Katowice, dnia 25.11.2016r.

dr hab. inż. Maria Sozańska, prof. nzw. Pol. Śl.
Instytut Nauki o Materiałach
Wydział Inżynierii Materiałowej i Metalurgii
Politechnika Śląska
ul. Krasińskiego 8
40 019 Katowice

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgra inż. Piotra Bazarnika

„Rola granic ziaren w kształtowaniu właściwości mechanicznych stopu Al 5483 otrzymanego metodami dużego odkształcenia plastycznego"

wykonanej na Wydziale Inżynierii Materiałowej
Politechniki Warszawskiej
pod kierunkiem prof. dr hab. inż. Małgorzaty Lewandowskiej

Podstawa prawna opracowania recenzji:

Recenzja została wykonana na podstawie art. 20 ust.5 ustawy z dnia 14 marca 2003r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz. U. Nr 65, poz. 595 ze zm. Dz. U. z 2005r. Nr 164, poz. 1365; Dz. U. z 2011r. nr84, poz. 455), na zlecenie Prodziekana Wydziału Inżynierii Materiałowej Politechniki Warszawskiej z dnia 17 listopada 2016r., na podstawie dokumentacji składającej się z rozprawy doktorskiej pt. ***„Rola granic ziaren w kształtowaniu właściwości mechanicznych stopu Al 5483 otrzymanego metodami dużego odkształcenia plastycznego".***

1. Ogólna charakterystyka rozprawy doktorskiej

Kształtowanie właściwości mechanicznych materiałów jest wciąż zagadnieniem niezwykle ważnym i jednocześnie stanowi wciąż aktualną problematykę badawczą w zakresie inżynierii materiałowej w wielu światowych ośrodkach naukowych. Ze względu na warunki pracy materiałów poddanych złożonym polom obciążeń mechanicznych, często w złożonych środowiskach charakteryzowanych zmiennymi pod względem wartości i czasu parametrami fizykochemicznymi (np. ciśnienie, temperatura, pH, inne), wymagania im stawiane są niezwykle wysokie i rygorystyczne. Jednym z najważniejszych czynników odgrywających ogromną rolę w kształtowaniu właściwości mechanicznych materiałów jest ich struktura, a w szczególności wielkość ziaren. Zjawiska fizyczne wiążą nierozerwalnie takie procesy, jak odkształcenie plastyczne, umocnienie czy też zdrowienie i rekrystalizacja, z morfologią ziarna w materiałach. Zmiany struktury odkształcanych plastycznie materiałów od skali

makroskopowej, poprzez mikrometryczną aż do skali nanometrycznej są bardzo złożone i mimo wielu badań nie do końca wyjaśnione. W szczególności dotyczy to zjawisk towarzyszących procesom powstawania substruktury poprzez rozwój struktury dyslokacyjnej oraz roli granic ziaren w tych procesach.

Prace prowadzone od lat 70-tych na Wydziale Inżynierii Materiałowej Politechniki Warszawskiej przez prof. Macieja W. Grabskiego wraz z gronem jego uczniów i wychowanków, wykazały niezbicie, że w procesach odkształcenia obok wielkości ziarna ważną rolę odgrywają granice ziaren (GZ). Rozwinięcie tego podejścia do granic ziaren pozwoliło wyróżnić wiele typów granic i opisać ich strukturę, stopień uporządkowania, energię, itp. Jednak jeśli uwzględni się postęp wiedzy teoretycznej i metod badawczych to z każdym rokiem poszerza się skala możliwości badań struktury materiałów i ich właściwości.

Pan Piotr Bazarnik prezentuje interesujące i kompleksowe podejście do opisu roli granic ziaren umiejętnie dobierając materiał do badań, stop aluminium Al 5483 o zawartości 5% Mg o zróżnicowanej mikrostrukturze, i sposoby rozdrobnienia jego struktury (wyciskanie hydrostatyczne HE (*Hydrostatic extrusion*), skręcanie pod wysokim ciśnieniem hydrostatycznym HPT (*High Pressure Torsion*) oraz technika hybrydowa (HE+HPT)), a otrzymane w niniejszej pracy wyniki wnoszą, w moim przekonaniu, istotny wkład w opracowanie technologii kształtowania właściwości mechanicznych materiałów polikrystalicznych w procesach dużego odkształcenia plastycznego oraz poznanie przebiegu zjawisk towarzyszących przemianom. Tematyka tej pracy świetnie wpisuje się w krąg problematyki badawczej z zakresu zaawansowanych badań struktury, właściwości materiałów polikrystalicznych oraz roli granic ziaren rozwijanej od wielu lat z powodzeniem w Politechnice Warszawskiej. Stanowi następny nowy ale jednocześnie znaczący element w tych poszukiwaniach.

2. Charakterystyka szczegółowa rozprawy doktorskiej

Rozprawa doktorska liczy 132 strony. Praca jest podzielona na 11 rozdziałów, z czego 4 pierwsze rozdziały stanowią wprowadzenie literaturowe, a ostatni stanowi bibliografia. Dobór źródeł bibliograficznych wskazuje na bardzo dobre rozeznanie w literaturze przedmiotu. Pan mgr inż. Piotr Bazarnik powołuje się na 191 pozycji literaturowych, w tym 5 pozycji jest współautorem. Dobór źródeł bibliograficznych wskazuje na bardzo dobre rozeznanie w literaturze przedmiotu. We wszystkich publikacjach, których Pan mgr inż. Piotr Bazarnik jest współautorem jest na pierwszym miejscu, i są to pozycje z listy A MNiSW z IF (*Impact Factor*):

- 2 pozycje *Materials Science and Engineering* A; 556 (2012) 134-139 oraz 626 (2015) 9-15, IF= 2,28 ($IF_{5\ letni}$=2,959)
- 1 pozycja *Archives of Metallurgy and Materials* , 57 (2012) 869-876, IF=0,73
- 1 pozycja *Journal of Alloys and Compounds* 688 (2016)736-724, IF=3,014 ($IF_{5\ letni}$=2,808)
- 1 pozycja *Materials Science Forum* 765 (2013) 423-428, IF=0,30.

Cześć studialna pracy jest integralnie związana z jej tematem i została oparta na szerokim przeglądzie pozycji literaturowych i monograficznych dotyczących krótkiej charakterystyki granic ziaren (rozdział 2), wytwarzania materiałów o strukturze drobnoziarnistej i nanokrystalicznej (rozdział 3), opisu możliwości i ograniczeń w stosowaniu zależności Halla-Petcha (rozdział 4).

Część literaturową rozprawy doktorskiej oceniam bardzo wysoko. Autorowi udało się w bardzo krótkiej formie przedstawić trafny, choć bardzo krótki, opis stanu wiedzy na temat granic ziaren w zakresie krystalograficznego opisu oraz ich struktury z punktu widzenia granic o małym i dużym kącie dezorientacji oraz granic nierównowagowych (rozdział 2) oraz scharakteryzować możliwości i ograniczenia metod wytwarzania materiałów w procesach dużego odkształcenia plastycznego (2 metody dużego odkształcenia plastycznego SPD (*Severe Plastic Deformation*) - wyciskanie hydrostatyczne HE, skręcanie pod wysokim ciśnieniem hydrostatycznym HPT oraz technika hybrydowa (HE+HPT)) wraz opisem efektu stabilizacji mikrostruktury (rozdział 3). Na uznanie zasługuje także rozdział opisujący granice stosowalności zależności Halla-Petcha oraz wynikające z tej zależności konsekwencje (rozdział 4).

Wynikiem krytycznej analizy literatury i jej podsumowania jest klarowne sformułowanie przez Pana mgra inż. Piotra Bazarnika celów i tezy pracy (rozdział 5):

Cele pracy sformułowano następująco (str. 55):

- *„Wytworzenie ultra drobnoziarnistego stopu aluminium 5483 o zróżnicowanym charakterze GZ (dużym rozkładzie kątów dezorientacji) poprzez zastosowanie różnorodnych technik dużego odkształcenia plastycznego.*
- *Określenie wpływu techniki wytwarzania i parametrów procesu na jego mikrostrukturę.*
- *Ocena wpływu parametrów mikrostruktury ze szczególnym uwzględnieniem charakteru GZ na właściwości mechaniczne badanego tego stopu".*

Teza pracy została sformułowana następująco: *„W materiałach otrzymanych metodami SPD obserwowane odstępstwa od liniowej zależności Halla-Petcha (tj. rozrzut punktów eksperymentalnych i zmiany nachylenia zależności) związane są z różnicami w rozkładach kątów dezorentacji*".

Tezę pracy uważam za poprawną pod względem naukowym, jasno sformułowaną i jednocześnie bardzo interesującą naukowo i na tyle ogólną, że można oczekiwać kilka różnych dróg jej udowodnienia. Program badań i zastosowane metody badań są całkowicie adekwatne do postawionych zadań (rozdział 6).

Realizacja szerokiego zakresu badań wynikająca z postawionej tezy badawczej pracy była możliwe dzięki odpowiedniemu zastosowaniu zaawansowanych metod badania struktury (elektronowa mikroskopia skaningowa - SEM), skaningowa transmisyjna mikroskopia elektronowa STEM, transmisyjna mikroskopia elektronowa – TEM, skaningowa mikroskopia jonowa – FIB, dyfrakcja elektronów wstecznie sprężyście rozproszonych – EBSD, metody analizy obrazu) (podrozdział 6.3) oraz badania właściwości mechanicznych (twardość, statyczna próba rozciągania makro- i mikro- próbek) (podrozdział 6.4).

Realizacja szerokiego zakresu badań zaprezentowanych w rozprawie doktorskiej była możliwa dzięki dobrze zaplanowanemu eksperymentowi. Pan Piotr Bazarnik położył główny nacisk w pierwszym rzędzie na wytworzenie materiałów do badań w postaci odpowiednich stopów aluminium o zaplanowanym zróżnicowaniu mikrostruktury (podrozdziały 6.1 i 6.2). Jest to moim zdaniem podejście bardzo słuszne i rokujące uzyskanie ciekawych wyników. Opis materiału do badań oraz charakterystyka zastosowanych metod badawczych nie budzą żadnych zastrzeżeń, poza drobnymi nieścisłościami.

Wyniki badań własnych w prezentowanej rozprawie doktorskiej przedstawiono w rozdziale 7 (str.69-109). W podrozdziale 7.1 dokonano szczegółowej charakterystyki stopu AA5483 po procesie wyciskania hydrostatycznego HE. Na uwagę w tej części pracy zasługują wyniki rozdrobnienia ziarna wraz ze szczegółową charakterystyką granic ziaren poprzez rozkłady kątów dezorientacji granic. Uzupełnieniem wyników dotyczących oceny struktury są badania właściwości mechanicznych (twardość oraz styczna próba rozciągania). Analogiczne wyniki badań tego stopu przedstawiono po procesie skręcania pod wysokim ciśnieniem hydrostatycznym HPT (podrozdział 7.2) oraz po procesie hybrydowym (HE+HPT) z uwzględnieniem w tym przypadku również wpływu parametrów określającym wielkość skumulowanego odkształcenia plastycznego (liczba obrotów, ciśnienie).

W dyskusji wyników (rozdział 8) przedstawionej rozprawy doktorskiej Pan mgr inż. Piotr Bazarnik dokonał syntetycznej dyskusji otrzymanych wyników badań własnych dowodząc w całej pełni słuszności postawionej tezy. W tej części pracy Autor w pełni wykazał umiejętność syntetycznego i zarazem pogłębionego w stosunku do wcześniejszych opracowań, ujęcia teoretycznych i praktycznych aspektów badań własnych. Zaprezentował bardzo trafnie i z dużym wyczuciem swoje wyniki na tle wyników wielu innych autorów. Świadczy o tym

chociażby liczba pozycji literaturowych wspierająca przemyślenia i dokonania Pan Piotra Bazarnika – prawie 30 pozycji literaturowych. Dyskusja została przeprowadzona dla oceny właściwości stopów Al-Mg o silnie rozdrobnionej mikrostrukturze (podrozdział 8.1), zastosowania zależności Halla-Petcha (podrozdział 8.2), roli ciśnienia w kształtowaniu mikrostruktury i właściwości mechanicznych w procesie HPT (podrozdział 8.3) oraz zastosowania technik hybrydowych jako alternatywy w kształtowaniu mikrostruktury i właściwości mechanicznych (podrozdział 8.4). Kwintesencję tych rozważań Pan Piotr Bazarnik zawarł w podsumowaniu (rozdział 9) oraz w sformułowanych na podstawie badań własnych 3 wnioskach (rozdział 10).

Wnioski sformułowane na podstawie otrzymanych wyników badań i ich dyskusja są przedstawione w sposób jasny i wykazujący, że postawiona przez Pana mgra inż. Piotra Bazarnika teza została udowodniona.

3. Ocena rozprawy doktorskiej

Za największe zalety pracy uważam:

1. Opracowanie technologii wytwarzania stopów aluminium 5483 o zaprojektowanym zróżnicowaniu mikrostruktury, w szczególności o różnym udziale granic ziaren o dużym i małym kącie dezorientacji i spełniających wymagania dotyczące właściwości mechanicznych.
2. Zastosowanie szerokiego spektrum metod określających wytworzone materiały, stopy aluminium 5483 o zróżnicowanej oraz charakterystyki ich właściwości mechanicznych.
3. Wykazanie istotnej, w żadnym przypadku nie do pominięcia, roli granic ziaren w stopach aluminium 5483, w kształtowaniu ich właściwości mechanicznych.

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

1. Proszę o krótką charakterystykę właściwości mechanicznych stopu 5483 w zakresie od mikrostruktury o wielkości ziarna scharakteryzowanej przez średnią średnicę od wielkości makro- mikro- i nano.
2. Proszę, na podstawie wyników badań własnych, o przedstawienie w punktach najważniejszych czynników strukturalnych charakteryzujących strukturę materiałów oraz określenie jakimi parametrami ilościowym można ją scharakteryzować.
3. Proszę o wyjaśnienie jak należy rozumieć obciążenie w pomiarach twardości i jakie są jego jednostki – najlepiej na podstawie normy. Pytanie związane jest ze stwierdzeniem „*wykonano pomiary twardości przy obciążeniu 100g*" (str. 67).

4. W pracy na określenie stopu do badań używa Pan różnych oznaczeń: w tytule pracy Al 5483, w materiale do badań i we wnioskach AA 5483, a czasami tak jak na str. 75 „stop aluminium 5483", jak należy to rozumieć?

W podsumowaniu recenzji stwierdzam, że pod względem edytorskim praca jest wykonana starannie, napisana prostym i jasnym językiem. Uwagę przykuwają bardzo starannie opracowane rysunki i schematy oraz piękne obrazy struktury otrzymane przy użyciu technik mikroskopii elektronowej (SEM, STEM, TEM) oraz dyfrakcji elektronów wstecznie sprężyście rozproszonych (EBSD). Zauważone drobne nieścisłości stylistyczne nie są warte umieszczenia w recenzji. Natomiast, w ogólnej ocenie stwierdzam, że Pan mgr inż. Piotr Bazarnik w pełni i w szerokim zakresie zrealizował zadanie badawcze będące przedmiotem rozprawy. Zawarte w rozprawie wnioski są w pełni udokumentowane.

Biorąc pod uwagę aktualność tematyki pracy w świetle prowadzonych na świecie badań biomateriałów i w szczególności poszukiwań coraz to nowszych danych na temat struktury materiałów, w szczególności nowych zależności dotyczących struktury granic ziaren, klarowne sformułowanie tezy pracy oraz jej osiągnięcie na drodze dobrze zaplanowanych i przeprowadzonych badań wraz z dyskusją otrzymanych wyników, oceniam przedstawioną rozprawę doktorską bardzo wysoko i wnioskuję o dopuszczenie Pana mgra inż. Piotra Bazarnika do dalszych etapów przewodu doktorskiego. Na podstawie przedstawionej opinii stwierdzam, że praca spełnia wszystkie wymagania stawiane rozprawom doktorskim, przewidziane odpowiednimi ustawami. Jednocześnie, biorąc pod uwagę znakomity dorobek w czasopismach z listy A MNiSW, które powstały podczas realizacji tej pracy, proponuję wyróżnienie pracy Pana mgra inż. Piotra Bazarnika pt. „*Rola granic ziaren w kształtowaniu właściwości mechanicznych stopu Al 5483 otrzymanego metodami dużego odkształcenia plastycznego*".

Maria Sroka

Katowice, dnia 25.11.2016r.