



Politechnika Warszawska

Wydział Inżynierii Materiałowej

Prof. dr hab. inż. Małgorzata Lewandowska

Politechnika Warszawska

Wydział Inżynierii Materiałowej

Recenzja rozprawy doktorskiej

mgr Augustine Nana Sekyi Appiah

pt.

Deformation-Induced Size Effects on the Structure and Mechanical Properties of Heterogenous L-PBF Fabricated AlSi10Mg Alloys

wykonanej pod opieką naukową dr hab. inż. Marcina Adamiak (promotora) oraz dr inż. Przemysława Snopińskiego (promotora pomocniczego)

Uwagi ogólne o tematyce rozprawy

Zapewnienie odpowiedniej równowagi między wytrzymałością a plastycznością jest jednym z fundamentalnych zagadnień w nauce o materiałach i inżynierii materiałowej. Materiały inżynierskie są albo plastyczne (podatne do odkształcenia plastycznego), albo wytrzymałe mechanicznie (mogą przenosić duże obciążenia). Zwiększenie wytrzymałości zazwyczaj wiąże się z utratą plastyczności. Dzieje się tak, ponieważ znane mechanizmy umocnienia materiałów polegają na ograniczeniu aktywności dyslokacji, co z kolei utrudnia odkształcenie plastyczne, które wymaga ruchu dyslokacji. Równowaga między wytrzymałością a plastycznością ma również istotne znaczenie z punktu widzenia zastosowań, ponieważ przemysł poszukuje materiałów konstrukcyjnych, które są łatwe do formowania, a jednocześnie wystarczająco wytrzymałe, by przenosić wymagane obciążenia. Z tego powodu zespoły badawcze na całym świecie starają się rozwiązać ten problem, proponując nowe materiały lub skomplikowane obróbki cieplnomechaniczne. Chociaż pierwsze strategie mające na celu poprawę plastyczności przy jednoczesnym zachowaniu wysokiej wytrzymałości zostały opisane 15 lat temu, problem nadal pozostaje nierozwiązany i wiele zespołów badawczych na całym świecie proponuje nowe koncepcje jego rozwiązania. W wątek ten wpisuje się recenzowana rozprawa doktorska, której głównym celem było (jak sprecyzowano w pracy) wyjaśnienie podstawowych mechanizmów odkształcenia rządzących właściwościami mechanicznymi stopu AlSi10Mg o niejednorodnej strukturze wytwarzanego metodą PBF-LB/M, a w efekcie otrzymanie materiału o wysokiej wytrzymałości i plastyczności. Doktorant postawił jeszcze 3 cele szczegółowe dotyczące kształtowania

Biurowo Dziekana

wpłynęło dnia 19.09.2025
RDYMa 143151/2025
nr zał.

struktury materiału drukowanego poprzez niskotemperaturową obróbkę cieplną, badań mechanizmów odkształcenia plastycznego w funkcji ukształtowanej struktury i sposobu odkształcenia oraz zastosowania metod SPD do otrzymania materiału o wysokiej wytrzymałości i plastyczności.

Najważniejsze wyniki i ocena merytoryczna pracy

Część eksperymentalną pracy poprzedza obszerny przegląd literaturowy dotyczący zagadnień istotnych z punktu widzenia tematyki rozprawy doktorskiej. Podjęto w nim takie zagadnienia jak: technologie przyrostowe ze szczególnym uwzględnieniem technologii wykorzystywanej w pracy (Laser-Based Powder Bed Fusion) oraz stop Al₁₀SiMg wywarzany w tej technologii; dyslokacje i struktury dyslokacyjne tworzące się podczas odkształcenia plastycznego, metody dużego odkształcenia plastycznego i mechanizmy umocnienia. Wydaje mi się, że w przeglądzie literatury do rozprawy doktorskiej można pominąć podręcznikowe zagadnienia, których uczymy na pierwszych latach edukacji w ramach studiów I stopnia, np. podstawy teorii dyslokacji czy mechanizmy umocnienia materiałów. Przegląd literatury powinien dawać informację, co w tematyce rozprawy już wiadomo (to dość dobrze zostało pokazane), ale także pokazywać pewne braki w istniejącej wiedzy czy niezgodności, które doktorant zamierza uzupełnić lub wyjaśnić (a tego tutaj zabrakło). Po przeczytaniu części literaturowej miałam wrażenie, że już wszystko wiadomo w tematyce rozprawy i zastanawiałam się, czy jeszcze coś nowego można dodać, bo przecież omówiono, jakie struktury tworzą się po procesie druku 3D, jak wpływa na nie obróbka cieplna, jak zmienia się struktura i właściwości po procesie ECAP. Jedynym nowym wątkiem wydawał się ten związany z obróbką twist channel angular pressing (TCAP).

Do rozwiązania postawionego problemu badawczego zaprojektowano niezwykle bogaty program badawczy, który w warstwie technologicznej obejmował druk 3D, niskotemperaturowe wyżarzanie, przeróbkę plastyczną (z wykorzystaniem ściskania, ECAP i TCAP), a warstwie badawczej szeroki wachlarz technik badawczych: mikroskopia świetlna, SEM (+EDS i EBSD), TEM, XRD, pomiary porowatości, pomiary twardości, próby ściskania. Trochę dziwi mnie wybór próby ściskania do oceny wytrzymałości i ciągliwości – zwykle w tego typu pracach wykorzystuje się próbę rozciągania, bo to dla takiego obciążenia problem zapewnienia odpowiedniej wytrzymałości i ciągliwości jest najbardziej widoczny.

Pierwszym krokiem w planie badawczym był wybór składu chemicznego stopu spośród trzech kompozycji: Al₇SiMg, Al₁₀SiMg, Al₁₂SiMg. Wybór padł na ten środkowy, co uzasadniono najmniejszym rozrzutem wielkości cząstek proszku, najmniejszą porowatością i największą twardością stopu. Wybór jest zgodny z tym, co wcześniej napisano we Wprowadzeniu, gdzie szczegółowo przeanalizowano właściwości wytrzymałościowe i plastyczne tych trzech stopów i wskazano na ten o zawartości krzemu 10% wykazuje najlepszą kombinację wytrzymałości i plastyczności, co jednak nie jest zgodne z danymi przedstawionymi w Tabeli 1 (str. 13). W pracy nigdzie nie znalazłam dokładnego składu chemicznego proszków czy litych materiałów z nich wytworzonych, ani pochodzenia proszków.

Kolejny etap obejmował kształtowanie mikrostruktury materiału wyjściowego (po druku 3D) poprzez niskotemperaturową obróbkę cieplną, której warunki dobrano na podstawie danych literaturowych. Bardzo doceniam wieloskalowe podejście do opisu zmian mikrostruktury podczas wyżarzania. Wykazano w nim, że zmiany zaobserwować można na poziomie nanometrycznym i polegają one na fragmentacji sieci nanocząstek Si. Trochę wątpliwości natomiast budzi analiza mikrostruktury na różnych etapach próby ściskania. Po pierwsze nie bardzo rozumiem, jaki był klucz wyboru poziomu odkształcenia – 5 i 20%, dla którego wykonano szczegółową analizę mikrostruktury. Po drugie początkowo byłam przekonana, że chodzi o 5 czy 20% odkształcenia plastycznego. Jednak okazało się, że był to poziom odkształcenia całkowitego, a odkształcenie 5% mieściło się w zakresie odkształcenia sprężystego. Z jakiś powodów dla tego poziomu odkształcenia (a nie 20%) przeprowadzono szczegółowe badania mikrostruktury, odnotowując znaczące jej zmiany na poziomie wielkości i kształtu mikrometrycznych ziaren. Prosiłabym o wyjaśnienie, w jaki sposób może dochodzić do tak znaczącej przebudowy mikrostruktury, tj. zmiany morfologii z kolumnowej na równoosiową i redukcji rozmiarów ziaren w zakresie odkształcenia sprężystego w temperaturze pokojowej. Dla próbek odkształconych w próbie ściskania wyznaczono wielkość tzw. krystalitów oraz gęstość dyslokacji metodą Williamsona-Halla. Do tych wyników również mam pytania:

- Dlaczego nie wyznaczono tych parametrów dla próbki nieodkształconej? W takiej sytuacji trudno wnioskować, czy następuje wzrost gęstości dyslokacji czy nie. Wszystkie wyniki są tego samego rzędu wielkości, a przecież podczas odkształcenia plastycznego gęstość dyslokacji wzrasta o kilka rzędów wielkości.
- Jakemu elementowi mikrostruktury odpowiadają krystality, których wielkość wyznaczono z poszerzenia pików dyfrakcyjnych?

Kolejna część pracy poświęcona jest możliwości kształtowania mikrostruktury metodą ECAP. Próbki w 3 stanach mikrostrukturalnych poddano jednemu przejściu w temperaturze pokojowej oraz w temperaturze podwyższonej, która była wyższa niż temperatura obróbki cieplnej. Dlaczego wybrano tak wysokie temperatury? Wydaje się, że takie podejście skazane było z góry na porażkę. I dlaczego zastosowano tylko 1 przejście, co odpowiada bardzo niskiemu odkształceniu plastycznemu? W metodzie ECAP zazwyczaj stosuje się znacznie więcej przejść. Ciekawą propozycją było zastosowanie zmodyfikowanej metody ECAP ze skręconym kanałem – TCAP. Całą część pracy poświęconą metodom SPD (choć w tym przypadku trudno mówić o dużym odkształceniu) uważam za najbardziej wartościową. Dostarcza ona ogromu wyników odnośnie do mikrostruktury i właściwości materiałów i ich ewolucji w analizowanych procesach. Podziwiam ogrom pracy wykonanej przez doktoranta, choć prawdopodobnie część badań była wykonywana przez innych członków zespołu badawczego.

Niestety, wobec tego ogromu wyników gdzieś umknęła myśl przewodnia doktoratu, tj. zapewnienie wysokiej plastyczności przy zachowaniu wysokiej wytrzymałości. Szkoda, że nie dokonano syntezy zgromadzonego materiału w różnych rozdziałach i nie pokazano

zbiorczego zestawienia wyników wytrzymałości i plastyczności (np. w formie wykresu), aby wskazać czy i które obróbki cieplno-mechaniczne zapewniają poprawę kombinacji ciągliwości i wytrzymałości. Wskazano co prawda jedną obróbkę (LTA_300 + 2TCAP), która zapewnia najlepsze właściwości, ale wydaje mi się, że wybór ten jest dyskusyjny. Próbką ta ma rzeczywiście dużą plastyczność (50%), ale także jedną z niższych granic plastyczności (około 400 MPa). Trudno więc mówić, że przezwyciężono paradoks plastyczności i ciągliwości. Biorąc za punkt odniesienia próbkę 'as-built', to właściwie tylko jedna próbka (LTA_280+2TCAP) wykazuje przy tej samej wytrzymałości plastyczność większą o 10%.

Uwagi redakcyjne

Praca ma klasyczny układ obejmujący wprowadzenie, przegląd literatury, metodykę badań, wyniki, dyskusję wyników oraz wnioski. Napisana jest jasno, oznaczenia próbek są spójne, wykresy są czytelne. Zawiera bardzo ładne obrazy mikroskopowe, na szczególne wyróżnienie zasługują mapy EBSD i obrazy TEM. Jedyna moja uwaga redakcyjna dotyczy tego, że w niektórych przypadkach podpisy pod rysunkami wypadają na następnej stronie w porównaniu do samego rysunku, a niektóre tabele mają swój początek na jednej stronie a koniec na drugiej. To nieco utrudnia czytanie.

Opinia końcowa

W opinii końcowej chciałabym podkreślić, że pomimo, że wskazałam na pewne słabsze strony pracy (taki jest obowiązek recenzenta), uważam recenzowaną pracę za wartościową pod względem naukowym, podejmującą aktualne wyzwania naukowe i odkrywającą nowe fakty naukowe. Doktorant przedstawił oryginalne rozwiązania problemów badawczych (co jest wymogiem ustawowym) – zaproponował szereg obróbek cieplno-mechanicznych dla zapewnienia najlepszej kombinacji wytrzymałości i plastyczności stopu Al10SiMg. Opanował także szereg metod badawczych materiałów. Otrzymał mnóstwo wartościowych wyników, które w mojej ocenie z powodzeniem mogłyby zostać opublikowane w renomowanych czasopismach z obszaru inżynierii materiałowej. Niestety w dorobku doktoranta z tematyki rozprawy znalazłam tylko 2 publikacje w czasopismach Symmetry i Materials – obydwa w mdpi.

Tym niemniej z pełnym przekonaniem mogę stwierdzić, że rozprawa doktorska pt. „**Deformation-Induced Size Effects on the Structure and Mechanical Properties of Heterogenous L-PBF Fabricated AlSi10Mg Alloys**” spełnia wszystkie ustawowe warunki kwalifikujące ją jako rozprawę doktorską, a mgr Augustine Nana Sekyi Appiah zasługuje na stopień doktora. Wnoszę więc o dopuszczenie jej do publicznej obrony i dalszych etapów postępowania w sprawie nadania stopnia doktora.

Prof. M. Lewandowska

/podpis odręczny/

Warszawa, 15 września 2025

*wylączenie jawności w zakresie danych osobowych oraz ochrony prywatności osoby fizycznej na podstawie art. 5 ust. 2 ustawy z dnia 6 września 2001 r. o dostępie do informacji publicznej (tj. Dz.U. z 2016 r., poz. 1764)