

Recenzja rozprawy doktorskiej inż. Bogusza Kani
pt. „Wyznaczanie naprężeń I-rzędu z wykorzystaniem dyfrakcji
rentgenowskiej”

Przedstawiona do recenzji praca dotyczy metodologii wyznaczania naprężeń własnych w materiałach polikrystalicznych. Zarówno wielkość, jak i przestrzenny rozkład naprężeń własnych wpływają istotnie na właściwości materiału i odgrywają ważną rolę w takich procesach jak korozja, zniszczenia, zdrowienie, rekrytalizacja, czy też odkształcenie plastyczne. Na przykład wytrzymałość mechaniczna warstwy powierzchniowej jest zwiększona przez ściskający stan naprężeń. Naprężenia tego rodzaju zwiększają wytrzymałość na pęknięcie oraz zmniejszają efekt odspojenia lub zniszczenia naniesionej powłoki. Z drugiej strony, naprężenie rozciągające może przyspieszyć rozwój pęknięcia i spowodować zniszczenie próbki.

Właściwości materiału polikrystalicznego są zwykle niejednorodne, a szczególnie duże niejednorodności struktury krystalicznej, mikrostruktury i naprężeń własnych mogą występować w pobliżu powierzchni. Potrzeba wyznaczania zmienności naprężeń w głąb próbki spowodowała rozwój nowych metod umożliwiających tego rodzaju badania za pomocą promieniowania uzyskiwanego z lamp rentgenowskich. Rozwinięto metody wielorefleksowe (np. LIBAD, zwana też MGIXD) oparte na pomiarach dla wielu refleksów hkl i różnych orientacjach wektora rozpraszania, czy też metody oparte na pomiarach, w których użyty jest jeden refleks hkl dla wielu orientacji wektora rozpraszania. Ta ostatnia technika pomiarowa, zwana w pracy doktorskiej metodą tomograficzną, umożliwia pomiary na głębokościach od kilku do kilkunastu mikrometrów (dla próbek metalowych i ceramicznych). Metoda tomograficzna w jednej z oryginalnych wersji została zaproponowana przez Prof. Jana Bonarskiego, a jej rozwinięcie jest właśnie tematem pracy doktorskiej pana Bogusza Kani.

Zaletą metod dyfrakcyjnych wyznaczania pomiaru naprężeń, między innymi technik przedstawionych w recenzowanej pracy, jest ich nieniszczący charakter i możliwość pomiarów w ściśle określonych objętościach próbkowania, zależnych od absorpcji promieniowania w badanym materiale. W bezpośrednich pomiarach wyznaczone są zmiany odległości międzypłaszczyznowych w sieci krystalicznej na podstawie przesunięcia piku dyfrakcyjnego. Następnie, na podstawie modeli dotyczących sprężystych właściwości materiałów polikrystalicznych, wyznaczyć można odpowiadające tym odkształceniom naprężenia wewnątrz badanej (naświetlanej) objętości próbki. I właśnie ta interpretacja wyników doświadczalnych, jak również odpowiednie zaprojektowanie i wykonanie eksperymentów są

głównymi tematami pracy pana Bogusza Kani. Doktorant przedstawił oryginalne rozwinięcie metody pomiaru naprężeń własnych pozwalające wyznaczyć naprężenia dla ściśle określonej głębokości pod powierzchnią próbki, jak również zbadać zależność naprężeń od orientacji krystalitów.

Omówienie pracy

Praca pana Bogusza Kani jest napisana w języku polskim, zawiera 92 strony i składa się z pięciu rozdziałów oraz spisu literatury, w którym zamieszczono 80 pozycji. Ponadto w części końcowej pracy zamieszczono opis autorskiego oprogramowania do sterowania aparaturą podczas pomiaru i interpretacji wyników doświadczalnych – część ta pozwala ocenić duży wkład doktoranta w implementację proponowanej metodologii do badań prowadzonych na dyfraktometrze Bruker D8 Discover w IMIM PAN.

Struktura monografii jest przejrzysta i zawiera najważniejsze informacje pozwalające zrozumieć i ocenić osiągnięte wyniki. Podkreślić należy bardzo dobre przygotowanie literaturowe doktoranta, który wybrał i przeanalizował kluczowe publikacje i książki dotyczące tematu pracy. Na podstawie tych pozycji napisał wprowadzenie do tematu w rozdziale pierwszym pt. "Podstawowe pojęcia i definicje" i drugim pt. „Opis nowej metody badawczej”, tłumacząc na czym polega i jakie możliwości ma stosowana i rozwijana przez niego metoda używana w autorskim programie TARSIuS. W programie tym zaimplementowana została metoda tomograficzna pomiaru naprężeń zaproponowana przez Prof. Jana Bonarskiego oraz jej rozwinięcie oparte na tzw. siatce swobodnej wyboru punktów pomiarowych i wyznaczeniu składowych tensora za pomocą metody najmniejszych kwadratów dla tego zbioru punktów. W trzecim rozdziale zaprezentowano możliwości pomiarowe i interpretacyjne programu TARSIuS rozwijanego przez autora oraz opisano modyfikacje dyfraktometru polepszające jego wydajność poprzez podniesienie intensywności wiązki. Podkreślić należy duże możliwości interpretacyjne opisanego oprogramowania, podanie i opisanie kryterium zgodności użytego modelu z doświadczeniem oraz opracowanie metody analizy niepewności. Pewnym ograniczeniem programu jest to, że w interpretacji danych doświadczalnych używany jest tylko model Reussa służący do obliczania dyfrakcyjnych stałych sprężystości. Jest to model oparty na skrajnym założeniu zakładającym jednorodność naprężeń dla wszystkich ziaren polikryształu.

Pytania:

- Czy inne modele obliczania dyfrakcyjnych stałych sprężystości są używane w obecnej wersji programu TARSIuS?
- Czy w metodzie tomograficznej kąty ψ_g i ω są wyliczane/sugerowane przez program (dla wybranej głębokości pomiarowej)? Czy wyliczane są kąty ψ i $\Delta\varphi$?
- Czy jest możliwość użycia metody analizy danych otrzymanych dla wielu refleksów hkl? Jeśli tak, to czy możliwa jest analiza dla innych symetrii niż regularna?

We wprowadzeniu do tematu znalazłem też kilka stwierdzeń, z którymi trudno się zgodzić. Oto dwa najważniejsze (inne mniejsze nieścisłości są wyszczególnione na końcu omówienia pracy):

- 1) Strona 10., wiersz 3. od dołu: „Leżące u podstaw proponowanej metody badawczej równania matematyczne (por. Ortner, 2009) pozwalają wyznaczyć stan naprężeń

rozpatrywanej fazy krystalicznej w danej próbce na podstawie co najmniej 6 osobnych pomiarów odległości międzypłaszczyznowych dla tej fazy, przy niemal pełnej dowolności orientowania wektora dyfrakcji względem powierzchni próbki (patrz Rozdział 2.1)”. Jeśli jest to pomiar dla tylko 6 orientacji, to na pewno nie mogą być one dowolne i wybór tych orientacji podlega pewnym regułom. W publikacji Ortnera, 2009 pokazano siatki, które wbrew pozorom i sugestii autora nie są dowolne. Co więcej, u Hauka 1997 (gdzie odwołuje się Ortner) na stronie 152. znajduje się informacja: ”Basically, the strain and stress tensor can be calculated using a data set of at least six non-coplanar D- spacings according to the basic formula. The following suppositions must be fulfilled: linear D-vs.- $\sin^2\psi$ dependences, that means no oscillations, no orientation dependent micro-RS and no gradients with the depth from the surface.” Jeśli np. wybierzemy 6 orientacji dla różnych kątów ψ , ale tego samego kąta $\varphi=0^\circ$ (czyli kierunki na jednej płaszczyźnie – „coplanar”), to wyznaczymy tylko składowe σ_{11} i ewentualnie σ_{13} (patrz równanie 1.17, dla $\sigma_{33}=0$). Przypomnieć należy, że dla pomiaru w geometrii $\sin^2\psi$ napężenie w danym kierunku wyznaczone jest z nachylenia wykresu d_{hkl} vs. $\sin^2\psi$. Dlatego przy przejściu do metody swobodnej siatki należy wybrać punkty, które są odchylane w funkcji kąta ψ , zarówno w kierunku osi x_1 jak i x_2 , aby możliwe było wyznaczenie składowych σ_{11} i σ_{22} . Zastosowanie ogólnego wzoru 2.2 nic nie zmienia, a obecność tekstury jeszcze sprawę pogarsza ze względu na nieliniowości wykresu d_{hkl} vs. $\sin^2\psi$.

- 2) Strona 33., wiersz 8., gdzie uzasadniano używanie modelu Reussa w recenzowanej pracy: „Jest to więc model skrajny w dwojaki sposób i szansę mają go spełniać tylko takie materiały, w których dowolne zmiany położenia i orientacji poszczególnych krystalitów – jeżeli są prowadzone w ten sposób, by utrzymywać niezmienną wypadkową teksturę krystalograficzną i dystrybucję przestrzenną faz w substancjach wielofazowych – nie powodują w konsekwencji zmian właściwości mechanicznych próbki. Oznacza to brak mechanicznego oddziaływania dużego zasięgu pomiędzy ziarnami, jakie obecne jest np. w kompozytach zbrojonych długimi włóknami wytrzymałej fazy, ułożonymi w miękkiej matrycy.” Wynikałoby z tego, jeśli dobrze rozumiem, że model Reussa jest coraz lepiej spełniony, gdy odchodzimy od przypadku kompozytu z długimi włóknami, i zmieniamy kształt ziaren lub faz na równoosiowy, gdzie nie ma „oddziaływań dużego zasięgu”. W rzeczywistości, to właśnie dla kompozytu z włóknami założenie Reussa jest dobrze spełnione dla siły przyłożonej w kierunku prostopadłym do włókien, podczas gdy model Voigta spełniony jest dla obciążeń wzdłuż włókien. Gdy w próbce mamy ziarna równoosiowe lub przypadkowo zorientowane (pod względem kształtu), to żaden z tych modeli nie jest słuszny i taką sytuację opisuje model Kronera-Eshelby’go lub Hilla, czyli modele pośrednie. Z dalszej części tekstu pracy wynika, że doktorant zdaje sobie sprawę z uproszczeń wynikających z użycia modelu Reussa, jednak stwierdza, że w literaturze pokazano wiele przypadków zgodności tego modelu z doświadczeniem. Problem w tym, że równocześnie można znaleźć wiele wyników potwierdzających model Kronera (patrz prace Brakmana lub książka Hauka) lub inne modele uwzględniające kierunkowość oddziaływań w próbce (model Vooka-Witta lub free surface). Wszystko zależy od kształtu ziaren, ich uporządkowania, wielkości w stosunku do głębokości wnikania wiązki itp. Jednoznacznie można zweryfikować model na podstawie doświadczenia, w którym do próbki przykładamy

znane naprężenia i mierzymy odpowiadające im odkształcenia sieci. Jeśli są wątpliwości co do stosowalności modelu, to rozsądne jest podanie wyników dla modeli skrajnych (Voigt i Reuss) lub tradycyjnie stosowanego modelu Kronera (w pewien sposób pośredniego). Można też używać refleksów słabo czułych na rodzaj modelu i o dużej krotności.

W rozdziale 4. pracy zademonstrowano doświadczalną weryfikację używanej metody. Głównym celem było zastosowanie programu TARSluS do interpretacji pomiarów wykazujących nieliniowości wykresu d_{hkl} vs. $\sin^2\psi$. Trzeba tu wyjaśnić, że istnieją dwie przyczyny oscylacji na wykresie $\sin^2\psi$: a) anizotropia zachowania sprężystego materiału pod wpływem siły przyłożonej do badanej części próbki (ten efekt powinien być przewidziany przez modele służące do obliczania dyfrakcyjnych stałych sprężystości) oraz b) naprężenia wynikające z niedopasowania ziaren po ich trwałym odkształceniu np. plastycznym (zwykle zwane naprężeniami II rzędu lub naprężeniami niedopasowania). Ten drugi rodzaj naprężeń nie zależy od sił przyłożonych z zewnątrz i nie podlega modelom wiążącym makroskopowe naprężenia z odkształceniami sieci krystalograficznej (wzór 2.3). Niestety, odkształcenia sprężyste od obu rodzajów naprężeń (o różnym fizycznym pochodzeniu) wzajemnie się nakładają i w prosty sposób ich nie można rozdzielić. Ważne jest zatem ściśle zdefiniowane rodzaju naprężeń lub ich średnich wartości wyznaczanych w danym eksperymencie przy odpowiedniej interpretacji.

Autor pracy słusznie zauważa, że: „Jeżeli bowiem, posługując się językiem metody $\sin^2\psi$, obserwowane oscylacje $d_{hkl}(\sin^2\psi)$ nie mogą być wyjaśnione przy pomocy modelu Reussa, wówczas poszczególne grupy ziaren dyfraktujących posiadają efektywną podatność sprężystą różną od prostej średniej ważonej podatności dyfraktujących krystalitów lub grupy te poddane są działaniu odmiennych tensorów naprężenia.” I dalej stwierdza „W drugim przypadku stosowanie wzoru (2.3) zaczyna być wątpliwe.” To również prawda, ale w dalszej części pracy pominięty jest przypadek pierwszy, gdy efektywne podatności sprężyste różnią się od prostej średniej ważonej. W tym przypadku wzór 2.3 obowiązuje przy odmiennych założeniach i możliwe jest wyznaczenie naprężenia średniego (tj. pierwszego rzędu, zwanego też makroskopowym) przy użyciu dyfrakcyjnych stałych sprężystych obliczonych z modelu Kronera, Hilla, Vooka-Witta, free-surface...

Autor proponuje następujące rozwiązanie problemu niezgodności modelu Reussa z doświadczeniem: „Można to zrobić poprzez podział zbioru danych doświadczalnych $\{d_{hkl}^{L_1(\psi_1, \phi_1)}, d_{hkl}^{L_2(\psi_2, \phi_2)}, \dots, d_{hkl}^{L_n(\psi_n, \phi_n)}\}$ na analizowane osobno podzbiory (patrz Rozdział 4.2) lub poprzez zapewnienie stałej głębokości informacyjnej prowadzonych pomiarów dyfrakcyjnych (patrz Rozdział 4.1).” Jest to logiczne stwierdzenie i można je zastosować, gdy w podgrupach, na które rozbijamy zbiór wyników, naprężenia są stałe i tym samym spełniają założenie Reussa. Realizuje się to w pełni w metodzie crystallite group method (CGM), gdzie w przypadku silnej tekstury można zbiór wszystkich orientacji rozłożyć na pojedyncze orientacje preferowane i zmierzyć odległości międzypłaszczyznowe im odpowiadające (używa się wielu refleksów hkl). Następnie, w celu wyznaczenia naprężeń, używa się stałych sprężystości dla monokryształów dla tak określonych orientacji. Niestety, w przypadku, gdy mamy dużo różnych orientacji w próbce (słaba tekstura lub jej brak), nie jesteśmy w stanie rozbić próbki na pojedyncze orientacje, dla których można zmierzyć odkształcenia sieci krystalicznej. Dlatego używa się różnych założeń modeli do powiązania

zmierzonych odkształceń sieci z naprężeniem pierwszego rzędu (modele Reussa, Voigta, czy też bardziej fizyczny model Kronera).

Zgadzam się jak najbardziej, z podziałem i osobną analizą danych doświadczalnych reprezentujących naprężenia dla wybranych grup krystalitów lub określonych objętości próbki, ale wybór modelu stałych sprężystości zależy od rodzaju próbki i racjonalnego przyjęcia założeń.

W rozdziale 4. przedstawiono dwa przykłady wyselekcjonowania danych pomiarowych, które teraz omówię:

- W podrozdziale 4.1 zaprezentowano metodę wyznaczenia naprężeń w naniesionych galwanicznie powłokach Ni. Pokazano, że oscylacje na wykresie $\sin^2\psi$, występujące podczas standardowego pomiaru spowodowane są wpływem podłoża i zależą od głębokości wnikania w to podłoże wiązki oraz tekstury krystalograficznej. Ten efekt autor najpierw przewidział na podstawie symulacji dla próbki o różnych naprężeniach w podłożu i powłoce, wykazującej silną teksturę krystalograficzną podłoża (rys. 18). Następnie, przygotowane zostały dwie próbki rzeczywiste, w pierwszej warstwę Ni- Al_2O_3 naniesiono na podłoże ze stali ferrytycznej, a w drugiej warstwę Ni naniesiono na powierzchnię walcowanego i szlifowanego Ni. Pierwsza próbka posłużyła do pokazania, że oscylacje na krzywej $\sin^2\psi$ otrzymanej ze standardowego pomiaru spowodowane są koincydencją piku 111 Ni (powłoki) i 110 ferrytu (podłoża). Można przypuszczać, że zmienne udziały tych refleksów w mierzonym pikie spowodowane teksturą, prowadzą do wspomnianych oscylacji. Aby ograniczyć wpływ podłoża użyto metodę tomograficzną, w której zmniejszono stopniowo głębokość pomiarową, co sprawiało, że nieliniowości malały. W końcu otrzymano liniową zależność d_{111} vs. $\sin^2\psi$, gdy głębokość efektywna wnikania promieniowania była mniejsza niż grubość powłoki. To pouczający przykład i warto go pokazać ku przestrodze, aby takich koincydencji unikać. W przypadku różnych materiałów powłoki i podłoża można po prostu zmierzyć piki pochodzące z powłoki i niepokrywające się z refleksami podłoża (np. refleks 311 dla powłoki Ni- Al_2O_3 – co pokazano w pracy).

Drugi przykład jest trudniejszy do interpretacji, gdyż podłoże (walcowany i polerowany Ni) i powłoka (Ni naniesiony galwanicznie) są z tego samego materiału, więc wszystkie piki pochodzące z podłoża i powłoki przykrywają się. Pomiar metodą standardową pokazał bardzo silne oscylacje krzywej $\sin^2\psi$ i w tym wypadku metoda tomograficzna ograniczająca objętość pomiarową do głębokości powłoki jest najlepszym rozwiązaniem. Rzeczywiście autor pokazał, że tak wykonany pomiar charakteryzuje się liniową zależnością d_{111} vs. $\sin^2\psi$, a następnie interpretuje ten wykres za pomocą modelu Reussa i wylicza naprężenia. Wcześniej na stronie 33. (wiersz 22.) autor pisze "... każdy uzyskany w pomiarach liniowy wykres typu $\sin^2\psi$ rozpatrywać można jako faktyczną realizację założenia o jednorodności tensora σ w badanej objętości próbki." Jednak zauważyć należy, że liniowość wykresu $\sin^2\psi$ nie dowodzi, że naprężenia są jednorodne, i że tym samym model Reussa jest słuszny. Modele Voigta, Kronera i Hilla dają liniowe wykresy dla refleksu 111 nawet dla próbek z teksturą, przy zerowych wartościach naprężeń σ_{13} i σ_{23} . Nie mamy więc gwarancji, który model należy użyć, aby wyliczyć naprężenia pierwszego rzędu (czyli średnie). W takiej sytuacji rozsądne jest podanie wartości obliczonych przy skrajnych założeniach modelu Reussa i Voigta (te wartości dla próbek izotropowych, takich jak Ni mogą znacznie się różnić). Zauważyć należy również, że pomiary naprężeń dla podłoża wykonano z użyciem refleksu 311, a dla powłoki używano refleksu 111. Jednak refleks 311 posiada większą

krotność niż 111 i dlatego naprężenia drugiego rzędu mniej wpływają na nieliniowości wykresu $\sin^2\psi$ (przykład takich wyników można zobaczyć w pracy Wroński i inni, 2007). Nie mamy więc pewności czy w podłożu są obecne naprężenia drugiego rzędu, zależne od orientacji krystalitów. Wątpliwości rozstrzygnąłby pomiar za pomocą refleksu 111 przeprowadzony dla podłoża. Pomiar ten pokazałby jednoznacznie czy bardzo duże oscylacje widoczne w metodzie standardowej dla próbki z naniesioną powłoką wynikają z superpozycji pików o różnych intensywnościach (tekstura) i różnych stanach naprężeń dla podłoża i powłoki, czy też są one efektem bardzo dużych naprężeń drugiego rzędu w podłożu, który widoczny jest przez ciekłą powłokę.

Pytania dotyczące podrozdziału 4.1:

- Jakie są szacunkowe wartości naprężeń obliczonych metodą Voigta dla refleksu 111 w przypadku metody tomograficznej?
- Czy wykonano również pomiar za pomocą refleksu 111 dla podłoża, jeśli tak, to czy wykres d vs. $\sin^2\psi$ jest nieliniowy?

Na końcu podrozdziału 4.1 przedstawiono wyniki bardzo interesującej metody pomiaru naprężeń powierzchniowych opartej na pomiarach SEM z wykorzystaniem techniki FIB, rozwijanej obecnie w IMIM. Wyniki te potwierdziły wartości naprężeń zmierzonych za pomocą metod dyfrakcyjnych.

- W podrozdziale 4.2 zamieszczono wyniki pomiaru i analizy dla próbki ze stopu Zn-1,5% Mg poddanej wyciskaniu na gorąco w temperaturze 250°C, w której naprężenia zależą od orientacji krystalitów, czyli obecne są naprężenia drugiego rzędu. Pomiar wykonano z pomocą refleksu 002, który ze względu na niską krotność powinien wykazać obecność naprężeń II rzędu. Wyniki przeanalizowane za pomocą modelu Reussa wykazały niezgodność tego modelu z doświadczeniem dla siatki pomiarowej o zakresie ϕ od 0,0° do 330,0° oraz stałym krokiem $\Delta\psi = 5,0^\circ$ i zakresie ψ od 0,0° do 80,0°. Niestety, nie sprawdzono innych modeli ani też nie pokazano przykładowych wykresów d_{002} vs. $\sin^2\psi$. Podjęta została próba rozbicia wyników na dwie grupy w celu osobnej analizy i wyznaczenia naprężeń dla tych grup. Czyli analogicznie do wspomnianej metody crystallite group method (CGM), jednak kryterium podziału nie jest oparte na rozbiciu na pojedyncze orientacje, ale rozpatrywane są dwa zbiory orientacji, dla których natężenia na figurze biegunowej 002 są odpowiednio większe lub mniejsze od zadanej wartości. Autor założył, że naprężenia dla określonych przez niego grup orientacji są różne i oblicza je na podstawie odpowiednich siatek punktów pomiarowych oraz stałych sprężystości obliczonych metodą Reussa. Uzyskano dobre dopasowania i różne wartości naprężeń dla tak określonych grup. Metoda ta pokazała, że naprężenia zależą od orientacji, ale uzyskane wartości budzą pewne wątpliwości. Po pierwsze, trudno powiedzieć, jakich stałych sprężystości używać należy dla takich grup. W pewnym przybliżeniu można uznać model Reussa za poprawny, gdyż niejednorodność naprężeń między grupami ziaren została wzięta pod uwagę przez podział na dwie grupy, jednak niejednorodności naprężeń wewnątrz grup istnieją, więc założenia innych modeli dla tych grup mogą być bliższe prawdzie, lub żaden model czysto sprężysty nie opisuje tego przypadku. Znowu należałoby sprawdzić czy duże różnice występują dla

poszczególnych grup ziaren przy interpretacji za pomocą modelu Reussa i Voigta. Inna wątpliwość dotyczy zakresów kąta ψ i w związku z tym możliwości obliczenia składowych tensora naprężeń. W przypadku grupy ziaren o niskiej intensywności tekstury zakresy kątów są, według mnie, wystarczające do wyznaczenia całego tensora naprężeń przy założeniu $\sigma_{33}=0$. Jednak w przypadku grupy o dużych wartościach tekstury, zakres kąta ψ dla $\varphi=90^\circ$ (lub bliskiego tej wartości) jest niewystarczający. Szacuję, że jest to ok. 30° co odpowiada ok. 0.25 dla $\sin^2\psi$. Równocześnie dla innych kierunków φ wektor rozpraszania niewiele odchyła się w kierunku osi x_2 . Wynika stąd, że cała siatka punktów jest położona blisko płaszczyzny prostopadłej do powierzchni próbki i ustawionej wzdłuż osi x_1 . Ponieważ dodatkowo mamy do czynienia z oscylacjami wykresu d vs $\sin^2\psi$, a odkształcenia sieci krystalicznej są bliskie niepewności pomiarowej (wyznaczonej na podstawie próbki proszkowej), więc wyznaczenie składowej σ_{22} budzi pewne wątpliwości.

Pytania:

- Jak wyglądają wykresy d_{002} vs. $\sin^2\psi$ dla $\varphi=0^\circ$ i $\varphi=90^\circ$ (lub bliskiego tej wartości) w przypadku dopasowania wszystkich orientacji razem, a jak w przypadku rozdzielania na grupy orientacji (wykresy te łatwo można otrzymać z programu TARSIuS)?
- Czy istnieje możliwość wyliczenia naprężeń dla grup ziaren oraz wszystkich orientacji razem przy użyciu modelu Voigta (dla porównania z metodą Reussa) ?

Sugestia na przyszłość: Problem niewystarczającego przechylenia wektora rozpraszania w kierunku osi x_2 można by rozwiązać przez wyszukanie odpowiedniego obszaru o dużej intensywności na innej figurze biegunowej (inny refleks hkl), dla której naprężenie w tym kierunku byłoby lepiej wyznaczalne. A może takie rozwiązanie było rozważane?

- W podrozdziale 4.3 zmierzono zmienność naprężeń na powierzchni laminatu powstałego z wybuchowo łączonego stopu Ti6Al4V ze stopem Al25-19. Przykład ten dobrze ilustruje zastosowanie prezentowanej metody do praktycznych pomiarów naprężeń. Szczególnie przejrzyste jest pokazanie wyników w postaci diagramów normalnych naprężeń kierunkowych otrzymanych z programu TARSIuS.

Pytanie:

- Co znaczy, że pomiarów dokonano w fazie Ti stopu Ti6Al4V? Czy chodzi o fazę α czy β ? To istotne, aby zidentyfikować użyty refleks 101.

Na koniec omówienia pracy zwracam uwagę na kilka nieścisłości oraz dyskusyjnych stwierdzeń znalezionych w pracy.

- 1) Przypis 1. na stronie 7.: „Taka interpretacja tensora podatności sprężystej oraz tensora sztywności wynika bezpośrednio z roli jaką pełnią one w rentgenowskim dyfrakcyjnym badaniu stanu naprężeń.” – definicja tensorów sztywności i podatności nie wynika z roli jaką pełnią w pomiarze rentgenowskim, w którym są one zastosowane do interpretacji naprężeń.

- 2) Strona 13., wiersz 14., oraz rys. 3.: kąt θ jest między rozproszoną lub padającą wiązką a płaszczyzną krystalograficzną, a nie powierzchnią próbki .
- 3) Strona 14., przypis 4.: konwolucja funkcji instrumentalnej i strukturalnej opisana jest w dziedzinie czasu (pewnie przez analogię do teorii przetwarzania sygnałów), ale w przypadku dyspersji kątowej niezależną zmienną jest kąt 2θ .
- 4) Strona 16., pod rys. 6.: „...pozycję wektora dyfrakcji względem badanego materiału określić można w układzie sferycznym za pomocą kąta azymutalnego ϕ i kąta zenitalnego ψ , wyznaczających orientację układu laboratoryjnego” – za pomocą 2 kątów nie można jednoznacznie określić orientacji układu, trzeba dodać, że oś L_2 leży na powierzchni próbki.
- 5) Strona 25., wiersz 17.: „W pracach Baczmanski 2005, Wroński 2007” za naprężenia II rzędu odpowiada składnik: $q^{phl} \overline{\langle \sigma_{33} \rangle_{\{hkl\}}^{II(gic)} \rangle_{\{hkl\}}^{phl}}$, a nie jak napisano $F_y^{II}(\psi, \phi, hkl) \sigma_y^{II}(\psi, \phi, hkl)$.
- 6) Strona 21., wiersz 13.: niespełniających – piszemy razem.
- 7) Strona 22., pod wzorem 1.18: „Zerowanie się elementu σ_{33} poszukiwanego tensora σ wynika wprost z liniowej lub eliptycznej postaci relacji $d_{hkl}=d_{hkl}(\sin 2\psi)$ i jest zjawiskiem częstym.” – zerowanie się naprężenia σ_{33} nie wynika z liniowej lub eliptycznej postaci przetoczonej relacji, ale jest faktem fizycznym wynikającym z relaksacji sił prostopadłych do próbki. Ponadto niezerowe wartości σ_{33} nie wpływają na oscylacje wykresu $d_{hkl}=d_{hkl}(\sin 2\psi)$, jak stwierdzono w 4. wierszu od dołu.
- 8) Na stronie 23. brak tytułu 2. rozdziału. Od razu jest tytuł podrozdziału 2.1.
- 9) Strona 23., wiersz 10., poniżej wzoru 2.1. Objasnienia do wzoru są ogólnikowe i nie pokazują w sposób ścisły, co oznaczają poszczególne symbole. Komentarz: stałe F_{ij} nie są składowymi tensora, gdyż łączą wielkości zdefiniowane w dwóch różnych układach i nie podlegają transformacjom, takim jak tensory.
- 10) Strona 30., wiersz 7.: „Wadą tego podejścia (mowa jest o metodzie wielorefleksowej LIBAD, zwanej też MGIXD) jest z kolei nikła ilość danych eksperymentalnych dostarczana przez próbki złożone z wysoko symetrycznych faz krystalicznych.” to prawda, ale za to w metodzie MGIXD można uzyskać duży zakres kąta ψ , w przeciwieństwie do prezentowanej przez autora metody opartej na jednym refleksie. Obie metody mają wady i zalety, co należało obiektywnie zaznaczyć.

Najważniejsze osiągnięcia pracy i wniosek końcowy:

Podsumowując, stwierdzam, że przedstawiona do recenzji praca zawiera bogaty materiał badawczy, weryfikujący oryginalną metodę wyznaczania naprężeń własnych zaproponowaną przez autora pracy. Poniżej wymieniam szczególnie ważne osiągnięcia autora.

- Opracowanie programu TARSiuS, opartego na metodzie swobodnej siatki wyboru punktów pomiarowych oraz umożliwiającego pomiary tomograficzne w głąb próbki. Ten program daje wiele możliwości i może być rozwijany. Sugeruję włączenie do obliczeń różnych modeli dyfrakcyjnych stałych sprężystości oraz umożliwienie analizy wyników otrzymanych dla wielu refleksów hkl.

- Zwrócenie uwagi na możliwość powstawania oscylacji na wykresie d_{hkl} vs. $\sin^2\psi$ wskutek gradientu naprężeń w głąb próbki, sprzężonego z niejednorodnością próbki. Taki szczególny

przypadek nie był dotychczas dyskutowany w literaturze. Autor pokazał ten przypadek na próbce rzeczywistej i znalazł jego praktyczne rozwiązanie poprzez ograniczenie głębokości pomiarowej (zastosowanie metody tomograficznej).

- Próbę rozwiązania problemu zależności naprężeń od orientacji krystalitów w próbce steksturowanej. Choć pokazany przykład interpretacyjnie nie jest ścisły, jest on oryginalnym pomysłem w jaki sposób można dążyć do rozwiązania, tj. poprzez selekcję wyników pomiaru przy założonym kryterium podziału.

Podkreślić należy, że dość obszerne uwagi do pracy przedstawione w recenzji nie umniejszają w żadnym stopniu powyższych osiągnięć i mają służyć one uściśleniu pewnych interpretacji oraz rozwinięciu proponowanej metodologii. Praca dotyczy bardzo subtelnych i szczegółowych problemów dotyczących interpretacji wyników, jakby się wydawało standardowej metody. Ten fakt oraz zestaw trafnie cytowanych publikacji świadczy o tym, że doktorant dobrze zrozumiał tajniki stosowanej metody doświadczalnej i w większości przypadków krytycznie podchodzi do uzyskanych wyników.

Podsumowanie

Stwierdzam, że praca doktorska pana Bogusza Kani spełnia wszystkie kryteria dotyczące rozpraw doktorskich zgodnie z brzmieniem obowiązującej Ustawy o Stopniach i Tytułach Naukowych.

W związku z powyższym wnoszę o przyjęcie pracy doktorskiej pana Bogusza Kani i dopuszczenie jej do publicznej obrony.

A. Baczyński