

Prof. dr hab. inż. Henryk Paul
Instytut Metalurgii i Inżynierii Materiałowej
Polskiej Akademii Nauk w Krakowie
ul. Reymonta 25
30-059 Kraków

Kraków, dn. 15. 09. 2022

RECENZJA ROZPRAWY DOKTORSKIEJ

mgr inż. Przemysław, Andrzeja Kota, pt. 'Diffraction study of deformation process for selected groups of grains and different phases in polycrystalline materials'

*(przygotowana na zlecenie Rady Naukowej Dyscypliny
Nauki Fizyczne Akademii Górniczo Hutniczej)*

1. Uwagi ogólne

Praca doktorska mgr inż. Przemysława Kota podejmuje klasyczne zagadnienia z zakresu inżynierii materiałowej. Jednakże mieści się w obszarze fizyki, ponieważ dotyczy wykorzystania technik dyfrakcyjnych do wyznaczania poziomu naprężeń dla różnych faz lub ziaren o zróżnicowanej orientacji krystalicznej metali o strukturze regularnej i heksagonalnej zwartej. Doktorant dużo uwagi poświęca rozwojowi technik eksperymentalnych dotyczących opracowania metodologii wyznaczania naprężeń w materiałach polikrystalicznych na podstawie względnych odkształceń sieci. W prowadzonych pracach wykorzystano metodę dyfrakcji neutronów zaaplikowaną do pomiarów 'in-situ' podczas mechanicznego i termicznego obciążania próbek.

Głównym przedmiotem zainteresowania Doktoranta było wyznaczenie poziomu naprężeń dla dwóch silnie zróżnicowanych materiałów, tj. kompozytu AA2124/SiC_p uzyskanego metodą spiekania proszków, oraz walcowanego na gorąco stopu AZ31. W pierwszym przypadku prowadzone prace zogniskowane były na opracowaniu metodologii selektywnej analizy naprężeń w dwu fazach (kompozyt Al), podczas gdy w drugim dla różnych orientacji krystalitów (stop AZ31). Finalnie, wyniki pomiarów eksperymentalnych zostały skonfrontowane z wynikami modelu samouzgodnionego, uzyskując dobrą zgodność. Dla realizacji tych celów Doktorant podjął się opracowania metodologii, niezależnej od przewidywań modelowych, pozwalającej na badanie procesu deformacji bezpośrednio z danych eksperymentalnych.

Praca doktorska Przemysława Kota została napisana w języku angielskim. Praca składa się z 8 silnie rozbudowanych, szczegółowych rozdziałów, czterech załączników oraz spisu literatury. Praca zawiera także informacje o publikacjach z udziałem Doktoranta oraz wykaz konferencji naukowych w których Doktorant uczestniczył. Godny podziwu jest wysiłek Doktoranta związany z krytycznym przeglądem literatury z zakresu analizowanej problematyki obejmującym 178 pozycji, w większości opublikowanych w ostatnich 20 latach.

2. Ocena ważności podjętego problemu naukowego

Głównym ograniczeniem szerszego zastosowania stopów magnezu oraz szerokiej gamy stopów Al o złożonej strukturze fazowej jest ich ograniczona ciągliwość i wynikająca z tego słaba formowalność. Dlatego też przydatne jest badanie procesu odkształcenia plastycznego w różnych skalach, przy wykorzystaniu zaawansowanych technik badawczych. Uzyskane w ten sposób informacje otwierają możliwość modyfikacji mikrostruktury (np. poprzez dodatkowe stopowanie czy wpływanie na 'kształt obrazu tekstury' (np. jej osłabienie)) co skutkuje poprawieniem właściwości mechanicznych materiału i/lub osłabieniem własności anizotropowych. Materiały lekkie bazujące na stopach Al i Mg znajdują się w centrum tego zainteresowania od wielu lat głównie z uwagi na ich bardzo korzystny wskaźnik ciężaru do wytrzymałości przy umiarkowanej cenie wytwarzania. Stąd też analiza umocnieniowego zachowania się tych materiałów podczas kształtowania i jego modelowy opis a także rozwój technik badawczych umożliwiających pomiar istotnych parametrów wpływających na przebieg procesu mają znaczenie kluczowe.

Jednakże, pomimo prowadzonych intensywnych badań zmierzających zarówno do optymalizacji procesu wytwórczego, jak i optymalizacji własności, np. wytrzymałościowych, plastycznych czy antykorozyjnych, w dalszym ciągu szereg aspektów przemian pozostaje silnie nierozpoznanych. Jednym z takich ważnych obszarów badawczych w przypadku technicznych stopów Al i Mg jest znajomość ewolucji składowych tensora naprężeń na systemach poślizgu i bliźniakowania oraz modelowy opis zachowania się materiałów podczas kształtowania.

Doktorant dobrze identyfikuje luki w dotychczasowym stanie wiedzy. Dotyczy to zarówno problematyki generowania naprężeń własnych pomiędzy cząstkami SiC a osnową ze stopu Al podczas chłodzenia (co odpowiada warunkom produkcji), jak i podczas próby ściskania próbek stopu (symulującej proces formowania). Dla komercyjnego stopu AZ31 szczególnie interesujące są analizy zmierzające do określenia poziomu krytycznych naprężeń ścinających na poszczególnych systemach poślizgu i bliźniakowania oraz analiza niepewności wyznaczonych wartości. Dane te, w dalszej kolejności, posłużyły do opisu modelowego zachowania stopu AZ31 w oparciu o model samouzgodniony.

Analizy odnoszące się do stopów na bazie Al i Mg, są one ciągle bardzo interesujące dla szerokiej gamy zastosowań technicznych ponieważ wykazują unikalną kombinację własności wytrzymałościowych i plastycznych, często połączonych z odpornością korozyjną oraz akceptowalną ceną ich wytwarzania. Mając to na uwadze można stwierdzić, że **podjęta przez Pana mgr inż. Przemysława Kota tematyka jest dobrze ułożona nie tylko w aktualnym, ale i perspektywicznym obszarze badawczym.**

3. Ogólna ocena rozprawy

W odniesieniu do kompozytu Al zbrojonego cząstkami SiC analizowano zagadnienie generowania naprężeń własnych pomiędzy ziarnami stopu Al a cząstkami SiC wynikające z różnicy współczynników rozszerzalności temperaturowej obydwu faz. W odniesieniu do silnie stekstrowanego stopu AZ31 kluczowe jest określenie poziomu krytycznych naprężeń ścinających na aktywnych systemach poślizgu oraz naprężeniowych uwarunkowań formowania się bliźniaków odkształcenia. Szczególnie dużo uwagi Doktorant poświęca modelowemu opisowi zjawiska w oparciu o wyznaczone parametry r-nia Voce'a oraz walidacji modelu w oparciu o eksperymentalne krzywe umocnienia. Do rozwiązania obydwu grup problemów zaimplementowane zostały metody dyfrakcji neutronów z zastosowaniem techniki pomiaru czasu przelotu.

Po krótkim wprowadzeniu i przedstawieniu celów pracy (rozdział 1) Doktorant dokonuje opisu zachowania sprężystego (rozdział 2) i plastycznego (rozdział 3) agregatów mono- i poli-

krystalicznych. Części 1-3 stanowią 'zgrabny' opis podstaw teoretycznych podejmowanych zagadnień, o dużych walorach edukacyjnych. *Rozdział 4* to opis wykorzystanej techniki badawczej oraz opis jej implementacji do analizy naprężeń na wykorzystywanych urządzeniach i oszacowanie niejednoznaczności metody. Na szczególne podkreślenie zasługuje znaczący wkład Doktoranta w rozwój tej metody. Przyczyniło się to do istotnego postępu w badaniach nad wyznaczaniem wartości krytycznego naprężenia poślizgu oraz zjawiskiem podziału naprężeń pomiędzy ziarna i/lub fazy.

Rozdział 5 to analiza naprężeń pomiędzy fazami w kompozycie Al/SiC w oparciu o zmodyfikowany model samouzgodniony i analiza wyników pomiarów odkształceń sieci podczas testów ściskania 'in-situ'. *Rozdziały 6 i 7* to analizy przeprowadzone dla stopu AZ31. Dotyczą one określenia krytycznego naprężenia ścinającego na poszczególnych systemach poślizgu i uwarunkowań pojawienia się bliźniaków odkształcenia a także modelowego opisu rozwoju tekstury. Niewątpliwym osiągnięciem tej części prowadzonych prac jest zaproponowanie nowej metody bezpośredniego wyznaczania krytycznego naprężenia ścinającego z eksperymentów dyfrakcyjnych 'in-situ'. *Rozdział 8* to podsumowanie i najważniejsze wnioski.

Zasadniczo wszystkie części tworzą spójną całość, począwszy od teoretycznych uwarunkowań podejmowanych zagadnień poprzez część eksperymentalną i modelową i końcową dyskusję uzyskanych wyników.

4. Uwagi odnoszące się do zasadniczej tezy pracy

Główny cel pracy został 'zdefiniowany' jako *rozwój metod dyfrakcyjnych dla określenia poziomu naprężeń poprzez pomiar odkształceń sieci* dla dwu selektywnie wybranych przypadków (cel drugi i trzeci), tj. w kompozycie o zróżnicowanym układzie fazowym oraz dla różnych orientacji krystalitów w stopie o strukturze heksagonalnej zwartej. Jest to dość ogólne sformułowanie celu pracy, jednakże dobrze łączy analizowane grupy zagadnień. Każda z grup problemowych odnosząca się do danego materiału sama w sobie stanowić by mogła podstawę dla prowadzonych analiz w osobnych rozprawach doktorskich. Jednakże należy stwierdzić, że połączenie wysiłku badawczego w tych dwu aspektach przyczyniło się do powstania kompleksowego (ale i bardzo obszernego) opracowania.

W prowadzonych badaniach Doktorant wykorzystał techniki dyfrakcji promieniowania neutronowego w ramach współpracy ze Zjednoczonym Instytutem Badań Jądrowych w Dubnej (Rosja) oraz Laboratorium Fizyki Neutronowej w Pradze (Czechy). Dokumentuje to, że Pan Przemysław Kot dysponuje nie tylko niezbędną wiedzą dającą legitymację do samodzielnego prowadzenia badań, ale i posiada umiejętność współpracy z partnerami zagranicznymi.

5. Główne osiągnięcia pracy

Najważniejsze osiągnięcia wynikające ze zrealizowanego programu badawczego można podsumować następująco:

- (i) Rozwinięto eksperymentalną metodologię wyznaczenia naprężeń w materiałach polikrystalicznych opartą o techniki dyfrakcji promieniowania neutronowego. W oparciu o tę metodę udokumentowano, że składowe tensora naprężenia mogą być oszacowane, gdy odkształcenie sieci jest zmierzone w kilku kierunkach,

- (ii) Określono rozkład naprężeń pomiędzy krystalitami stopu AZ31 o zróżnicowanej orientacji sieci krystalicznej.
- (iii) wyznaczone zostały wartości naprężeń ścinających potrzebnych do uruchomienia systemów poślizgu i bliźniakowania w metalach o strukturze heksagonalnej (krytycznego i panującego) bezpośrednio z eksperymentu, bez założeń modelowych. Pozwoliło to na wyodrębnienie czterech typów zachowań ziaren, które zdefiniowano jako: twarde, pośrednie, miękkie oraz takie w których może pojawić się bliźniakowanie odkształceniowe. Dla grup tych występują różne sekwencje aktywności systemów poślizgu i bliźniakowania.
- (iv) Po raz pierwszy została przeprowadzona analiza niepewności oszacowania krytycznego naprężenia ścinającego,
- (v) Dokonano oszacowania poziomu termicznie indukowanych naprężeń poprzez granicę międzyfazową w materiale kompozytowym (w obydwu składnikach kompozytu).
- (vi) Wyjaśniono zjawisko termicznie aktywowanej relaksacji naprężeń w oparciu o zaproponowany termomechaniczny model samouzgodniony,

Są to osiągnięcia znaczące, dobrze udokumentowane faktograficznie, a sposób opisu i analizy wyników nie budzi zastrzeżeń. Na podkreślenie zasługuje także fakt, że duża część rezultatów została opublikowana w uznanych zagranicznych periodykach naukowych jeszcze w trakcie trwania doktoratu. Wskazuje to także, że uzyskane wyniki i ich analiza zostały już wcześniej poddane w procesie ewaluacji surowej ocenie merytorycznej.

6. Ogólne uwagi o charakterze dyskusyjnym

Nie dostrzegam w recenzowanej pracy istotnych niedociągnięć, a poniżej zawarte ogólne uwagi mają jedynie charakter dyskusyjny.

- (i) W odniesieniu do głównego celu pracy dotyczącego pomiaru naprężeń, nasuwa się pytanie o możliwość weryfikacji uzyskanych wyników eksperymentalnych, innymi technikami badawczymi. O ile w przypadku kompozytu poddanego oddziaływaniu termicznemu w zakresie odkształceń sprężystych jest to zagadnienie niezwykle trudne do weryfikacji, o tyle w przypadku stopu AZ31 czy kompozytu Al/SiC odkształcanego plastycznie do zadanego stopnia odkształcenia można pokusić się o weryfikację w oparciu o metody dyfrakcyjne przy wykorzystaniu TEM, np. w oparciu o wykorzystanie obrazów dyfrakcyjnych linii Kosela do analizy naprężeń.
- (ii) Przy opisie umocnieniowego zachowania się materiałów wykorzystano równanie Voce'a, które zasadniczo zostało 'skonstruowane' do opisu umocnieniowego zachowania tworzyw metalicznych w zakresie dużych odkształceń. Ponieważ zakres analizowanych odkształceń w recenzowanej pracy był rzędu kilkunastu procent, pojawia się pytanie dlaczego nie wykorzystano innego równania dobrze opisującego zachowanie umocnieniowe w początkowym okresie umocnienia.
- (iii) W pracy analizowano stop AZ31 o bardzo silnej teksturze początkowej. Pojawia się pytanie, czy podczas odkształcenia w zakresie małych stopni możliwe jest 'uchwycenie' w obrazie tekstury globalnej modyfikacji obrazu tekstury na skutek formowania się bliźniaków odkształcenia, których 'gęstość' (lub wzrost 'gęstości' po niewielkim dodatkowym odkształceniu) z natury rzeczy nie jest duża?

- (iv) Analiza ewolucji obrazu tekstury dla stopu AZ31 przeprowadzona w rozdziale 7.3. nie jest do końca przejrzysta. Poniżej sformułowane pytanie wynika z faktu, że analizowano zmianę tego obrazu dla silnie steksturowanego materiału wyjściowego. Czy zatem zmiany obrazu tekstury po (+/-) 2-4 % odkształcenia nie są w większym stopniu uzależnione od miejsca pomiaru na próbce aniżeli wynika to z wpływu odkształcenia?
- (v) W kompozycie na bazie stopu AA2124 zbrojonego cząstkami SiC ilość cząstek SiC stanowiła jedynie 17.8%. Pojawia się zatem pytanie czy naprężenia pomiędzy ziarnami tej samej fazy, tj. AA2124, jakie mierzono podczas chłodzenia, nie dominują nad naprężeniami poprzez granicę międzyfazową. Zasadność pytania wynika z faktu, że kompozyt w istocie jest spiekami.

Możliwe, że w przyszłości lepiej byłoby rozważyć analizę prowadzoną na stopie Al zbliżonym do eutektycznego (np. AA4343) zawierającego duże cząstki Si w praktycznie czystym Al. Jest to komfortowa sytuacja do analizy wpływu dużych wydzieleni na generowanie naprężeń poprzez granicę międzyfazową.

5. Wniosek końcowy

Praca Doktorska Pana Przemysława Kota stanowi istotny postęp w badaniu zależności przyczynowo-skutkowych pomiędzy stanem mikrostruktury a własnościami tworzyw metalicznych w trakcie ich wytwarzania, przetwarzania i eksploatacji. W szczególności odnosi się to do wykorzystania technik dyfrakcji wysoko energetycznego promieniowania oraz numerycznych metod analizy wyników pomiaru dla określenia poziomu naprężeń w zróżnicowanych strukturach metali.

Recenzowana praca doktorska jest jedną z najlepszych prac doktorskich, jakie było dane mi recenzować. Z pełnym przekonaniem mogę stwierdzić, że rozprawa doktorska stanowi oryginalne i bardzo dojrzałe opracowanie zagadnienia mającego znaczenie naukowe i mogące mieć, w dalszej perspektywie, znaczenie użyteczne. Potwierdza opanowanie umiejętności w posługiwaniu się technikami badawczymi oraz interpretacji osiągniętych wyników. Godne podkreślenia jest także przyczynienie się Doktoranta do rozwoju tych technik. Dowodzi to, że Pan mgr inż. Przemysław Kot dysponuje niezbędną wiedzą dającą legitymację do samodzielnego prowadzenia badań.

W związku z powyższym stawiam wniosek o przyjęcie recenzowanej rozprawy doktorskiej i o dopuszczenie magistra inżyniera Przemysława Kota do dalszych etapów przewodu doktorskiego. Biorąc pod uwagę 'jakość' uzyskanych wyników, wysoki poziom merytoryczny prowadzonych analiz, a także logiczny i przejrzysty sposób prowadzonej narracji w opisie uzyskanych wyników i ich dyskusji, stawiam także wniosek o wyróżnienie pracy doktorskiej Pana mgr inż. Przemysława Kota.


Henryk Paul