

Recenzja

rozprawy doktorskiej mgr inż. Sandry Musiał o następującym temacie:
„Analiza procesu przemiany energii podczas deformacji plastycznej materiałów polikrystalicznych”, wykonana na zlecenie Rady Naukowej Instytutu Podstawowych Problemów Techniki w Warszawie z dnia 29 czerwca 2023 r

Uwagi ogólne:

W rozprawie opracowano eksperymentalną metodykę wyznaczania powierzchniowych rozkładów składników bilansu energii, tj. pracy odkształcenia plastycznego oraz energii dyssypowanej w postaci ciepła w całym zakresie sprężysto-plastycznej deformacji, wykorzystując eksperymentalnie wyznaczone pola przemieszczenia i temperatury na powierzchni próbki (za pomocą metod korelacji obrazów cyfrowych (Digital Image Correlation DIC) i termografii podczerwieni (Infrared Thermography IRT)) oraz elementy teorii przepływu ciepła i teorii plastyczności.

Rozprawa ma przede wszystkim charakter doświadczalny, ale zawiera także obliczeniowe aspekty dotyczące zarówno wyznaczania rozkładu naprężeń jak i rozkładu źródeł ciepła. Doktoranta zastosowała również technikę dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych w dwóch wymiarach (2D EBSD) do interpretacji mikrostruktury badanego materiału w procesie odkształcenia.

Odniesienie wyników analiz lokalnych zmian orientacji mierzonych techniką EBSD do zjawisk termicznych jest trudne, gdyż technika EBSD daje obraz pochodzący wyłącznie z powierzchni materiału (z warstwy przypowierzchniowej rzędu max. do 20 nm), a zjawiska termiczne (w tym magazynowanie energii w strukturze) to zjawisko ewidentnie zachodzące w objętości materiału (grubość próbki 1 mm) w bardzo wielu ziarnach na przekroju próbki. A zatem technika 3D EBSD byłaby tu o wiele bardziej adekwatna, gdyż wyniki uzyskane techniką 2D EBSD nie do końca odpowiadają rzeczywistości.

Doktorantka twierdzi, iż eksperyment był wykonywany przy różnych prędkościach odkształcenia. A zatem eksperyment przebiega w różnym czasie i to jest dość oczywiste, że rozciąganie próbek z różnymi prędkościami będzie powodować, iż na ich temperaturę (pole temperatury) będą miały wpływ różne procesy. Wydaje się oczywistym, że przy różnych prędkościach odkształcenia różnie będzie przebiegać, np. konwekcja promieniowania. Czy uwzględniono i jak rozwiązano ten problem?

Na stronie 17 pojawia się Rysunek 1.1. Jest on zupełnie nieopisany, zwłaszcza w kontekście zdania mówiącego co następuje: **„aby zachować geometryczną ciągłość materiału naprężenia wewnętrzne dalekiego zasięgu są akomodowane przez powstające dyslokacje geometrycznie niezbędne (GNDs)”**. Aż się prosi o szczegółowy opis tego mechanizmu zwłaszcza w kontekście rysunku 1.1.

Autorka stwierdza słusznie, że pomiary tekstur metodą dyfrakcji rentgenowskiej i neutronowej przynoszą wyniki statystyczne. Określa, że te metody mają niewielką rozdzielczość przestrzenną. Co oznacza ta przestrzenna rozdzielczość? Czy to minimalny rozmiar obszaru, z którego uzyskuje się wyniki pomiarów dyfrakcyjnych? Jeżeli tak, to rzeczywiście przestrzenna rozdzielczość tak rozumiana jest niewielka.

Autorka stwierdza, i słusznie, że tylko metody EBSD są odpowiednie do analizy obrotów ziaren i lokalnych zmian orientacji. Technika EBSD faktycznie daje informacje o lokalnych orientacjach, jednak w standardowej wersji SEM są to informacje stricte powierzchniowe. Planowane odniesienie wyników pomiarów EBSD do zjawisk termicznych wymagałoby pomiarów EBSD realizowanych w przestrzeni trójwymiarowej (3D EBSD).

Jako cel pracy Doktorantka określiła **„przeprowadzenie eksperymentalnej analizy procesu przemiany energii podczas deformacji plastycznej.....oraz odniesienie uzyskanych wyników do rozwoju tekstury krystalograficznej”**, tymczasem w tezie pracy (strona 19) nie ma nic na temat tekstury.

Na stronie 29 Autorka stwierdza, że **„Wyznaczenie brakujących składowych.....wymaga wykonania serii przekrojów np. za pomocą techniki FIB i pomiarów EBSD na każdej nowej powierzchni”**, jednak ta procedura badawcza nie została w tej pracy w ogóle uwzględniona.

Na stronie 54 Doktorantka stwierdza co następuje: **„Pomimo tego, że w wyżarzanej strukturze ziarna są równoosiowe (rys. 4.1a), to widoczna jest niewielka tekstura**

krystalograficzna (rys. 4.1b) powstała podczas procesu walcowania". Powstaje pytanie, czy tekstura powstaje tylko w procesie walcowania? Czy materiał wyżarzony o strukturze równoosiowej nie może mieć własnej tekstury (np. tekstury rekrytalizacji)?

Na stronie 60 rozdział 4.3 Doktorantka pisze co następuje: „**w niniejszej pracy powierzchnie próbek elektropolerowano w elektrolicie odpowiednim do badanego materiału.**” Jaki to był elektrolit? Przedostatnia linijka: „**Dobrano takie wartości przemieszczenia...**” to znaczy jakie konkretnie??? Brak jest także informacji, jaki prąd stosowano w wiązce elektronowej w mikroskopie skaningowym.

Rozdziały 5.3.1 i 5.3.2 to wartościowe analizy zmian orientacji ziaren w procesie odkształcenia oparte jednak tylko na obserwacjach powierzchniowych, z których pochodzi sygnał powstający w czasie pomiarów – warstwa przypowierzchniowa. Czy takie obserwacje powierzchniowe można korelować (odnosić) do efektów termicznych pochodzących od procesów termicznych zachodzących w całej objętości materiału? A może przyjęto założenie, że lokalne zmiany orientacji krystalograficznych i rozwój tekstury obserwowany na powierzchni jest reprezentatywny dla całej objętości cienkiej próbki (1 mm)? To wymaga dodatkowych wyjaśnień czy informacja powierzchniowa reprezentuje całą objętość badanej stali 310S. Jeżeli Doktorantka przeprowadziła badania 2D EBSD z przekroju ND-RD blachy i nie stwierdziła istotnych różnic (tekstury/mikrostruktury) na takim przekroju, to takie badania można uznać za reprezentatywne.

Na stronie 75 na rysunku 5.12 zaprezentowane wykresy są nieczytelne. Może warto by je powiększyć, gdyż zawierają szereg dużo cennych informacji, zawartych nota bene, w części opisowej.

Na stronie 83 Doktorantka pisze : „**...dla jednej wartości odkształcenia.**” Jakiej?

Zamiast określenia „**Na początkowym etapie deformacji**” proponuję określenie: „**Na pierwszym etapie odkształcenia**”. Generalnie należałoby się na coś zdecydować: albo konsekwentnie używać określenia „deformacja” albo, co Recenzent preferuje, „**odkształcenie**”.

Na stronie 85 Doktorantka pisze: „**Te różnice wynikają między innymi z obecności różnych mechanizmów odkształcenia plastycznego w tych ziarnach**”. Pojawia się pytanie, gdzie jest analiza wpływu mechanizmu Twin versus Slip?

Na stronie 91 brak jest definicji parametru Texture Index (TI). Czy jest to parametr określający udział danej składowej tekstury w badanym materiale w odniesieniu materiału niestekstutowanego? Wartość tego parametru dla materiału niestekstutowanego wynosi 1,0. Im większy jest udział danej składowej w badanym materiale, tym wyższy jest ten wskaźnik. Doktorantka nie zdefiniowała jednak, dla jakiej składowej obliczała TI. W przedstawionej tabeli widać zbieżność zmian TI z ODFmax. Wyjaśnienia wymagałoby, czy TI i ODFmax w całym zakresie odkształcenia były liczone (TI) i odczytywane (ODFmax) dla tej samej orientacji.

Na stronie 92 Doktorantka pisze „...**bliźniaki deformacji, które zostały zniekształcone przez pasma ścinania**”. Co to znaczy? Również powoływanie się na pracę [99] jest nieuprawnione, bo dotyczy ona formowania się pasm ścinania w tytanie, który w odróżnieniu od stali 310S posiada wysoką energię błędu ułożenia (EBU).

Na stronie 94 Doktorantka stwierdza, co następuje: „**Pokazano, że czas trwania procesu wpływa znacząco na wymianę ciepła w drodze konwekcji**”. To chyba „oczywista oczywistość” bez żadnych badań!

W rozdziale „Oryginalne elementy rozprawy” w ostatnim podpunkcie Doktorantka stwierdza, że takim elementem jest: „**Analiza ewolucji orientacji krystalograficznej stali 310S podczas jednoosiowego rozciągania i odniesienie jej wyników do przemiany energii zmierzonej w skali makroskopowej**”

Faktycznie analiza ewolucji orientacji krystalograficznej została dość solidnie wykonana w pracochłonnym eksperymencie, jednak odniesienie jej wyników do przemiany energii zmierzonej w skali makroskopowej wydaje się bardzo słabe (nie pokazano jakiś istotnych korelacji) i wątpliwe ze względu na wyłącznie powierzchniową ocenę zmian orientacji wynikającą z ograniczeń metody 2D EBSD.

Również część opisowa dotycząca cyfrowej korelacji obrazu (DIC) została, oględnie rzecz ujmując, dość skromnie potraktowana. Doktorantka nie wspomniała o podstawowych pracach Korsunskiego, Bemporada, Sebastianiego, Withersa czy Winiarskiego, którzy stosowali z sukcesem tę technikę do obliczania naprężeń w materiałach polikrystalicznych. Poniżej przytaczam tylko kilka prac na temat DIC, które powinny zainteresować Doktorantkę w przyszłości:

1. Alexander M.Korsunsky, Marco Sebastiani, Edouardo Bemporad, „Residual stresses evaluation at the micrometer scale: Analysis of thin coatings by FIB milling and **digital image correlation**”, Surface & Coating Technology, 205 (2010) 2303
2. Keller, J., Gollhard, A., Vogel, D., Auerswald, E., Sabate, N., Auersperg, J., Michel, B., FibDAC - residual stress determination by combination of focused ion beam technique and **digital image correlation**, Materials Science Forum, 524-525, pp 121-126. 102, 2006
3. Winiarski, B., Withers, P.J., Micron-Scale Residual Stress Measurement by Micro-Hole Drilling and **Digital Image Correlation**, Experimental Mechanics, 52 (4), pp 417-428, 2012
4. Winiarski, B., Schajer, G. S., Withers, P. J., Surface decoration for improving the accuracy of displacement measurements by **digital image correlation**, Experimental Mechanics 52, pp 793-804, 2012
5. Bart Winiarski, Philip J. Withers, „Novel implementations of relaxation methods for measuring residual stresses at the micron scale, The Journal of Strain Analysis for Engineering Design 50(7) (2015) 412-425
6. Yoneyama, S., Basic principle of **digital image correlation** for in-plane displacement and strain measurement, Advanced Composite Materials, Volume25, Issue 2, 2016.

Recenzent, jako osoba mająca wieloletnie doświadczenie w zastosowaniu dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych (EBSD) do analizy mikrostrukturalnej materiałów polikrystalicznych zarówno w dwóch wymiarach jak i w przestrzeni trójwymiarowej, zwrócił szczególną uwagę na rozdział poświęcony ewaluacji mikrostruktury badanego materiału w procesie deformacji przy użyciu analizy EBSD. I tu niestety pojawił się szereg nieścisłości oraz błędów merytorycznych.

Na rysunku 5.25 na mapach orientacji brak jest układu odniesienia. Na figurach biegunowych nie pojawia się składowa sześcienna $\{100\}\langle 001\rangle$.

Na figurach biegunowych zaobserwowano transformację $2x \text{ Brass } \{110\}\langle 112\rangle \rightarrow 2x \{112\}\langle 110\rangle$. Jaka jest interpretacja tej transformacji? W oparciu o system poślizgu i/lub bliźniakowania? Jaki jest mechanizm tej transformacji?

Doktorantka miesza pojęcia „Goss” i Rotated Goss”. Trudno dostrzec składową Gossa $\{110\}\langle 001\rangle$. Co najwyżej można domniemywać o istnieniu składowej „Rotated Goss” $\{110\}\langle 011\rangle$ w granicy rozmycia obrazu tekstury

Doktoranta powinna się zdecydować, czy badany materiał ma niską czy średnią energię błędu ułożenia EBU! Bliźniakowanie odkształceniowe zależy przed wszystkim od EBU, w dalszej kolejności od temperatury odkształcenia i prędkości odkształcenia. Reszta jest mało istotna!

Doktoranta na stronie 90 pisze: „**Blizniakowanie powoduje powstanie nowych orientacji i może modyfikować teksturę**”. Jeżeli tworzą się bliźniaki, to ONE modyfikują strukturę, a nie „mogą”!!!

Gdzie jest przeprowadzona analiza „gęstości” bliźniakowania??? Brak ilościowego opisu granic bliźniaczych w materiale. Są odpowiednie oprogramowania, które precyzyjnie określają udział i długość granic bliźniaczych. Recenzent tych granic bliźniaczych na mapach IPF po prostu nie widzi. Jedynym rysunkiem, gdzie te granice mogą być widoczne to rysunek nr 57, ale nie ma w jego opisie szczegółowej analizy „gęstości” granic bliźniaczych i jak ta „gęstość” ulega zmianie wraz z odkształceniem próbki.

Problemy nomenklaturowe i formalne:

- Nie istnieje coś takiego jak „**granica wąskokątowa**”, „**wąskokątowa granica nachylenia**” (str. 15) albo „**wąski błąd ułożenia**” (str. 16). Zgodnie z nomenklaturą ustaloną przez prof. Macieja Grabskiego, mamy do czynienia z granicami małego kąta (LAGBs) i granicami dużego kąta (HAGBs).
- Podobnie sprawa ma się z dezorientacją. Używane w pracy określenie „misorientacja” jest pewnego rodzaju neologizmem, zapożyczonym bezpośrednio z języka angielskiego. Proponuję używać określenia „**dezorientacja**” – czyli różnica orientacji o najmniejszym kącie obrotu a zamiast „misorientacja” – **różnica orientacji** (nomenklatura zaproponowana wiele lat temu przez prof. Jana Pospiecha i prof. Krzysztofa Sztwiertnię).
- „Multikryształ aluminium” – proponuję zamiast tego: „polikrystaliczne aluminium” (str. 15) tym bardziej, że w tytule pracy mowa o materiałach **polikrystalicznych**.
- Doktorantka wielokrotnie operuje określeniem „**szumy**” (np. str. 11, str. 14), nie precyzując, o jakie konkretnie „**szumy**” jej chodzi.
- „Notacja Bungego” a nie „notacja Bunge’a” (str. 27, str. 62).
- Str. 39 brak opisu, co prezentuje „ n_{ks} ”.
- Rys. 3.2 – zdecydowanie czytelniejszy byłby ten rysunek, gdyby krzywe reprezentowały kwadraty, trójkąty, romby, kółka, krzyżyki itd. niż słabo widoczna paleta kolorów.
- Rys. 4.3 jest praktycznie nieczytelny.
- Rys. 5.2 W opisie rysunku – „prawy dolny róg” – może po prostu ponumerować te rysunki? Będzie zgrabniej i czytelniej....

- Str. 57: Doktorantka przedstawia równanie na wyznaczenie NETD – czy to jest jej autorska propozycja, czy ten wzór został zaczerpnięty z literatury? Na tej samej stronie rys. 4.4 dotyczy jakiej temperatury? Temperatury otoczenia?
- Str. 78 linia 18. $\varepsilon' = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ powinno być: $\varepsilon' = 10^{-0} \text{ s}^{-1}$,
- Str. 91. Zamiast „lamelowa” proponuje określenie „warstwowa”.
- Recenzent sugeruje stosowanie określenia „**Bliźniaki odkształcenia**” zamiast „**Bliźniaki deformacji**”.

Ten szereg powyższych uwag nie umniejsza jednak wartości rozprawy jako całości, a Recenzent, jako wieloletni członek Komisji ds. Przewodów Doktorskich w Instytucie Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN, pragnie zwrócić jedynie uwagę Doktorantce na pewne niedociągnięcia merytoryczne jak i liczne nomenklaturowe, tak aby unikała ich w przyszłości przy opracowywaniu kolejnych publikacji naukowych.

Recenzent stwierdza, iż nakład pracy wykonanej przez Doktorantkę jest imponujący, ale niestety nie wszystkie założenia, które przyświecały tej pracy były sformułowane poprawnie i nie wszystkie plany badawcze udało się zrealizować. Pewnie teraz już Doktorantka sama wie, gdzie są słabości tej rozprawy, ale to też jest jeden z elementów pracy naukowej – jak kończymy daną pracę, to dopiero wtedy wiemy, co można byłoby w niej poprawić i zrealizować lepiej!

Niniejszym stwierdzam, że przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska mgr inż. Sandry Musiał pt. „Analiza procesu przemiany energii podczas deformacji plastycznej materiałów polikrystalicznych” prezentuje ogólną wiedzę teoretyczną kandydata w dyscyplinie inżynieria materiałowa oraz umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej, a przedmiot rozprawy doktorskiej stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego. Tym samym rozprawa spełnia wymagania wynikające z art. 187 ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. – Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (tj. Dz.U. 2022 poz. 574).

Pomimo pewnych niedociągnięć, zwłaszcza w dziedzinie mikroskopii orientacji, wnoszę o przyjęcie przedłożonej pracy doktorskiej i dopuszczenie mgr inż. Sandry Musiał do dalszych etapów postępowania o nadanie stopnia doktora w dyscyplinie inżynieria materiałowa.

