)".
6. W streszczeniu polskim termin „dynamiczne odzyskiwanie" (strona 154) powinien zostać zastąpiony określeniem „zdrowienie dynamiczne"

Wskazane uchybienia nie obniżają zasadniczo czytelności rozprawy, jednak ich usunięcie poprawiłoby precyzję sformułowań i przejrzystość prezentacji wyników. Pod względem formalnym i edytorskim praca spełnia wymagania stawiane rozprawom doktorskim.

6. Podsumowanie i wniosek końcowy

Pomimo przedstawionych uwag recenzowaną rozprawę oceniam jako wartościową pod względem naukowym i podejmującą aktualną problematykę inżynierii materiałowej. Doktorant uzyskał oryginalne wyniki dotyczące kształtowania mikrostruktury oraz właściwości mechanicznych i elektrycznych stopów Cu–Mg i Cu–Mg–Ca, uzupełnione badaniami kompozytu Cu/Mg. Wykazał się dobrą znajomością tematyki rozprawy, umiejętnością planowania i prowadzenia badań oraz analizy ich wyników. Opanował również szeroki zakres metod badawczych i potrafił wykorzystać je do oceny zależności między warunkami przetwarzania, mikrostrukturą i właściwościami materiałów.

Stwierdzam, że rozprawa doktorska Pana mgr. inż. Alirezy Kalhora pt. „Cu-Mg Based Alloys with Strength, Ductility, and High Conductivity Achieved by SPD Technique" prezentuje ogólną wiedzę teoretyczną Doktoranta w dyscyplinie inżynieria materiałowa, potwierdza umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej oraz zawiera oryginalne rozwiązanie problemu naukowego. Tym samym w mojej ocenie spełnia wymagania stawiane rozprawom doktorskim zawarte w Art. 187. Ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. (Prawo o Szkolnictwie Wyższym i Nauce, j.t. Dz. U. z 2024 r., poz. 1571).

Wnoszę zatem o dopuszczenie Pana mgr. inż. Alirezy Kalhora do publicznej obrony rozprawy doktorskiej.

dr hab. inż. Grażyna Mrówka-Nowotnik, prof. PRz