

Prof. dr hab. inż. Jan Sieniawski  
Katedra Nauki o Materiałach  
Wydział Budowy Maszyn i Lotnictwa  
Politechnika Rzeszowska  
ul. Żwirki i Wigury 4  
35-959 Rzeszów

Rzeszów, 20 grudnia 2016 r.

## RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr. inż. Witolda Chromińskiego

pt.: „*Microstructural heterogeneities and their influence on precipitation phenomena in a severely deformed 6082 aluminium alloy*” - podstawa opracowania recenzji – pismo Dziekana Wydziału Inżynierii Materiałowej Politechniki Warszawskiej z dnia 7.11.2016 r.

### Ogólna charakterystyka rozprawy

Materiały ultradrobnoziarniste charakteryzują unikatowe właściwości fizyczne, chemiczne i mechaniczne. Stąd od wielu lat znajdują się w centrum zainteresowania wielu ośrodków naukowo-badawczych z obszaru nauki o materiałach. Stanowią odpowiedź na dążenia inżynierów, konstruktorów i materiałoznawców do wytwarzania materiałów o dużych właściwościach wytrzymałościowych. Niewątpliwą zaletą metali i stopów ultradrobnoziarnistych jest możliwość stosowania do ich wytwarzania materiałów konwencjonalnych. Rozdrabnianie ziarn materiałów metalicznych odbywa się wieloma metodami najczęściej jednak metodami dużego odkształcania plastycznego (*SPD – Severe Plastic Deformation*). Należy do nich metoda wyciskania hydrostatycznego, która swój rozwój w znacznej mierze zawdzięcza dużemu zaangażowaniu pracowników naukowych krajowych jednostek badawczych, m.in. Wydziału Inżynierii Materiałowej PW i Instytutu Wysokich Ciśnień PAN. Zastosowanie tej metody do badań podjętych przez Autora i opisanych w opiniowanej rozprawie doktorskiej jest więc w pełni uzasadnione.

Aluminium i jego stopy należą do grupy materiałów konstrukcyjnych, w których jako jednych z pierwszych rozdrabniano ziarna metodami dużego odkształcenia plastycznego. Wynika to przede wszystkim z małej ich granicy plastyczności w porównaniu z innymi stopami metali, których odkształcanie w takich warunkach wymaga pokonania dużego oporu płynięcia plastycznego. Jednocześnie okazało się, że uzyskany efekt umocnienia odkształceniowego takimi metodami czyni je unikatowymi materiałami konstrukcyjnymi o dużej względnej wytrzymałości na rozciąganie. Umacnianie wydzieleniowe ultradrobnoziarnistych stopów aluminium wydaje się być zatem kolejnym stadium w ich rozwoju. Wymaga to określenia mechanizmów i kinetyki procesu umacniania wydzieleniowego w materiałach o silnie rozdrobionych ziarnach. Zagadnienia te wpisują się w trendy badawcze współczesnej nauki o materiałach i inżynierii materiałowej, dlatego uwzględnienie takiej tematyki w rozprawie doktorskiej uważam za w pełni uzasadnione.

Przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska mgr. inż. Witolda Chromińskiego pt. „*Microstructural heterogeneities and their influence on precipitation phenomena in a severely deformed 6082 aluminium alloy*” dotyczy charakteryzacji mikrostruktury stopu aluminium 6082 wyciskanego hydrostatycznie. Podjęto również próbę opisu procesów wydzieleniowych w tak wytworzonym stopie – w stanie dużego odkształcenia plastycznego. Aktualny stan zagadnienia w tematyce rozprawy wskazuje, że przebieg procesów wydzieleniowych w ultradrobnoziarnistych stopach aluminium, w szczególności etap zarodkowania wydzieleni faz umacniających, determinowany jest substrukturą dyslokacyjną – inną niż w materiałach mikrokrystalicznych. Pogłębianie wiedzy w tej tematyce wymagało stosowania zaawansowanych metod badań mikrostruktury materiałów metalicznych – m.in. wysokorozdzielczej transmisyjnej mikroskopii elektronowej. Również metody dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych (EBSD), szczególnie do oceny stopnia wpływu orientacji ziarn na efekty dużego odkształcenia plastycznego. Przedstawione metody badawcze stanowią podstawę przyjętego w pracy doktorskiej programu badań. W mojej ocenie prawidłowe ich zastosowanie stwarzało solidne przesłanki do udowodnienia postawionych hipotez badawczych.

Treść opiniowanej rozprawy doktorskiej mgr. inż. Witolda Chromińskiego podzielono na 8 rozdziałów, z wyłączeniem streszczeń i wykazu literatury – 130 pozycji. Zawiera także rysunków – 63 i tablic – 7.

Po wprowadzeniu i zapoznaniu z problematyką rozprawy w jej części monograficznej (*Introduction*) scharakteryzowano procesy odkształcania plastycznego aluminium, z uwzględnieniem stosowania metody SPD – dużego odkształcenia plastycznego (rozdz. 1. *Plastic deformation of Al – microstructural aspects*) oraz umacniania wydzieleniowego stopów z trójskładnikowego układu równowagi fazowej Al-Mg-Si (rozdz. 2 *Precipitation hardening*). Tę część pracy oceniam pozytywnie.

Autor na dobrym poziomie przedstawił problematykę oddziaływania defektów struktury krystalicznej stopów aluminium – dyslokacji, granic podziarn i ziarn – na mechanizm odkształcania oraz początkowe stadium wydzielania cząstek faz umacniających. Uwzględnił większość podstawowych zagadnień z obszaru tematyki pracy doktorskiej. Stanowią one punkt odniesienia w analizie wyników badań własnych przedstawionych w dalszej jej części.

Przeprowadzona analiza stanu zagadnienia w obszarze tematyki pracy była podstawą do sformułowania założeń hipotezy badawczej i celu planowanych zadań badawczych (rozdz. 3 *Hypothesis*). Doktorant przyjął dwie główne hipotezy badawcze:

1. rozdrobnienie ziarn w procesie wyciskania hydrostatycznego jest efektem kształtowania się substruktury dyslokacyjnej w ziarnach osnowy stopów z układu równowagi fazowej Al-Mg-Si i zależy od ich orientacji względem kierunku wyciskania,
2. defekty struktury krystalicznej, w szczególności rodzaj granic ziarn, determinują zarówno mechanizm, jak również kinetykę procesu wydzielania cząstek faz umacniających w wyciskanym hydrostatycznie stopie aluminium 6082.

W mojej ocenie poprawnie zdefiniowano problemy naukowe i określono podstawowe narzędzia oraz metody badawcze ich rozwiązania. Uznaję zatem, że spełnione zostały warunki formalne ustalone do pracy naukowej kwalifikowanej, w tym omawianym przypadku rozprawy doktorskiej.

Cześć badawczą rozprawy (rozdz. 4 *Materials and methods*) rozpoczyna opis sposobu wytworzenia ultradrobnych ziarn stopu aluminium 6082 metodą wyciskania hydrostatycznego oraz metodyki badań mikroskopowych metodami mikroskopii elektronowej – transmisyjnej i skaningowej, także badań właściwości mechanicznych. Nowatorskie w technologii wieloetapowego wyciskania hydrostatycznego jest zastosowanie przesycania przed każdą jego operacją. Jest niezbędna dla pełnej charakteryzacji procesu przesycania wytworzonego ultradrobnoziarnistego stopu 6082. Opis metodyki badań jest zwięzły i nie budzi większych zastrzeżeń, ale np. dla próby statycznej rozciągania nie podano warunków prowadzenia procesu odkształcania plastycznego, również rodzaju i rozmiarów próbek.

Uzyskane wyniki badań przedstawiono w kolejnych trzech rozdziałach i dotyczą: kształtowania mikrostruktury oraz substruktury dyslokacyjnej w stopie 6082 wyciskanym hydrostatycznie (rozdz. 5), procesu wydzielania cząstek umacniających w odkształconym plastycznie stopie (rozdz. 6), oraz oceny stopnia ich oddziaływania na umocnienie badanego stopu (rozdz. 7). Wyniki badań w poszczególnych rozdziałach poddawane są analizie – nie wyodrębniono w pracy rozdziału podsumowującego pt. „Analiza wyników badań”. Przyjęty sposób przedstawienia wyników jest spójny z przyjętymi hipotezami badawczymi i pozwala jednoznacznie

wyróżnić argumenty przedstawione do udowodnienia kolejno przyjętych hipotez. W tej części rozprawy nie stwierdzam błędów, ani uchybień w samym warsztacie badawczym. Podkreślam natomiast dobry warsztat Doktoranta w prowadzeniu badań metodami elektronowej mikroskopii transmisyjnej i skaningowej z zastosowaniem techniki elektronów wstecznie rozproszonych (EBSD). Analiza wyników tych badań jest prowadzona poprawnie, na dobrym poziomie, szczególnie w obszarze badań mikroskopowych. W podsumowaniu pracy – rozdz. 8. *Conclusions* – mgr inż. Witold Chromiński zawarł swoje wnioski sformułowane na podstawie prowadzonej analizy uzyskanych rezultatów badań własnych. Są adekwatne do zakresu prowadzonych badań i potwierdzają osiągnięcie celów założonych w pracy.

Analiza treści tej części rozprawy pozwala stwierdzić, że Doktorant opanował dobrze metodykę badania struktury i mikrostruktury materiałów metalicznych. Prawidłowo i na dobrym poziomie prowadzi dyskusję wyników i dokonuje właściwej ich oceny. Potwierdził, że dobrze rozumie zagadnienia związane z tematyką rozprawy. Na ich tle wykazał się umiejętnością formułowania i rozwiązywania problemów badawczych.

W tekście pracy stwierdziłem pewne nieścisłości. W *Streszczeniu* (str. 5 i wielokrotnie później w pracy) wyróżnia się cyt. „*dwa typy ziaren z punktu widzenia orientacji krystalograficznej, tj. ziarna zorientowane  $\langle 111 \rangle$  i  $\langle 001 \rangle$  względem kierunku wyciskania*” – jak Autor to rozumie? Terminologia techniczna z zakresu inżynierii materiałowej wydaje się również sprawiać kłopot w innej przeprowadzonej klasyfikacji ziarn w mikrostrukturze stopu wyciskanego hydrostatycznie: cyt. „*oraz dwa typy ziarn o orientacji  $\langle 111 \rangle$ : drobne ziarna otoczone granicami ziaren o dużym kącie dezorientacji oraz obszary, w których dominują układy dyslokacyjne i granice o małym kącie dezorientacji*” Stąd pytanie – czy „*obszary*” są drugim typem ziarn? Moje uwagi dotyczą również opisywania obrazów mikroskopowych. Autor zamiennie używa słów „*microstructure*” i „*structure*” (np. str. 28, rys. 4.) – w metaloznawstwie nie są synonimami.

W rozdziale 7. *The evaluation of strengthening mechanism* przeprowadzono analizę oddziaływania mechanizmów umocnienia na wartość granicy plastyczności materiałów metalicznych (str. 116). Uwzględniono w niej wpływ umocnienia granicami ziarn i opisano znaną zależnością Halla-Petcha. W materiałach ultradrobnoziarnistych, w szczególności dla stopów aluminium, wykazano, w niektórych pracach, że równanie to zmienia swoją postać matematyczną, a w pewnym zakresie małych wartości średnicy ziarn przyjmuje się „odwroconą” zależność Halla-Petcha. Stąd pytanie o stanowisko w tym zagadnieniu oraz scharakteryzowanie przyjętego zakresu do badań?

## Ocena rozprawy i wniosek końcowy

Doktorant mgr inż. Witold Chromiński zrealizował założony cel pracy. Uzyskał wiele wyników o dużym znaczeniu poznawczym. Osiągnięciem Doktoranta w mojej ocenie jest charakteryzacja subtelných cech mikrostruktury stopu aluminium 6082 metodami transmisyjnej mikroskopii elektronowej w trybie wysokorozdzielczym. Umożliwiła opis zarodkowania wydzielení faz umacniających w odkształconych plastycznie ziarnach osnowy stopu 6082 wyciskanego hydrostatycznie – w stanie dużego odkształcenia plastycznego. Mgr inż. Witold Chromiński umiejętnie przeprowadził analizę uzyskanych wyników i udowodnił przyjęte hipotezy badawcze. Opisał mechanizm rozdrabniania ziarn w procesie wyciskania hydrostatycznego przesyconego stopu aluminium 6082. Ustalił wpływ orientacji ziarn na efektywność tego procesu, także oddziaływanie umocnienia odkształceniowego i wydzieleniowego na właściwości mechaniczne badanego stopu. Wnioski podsumowujące kolejne rozdziały, w których przedstawiono wyniki badań, również wniosek końcowy, sformułowano poprawnie i nie wychodzą poza zakres wykonanych doświadczeń. Praca zredagowana jest starannie, stwierdzone usterki nie są liczne. Jej układ jest typowym dla przyjętych w dyscyplinie inżynieria materiałowa.

W podsumowaniu stwierdzam, że przedstawiona rozprawa doktorska mgr. inż. Witolda Chromińskiego prezentuje wysoki poziom naukowy. Zawiera oryginalne opracowanie zagadnień określonych w jej celu i ma cechy nowości w zakresie kształtowania mikrostruktury stopów aluminium metodami dużego odkształcenia plastycznego i umacniania wydzieleniowego. Spełnia w mojej ocenie wymagania stawiane pracom doktorskim przez ustawę z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki. Upoważnia również do postawienia wniosku o dopuszczenie mgr. inż. Witolda Chromińskiego do publicznej obrony pracy przed Radą Wydziału Inżynierii Materiałowej Politechniki Warszawskiej.

