

Katowice, dnia 7.05.2021r.

RECENZJA

rozprawy doktorskiej **Pani mgr inż. Aleksandry Towarek**

p.t.: „**Corrosion resistance of model and commercial Al-Mg alloys after plastic deformation in simulated sea water environment**”

wykonanej na Wydziale Inżynierii Materiałowej Politechniki Warszawskiej
pod kierunkiem **Pana prof. dra hab. inż. Jarosława Mizery**
oraz promotora pomocniczego – **Pani dr hab. inż. Joanny Zdunek**.

Podstawa prawna opracowania recenzji:

Recenzja została wykonana na podstawie decyzji Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Warszawskiej z dnia 26 marca 2021 roku, zgodnie z art. 14, ust. 2 i art. 20, ust.5 Dz. U. Nr 65, poz. 595 z dnia 4 marca 2003 roku (z późniejszymi zmianami), Rozporządzeniem Ministra Edukacji i Nauki z dnia 15 grudnia 2005 r. (Dz. U. RP nr 252 z dnia 22 grudnia 2005 r., z późniejszymi zmianami na zlecenie z-cy Przewodniczącej Rady Naukowej Dyscypliny z dnia 8 kwietnia 2021 r. oraz rozprawy doktorskiej pt. „Corrosion resistance of model and commercial Al-Mg alloys after plastic deformation in simulated sea water environment”.

1. Ogólna charakterystyka rozprawy doktorskiej

Niszczenie korozyjne stopów metali jest ważnym zagadnieniem w projektowaniu i eksploatacji różnego typu konstrukcji i urządzeń, ponieważ jest jednym z głównych źródeł strat materiałowych. Określa się, że roczne światowe straty korozyjne w rozwiniętych krajach przekraczają 3% PKB, a w Polsce wynoszą więcej niż budżet przeznaczony na naukę (Królikowska & Augustyński, 2014). Tematyka niszczenia korozyjnego stopów Al-Mg jest wciąż w zakresie zainteresowań wielu ośrodków naukowych na świecie, szczególnie jeśli weźmie się pod uwagę korozję naprężeniową (SCC - *Stress Corrosion Cracking*) tych stopów, stanowiącą ponad 1/3 wszystkich zniszczeń korozyjnych. Niszczenie korozyjne stopów Al-Mg w warunkach eksploatacji stwarza szereg problemów związanych z trwałością i niezawodnością. Trwałość ta jest związana przede wszystkim z procesami niszczącego oddziaływania środowiska, powstawania produktów korozji oraz doboru odpowiedniego stanu materiału w zakresie jego składu chemicznego, mikrostruktury, odporności na pękanie,

itd. Opisuje je złożony układ zjawisk fizykochemicznych wymagających z jednej strony, gruntownej znajomości zagadnień teoretycznych związanych przede wszystkim z charakterystyką zjawisk towarzyszących korozji, a z drugiej – doboru odpowiedniego materiału. I takie postawienie problemu stanowi wciąż wyzwanie badawcze dla współczesnej chemii i fizyki oraz inżynierii materiałowej.

Temat pracy doktorskiej Pani mgr inż. Aleksandry Towarek wpisuje się w główny nurt światowych badań nad niszczeniem korozyjnym stopów Al-Mg. W rozprawie doktorskiej główną uwagę skoncentrowano na określeniu wpływu stopnia odkształcenia plastycznego na odporność korozyjną stopów Al-Mg w roztworze symulującym wodę morską. Z jednej strony zapewniono zróżnicowanie stopów Al-Mg pod względem składu chemicznego (2 stopy modelowe zawierające 3 i 7,5% mas. Mg oznaczone jako AlMg3 oraz AlMg7,5 oraz klasyczny stop aluminium 5754) oraz mikrostruktury (wyciskanie hydrostatyczne HE dla stopni odkształcenia odpowiednio 0,80 i 1,39), a z drugiej strony zróżnicowane oddziaływanie środowiska korozyjnego (3,5 % roztwór NaCl w warunkach niszczenia bez obciążeń mechanicznych (w warunkach obwodu otwartego i cyklicznej polaryzacji) i z obciążeniami mechanicznymi (w warunkach korozji naprężeniowej).

Taki wybór materiału do badań oraz warunków eksperymentu tworzył możliwości uzyskania interesujących wyników, a jednocześnie wpisania się w główny nurt badań niszczenia korozyjnego stopów Al-Mg. Rozprawę doktorską Pani mgr inż. Aleksandry Towarek charakteryzuje walor aktualności i oryginalności nie tylko w zakresie wybranej tematyki badań, zastosowanych materiałów, ale także w aspekcie zastosowania metod badawczych na wysokim poziomie – korozji, mikrostruktury, właściwości mechanicznych.

2. Charakterystyka szczegółowa rozprawy doktorskiej

Praca napisana jest po angielsku, jasno i wyraźnie rozdzielona na dwie części: przegląd piśmiennictwa (rozdział 1, strony od 13 do 44), w którym przedstawiono krótką charakterystykę stopów aluminium, wpływ pierwiastków stopowych i odkształcenia plastycznego na właściwości tych stopów oraz charakterystykę ich odporności korozyjnej. W rozdziale 2 (strona 45) przedstawiono cel pracy i zadania do realizacji. Rozdział 3 (strony 46-55) rozprawy rozpoczyna część badań własnych, gdzie scharakteryzowano eksperyment oraz metodykę badań. W rozdziale 4 (strony 56-80) przedstawiono wyniki badań mikrostruktury, badań korozji elektrochemicznej oraz korozji naprężeniowej. Badania własne zakończone zostały krótką dyskusją wyników (rozdział 5, strony 81-82) i wnioskami (rozdział 6, strona 83). Rozdział 7 pracy zawiera spis literatury. Autorka powołuje się na 208 pozycji literaturowych, w tym 2 z listy A jest współautorką. Wskazuje to na bardzo dobre rozeznanie w literaturze przedmiotu. Ogólnie praca liczy 102 strony, zawiera streszczenia w języku polskim i angielskim. Klasyczny układ pracy pozwala jednoznacznie wyodrębnić osiągnięcia własne Pani mgr inż. Aleksandry Towarek.

Cześć studialna pracy jest integralnie związana z jej tematem i została oparta na szerokim przeglądzie najnowszych pozycji literaturowych i monograficznych, dotyczących charakterystyki stopów aluminium, oceny ich mikrostruktury oraz właściwości (podrozdziały 1.2 i 1.3). Zgodnie z tematem rozprawy doktorskiej dalsze podrozdziały związane są z opisem wpływu odkształcenia plastycznego na właściwości stopów Al-Mg (podrozdział 1.4) oraz charakterystyki niszczenia i odporności korozyjnej tych stopów (podrozdział 1.5).

W tej części pracy, na uwagę zasługuje dobra, chociaż czasami stanowczo zbyt ogólnikowa, charakterystyka stopów Al-Mg i ich wybranych właściwości. Z względu na tematykę pracy wskazane byłoby szersze ujęcie zagadnień związanych z odkształceniem plastycznym i niszczeniem korozyjnym stopów Al-Mg. Odczuwa się tu wyraźny niedosyt ze względu na zbyt „hasłowe podejście” do tej tematyki. Z drugiej strony interesujące i wartościowe jest zestawienie w opisie przedstawianych zagadnień, szerokiego i właściwie dokonanego wyboru źródeł literaturowych. Dlatego też pomimo tej skrótowości, można stwierdzić, że część literaturowa pracy jest rozwinięciem i wskazaniem możliwości realizacji wybranego celu pracy oraz jego umiejscowienia na tle danych literaturowych.

Analiza literatury wskazuje, że szereg czynników determinuje odporność korozyjną stopów Al-Mg, ale w pracy uwaga została skierowana na środowisko wody morskiej oraz wpływ składu chemicznego stopu oraz stopień jego przeróbki plastycznej – nie wyjaśniono, dlaczego?

Wynikiem krytycznej analizy literatury i jej podsumowania było sformułowanie przez Panią mgr inż. Aleksandrę Towarek celu pracy przedstawionego w rozdziale 2.

Celem rozprawy doktorskiej było określenie wpływu dodatku magnezu do stopów aluminium oraz wpływu stopnia odkształcenia plastycznego (wyciskanie hydrostatyczne (HE)) na odporność korozyjną stopów aluminium w wodzie morskiej.

Cel pracy uważam za poprawny pod względem naukowym, jasno sformułowany i jednocześnie na tyle ogólny, że można oczekiwać różnych dróg jego realizacji. Program badań i zastosowane metody badań (rozdział 3) są całkowicie adekwatne do postawionych zadań.

Na szczególną uwagę zasługuje wybór i przygotowanie materiału do badań (podrozdział 3.1) – przygotowano 2 własne stopy Al-Mg o zróżnicowanym stężeniu Mg: 3,5 % mas. i 7,5% mas. oraz komercyjny stop aluminium 5754. Wszystkie te stopy podano wyciskaniu hydrostatycznemu (HE) w warunkach zapewniających uzyskanie odkształcenia plastycznego 0,86 i 1,39. Autorka wykazała dużą staranność w przygotowaniu odpowiednich zestawów próbek do testów korozji oraz badań strukturalnych.

Realizacja szerokiego zakresu badań wynikająca z postawionego celu badawczego pracy była możliwa dzięki odpowiedniemu zastosowaniu zaawansowanych metod badania struktury (mikroskopia świetlna - OM, elektronowa mikroskopia skaningowa - SEM, elektronowa mikroskopia transmisyjna – TEM), badania

odporności korozyjnej (pomiarów elektrochemicznych) oraz badania korozji naprężeniowej w warunkach stałego naprężenia równego 0,8 granicy plastyczności.

Trzeba przyznać, że analiza postawionych zadań, jak również dobór materiału i wybór metod badawczych, pozwala na stwierdzenie, że Pani mgr inż. Aleksandra Towarek zdecydowała się postawione zadania rozwiązać w sposób kompleksowy, wykazując tym samym dobre przygotowanie do samodzielnego rozwiązywania zagadnień zarówno teoretycznych, jak też związanych z praktyczną realizacją eksperymentu.

Pierwsza część badań własnych (rozdział 4.1) w prezentowanej rozprawie doktorskiej dotyczy charakterystyki materiału do badań w zakresie mikrostruktury (OM) oraz substruktury (TEM) w stanie wyjściowym i po odkształceniu plastycznym. Na uwagę w tej części pracy zasługują przede wszystkim znakomite obrazy struktury badanych stopów otrzymane przy użyciu elektronowej mikroskopii transmisyjnej (TEM). W rozdziale tym wykazano zmiany mikrostruktury (wielkość, kształt ziaren) oraz zmiany w zakresie substruktury ziaren (zmiany dotyczące dyslokacji) towarzyszące procesom odkształcenia plastycznego (HE) w stopach Al-Mg.

Z punktu widzenia realizacji celu pracy bardzo ważną część rozprawy doktorskiej stanowią rozdziały (4.1, 4.2 i 4.3) dotyczące niszczenia korozyjnego badanych stopów Al-Mg. Pani mgr inż. Aleksandra Towarek rozdzieliła je na 2 wyraźne grupy: bez obciążenia zewnętrznego (rozdziały 4.2 i 4.3) oraz z obciążeniem zewnętrznym (rozdział 4.3). W rozdziale 4.2 przedstawiono charakterystykę niszczenia korozyjnego badanych stopów Al-Mg w zakresie pomiarów odporności korozyjnej (badania w warunkach obwodu otwartego OCP - *Open Circuit Potential* i badania *chronopotencjometryczne* CP). Autorka otrzymuje szereg interesujących zależności charakteryzujących wpływ odkształcenia plastycznego powstałego w procesie wyciskania hydrostatycznego (HE) w badanych stopach Al-Mg na wartości potencjału korozji E_{corr} , potencjału przebicia E_{pit} oraz prądu korozji i_{corr} w środowisku wody morskiej. Uzupełnieniem tych badań są obrazy powierzchni stopów po testach korozyjnych z widocznymi zniszczeniami korozyjnymi w postaci wżerów i mikropęknięć (podrozdział 4.3).

Drugą istotną część badań w rozprawie doktorskiej Pani mgr inż. Aleksandry Towarek stanowią badania korozji naprężeniowej (podrozdział 4.4) wg normy PN-EN ISO: 7539-4:2000 *Korozja metali i stopów – Badanie korozji naprężeniowej*". Jest to niezwykle interesująca część badań, łącząca synergiczne oddziaływanie naprężeń wywołanych obciążeniem zewnętrznym i środowiska korozji. Na uwagę zasługuje fakt, że wyniki badań korozji naprężeniowej są niezwykle ważne z punktu widzenia właściwości i zastosowań stopów aluminium ale jednocześnie znacznie rzadziej prezentowane w publikacjach. Tę część badań uważam za najbardziej interesującą w tej rozprawie doktorskiej. Autorce udało się uzyskać niezwykle interesujące zależności łączące stan materiału (skład chemiczny i stopień przeróbki plastycznej) na właściwości mechaniczne w warunkach korozji naprężeniowej przy obciążeniu zewnętrznym 0,8 R_e : krzywe naprężenie-

odkształcenie (rys.58, 60, 62) oraz wartości maksymalne wytrzymałości na rozciąganie R_m i wydłużenia A_5 (rys.57, 59, 61) w zależności od stanu odkształcenia wyjściowego materiału 0,86 i 1,39.

W „Dyskusji” (rozdział 5), przedstawionej rozprawy doktorskiej Pani mgr inż. Aleksandra Towarek dokonuje analizy i następnie syntezy wszystkich otrzymanych wyników przedstawiając je w postaci 5 wniosków (rozdział 6), dowodząc w całej pełni realizacji postawionego celu badań. Autorka w pełni wykazała umiejętność syntetycznego i zarazem pogłębionego w stosunku do wcześniejszych opracowań, ujęcia teoretycznych i praktycznych aspektów badań własnych. Widać tu wyraźne starania Autorki o uogólnienia i usystematyzowanie współzależności oddziaływania i interakcji różnorodnych czynników w charakterystyce niszczenia korozyjnego wybranych stopów Al-Mg.

Dyskusja oraz wnioski sformułowane na podstawie otrzymanych wyników badań są przedstawione w sposób jasny i wskazują jednoznacznie, że postawiony cel w rozprawie doktorskiej przez Panią mgr inż. Aleksandrę Towarek został w pełni zrealizowany.

3. Ocena rozprawy doktorskiej

Za największe zalety pracy uważam:

1. Charakterystykę wpływu stanu materiału (skład chemiczny i odkształcenie plastyczne) na przebieg zjawisk fizykochemicznych i strukturalnych zachodzących podczas niszczenia korozyjnego w złożonych warunkach korozji naprężeniowej.
2. Perfekcyjne wykorzystanie metod badawczych w zakresie badań struktury i badań korozyjnych, w opisie zmian właściwości materiału w warunkach korozji.

Oceniając pozytywnie rozprawę doktorską, pozwolę sobie na kilka uwag do dyskusji, a w szczególności:

1. Uważam za mało wyczerpujący opis badań korozyjnych w zakresie doboru warunków tych badań. Proszę o wyjaśnienie, czym kierowano się w doborze zaproponowanych warunków badań odporności korozyjnej.
2. Czy przedmiotem badań były przetłomy i powierzchnie boczne na próbkach po testach korozji naprężeniowej? Badania takie są uzupełniające do testów korozji naprężeniowej - jakie dodatkowe informacje można otrzymać z takich badań?
3. Przedstawiony zestaw badań mikrostruktury oraz odporności na korozję został w pracy doktorskiej właściwie dobrany i zastosowany do oceny właściwości. Czy można by go rozszerzyć o jeszcze inne badania - jakie i dlaczego?

W podsumowaniu recenzji stwierdzam, że pod względem edytorskim praca jest wykonana poprawnie, napisana jest prostym i jasnym językiem. Widać staranność i dokładność w edycyjnej stronie rysunków i tabel. Zauważone nieścisłości (np. brak jednostek przy opisie niektórych wielkości fizykochemicznych, drobne błędy stylistyczne) nie są warte szczegółowego opisu w recenzji.

4. Ocena końcowa rozprawy doktorskiej

W ogólnej ocenie stwierdzam, że Pani mgr inż. Aleksandra Towarek zrealizowała zadanie badawcze będące przedmiotem rozprawy doktorskiej. Zawarte w rozprawie wnioski są udokumentowane. Postawiony w rozprawie doktorskiej cel rozprawy został w pełni zrealizowany w oparciu o przeprowadzone studium literaturowe oraz wykonane i prawidłowo zinterpretowane wyniki badań własnych. Sposób przedstawienia i opracowania wyników badań wskazuje, że Autorka rozprawy opanowała w stopniu dobrym warsztat badawczy niezbędny do realizacji pracy i wykazała niezbędną wiedzę z zakresu inżynierii materiałowej, planowania badań i metod opracowywania wyników. Sformułowała szereg wniosków o znaczeniu poznawczym. Biorąc pod uwagę poznawcze znaczenie pracy, sposób realizacji programu badawczego, formę opracowania i przedstawienia wyników wykonanych badań, jak również zaprezentowane wnioski, mogę z przekonaniem stwierdzić, że rozprawa doktorska Pani mgr inż. Aleksandry Towarek pt. „***Corrosion resistance of model and commercial Al-Mg alloys after plastic deformation in simulated sea water environment***” spełnia wszystkie wymagania stawiane rozprawom doktorskim przewidziane odpowiednimi ustawami i wnoszę o dopuszczenie Pani mgr inż. Aleksandry Towarek do dalszych etapów przewodu doktorskiego, jednocześnie wnoszę o jej wyróżnienie.

Katowice, 7 maja 2021r.

Maria Sozańska

.....
prof. dr hab. inż.
Maria Sozańska