

Prof. dr hab. inż. Maria RICHERT
Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica w Krakowie
Wydział Metali Nieżelaznych
al. Mickiewicza 30
30-059 Kraków

**Recenzja rozprawy doktorskiej mgr inż. Witolda Chromińskiego
pt. „Microstructural heterogeneities and their influence on precipitation phenomena in
a severely deformed 6082 aluminium alloys”**

1. Podstawa formalna

Recenzja dotyczy rozprawy doktorskiej mgr inż. Witolda Chromińskiego pt. „Microstructural heterogeneities and their influence on precipitation phenomena in a severely deformed 6082 aluminium alloys”. Podstawą formalną wykonania recenzji było pismo prodziekana Wydziału Inżynierii Materiałowej Politechniki Warszawskiej Pana dr hab. inż. Jerzego Sobieckiego, prof. PW, z dnia 7.11.2016 roku.

2. Charakterystyka rozprawy

Recenzowana rozprawa doktorska dotyczy badań ewolucji struktury i procesu wydzielania w stopie 6082 wyciskany hydrostatycznie.

Tematyka rozprawy odnosi się do zagadnień wpływu wysokich odkształceń plastycznych na strukturę i własności stopów aluminiowych o zastosowaniu praktycznym. Jednakże zakres odkształceń oraz finezyjne badania procesu wydzielania w oparciu o techniki wysokorozdzielczej mikroskopii elektronowej umiejscawiają ją w obszarze nauk poznawczych.

Rozprawa składa się z wprowadzenia, części teoretycznej, celu badawczego, rozdziału dotyczącego metodologii badawczej, wyników badań, podsumowania wyników badań oraz prezentacji modelu mechanizmu umocnienia badanego stopu.

Celem pracy było określenie mechanizmu zarodkowania i wzrostu faz umacniających w odkształcanym stopie w oparciu o rozpoznanie ewolucji mikrostruktury i procesu wydzielania.

Badania przeprowadzono na stopie 6068 o składzie 0,79Mg-0,98Si-0,56Mn-0,24Fe-0,08Cu. Pręty o średnicy 50mm w stanie T6 były wygrzewane przy temperaturze 520°C przez 2h, a następnie przesycały w wodzie. Tak przygotowane próbki były wyciskane hydrostatycznie w czterech przepustach, w wyniku czego uzyskano odkształcenie rzeczywiste $\epsilon = 1,8; 3,2; 3,9$ i 4,6. Następnie próbki były starzone w temperaturze 100°C i 160°C przez 48 godzin.

Badania objęły pomiary twardości, wyznaczenie w próbie rozciągania granicy plastyczności, wytrzymałości na rozciąganie i wydłużenia. Przeprowadzono badania mikrostruktury stosując technikę mikroskopii skaningowej, między innymi badania metodą EBSD oraz transmisyjnej mikroskopii elektronowej, która objęła badania techniką

wysokorozdzielczą. Przeprowadzono badania dyfrakcyjne wydzielen, określono ich rozkład i udział objętościowy w próbkach.

Zastosowanie wymienionych technik świadczy o dużym eksperymentalnym doświadczeniu Doktoranta i znacznym zaawansowaniu w stosowaniu najbardziej wymagających technik badawczych, których opanowanie wymaga dużej wiedzy i doświadczenia.

Mgr inż. Witold Chromiński przeprowadził obszerne obserwacje strukturalne wyciskanych hydrostatycznie próbek. Uzyskał bardzo interesujące wyniki dotyczące rozwoju mikrostruktury w zakresie dużych odkształceń plastycznych oraz precyzyjne dane dotyczące procesu wydzielenia w stopie 6068. Te wyniki przedstawił w kontekście zmian twardości i właściwości badanego stopu.

Zrealizowane badania i ich dyskusja, a w szczególności próba określenia mechanizmu umocnienia stopu 6082, stanowią istotny wkład do tematyki dotyczącej stopów aluminium. Dzięki umiejętnemu ukierunkowaniu badań mgr inż. Witold Chromiński precyzyjnie określił rozwój ewolucji mikrostruktury pod wpływem wzrastającego odkształcenia, wpływ warunków odkształcenia na mikrostrukturę oraz przemiany fazowe, ocenił jednorodność rozkładu fazy umacniającej oraz inne skutki odkształcenia. Spójność uzyskanych wyników umożliwiła Doktorantowi uzyskanie prawidłowej odpowiedzi na postawione pytania naukowe zawarte w tezie pracy.

3. Ocena merytoryczna rozprawy

Rozprawa stanowi metodycznie zaplanowane opracowanie naukowe, poczynając od zdefiniowania problemu naukowego, w ściśle określonym obszarze badawczym, poprzez właściwy dobór metodyki badawczej, następnie wykonanie zaplanowanych badań eksperymentalnych, ich chronologiczną prezentację kończącą się dyskusją i przedstawieniem mechanizmu odkształcenia oraz wnioski.

W części I rozprawy – Wprowadzenie, obejmującej rozdział nr 1 z podrozdziałami 1.1 ÷ 1.5, oraz rozdział nr 2 z podrozdziałami 2.1 do 2.2 przedstawiono skondensowane informacje na temat materiałów o ultradrobnym ziarnie, uzyskiwanym wskutek wywierania intensywnych odkształceń plastycznych metodami SPD. Jedną z technik intensywnych odkształceń plastycznych – ECAP została szczegółowo opisana w oparciu o literaturę przedmiotu oraz badania własne. Analizie poddano wpływ odkształcenia na tworzenie się niskoenergetycznych układów dyslokacyjnych, powołując się na fundamentalne publikacje dotyczące tego obszaru badań. Został także przedstawiony wpływ orientacji granic ziaren na tworzące się układy dyslokacyjne. Zgłębiono zagadnienie tworzenia się wysoko kątowych granic ziaren i dezorientacji. W opisie stanu zagadnienia dużo uwagi Doktorant poświęcił niejednorodności mikrostruktury, będącej charakterystyczną cechą materiałów odkształcanych metodami SPD. Rozdział 1.5 został poświęcony metodzie hydrostatycznego wyciskania, którą mgr inż. Witold Chromiński zastosował w swojej pracy do odkształcania badanego stopu 6082.

Rozdział nr 2 dotyczy opisu procesów wydzielenia w stopach Al-Mg-Si. Szczegółowo przedstawiono sekwencje tworzenia się faz umacniających, które także zilustrowano badaniami techniką wysokorozdzielczej mikroskopii elektronowej. Omówiono wpływ miedzi na proces tworzenia faz umacniających. Autor rozprawy przedstawił także dane dotyczące rozwoju wydzielenia się faz w warunkach kombinacji wywierania intensywnych odkształceń plastycznych z procesem starzenia.

W rozdziale 3 – Teza pracy – mgr inż. Witold Chromiński stwierdza, że proces rozdrobnienia ziarna, w procesie wyciskania hydrostatycznego, zachodzi w wyniku ewolucji stabilnych i niestabilnych układów dyslokacyjnych i zależy od orientacji ziaren oraz kierunku wyciskania. Kolejną sformułowaną hipotezą badawczą jest stwierdzenie, że wpływ lokalnej mikrostruktury i typu granic ziaren stymuluje proces wydzielania w stopie 6082.

W rozdziale 4 – Materiał i metody - Doktorant wyróżnił trzy podrozdziały. Przedstawił metodykę odkształcania stopu 6082, który był wyciskany hydrostatycznie w stanie przesyconym, a następnie poddany starzeniu w 100° i 160° C w czasie 48 godzin. Mgr inż. Witold Chromiński określił w tym rozdziale techniki badawcze, które zastosował do badania struktury i własności, aby osiągnąć dane umożliwiające weryfikację postawionej tezy pracy.

W rozdziale 5 – Ewolucja mikrostruktury podczas wyciskania hydrostatycznego Mgr inż. Witold Chromiński przedstawił wyniki obserwacji mikrostruktury dyslokacyjnej przy zastosowaniu transmisyjnej mikroskopii elektronowej. W celu precyzyjnego określenia układów dyslokacyjnych zastosowano technikę słabej wiązki, co między innymi umożliwiło uzyskanie informacji na temat występowania rodzaju granic ziaren (rys.17).

Drugą techniką zastosowaną do oceny mikrostruktury były badania EBSD i wyznaczenie kolorowych map rozkładu ziaren. Dane uzyskane z tych badań umożliwiły także określenie lokalnej tekstury. Stwierdzono, że w próbkach występuje tekstura osiowa z dominacją orientacji (001) i (111).

Po pierwszym przepięciu stwierdzono, że mikrostruktura stopu składa się z obszernych obszarów o tej samej orientacji, podzielonych głównie granicami małego kąta. W drugim przepięciu nie stwierdzono znaczących zmian mikrostruktury, jednakże ustalono, że następowała rotacja ziaren wokół wspólnej osi. Badania wykazały także, że ze wzrostem odkształcenia następuje wyostrenie tekstury (rys.22). Interesującym wynikiem jest utrzymywanie się około 20% udziału orientacji (001) w podwójnej teksturze osiowej, w której drugim komponentem był kierunek $\langle 111 \rangle$.

Badania dyslokacyjnej mikrostruktury przeprowadzono przy zastosowaniu obserwacji w jasnym polu i ciemnym polu widzenia techniką transmisyjnej mikroskopii elektronowej. Wykonane badania dyfrakcyjne umożliwiły określenie lokalnej orientacji i stały się podstawą do dyskusji na temat krystalograficznych ukierunkowań mikrostruktury i występujących kątów dezorientacji pomiędzy poszczególnymi regionami. Obserwacje mikrostruktury dyslokacyjnej i jej rozwoju w miarę wzrostu odkształcenia, wzbogacone o analizę lokalnej orientacji ziaren i podziaren pozwoliły mgr inż. Witoldowi Chromińskiemu określić kolejne etapy formowania i podziału struktury prowadzące do jej rozdrobnienia i powstawania granic dużego kąta, których udział wzrastał w miarę wzrostu odkształcenia. Obserwacje i analiza objęły także jednorodność mikrostruktury i geometrię ziaren i podziaren względem kierunku wyciskania.

W podrozdziale 5.4 mgr inż. Witold Chromiński przedstawił mechanizm rozdrobnienia mikrostruktury w wyciskanym hydrostatycznie stopie oparty o analizę aktywnych systemów poślizgu.

Rozdział nr 6 – Zjawisko wydzielania w drobnokrystalicznym stopie 6082 o strukturze heterogenicznej – badania procesu wydzielania wykazały wzrost twardości stopu po starzeniu w temperaturze 100° i 160° C, natomiast spadek twardości po wyżarzeniu w 200°C. Stwierdzono, że wpływ czasu wyżarzania na twardość stopu 6082 nie był znaczący. Zmiany twardości zostały skorelowane z poszczególnymi etapami wydzielania faz

umacniających. Badania i identyfikację faz przeprowadzono stosując technikę wysokorozdzielczej mikroskopii elektronowej, co pozwoliło na ujawnienie najbardziej początkowej fazy tworzenia się stref GP w badanym stopie. Na podstawie przeprowadzonych badań Doktorant przedstawił model wczesnych etapów wydzielania z uwzględnieniem rozkładu atomów Al., Mg, Si. Mgr inż. Witold Chromiński dużo uwagi poświęcił znaczeniu orientacji granic ziaren na procesy wydzielania. Stosując wysokorozdzielczą mikroskopię elektronową przedstawił obrazy wydzieleni usytuowanych na nisko kątowych granicach ziaren. Określił także wpływ orientacji ziaren na zarodkowanie i proces tworzenia wydzieleni.

Wpływ starzenia na stabilność granic ziaren przedstawiono w podrozdziale nr 6.5 w postaci wykresów obrazujących udział poszczególnych typów granic ziaren w funkcji czasu wyżarzania. Wykresy sporządzono na podstawie badań techniką transmisyjnej mikroskopii elektronowej, która z natury rzeczy nie obejmuje dużych obszarów próbek, w związku z tym zachodzi pytanie o licznosc pomiarów i reprezentację w odniesieniu do calosci próbki.

Rozdział nr 7 – Ocena mechanizmów umocnienia - W tym rozdziale Doktorant przeprowadził analizę wpływu poszczególnych mechanizmów na umocnienie stopu 6082. Analizie poddano takie mechanizmy jak wpływ umocnienia granicami ziaren, umocnienie poprzez dyslokacje, wpływ kształtu wydzieleni na umocnienie oraz udział roztworu stałego w umocnieniu stopu.

Rozdział nr 8 – Wnioski – na podstawie przeprowadzonych badań mgr inż. Witold Chromiński wysnuł poprawne wnioski, z których istotnym jest stwierdzenie iż najbardziej wyraźny wpływ na umocnienie stopu wywiera rodzaj tworzącej się mikrostruktury, jednakże calosciowy efekt umocnienia jest skutkiem złożenia różnych mechanizmów, w tym procesu wydzielania faz umacniających.

4. Forma rozprawy

Recenzowana rozprawa doktorska napisana przez mgr inż. Witolda Chromińskiego zawiera 134 strony, łącznie z wykazem literatury obejmującym 130 pozycji. Rozprawa została napisana w języku angielskim, pod kierunkiem Prof. dr hab. inż. Małgorzaty Lewandowskiej i jest ściśle związana z kierunkami badawczymi promotorki rozprawy.

Struktura rozprawy jest przejrzysta i jest podzielona na 8 rozdziałów. Treść poszczególnych rozdziałów i podrozdziałów jest w pełni adekwatna do tytułów rozdziałów. Recenzowana rozprawa doktorska jest napisana poprawnym językiem z użyciem prawidłowej terminologii. Zamieszczone rysunki, tabele i wykresy dobrze ilustrują treść i opis wyników badań.

5. Wnioski końcowe

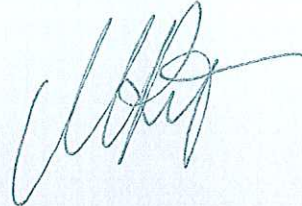
Na podstawie przeprowadzonej oceny rozprawy doktorskiej mgr inż. Witolda Chromińskiego pt. „Microstructural heterogeneities and their influence on precipitation phenomena in a severely deformed 6082 aluminium alloys”, przygotowanej pod kierunkiem Prof. dr hab. inż. Małgorzaty Lewandowskiej, stwierdzam, że rozprawa stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego o aktualnej tematyce z dziedziny inżynierii materiałowej.

Autor rozprawy przedstawił interesujące wyniki badań uzyskane w wyniku prawidłowo zaprojektowanych i metodycznie przeprowadzonych eksperymentów. Udowodnił, że posiada umiejętność wykonania zawansowanych prac przy wykorzystaniu najnowocześniejszych

technik badawczych, wymagających sporych umiejętności oraz analizy uzyskanych wyników, a także ich dyskusji z wynikami innych badaczy z obszaru wiedzy , której dotyczy rozprawa.

W mojej opinii wymieniona rozprawa doktorska w pełni odpowiada wymaganiom zawartym w ustawie o stopniach i tytule naukowym (Dz. U. Nr 65 z dnia 14 marca 2003 roku, art. 13.1 z późniejszymi zmianami) i na tej podstawie wnoszę o dopuszczenie mgr inż. Witolda Chromińskiego do obrony przedłożonej rozprawy doktorskiej przed Radą Wydziału Inżynierii Materiałowej Politechniki Warszawskiej.

Kraków 2016-12-14

A handwritten signature in blue ink, appearing to be 'W. Chromiński', written in a cursive style.