



AKADEMIA GÓRNICZO-HUTNICZA
IM. STANISŁAWA STASZICA W KRAKOWE

Wydział Fizyki i Informatyki Stosowanej

Kraków, 24.04.2015

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr. inż. Jakuba Kawałko pod tytułem:
**„Microstructure and texture effects generated during
strengthening of hexagonal materials by plastic deformation in
complex loading processes”**

Praca powstała w Instytucie Metalurgii i Inżynierii Materiałowej im. Aleksandra Krupkowiskiego Polskiej Akademii Nauk pod opieką prof. dr. hab. inż. Krzysztofa Sztwiertni. Promotorem pomocniczym była dr Magdalena Bieda-Niemiec.

Opis rozprawy

Rozprawa składa się z sześciu rozdziałów, wstępu oraz podsumowania i liczy sobie 101 stron. Ponadto w pracy oprócz spisu treści znalazła się lista akronimów, tabela z opisem badanych próbek oraz licząca 88 pozycji lista odnośników literaturowych.

Trzecią część pracy stanowi wprowadzenie w którym znalazł się opis własności i zastosowań tytanu i cynku, ogólny opis materiałów heksagonalnych oraz modeli ich odkształcania. Szczególną uwagę poświęcono opisowi metod silnego odkształcania takich jak przeciskanie przez kanał kątowy – ECAP, hydrostatyczne wyciskanie oraz metodzie KoBo.



Akademia Górniczo-Hutnicza im. S. Staszica, Wydział Fizyki i Informatyki Stosowanej

al. A. Mickiewicza 30, 30-059 Kraków

tel. +48 12 617 2951, +48 12 617 2953, fax +48 12 634 00 10

e-mail: www.ftj.agh.edu.pl

Nr konta bankowego: 96 1240 4722 1111 0000 4858 2922, Regon: 000001577, NIP: 675 000 19 23

W rozdziale drugim zdefiniowano cel pracy, którym było przygotowanie szeregu próbek na bazie tytanu i cynku poddanych różnym metodom silnego odkształcenia. Próbki te miały następnie zostać wszechstronnie scharakteryzowane z wykorzystaniem takich technik pomiarowych jak mikroskopia skaningowa wstecznie rozpraszanych elektronów (EBSD), różnicowej kalorymetrii skaningowej (DSC) oraz testów mechanicznych.

Rozdział trzeci zawiera opis wykorzystanych materiałów oraz wyjaśnienie użytych procedur doświadczalnych. Przygotowano dwanaście różnych próbek wykonanych techniką KoBo, dwie metodą ECAP oraz jedną przy użyciu hydrostatycznego wyciskania. Następnie szczegółowo opisano preparatykę powierzchni próbek przed poddaniem ich badaniom mikroskopowym, jak również przebieg pomiarów EBSD i DSC. Podkreślić należy, że autor przeprowadził także badanie wygrzewania tytanu *in situ* w trakcie pomiaru EBSD. W ostatnim paragrafie rozdziału zdefiniowano pojęcia i wielkości używane do opisu mikrostruktury badanych materiałów.

W najbardziej obszernym rozdziale piątym przedstawiono uzyskane wyniki eksperymentalne. Badane materiały zostały poddane wszechstronnej analizie. Szczegółowo opisano uzyskane struktury oraz morfologię ziaren i granic międzyziarnowych. Zbadano zmiany tekstury oraz rozkłady misorientacji powstałe w wyniku badanych procesów. Wykorzystano również wskaźnik IQ (*ang. Image Quality*) do oszacowania rozkładu odkształceń wewnątrz ziaren. W opisie wykonanych pomiarów EBSD zabrakło dokładnego rozpisania ile obszarów i o jakich rozmiarach było mierzone dla każdej próbki. Brak również szczegółowych informacji o zastosowanych metodach oczyszczania map jeżeli takie były stosowane. Niektóre mapy zdają się świadczyć, że tak.

W kolejnym rozdziale znalazła się dyskusja otrzymanych wyników. Autor znajduje pewne podobieństwa pomiędzy tytanem poddany różnym metodom odkształcenia stwierdzając, że podobieństwa te są większe w przypadku KoBo i hydrostatycznego wyciskania niż między każdym z nich a metodą ECAP. Jest to wniosek możliwy do przewidzenia z uwagi na podobieństwo pierwszych dwóch metod jednak dobrze, że został

eksperymentalnie potwierdzony. W badaniach nie stwierdzono, aby mechanizm bliźniakowania odgrywał istotną rolę w analizowanych procesach. O ile jednak podobieństwa w teksturze czy ogólnej mikrostrukturze ziaren są znaczące, to jednak morfologia ziaren ich wewnętrzna niejednorodność oraz stopień rozdrobnienia zależą zarówno od przeprowadzonego procesu jak i jego parametrów. W szczególności frakcja ziaren drobniejszych niż 1µm, która w hydrostatycznym wyciskaniu osiągnęła imponującą wartość niemal 50%, w przypadku KoBo, w zależności od sposobu przeprowadzania procesu, może się różnić od pojedynczych procentów do prawie 30%. Jest to o tyle ważne spostrzeżenie, że dowodzi dużej sterowalności procesu KoBo. Otrzymane wyniki są zbieżne z pomiarami mikrotwardości oraz uzyskanymi końcowymi odkształceniami. Zaobserwowane w dwóch przypadkach rozbieżności (K2.50 i K2.95) zostały przez autora przekonująco wyjaśnione. Bardzo interesujące jest porównanie parametrów GOS i KAM dla poszczególnych próbek. W sposób ilościowy opisuje ono różnice w morfologii ziaren pokazując, że np. w próbce K2.50 obserwuje się bardzo duże zróżnicowanie orientacji wewnątrz ziaren przy niewielkiej wartości KAM. Oznacza to, że ziarna mają wolno zmieniające się gradienty orientacji na dużych odległościach w ziarnie. Z kolei w próbce K3.27B całość zmian orientacji w ziarnie daje się wytłumaczyć lokalną zmiennością orientacji. Zmienność parametru KAM jest również tłumaczona zjawiskiem zdrowienia a nawet dynamicznej rekrytalizacji w niektórych próbkach, co jest o tyle uzasadnione, że autor pokazał wcześniej niewielki wpływ dynamicznej rekrytalizacji na ostateczną teksturę. Na koniec autor próbuje wyjaśnić nietypowe zachowanie próbki K3.27B, w przypadku której odnotowano jedynie nieznaczny wzrost twardości pomimo wysokiego odkształcenia. Oba zaproponowane wyjaśnienia (wysoka temperatura i płynięcie wiskoplastyczne) są możliwe aczkolwiek bez dodatkowych badań żadna z tych hipotez nie może być potwierdzona. W dyskusji autor skoncentrował się wyłącznie na tytanie pomijając praktycznie przeprowadzone badania cynku.

Pracę zamyka krótkie podsumowanie, będące streszczeniem przeprowadzonej wcześniej dyskusji wyników.

Szczegółowe uwagi dotyczące pracy

Przyjęta w pracy liczba pomiarów mikrotwardości równa 5 (str. 31) dla każdej próbki jest zbyt mała, aby można było wiarygodnie wyznaczyć odchylenie standardowe. W takim przypadku względna niepewność wyznaczenia odchylenia standardowego sięga niemal 40% (por. Analiza danych w naukach ścisłych i w technice, A. Zięba, PWN 2014). Właściwym rozwiązaniem byłoby tutaj określenie niepewności pomiarowej typu B. Szczęśliwie dzięki wysokiej dokładności użytej aparatury oraz niewielkiemu zróżnicowaniu twardości w obrębie próbki przyjęta liczba pomiarów nie wpłynie na wnioski wyciągane w pracy.

W odczuciu recenzenta lepiej było porównywać rozmiary ziaren poprzez podawanie ich powierzchni niż hipotetycznej średnicy koła o odpowiednim polu (str. 35). W sytuacji, gdy ziarna są mocno wydłużone taka informacja jest mniej czytelna niż pole powierzchni oraz współczynnik kształtu, który w pracy jest również liczony.

Nieco niezrozumiałe pozostaje zdanie (str. 46): „*It can be observed that high orientation gradients are accommodated by LAGBs with relatively high misorientation angle, close or even exceeding 15°.*” Być może w kontekście kolejnych zdań bezpieczniej byłoby mówić o segmentach siatki EBSD posiadających określoną misorientację. Zwyczajowo LAGB kojarzone są z wartościami wyraźnie mniejszymi od 15°.

Nie do końca zrozumiałe jest jaki mechanizm miałyby powodować mało znaczące odkształcenie struktury krystalicznej podczas wytwarzania próbki K3.27B (str. 55 „... or sample have been extruded without any significant deformation of crystal structure.”) przy jednak istotnym odkształceniu całkowitym sięgającym wartości 3.27.

Na rysunku 5.19 (str. 55) przedstawiono wartości parametrów GOS i KAM dla czterech próbek otrzymanych techniką KoBo. W przypadku parametru KAM słupki reprezentujące niepewności pomiarowe są wyjątkowo duże, a w trzech przypadkach przekraczają mierzone wartości. Autor nigdzie nie podaje jak były liczone niepewności pomiarowe. Prawdopodobnie

pochodzą one bezpośrednio z używanego programu TSL OIM. Tak duże wartości odchyień rodzą wątpliwości interpretacyjne. Z doświadczeń recenzenta w analizie danych EBSD wynika, że z taką sytuacją najczęściej mamy do czynienia, gdy w materiale znajdują się dwie grupy ziaren o niskiej (zazwyczaj poniżej 1°) wartości KAM oraz wysokiej (powyżej 3°) wartości KAM. Potraktowanie takich ziaren łącznie prowadzi właśnie do bardzo dużych wartości odchylenia standardowego. Interesujące byłoby w takiej sytuacji rozseparowanie danych na dwie partycje o niskich i wysokich wartościach KAM, a następnie poddanie szerszej analizie tak powstałych partycji. Być może udałoby się znaleźć statystyczny związek między np. orientacją lub wielkością ziaren a wartością KAM. Problem wysokich odchyień standardowych dla wartości KAM pojawia się również dla innych próbek w dalszej części pracy.

Problem wyznaczania wartości KAM dodatkowo komplikuje fakt, że z wykresu zamieszczonego na rysunku 5.19 (str. 55) wynika, że dla próbki K2.95 wartość KAM wynosi około 1.25° z odchyleniem standardowym ok. 2° podczas, gdy w tabeli 5.8 (str. 61) próbka K2.95 T0, a więc prawdopodobnie ta sama ma już wartość KAM 0.86° oraz odchylenie standardowe 1.16° . Wskazuje to zatem albo na błąd w obliczeniach albo na dużą niejednorodność materiału w badanej skali. W tym ostatnim przypadku, aby otrzymać statystycznie wiarygodny wynik, należałoby wykonać więcej pomiarów w różnych miejscach próbki. Różnica 0.39° w przypadku KAM to dużo.

Na rysunku 5.35 (str. 71) przedstawiono mapę EBSD dla próbki K6, którą podzielono na część posiadającą niskie i wysokie wartości IQ. Na tej podstawie autor wyciąga wniosek o dużej akumulacji defektów sieci w obszarach przygranicznych i przyrównuje strukturę materiału do struktury kompozytu złożonego z dwóch materiałów o różnych własnościach mechanicznych. Pamiętać należy, że choć wartość parametru IQ może być potraktowana jako oszacowanie stopnia odkształcenia struktury krystalicznej, to jego wartość zależy również od jakości rozpoznania wzorca linii Kikuchiego, która się pogarsza w obszarach nakładania się dwóch lub więcej orientacji krystalograficznych. W takiej sytuacji jednak, również wskaźnik CI (*ang. confidence index*) przybiera niskie wartości. Najpierw zatem należałoby usunąć punkty o niskim wskaźniku CI, a dopiero później

przeprowadzić analizę IQ. W ten sposób wyeliminowano by obszary graniczne, które w badaniach EBSD zawsze mają niskie wartości IQ niezależnie od stopnia odkształcenia materiału, pozostawiając prawdopodobne obszary przygraniczne. Szerokość strefy przygranicznej potrafi się znacząco różnić w zależności od materiału i sposobu obróbki. Nie zmieniłoby to zapewne końcowych wniosków, jednak mogłoby wpłynąć na oszacowanie wielkości obszarów o niskim i wysokim nagromadzeniu defektów sieci.

Najważniejsze osiągnięcia pracy

1. Najważniejszym osiągnięciem pracy jest przebadanie wpływu różnych parametrów procesu silnego odkształcenia metodą KoBo na otrzymywaną mikrostrukturę oraz mikrotwardość tytanu oraz cynku. Co ważne opis ten oparto nie tylko na analizie jakościowej, ale również ilościowej.
2. Istotnym osiągnięciem pracy było także przeprowadzenie badań wygrzewania *in situ* silnie odkształconego tytanu.
3. Osiągnięciami pracy jest również szereg konkretnych wniosków dotyczących badanych materiałów i procesów w szczególności stwierdzenie, że metoda KoBo w przypadku tytanu pozwala uzyskać efekty zbliżone do metody ECAP przy ośmiu przepustach, przy czym osiąga to w pojedynczym przejściu materiału oraz że silnie odkształcony cynk pomimo stosunkowo dużych ziaren zachowuje się w sposób zbliżony do kompozytu, w którym obszary wokół granic międzyziarnowych pełnią rolę fazy umacniającej.

Podsumowanie

Rozprawa doktorska pana Jakuba Kawałko ma głównie charakter doświadczalny. Autor przygotował wiele próbek i wykonał szereg eksperymentów, za które należą mu się wyrazy uznania. Recenzent doskonale zdaje sobie sprawę, że pomimo prostoty ogólnych zasad przeprowadzania tego typu eksperymentów uzyskanie dobrych i wiarygodnych wyników wymaga wielu prób, wielokrotnych pomiarów oraz

czasochłonnej i żmudnej preparatyki. Zwłaszcza w materiałach silnie odkształconych.

Dodatkowo wartość pracy podnosi skoncentrowanie się na metodzie KoBo, która jest stosunkowo skromnie opisana w literaturze. Pozostałe metody (ECAP i wyciskanie hydrostatyczne – 3 próbki na 15 badanych) zostały w pracy potraktowane jedynie jako punkty odniesienia i własności tych procesów nie były badane w takim stopniu jak KoBo.

Podczas rozbudowanej analizy statystycznej autor nie ustrzegł się kilku potknięć metodologicznych, z których najistotniejsze wydaje się wyjaśnienie bardzo wysokiego odchylenia standardowego wskaźnika KAM. Należałoby sprawdzić czy jest to rzeczywisty efekt, błąd obliczeniowy, obecność dwóch frakcji ziaren o różnych wartościach średnich KAM czy też wyjaśnieniem jest jeszcze inna przyczyna.

Praca pozostawia pewien niedosyt. Wydaje się, że z posiadanego zestawu danych można było wyciągnąć jeszcze więcej informacji. W szczególności recenzentowi zabrakło statystycznej analizy frakcji. Wydaje się, że narzucające byłyby co najmniej dwa kryteria tworzenia frakcji. Pierwsze biorące pod uwagę rozmiary lub / i wydłużenie ziaren oraz drugie dzielące ziarna na frakcję z niskim i wysokim KAM. Ciekawym byłoby sprawdzić, czy frakcje te różnią się teksturą czy też nie. Czy mają jednakowy rozkład wskaźnika GOS czy też różnią się pod tym względem. Na szczęście uzupełnienie badań o te analizy nie będzie trudne i należy mieć nadzieję, że w publikacjach będących wynikiem pracy doktorskiej takie badania się znajdą.

Jako jeden z celów pracy autor wymienił badanie i porównanie parametrów mechanicznych wytworzonych materiałów. Niestety praca ograniczyła się jedynie do mikrotwardości. Aż szkoda, że w przypadku materiałów w postaci drutu nie pokuszono się chociażby o testy rozciągania, jeżeli już nie skręcania.

Mimo zgłoszonych uwag uważam, że przedstawiona do recenzji praca prezentuje oryginalny i twórczy wkład w rozwój badań nad metodami intensywnego odkształcenia plastycznego metali, a w szczególności tytanu, którego zastosowania biomedyczne są jednym z najszybciej rozwijających się obszarów badań inżynierii materiałowej.

Stwierdzam, że recenzowana praca doktorska spełnia wszystkie wymagania określone w art. 13 Ustawy o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (z dnia 14 marca 2003 roku, wraz z późniejszymi zmianami) oraz ustawy Prawo o szkolnictwie wyższym (z dnia 25 lipca 2005 roku wraz z późniejszymi zmianami).

Wnioskuje zatem o dopuszczenie pana mgr. inż. Jakuba Kawałko do dalszych etapów postępowania.

dr hab. inż.
Jacek Tarasiuk, prof. AGH

