

Warszawa 4.05.2015

Dr hab. inż. Katarzyna Kowalczyk-Gajewska
Instytut Podstawowych Problemów Techniki
Polskiej Akademii Nauk
ul. A. Pawińskiego 5b, 02 106 Warszawa

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Jakuba Kawałko

pt. „Microstructure and texture effects generated during strengthening of hexagonal materials by plastic deformation in complex loading processes” (Strukturalne i teksturowe efekty umacniania metalicznych materiałów heksagonalnych poprzez odkształcenie plastyczne w procesach o złożonym stanie obciążeń)

powierzona przez

*Radę Naukową Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej
im. Aleksandra Krupkowskiego Polskiej Akademii Nauk
i zlecona przez Dyrektora IMIM PAN w ramach o Umowę o Dzieło Nr 284/2015.*

1. Zakres i krytyczny opis treści rozprawy

Przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska mgr inż. Jakuba Kawałko dotyczy analizy zmian mikrostruktury materiałów o sieci heksagonalnej (tytan i cynk wysokiej czystości) poddanych procesom intensywnej obróbki plastycznej (ang. SPD), w szczególności wyciskaniu metodą KoBo, przeciskaniu przez kanał kątowy (ang. ECAP) oraz hydrostatycznemu wyciskaniu (ang. HE). W centrum zainteresowania Autora są zjawisko rozdrobnienia ziaren i związane z nim polepszenie właściwości mechanicznych badanych materiałów. Omówione badania mają również aspekt aplikacyjny związany ze zbadaniem możliwości zastosowania tytanu i cynku wyciskanych metodą KoBo do produkcji nowej generacji implantów dentystycznych. Praca została wykonana pod kierunkiem Prof. Krzysztofa Szwertni i opiekuna pomocniczego Dr Magdaleny Biedy-Niemiec i ma charakter głównie eksperymentalny.

Licząca 101 stron rozprawa Pana Jakuba Kawałko została napisana w języku angielskim. Składa się z siedmiu rozdziałów i zawiera listę prawie 90 referencji. W pracy umieszczono wymagane ustawą streszczenie w języku polskim, przedmowę oraz pomocne w jej studiowaniu spis akronimów jak również tabelę z notacją dotyczącą testowanych próbek materiałów. Edycja pracy jest na ogół staranna i nie budzi większych zastrzeżeń – pewne drobne niedociągnięcia wskazane zostały w dalszej części recenzji.

Rozdział pierwszy rozprawy (Introduction) zawiera podstawowe informacje dotyczące badanych materiałów: tytanu i cynku oraz wykorzystywanych procesów obróbki. Autor przedstawia rys historyczny wykorzystania tych materiałów w technice a w szczególności w zastosowaniach biomedycznych. Następnie omówione są charakterystyczne cechy materiałów heksagonalnych: budowa ich sieci krystalograficznej oraz właściwe dla tych materiałów mody deformacji niesprężystej. Należy zauważyć, że tego typu materiały charakteryzują się dość skomplikowanym zachowaniem w zakresie niesprężystym ze względu na występowanie różnych pod względem krystalograficznym systemów poślizgu i bliźniakowania. Poszczególne mody deformacji uruchamiają się przy różnym poziomie efektywnych naprężeń ścinających. Na wartość tych naprężeń mają wpływ takie czynniki jak temperatura, obecność zanieczyszczeń lub dodatków stopowych czy szybkość deformacji. Prezentacja tych zagadnień jest istotna z punktu widzenia lepszego zrozumienia wyników badań mikrostrukturalnych prezentowanych w dalszej części pracy. W kolejnym podrozdziale omówione są stosowane procesy intensywne odkształceń plastycznych: przeciskania przez kanał kątowy (ECAP), wyciskania metodą KOBO (wyciskania przy udziale cyklicznego skręcania) oraz wyciskania hydrostatycznego (HE). Choć tylko pierwsza z metod w sposób ścisły spełnia definicję procesu określanego w literaturze angielskojęzycznej jako „severe plastic deformation (SPD) method”, to jak słusznie zauważa Autor rozprawy, pozostałe techniki skutkują również dużym zakumulowanym odkształceniem plastycznym, a zatem mogą prowadzić do podobnych efektów mikrostrukturalnych. Ze względu na najbardziej obszerną literaturę najwięcej miejsca poświęcono w rozdziale procesowi ECAP omawiając na początek geometrię procesu, sposób deformacji materiału, a następnie omawiając literaturowe doniesienia dotyczące zastosowania tej metody dla tytanu oraz płynące z nich wnioski. Choć proces omówiono kompleksowo i klarownie pewnym mankamentem tej części jest brak odnośników literaturowych przy omawianiu ogólnych aspektów metody, np. przy wzorach (1.3)-(1.5) lub przy podaniu istotnych z punktu widzenia tematu rozprawy czynników wpływających na rozdrobnienie ziaren (str. 22). Dobrym źródłem w tym względzie wydaje się choćby przeglądowe opracowanie I. Beyerlein i L. Totha (2009) w Progress in Materials Science, którego brak w spisie literatury. W kolejnych podsekcjach omówione są proces HE i KoBo, ze szczególnym uwzględnieniem przeglądu doniesień literaturowych dotyczących ich zastosowania do tytanu i innych

materiałów heksagonalnych. Pewien niedosyt budzi brak głębszego omówienia ścieżki deformacji jakiej materiał podlega w procesie KoBo analizowanych na przykład w pracy Petryk i Stupkiewicz (2012) w *International Journal of Materials Research* lub Maciejewski i Mróz (2008) w *Journal of Materials Processing Technology*. Autor wymienia parametry wpływające na osiągnięte właściwości materiału po procesie jednakże nie precyzuje charakteru tego wpływu (str. 26). Na usprawiedliwienie tych niedociągnięć można podać fakt, że proces KoBo nie jest obszernie studiowany w literaturze. W szczególności zaś brak jest systematycznego opisu i analizy zmian zachodzących w teksturze i mikrostrukturze materiału prowadzących do wykrycia podstawowych mechanizmów deformacji oraz rozdrabniania ziaren.

Cel pracy został sformułowany przez Autora w jednostronicowym rozdziale drugim i określony jako zbadanie przydatności i konkurencyjności metody KoBo w odniesieniu do pozostałych dwóch metod w zakresie kształtowania mikrostruktury wyrobów z tytanu i cynku, korzystnej pod kątem ich potencjalnego zastosowania w implantach dentystycznych. Wobec wspomnianego powyżej niewystarczającego rozpoznania efektów strukturalnych i teksturowych zachodzących w procesie KoBo równie ważne, o ile nie ważniejsze z punktu widzenia naukowego, są cele szczegółowe jakie stawia sobie Autor, to jest dokładne zbadanie mikrostruktury i lokalnej tekstury materiału, termicznej stabilności zdeformowanych struktur, oraz związku mikrostruktury z właściwościami mechanicznymi wytworzonych próbek.

W rozdziale trzecim (Materials and experimental procedures) Autor w zwięzły sposób omawia materiał i parametry procesów użytych do wytworzenia próbek poddanych badaniom oraz opisuje zastosowane techniki doświadczalne służące identyfikacji mikrostruktury (metody SEM/EBSD i TEM), określeniu właściwości mechanicznych (test twardości) i analizie stabilności termicznej (DSC) oraz procedury pozwalające na śledzenie zmian właściwości mechanicznych i mikrostruktury towarzyszących obróbce termicznej.

W rozdziale czwartym (Orientation imaging microscopy analysis) Autor przybliży metodologię wyznaczania map orientacji przy użyciu EBSD oraz sposoby zaawansowanej analizy i prezentacji wyników w tej technice dotyczące polowego i statystycznego rozkładu orientacji i misorientacji, morfologii mikrostruktury, jak również wykorzystania parametru jakości obrazu dyfrakcyjnego do określenia stopnia nagromadzenia defektów struktury krystalicznej. Zaplanowany program badań mikrostruktury oraz liczne sposoby analizy wyników pozwalają na kompleksowe rozpoznanie efektów strukturalnych i teksturowych występujących w analizowanych materiałach, co było głównym celem pracy. Na tym tle dość skromnie wygląda program badań właściwości mechanicznych. Badanie twardości jest jedynie wstępnym badaniem takich parametrów jak sztywność czy wytrzymałość,

może być użyte w celach porównawczych dla materiałów wykonanych różnymi procesami SPD (tak jak to zrobił Autor), jednakże przed wykorzystaniem materiału w rozwiązaniach technicznych konieczne są dalsze badania. Czy wobec tego planowane są kolejne badania mechaniczne np. testy rozciągania i ściskania?

Rozdział 5 (Experimental results) jest centralną częścią rozprawy, w której zaprezentowano liczne wyniki badań mikrostrukturalnych kolejno dla tytanu i cynku wyciskanych metodą KoBo oraz, w celach porównawczych, dla tytanu po procesie ECAP i HE. Prezentowane wyniki dostarczają wielu cennych i szczegółowych danych dotyczących zmian lokalnej tekstury i mikrostruktury badanych materiałów, w szczególności dotyczących zmiany rozkładu wielkości ziaren, analizę struktury granic dużego i małego kąta, analizę lokalnych dezorientacji oraz deformacji sieci krystalicznej. Za szczególnie ciekawe uznaję następujące rezultaty:

- Wskazanie nieoczywistej relacji między stopniem rozdrobnienia ziaren a t.zw. stopniem przerobu materiału dla próbek K2.95 i K3.27 tytanu po procesie KoBo, gdzie silniejsze rozdrobnienie ziaren otrzymano dla mniejszego stopnia przerobu. (Należy w tym miejscu podkreślić, że w odróżnieniu od procesów ECAP i HE podawane odkształcenie rzeczywiste, obliczone według wzoru na stronie 30, nie może być traktowane jako zakumulowane odkształcenie plastyczne w materiale – na wielkość tych ostatnich odkształceń istotny wpływ mają cykliczne odkształcenia ścinające jakim podlega materiał w tym procesie);
- Zbadanie różnicy między teksturą w centralnej i zewnętrznej części pręta otrzymanego w procesie KoBo, mogące posłużyć korelacji między niejednorodną deformacją wyciskanego pręta a tworzącą się mikrostrukturą i teksturą (str. 57);
- Przeprowadzenie badań stabilności termicznej struktury (sekcja 5.1.4), w których Autor śledził ten sam obszar materiału w procesie wygrzewania badając lokalne zmiany struktury i tekstury na kolejnych stadiach procesu. Wyniki te mogą być niezmiernie cenne przy opracowaniu modelu zjawiska rekrytalizacji w badanych materiałach;
- Zaobserwowanie tworzenia się t.zw. struktury kompozytowej w cynku wyciskany metodą KoBo, nieobecnej w przypadku cynku po klasycznej ekstruzji, która to struktura może tłumaczyć opisaną w artykule (Korbel 2011b) znaczne podwyższenie właściwości mechanicznych materiału.

Przeprowadzone badania dają wgląd w skomplikowane zależności między typem materiału, parametrami kinematycznymi i temperaturą procesu KoBo a wytworzoną mikrostrukturą prowadząc do wniosku, że przewidywanie zmian struktury materiału a tym samym uzyskanie w tym procesie mikrostruktury o zadanych parametrach nie jest zadaniem łatwym. Dla kompletności brakuje w tym

rozdziale informacji na temat początkowej mikrostruktury i tekstury badanych metali (ich stanu początkowego) przed procesami obróbki.

W rozdziale szóstym Autor przeprowadził dyskusję wyników, porównując właściwości tytanu poddanego trzem różnym metodom obróbki typu SPD, odnosząc się również do literatury. Autor stwierdza, że podstawową cechą obserwowanych struktur jest ich niejednorodność i we wszystkich trzech przypadkach występowanie struktury bimodalnej: obszarów o silnie rozdrobnionych ziarnach oraz obszarów z dużymi ziarnami. Stwierdza również korelację między udziałem obszarów rozdrobnionych i twardością materiału. Wspomniana powyżej nieoczywista relacja między stopniem przerobu w metodzie KoBo a obserwowanym rozdrobnieniem ziaren jest interpretowana przez Autora wystąpieniem zjawiska dynamicznego zdrowienia i rekrytalizacji, jednakże wobec niższej założonej temperatury procesu dla próbek K3.27 niż dla K2.95 wydaje się, że równie istotnym czynnikiem są tu kinematyczne parametry procesu KoBo: prędkość wyciskania dla próbek K3.27 jest ponad trzykrotnie niższa niż dla K2.95 przy zbliżonej częstości skręcania powodując zwiększenie udziału zmiennej składowej ścinającej w tensorze prędkości deformacji. Należy również dodać, że parametry kinematyczne procesu mają także wpływ na rzeczywistą temperaturę materiału.

W ostatnim rozdziale zamieszczone jest podsumowanie rozprawy.

2. Uwagi szczegółowe i redakcyjne

- Na rys. 1.3 prezentujących systemy bliźniakowania strzałki wskazujące kierunek bliźniakowania dla „compression twins” powinny być w przeciwną stronę,
- Str. 29 – przy prezentacji parametrów procesu KoBo dla cynku brakuje prędkości wyciskania,
- Str. 35-36 – opisując mapy GROD i wielkość GOS Autor używa w pierwszym przypadku pojęcia „average orientation of a grain” a w drugim przypadku „mean orientation” nie precyzując czy ma na myśli te same pojęcia i nie podając ich definicji, choćby w postaci odnośnika do literatury,
- Str. 51 – podano błędne odnośniki do Rys. 5.10 i 5.11 zamiast do 5.14 i 5.15,
- Jakość rysunków figur biegunowych (5.22, 5.26, 5.29, 5.46 i 5.54) jest niewystarczająca.
- Rys. 5.34 – dla jasności porównania obrazów IQ dla cynku po klasycznej ekstruzji i KoBo warto byłoby użyć tej samej skali na wykresach, przynajmniej w odniesieniu do osi poziomej.

Pod względem języka angielskiego praca napisana jest w sposób jasny i zrozumiały i na ogół poprawny, jednak Autor nie ustrzegł się pewnych błędów. Choć jako Recenzent nie czuję się w pełni ekspertem w tym względzie, widoczne są błędy w użyciu rodzajników „a/an/the”, zwykle polegające

na ich braku, jak również stosowanie skrótów typu „isn't” (np. str. 9 u dołu), charakterystyczne dla języka mówionego ale raczej niepoprawne w opracowaniu naukowym. Systematycznie występuje również błędny zwrot „on the figure” zamiast „in the figure” oraz „in the temperature” zamiast „at the temperature”. Są też drobne literówki, których nie będę tu wymieniać ale przekażę bezpośrednio Autorowi. Mam nadzieję, że uwagi te będę mu przydatne w jego dalszej pracy naukowej.

3. Wniosek końcowy

W pracy Pana mgr inż. Jakuba Kawałko przedstawiono szereg oryginalnych wyników badań dotyczących zmian mikrostruktury materiałów heksagonalnych wytwarzanych metodą KoBo oraz ich porównanie z dwoma innymi metodami SPD. Autor wykazał się znajomością technik doświadczalnych służących badaniu mikrostruktury oraz zaawansowanych procedur analizy wyników otrzymywanych tymi technikami. Uwagi i uchybienia wskazane w recenzji nie wpływają na generalnie pozytywną ocenę wartości naukowej prezentowanej rozprawy. **Stwierdzam, że recenzowana praca spełnia wszystkie wymagania stawiane rozprawom doktorskim, określone w art. 13. ust.1 Ustawy o stopniach naukowych i tytule naukowym i wnioskuję o dopuszczenie mgr inż. Jakuba Kawałko do publicznej obrony przed Radą Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN w Krakowie.**

Katarzyna Kowaluk-Gejewska