prof. dr hab. inż. Wojciech PRZETAKIEWICZ
Akademia Morska w Szczecinie

13.12.2016r.

**RECENZJA**
**rozprawy doktorskiej mgr. inż. Piotra BAZARNIKA**
**pt. „Rola granic ziaren w kształtowaniu właściwości mechanicznych stopu Al 5483 otrzymywanego metodami dużego odkształcenia plastycznego"**

(wykonana na zlecenie Prodziekana Wydziału Inżynierii Materiałowej Politechniki Warszawskiej z dnia 17.11.2016r.)

## 1. Ogólna charakterystyka rozprawy

Tematyka rozprawy doktorskiej mgr. inż. Piotra Bazarnika należy do jednego z ważniejszych kierunków badań rozwijanych w Wydziale Inżynierii Materiałowej PW, w ramach szkoły naukowej „inżynierii granic ziaren", stworzonej w latach 70-tych ub. wieku przez prof. Macieja Grabskiego. W pierwszych pracach z tego zakresu koncentrowano się na poznawaniu elementarnych zjawisk związanych z oddziaływaniem dyslokacji z granicami ziaren oraz spełnianiem przez granice potrójnej roli: jako źródeł dyslokacji, przeszkód w ich ruchu i ujścia dla tych defektów. Dało to podstawę do rozszerzania badań o kolejne aspekty dotyczące funkcji granic w skali polikryształu w warunkach jego odkształcania i wyżarzania, a więc m.in. w procesach kształtowania właściwości mechanicznych. Zagadnienia te rozpatrywano także z uwzględnieniem specyficznych cech struktury granic ziaren.

Coraz lepsze możliwości techniczne badania struktury materiałów, wraz z komputerowym wspomaganiem analizy danych, pozwalają na weryfikację nowych hipotez i ustalanie bardziej dokładnych zależności pomiędzy mikrostrukturą (jej parametrami) a właściwościami tworzyw metalowych oraz bardziej świadome kształtowanie tych relacji metodami technologicznymi.

Ten ostatni wątek podjął w opiniowanej obecnie rozprawie doktorskiej mgr inż. Piotr Bazarnik. W swoich badaniach zastosował On nie tylko podejście konwencjonalne wykorzystując dwie metody silnego odkształcenia plastycznego (SPD), a więc hydroekstruzję (HE) oraz skręcanie pod wysokim ciśnieniem (HPT), w odniesieniu do ważnego technicznie stopu Al, ale także – co wzmacnia walory oryginalności pracy – technikę hybrydową na bazie tych metod (HE + HPT).

Można więc wnioskować, że tematyka rozprawy dotyczy zagadnień istotnych ze względów poznawczych oraz utylitarnych i ma charakter nowatorski.

## 2. Charakterystyka koncepcji i zakresu badań własnych

W tzw. „literaturowej" części rozprawy (rozdz. 2 – 4 ) Doktorant w racjonalnym zakresie opisał te zagadnienia, które stanowią zasadniczą podbudowę teoretyczną do interpretacji wyników badań własnych, a więc przedstawił: kompleksową charakterystykę granic ziaren (rozdz. 2), metody wytwarzania materiałów o strukturze ultradrobnoziarnistej i nanokrystalicznej, ze szczególnym uwzględnieniem metod SPD (rozdz.3) oraz – co jest

szczególnie istotne z punktu widzenia celu rozprawy – istotę zależności (rozdz.4)Halla-Petcha (H-P). Rozważając to ostatnie zagadnienie Doktorant przeprowadził dyskusję czynników warunkujących wartość współczynnika kierunkowego k, w oparciu zwłaszcza o koncepcję Hansena, która uwzględnia wpływ różnego typu GZ na postać zależności H-P.

Za zasadniczy wniosek Doktoranta, wynikający z tych analiz, można uznać stwierdzenie, że (cyt.) „zależność Hansena otwiera nowe możliwości potencjalnego sterowania właściwościami mechanicznymi materiałów o silnie rozdrobnionej strukturze". Uznaję to za motto badań własnych mgr. inż. Piotra Bazarnika i w rzeczywistości ta myśl w dużej mierze pokrywa się z treścią tezy przedstawionej w rozdziale 5.

Prezentuję natomiast nieco inne podejście do sformułowania celu badań. Można do tego doskonale wykorzystać tytuł rozprawy, zastępując jedynie pierwsze jego słowa "Rola granic ziaren..." np. słowami „Ocena roli granic ziaren...". Natomiast trzy cele przedstawione również w rozdziale 5. , a poprzedzające tezę, uważam za główne zadania badawcze, których realizacja miała zapewnić osiągnięcie celu.

W ramach tych zadań, Doktorant przyjąwszy za obiekt badań stop Al – 5%Mg (ozn. 5483) o strukturze jednofazowej – dokonywał redukcji średniej średnicy ziaren jego mikrostruktury trzema, wspomnianymi już, metodami.
Stosując różne warunki odkształcenia powodował zmianę nie tylko rozmiarów ziaren, ale także ilościowych udziałów granic ziaren (GZ) o małym i dużym kącie dezorientacji. Określał wartości średnich średnic ziaren, ich rozkłady wraz z wartością współczynnika CV, wartości wsp. kształtu ziaren α oraz średnie wartości i ich rozkłady kątów dezorientacji granic ziaren.
W pewnych przypadkach analizował substrukturę podziarnową i dyslokacyjną. Badania mikrostruktury prowadzono na przekrojach zgodnych z kierunkiem odkształcenia lub do niego poprzecznych.

Oceniano następnie wpływ zmiany parametrów opisujących mikrostrukturę na zmiany twardości (wartości średnie, rozkłady liniowe i powierzchniowe – mapy oraz rozkłady w funkcji odkształcenia skumulowanego), a także na właściwości wytrzymałościowe poprzez analizę postaci krzywych rozciągania oraz wyznaczanie wartości $R_{0,2}$ i $R_m$.

Zmianę stopnia odkształcenia realizowano:

* w metodzie HE – na drodze stopniowej redukcji średnicy prętów od wartości 50 mm do 3 mm, uzyskując wzrost rzeczywistego odkształcenia skumulowanego ε do wartości 5,63;
* w metodzie HPT – stosując dwie wartości ciśnienia (1,0 GPa, 6,0 GPa) oraz zmianę liczby obrotów od ¼ do 10;
* w metodzie hybrydowej (HE + HPT) – poddając próbki po wyciskaniu do średnicy 10mm (ε= 3,22) ściskaniu pod ciśnieniem 6,0 GPa, przy różnej liczbie obrotów w podanym wyżej przedziale wartości.

W badaniach strukturalnych wykorzystano metody TEM i STEM oraz technologię cienkich folii wykonywanych także precyzyjną metodą FIB.

Badania wytrzymałościowe (statyczna próba rozciągania) realizowano stosując próbki standardowe (znormalizowane) oraz minipróbki.

## 3. Analiza i ocena wyników badań

### 3.1. Wyniki badań z zastosowaniem metody HE

Wzrost wartości odkształcenia skumulowanego (ε) prowadzi do silnego rozdrobnienia ($d_z$ ok. 190 mm) i ujednorodnienia rozmiarów ziaren, do wzrostu gęstości w nich dyslokacji oraz do zwiększenia udziału (do 56%) granic dużego kąta (śr. kąt dezorientacji – $28,3^0$). Równoosiowe w przekroju poprzecznym ziarna przyjmują w kierunku równoległym do kierunku wyciskania postać włóknistą. W efekcie HE uzyskano znaczący wzrost twardości (od 90 do 150 HV0,1), $R_{0,2}$ do 455 MPa (wzrost o 230%) oraz $R_m$ (ok. 510 MPa), przy obniżeniu plastyczności (wydłużenia) do akceptowalnego poziomu 4,5% (co Doktorant chyba zbyt optymistycznie określił „bardzo dobrymi właściwościami plastycznymi").

### 3.2. Wyniki badań z zastosowaniem metody HPT

Analizowano zarówno wpływ liczby obrotów (odkształcenia skumulowanego), jak też ciśnienia hydrostatycznego (roboczego) na zmiany mikrostruktury oraz właściwości mechaniczne. Przy największej liczbie obrotów (10) uzyskano silniejszy efekt rozdrobnienia mikrostruktury i umocnienia stopu niż w metodzie HE, niemniej już poniżej 3. obrotów materiał staje się kruchy. Racjonalne jest więc – moim zdaniem – nieprzekraczanie tej liczby obrotów (ale ten wniosek można dyskutować w aspekcie potencjalnego wykorzystania rozważanej metody w praktyce), przy zastosowaniu której osiągana jest wysoka wytrzymałość ($R_{0,2}$ ok. 850 MPa, $R_m$ ok. 600 MPa), praktycznie niezależnie od wartości ciśnienia (1,0 lub 6,0 GPa). Doktorant wykazał, że ciśnienie to ma wpływ na stopień rozdrobnienia mikrostruktury i na właściwości mechaniczne jedynie dla małej liczby obrotów (do 1). Niemniej, z poznawczego punktu widzenia cenna jest informacja, że po 10. obrotach twardość wzrasta 2-krotnie, natomiast udział granic dużego kąta stanowi ok. 80%, zaś średnia wartość ich kąta dezorientacji wynosi ok. $36^0$.

### 3.3. Wyniki badań z zastosowaniem metody hybrydowej (HE + HPT)

Zastosowanie tego wariantu obróbki okazało się bardziej korzystne w stosunku do procesu HPT, a mianowicie uzyskano:

- obniżenie o 10 – 15% średniej wartości $d_z$;
- zwiększenie do ok. 94% udziału granic dużego kąta oraz średniej wartości kąta dezorientacji do ok. $37^0$;
- wzrost twardości średnio (dla różnych wariantów odkształcania) o 20 HV0,1;
- przyspieszenie procesu stabilizowania się kształtowanej mikrostruktury stopu.

Bardzo istotnym osiągnięciem jest potwierdzenie tezy, że „zmiana typu odkształcenia wymusza generowanie i poślizg dyslokacji w nieaktywnych wcześniej systemach poślizgu", skutkiem czego jest większy stopień rozdrobnienia mikrostruktury i wzrost umocnienia.

### 3.4. Ocena końcowa wyników badań

Bardzo interesującą częścią rozprawy jest dyskusja wyników ukierunkowana przez Autora w szczególności na zagadnienia związane z tezą rozprawy, a więc na znalezienie

argumentów potwierdzających, że przyczyną obserwowanych – w świetle danych literaturowych i w badaniach własnych – rejestrowanych doświadczalnie odchyleń od liniowej zależności H – P może być zróżnicowanie kształtowanej różnymi technikami mikrostruktury, a ściślej charakterystyki danej populacji GZ.

Analiza, pod tym katem, wyników uzyskanych przy stosowaniu metody HPT pozwala (dzięki redukcji wpływu innych niż parametry GZ czynników) potwierdzić ich zgodność z modelem Hansena i z postawioną tezą.

Podsumowując analizę końcowych rozważań Doktoranta, można wyróżnić Jego wnioski, że dobór wartości skumulowanego odkształcenia w procesach HE i HPT oraz ciśnienia w procesie HPT, pozwala na sterowanie właściwościami mechanicznymi w badanym stopie. Największy udział granic dużego kąta uzyskuje się w procesie hybrydowym, co przekłada się na wzrost twardości i wytrzymałości oraz warunkuje wartość współczynnika k zależności H – P.

### 3.4.1. Najważniejsze zalety rozprawy

a - Interesująca , oryginalna koncepcja pracy i odpowiednie do założonego celu: zakres badań i zastosowana ich metodyka.
b - Zrealizowanie z sukcesem trudnej technicznie preparatyki cienkich folii z zastosowaniem metody FIB oraz przygotowanie – niemniej trudne – minipróbek do badań wytrzymałościowych.
c - Pozyskanie cennych informacji na temat niejednorodności rozkładu umocnienia dzięki sporządzeniu map twardości.
d - Uzyskanie nowej wiedzy o efektach zastosowania hybrydowej metody odkształcenia, czyli o możliwości uzyskania ultradrobnoziarnistej mikrostruktury, o dużym stopniu równoosiowości ziaren w przekroju poprzecznym próbek i znaczącym udziale granic o dużym kącie dezorientacji, które to cechy zapewniają wysoką twardość i równomierny rozkład jej wartości oraz dobre właściwości wytrzymałościowe.
e - Osiągnięcie celu pracy i potwierdzenie słuszności przyjętej na wstępie tezy.

Warto tu nadmienić, że poważna część wyników objętych rozprawą została już opublikowana w formie 5. artykułów w wysoko notowanych czasopismach.

Uwaga dodatkowa

Mimo tak wartościowych wyników badań, nie można jednak zaniedbać faktu, iż stosując metodę HPT i – tym bardziej – technikę hybrydową należy brać pod uwagę, że wzrost powyżej 3. liczby obrotów sprzyja wprawdzie ujednorodnieniu mikrostruktury oraz zwiększeniu twardości i wytrzymałości, ale kosztem całkowitej utraty plastyczności, co stanowi poważne ograniczenie praktycznej stosowalności tych procesów. To spostrzeżenie nie umniejsza jednak wartości poznawczych rozprawy.

### 3.4.2. Zauważone niedociągnięcia

Do nielicznych niedociągnięć rozprawy, niemających istotnego wpływu na jej końcową ocenę, zaliczam:

* brak komentarzy dotyczących obrazów dyfrakcyjnych uzyskanych podczas elektronomikroskopowych badań mikrostruktury;
* przypadki niewłaściwej terminologii i sformułowań (np. duża gęstość struktur dyslokacyjnych – s.73, obciążenie 100g –s.67, badania mapowania –s.67, wypłaszczenie krzywej –s.78, wypłaszczenie wyników –s.88, wyniki są jednorodne –s.96, odchyły od liniowej zależności –s.119, ilość (zamiast „liczba") –s.95, 118, nachylenie wyników eksperymentalnych –s.116, właściwości wytrzymałościowe (gdy mowa tylko o twardości) –s. 117/rys.68;
* błędy na rysunkach 62 (b i c należałoby wzajemnie zamienić), 65 (a i b należałoby wzajemnie zamienić), 69 i 70 (różne położenia tych samych pkt.).

## 4. Wniosek końcowy

**Rozprawę doktorską mgr. inż. Piotra Bazarnika oceniam jako bardzo dobrą. Cechuje ją nowatorskie podejście Autora do tematyki kształtowania mikrostruktury stopów metodami SPD, kompleksowe zbadanie interesującego problemu naukowego i osiągnięcie wielu wartościowych wyników zarówno natury podstawowej, jak też metodycznej i praktycznej. Rozprawa wnosi istotny wkład do dyscypliny „inżynieria materiałowa".**

**Wnioskuję więc o przyjęcie tej rozprawy doktorskiej i dopuszczenie jej do publicznej obrony przed Radą Wydziału Inżynierii Materiałowej Politechniki Warszawskiej.**