

Warszawa, 08 kwietnia 2015r.

Dr hab. inż. Wiesław Świątnicki, prof. PW  
Wydział Inżynierii Materiałowej  
Politechnika Warszawska  
ul. Wołoska 141,  
02-507 Warszawa

## **RECENZJA**

rozprawy doktorskiej mgr inż. Jagody Poplewskiej  
pt. „Rola granic małego kąta w przemianach mikrostruktury i tekstury  
podczas wyżarzania silnie odkształconych stopów aluminium”

### **Ocena wyboru tematyki rozprawy.**

Rozwój technologii obróbki plastycznej stopów metali koncentruje się nie tylko na osiągnięciu założonego kształtu i dokładności wymiarowych wytwarzanych elementów, ale również na uzyskaniu określonych właściwości wyrobu finalnego. Kluczowym warunkiem dla otrzymania optymalnych właściwości półwyrobów i wyrobów finalnych jest kontrola ewolucji mikrostruktury i tekstury materiału w procesach obróbki plastycznej i cieplnej. Świadome kształtowanie mikrostruktury i właściwości wyrobu w trakcie obróbki plastycznej i cieplnej wymaga poznania mechanizmu przekształcania tekstury stopu po odkształceniu plastycznym w teksturę po wyżarzaniu.

Od ponad 50 lat problem ten jest przedmiotem intensywnych badań eksperymentalnych, prac koncepcyjnych, a w ostatnich latach również modelowania i symulacji komputerowych. Znaczący wkład w rozwiązanie tego problemu wniosły prace badawcze prowadzone w ośrodkach krajowych, głównie w Krakowie, m. in. w IMIM PAN przez profesorów H. Paula, Z. Jasińskiego i współpracowników a także in. na AGH. Mimo niewątpliwych osiągnięć w opisie transformacji tekstur odkształcenia w tekstury rekrytalizacji nie został, jak dotąd, w pełni wyjaśniony mikrostrukturalny mechanizm formowania się ziaren o określonej orientacji w procesie rekrytalizacji odkształconego stopu. To sprawia, że problem tworzenia tekstur rekrytalizacji ciągle jest przedmiotem prac badawczych ośrodków naukowych na świecie. Nowym aspektem w tej problematyce jest rozwój metod dużego odkształcenia

plastycznego (*severe plastic deformation*), które stwarzają interesujące perspektywy wytwarzania w stopach metali struktur o nanokrystalicznej lub sub-mikronowej wielkości ziaren, a w konsekwencji o wysokich parametrach wytrzymałościowych.

W ten nurt badań wpisuje się rozprawa doktorska mgr inż. Jagody Poplewskiej, zrealizowana pod kierunkiem Pana Profesora Henryka Paula. W przedstawionej do oceny rozprawie Doktorantka podjęła ambitną próbę wyjaśnienia mechanizmu tworzenia tekstur rekrytalizacji w stopach aluminium o różnym udziale i rozkładzie przestrzennym cząstek drugiej fazy, poddanych dużemu odkształceniu plastycznemu na drodze przeciskania przez kanał kątowy (tzw. ECAP - *Equal Channel Angular Pressing Die*).

Biorąc pod uwagę aktualność i znaczenie naukowe postawionego przez Doktorantkę problemu, należy uznać wybór tematu rozprawy za trafny i uzasadniony.

Praca była zrealizowana w ramach projektu: „Interdyscyplinarne studia doktoranckie z zakresu inżynierii materiałowej z wykładowym językiem angielskim” i została napisana w języku angielskim.

### **Struktura pracy i ocena strony formalnej rozprawy**

Struktura pracy jest typowa dla rozprawy doktorskiej. Na początku pracy znajduje się streszczenie języku polskim oraz lista stosowanych skrótów. W krótkim wstępie opisana jest geneza, przedmiot badań i ich uzasadnienie (rozdz. 1: *Introduction*).

W rozdziale 2 liczącym 13 stron, Autorka przedstawiła stan zagadnienia (*State of the art*). Wydaje się np. że rozdział poświęcony analizie stanu zagadnienia jest zredagowany zbyt syntetycznie biorąc istnienie olbrzymiej literatury w tematyce rozprawy.

W rozdziale 3 Doktorantka przedstawiła cel i tezę pracy (*Motivation*).

Część eksperymentalna licząca 48 stron zawiera opis badanych stopów i zastosowanych metod badawczych (rozdz. 4 - *Materials and methods*) oraz wyniki badań (rozdz. 5). Techniki i procedury eksperymentalne oraz wyniki badań są opisane szczegółowo i wyczerpująco.

W rozdz. 6 przedstawiona została dyskusja problemów analizowanych w pracy na podstawie wyników przeprowadzonych badań własnych oraz danych literaturowych. Rozdział 7 zawiera podsumowanie wyników i wnioski.

Pracę kończy spis literatury liczący 112 odnośników. Dobór publikacji jest trafny i uzasadniony tematyką rozprawy. Autorka odwołuje się zarówno do najnowszych artykułów dotyczących tematyki rozprawy (16 pozycji opublikowanych w ciągu ostatnich 5 lat), jak też prac bardzo wczesnych, lecz fundamentalnych dla tego zagadnienia (np. prace: Burgera i Louwera z 1931r, Cahn'a z 1949 i 1950r., czy Becka i wsp. z 1949, 1950, 1953, 1958, i 1961r., Smith'a z 1947/8 i 1948, Li z 1962 oraz Hu i wsp. z 1962 i 1963r). Sięganie do wczesnych prac jest godne podkreślenia w dobie, gdy przy wyszukiwaniu literatury przez internet często ograniczamy się do kilku ostatnich lat.

Ogólna struktura pracy jest logiczna i przejrzysta. Recenzent ma jednak pewne zastrzeżenia odnośnie konstrukcji i zawartości niektórych rozdziałów pracy.

I tak, już we wstępie (*Introduction*) Autorka przedstawiła cel pracy (str. 9), który jest jednak zdefiniowany nieco odmiennie, niż cel przedstawiony na str 24, w rozdziale 4 (*Motivation*).

W opisie stanu zagadnienia (rozd. 2) już po drugim zdaniu pierwszego akapitu, cyt.: "Most of the earlier works pay a lot of attention to the role of high-angle boundaries (HAGB) and the conditions of their migration, e.g. [25-27] Autorka stanowczo stwierdziła, cyt: „Nevertheless, based on such an approach, it is impossible to provide a comprehensive answer to the question of the mechanisms controlling the formation of a new grain inside the deformed structure and, in particular, its different orientation with respect to the deformed volume from which it grows. In the author view, this results from neglecting the role of low-angle boundaries (LAGBs).” Według Recenzenta tak poważne stwierdzenie powinno pojawić się dopiero po analizie literatury dotyczącej omawianego zagadnienia, która zawarta jest w dalszej części tego rozdziału.

Ponadto w tym samym rozdziale na str. 12, czyli w analizie stanu zagadnienia, Autorka najała, co jest przedmiotem recenzowanej rozprawy doktorskiej. Opis taki powinien w zasadzie znaleźć się we wstępie (*Introduction*).

Również na początku części opisującej wyniki badań, w pkt. 5.1, Doktorantka stwierdziła, cyt.: „The deformation microstructure determines to a large extent the subsequent recrystallization behaviour” nie przytaczając żadnego powołania literaturowego. Podobnie, na początku akapitu pt.: *Yield stress* (str. 41) znajduje się stwierdzenie: „The number of ECAP passes influences mechanical properties of the AA1050 alloy”. Wydaje się, że stwierdzenia takie są raczej wnioskami z przeprowadzonych badań własnych, ale w takim przypadku powinny się znaleźć dopiero po przedstawieniu tych badań.

## Ocena merytoryczna pracy

Opis stanu zagadnienia (rozdział 2) stanowi wprowadzenie w tematykę rozprawy i obejmuje podstawy dotyczące zdrowienia mikrostruktury dyslokacyjnej, tworzenia i wzrostu zarodków rekrytalizacji z określeniem roli cząstek drugiej fazy oraz roli granic ziaren w procesie rekrytalizacji, przy uwzględnieniu aspektów krystalograficznych. Trzeba podkreślić, że opis stanu zagadnienia jest spójny z częścią obejmującą badania własne Doktorantki opisane w rozdziale 4. Pewne zdziwienie wzbudziło stwierdzenie Autorki na stronie 23 tego rozdziału, cyt.: “There is a lack of studies concerning the orientation relationship between as-deformed and recrystallized phases”. Istnieją przecież publikacje opisujące relacje orientacji pomiędzy stanem zdeformowanym i zrekrystalizowanym, np. artykuł H. W. F. Hellera, C. A. Verbraaks and B. H. Kolster, pt.: “Recrystallization at grain boundaries in deformed copper bicrystals” opublikowany w *Acta Metallurgica*, 32 (1984) 1391-1406, nie wspominając już opublikowanych pracach Promotora rozprawy.

Na podstawie analizy stanu zagadnienia Doktorantka postawiła tezę, iż kluczową rolę w przemianach mikrostruktury i tekstury metali o strukturze RSC po dużym odkształceniu plastycznym odgrywają granice małego kąta.

Tak sformułowana teza jest bardzo ogólna, ale z kontekstu i treści rozprawy można wnosić, że rola granic małego kąta jest kluczowa w początkowych stadiach procesu rekrytalizacji zachodzącego w silnie odkształconych stopach aluminium w podwyższonej temperaturze.

Głównym celem rozprawy doktorskiej było zidentyfikowanie i opis zależności pomiędzy stanem odkształconym i wczesnymi stadiami rekrytalizacji w trzech stopach aluminium o różnym rodzaju, gęstości i rozkładzie cząstek drugiej fazy. Wybrane stopy poddane zostały dużemu odkształceniu plastycznemu na drodze przeciskania przez kanał kątowy (tzw. ECAP - *Equal Channel Angular Pressing Die*), wskutek czego wytworzona została lamelarna mikrostruktura o dużej gęstości granic dużego kąta i granic małego kąta oraz o submikronowej wielkości ziaren.

Dla udowodnienia tezy pracy i osiągnięcia postawionego celu Doktorantka skonstruowała spójny i konsekwentny program badań, który obejmował:

- charakterystykę mikrostruktury i tekstury trzech różnych stopów aluminium po odkształceniu na drodze przeciskania próbek przez kanał kątowy oraz po wyżarzaniu w różnej temperaturze;

- określenie wpływu, jaki na mikrostrukturę stanu odkształconego i na jej ewolucję podczas wyżarzania mają cząstki drugiej fazy;
- określenie relacji pomiędzy mikrostrukturą i teksturą stanu odkształconego i stanu zrekrytalizowanego,

Szczegółowej analizie poddana zostały zmiany tekstury i mikrotekstury podczas rekrytalizacji oraz zachodzące w podwyższonej temperaturze transformacja mikrostruktury o morfologii lamelarniej w globularną i proces rozrostu ziaren.

Źródłem podstawowych wyników eksperymentalnych w pracy były pomiary dyfrakcji wstecznie rozproszonych elektronów (EBSD) o dużej rozdzielczości w skaningowym mikroskopie elektronowym (SEM). Zastosowanie tej techniki pozwoliło na otrzymanie obrazów o dużej rozdzielczością mikrotekstury stopów aluminium o ultradrobnoziarnistej strukturze.

Ponadto przeprowadzono szereg dodatkowych badań, które miały na celu:

- określenie tekstury krystalicznej metodą rentgenowską (makrotekstury),
- identyfikację cząstek drugiej fazy za pomocą mikroanalizy rentgenowskiej,
- charakterystykę mikrostruktury za pomocą transmisyjnej mikroskopii elektronowej (TEM),
- określenie zmian mikrotwardości w funkcji temperatury wyżarzania po odkształceniu

Zastosowane techniki badawcze były właściwie dobrane do realizacji celu pracy.

W rozdziale 4 Autorka przedstawiła i szczegółowo przeanalizowała wyniki badań stanu wyjściowego i stanu odkształconego. Badania obejmowały charakterystykę tekstury wyjściowej oraz zmian i mikrostruktury w funkcji liczby procesów przeciskania przez kanał kątowy. Na podstawie uzyskanych wyników Doktorantka ustaliła, że optymalne jest zastosowanie 6 procesów. Następnie dokonała szczegółowej charakterystyki tekstury, mikrotwardości i mikrostruktury tak odkształconych stopów. W kolejnym etapie Doktorantka przeprowadziła badania zmian, jakie zachodzą w teksturze i w mikrostrukturze odkształconych stopów w funkcji temperatury wyżarzania, a w przypadku stopu AA1050 również w funkcji czasu wyżarzania. Określiła zmiany udziału objętościowego składowych tekstury w stopie AA1050 oraz stopie Al.-0.25Zr. Na podstawie pomiarów mikrotwardości zbadała również zjawisko mięknięcia stopów oraz określiła zmiany stopnia rekrytalizacji ze wzrostem temperatury

wyżarzania. Szczególną uwagę poświęciła ewolucji wielkości ziaren i subziaren (komórek) oraz zmianom liczby granic i kątów dezorientacji w funkcji parametrów wyżarzania, co jest przedmiotem podrozdziału 5.3.2.1.

Analiza wyników badań jest przeprowadzona bardzo rzetelnie i konsekwentnie, jednak nasuwają się pewne uwagi.

W podrozdziale tym 5.3.2.1. Autorka wprowadziła parametr „quantity of the GBs” (ilość granic ziaren), jednak nie zdefiniowała tego parametru. Warto jest jednak wiedzieć, jak jest zdefiniowany w rozprawie, gdyż w literaturze dotyczącej granic ziaren parametr ten może mieć różne definicje, jak np. w pracy D. Wolfa pt.: „Materials Interfaces: Atomic-level Structure and Properties”.

Autorka wyznaczyła również w tej części względne zmiany udziału granic małego kąta (LAGBs) w stosunku do zmian udziału granic dużego kąta (HAGBs). Wydaje się, że istotne byłoby porównanie zmian powierzchni względnej czyli gęstości obu typów granic.

Na podstawie uzyskanych wyników Doktorantka przeprowadziła dyskusję trzech zasadniczych problemów.

Pierwszy przeanalizowany problem dotyczył mechanizmu rozrostu ziaren w silnie odkształconych stopach aluminium poddanych wyżarzaniu. W oparciu o uzyskane wyniki scharakteryzowana została ewolucja wielkości ziaren poszczególnych stopów w funkcji temperatury. W oparciu o wyniki własne i w powiązaniu z danymi literaturowymi Doktorantka w umiejętny sposób określiła dominujący mechanizm rozrostu zachodzący w każdym badanym stopie aluminium. Wykazała, że działający mechanizm rozrostu jest silnie związany z zawartością i rozkładem przestrzennym cząstek drugiej fazy.

Drugi problem dotyczył zjawiska transformacji mikrostruktury z morfologii lamelarniej do globularnej. Doktorantka wyjaśniła to zjawisko poprzez rozwinięcie modelu zaproponowanego przez Paula w publikacji z 2012r. Autorka wykazała, że podczas wyżarzania w temperaturze rekrytalizacji następuje zmniejszenie średniego kąta dezorientacji granic o dezorientacji mniejszej niż  $5.5^\circ$  i jednocześnie wzrost średniego kąta dezorientacji granic o dezorientacji większej niż  $5.5^\circ$  poprzez akumulację dyslokacji w granicach. Pierwsze zjawisko prowadzi do zaniku granicy małego kąta i koalescencji sąsiadujących subziarn (komórek), natomiast drugie prowadzi do przekształcenia granic o małym kącie dezorientacji w granice dużego kąta o

dużej mobilności. Rezultatem obu procesów jest zjawisko sferoidyzacji i rozrostu ziaren, któremu towarzyszy ciągła zmiana lokalnych orientacji, a w konsekwencji zmiana tekstury krystalicznej.

Ostatnim przedyskutowanym zagadnieniem w pracy była relacja orientacji pomiędzy stanem zdeformowanym i zrekrystalizowanym. Uzyskane w tym zakresie wyniki badań własnych Autorka zinterpretowała w oparciu o mechanizmy dyslokacyjne opublikowane w literaturze. Autorka wykazała, że nowe orientacje ziaren jakie tworzą się trakcie rekrytalizacji stopów AA1050 oraz Al-0.25%Zr są rezultatem aktywowanego cieplnie ruchu grup dyslokacji o składowych krawędziowych i śrubowych, które prowadzą do obrotów wokół osi  $\langle 211 \rangle$ .

Uzyskane w pracy wyniki potwierdziły hipotezę Doktorantki, o kluczowej roli granic dyslokacyjnych małego kąta i znaczeniu dyslokacji obecnych w subziarnach (komórkach) w kształtowaniu tekstur rekrytalizacji w stopach aluminium.

### **Ocena strony edytorskiej rozprawy**

Praca została napisana w języku angielskim ze streszczeniem w języku polskim. Praca jest zredagowana starannie i na ogół poprawnym językiem, dzięki czemu czyta się ją płynnie.

Mimo to w pracy występują pewne nieścisłości i można mieć zastrzeżenia do pewnych zwrotów i wyrażen w języku angielskim, np.:

Autorka interpretując wyniki własnych eksperymentów lub wyznaczone na podstawie własnych pomiarów wykresy często używa wyrażenia: „*It is well documented, that...*”. Wyrażenia takiego nie stosuje się do rezultatów własnych pomiarów, chyba istnieje bardzo duża liczba różnych dowodów bądź duża liczba publikacji potwierdzających dany wynik.

Na str. 55 jest: “material preserves its hardness up to 150°C and at higher temperatures it starts losing its mechanical properties”, to żargon.

Również w streszczeniu w języku polskim można zauważyć pewne błędy stylistyczne, np.:

„...pozostaje silnie nierozpoznanym zagadnieniem.” (str. 3)

Na str. 3 jest: zmiany „w ilości granic...”, powinno być raczej zmiany „w gęstości granic...”

Na str. 3 i 4 jest: „...strukturą wydzieleni fazowych”, wystarczyłoby napisać „...strukturą wydzieleni.”

na str. 4 jest: „...wpływu początkowej mikrostruktury stopu (w szczególności „struktury” wydzieleni fazowych) na zarodkowanie w procesie rekrytalizacji”, zarodkowanie czego?

i dalej: „...rozdrobnienie struktury stopów zawierających drobne cząstki drugiej fazy wykazują zdecydowanie większy opór przed rozrostem ziarna...”, większy opór od czego?

Tabele, wykresy i ilustracje są opisane prawidłowo i konsekwentnie, chociaż podpisy w języku angielskim zwykle się kończą kropką. Format obrazów mikrostruktur jest zdaniem Recenzenta zbyt mały, przez co nie zawsze czytelny, co dotyczy w szczególności Figures 5.15, 5.16, 5.17 i 5.18. Dlatego też, trudno jest dostrzec zmiany na obrazach mikrostruktur, jakie wymieniła Autorka analizując te obrazy: “At 250°C, the formation of new grains, in areas close to and far from the large SPP, is clearly visible. The recrystallized grains replace elongated cells and a clear tendency to microstructure coarsening is also visible”.

Występuje też pewna niespójność w prezentacji wyników na wykresach. Dla zobrazowania zmian w wartościach parametrów mikrostrukturalnych w funkcji temperatury lub czasu wyżarzania Autorka wprowadziła na niektórych wykresach uśrednione linie (np. 5.19b, 5.20b, 5.21b, 5.22b, 5.29, 5.30, 5.31), jednak w większości przypadków i tak analizowała różnice między poszczególnymi punktami na wykresach.

Doktorantka nie ustrzegła się drobnych braków, błędów, lub nieściśłych sformułowań:

Na str. 10 jest “as initially proposed by Li [28]”, powinno być [29]

Na str. 17 do stwierdzenia, cyt.: “It was often observed that the coalescence of subgrains on one side of a HAGB yielded a subgrain large enough to grow rapidly into the adjacent grain”, brak powołania literaturowego

Jest: “optical microscopy”, powinno być: light microscopy

Na str. 48 jest: “...HAGBs spacing along the ND is thicker than along the TD”, powinno być: “...HAGBs spacing along the ND is thinner than along the TD”

Na str. 82 jest: “(141)[-1-2]”, powinno być: (141)[-21-2]



## **Podsumowanie i wnioski końcowe**

Reasumując pragnę stwierdzić, że pani Jagoda Poplewska osiągnęła założony cel pracy realizując z powodzeniem zaplanowany program prac eksperymentalnych. Należy tu zaznaczyć, że określony w pracy cel był trudny i ambitny. Na uwagę zasługuje w szczególności wysoka jakość przeprowadzonych przez Doktorantkę badań metodą EBSD, które pozwoliły precyzyjnie opisać ewolucję tekstury i mikrostruktury w trzech stopach aluminium, w szczególności scharakteryzować początkowe stadia rekrytalizacji tych stopów.

Przedstawiona do recenzji rozprawa ma wysoki poziom merytoryczny. Doktorantka wykazała się wiedzą teoretyczną, znajomością obsługi nowoczesnych technik i aparatury badawczej oraz umiejętnością trafnej interpretacji uzyskanych wyników. Staranność i poziom przeprowadzonych badań oraz umiejętność formułowania wniosków potwierdzają, że Doktorantka potrafi samodzielnie zaplanować, przeprowadzić i zinterpretować wyniki pracy badawczej. Dowodem oryginalności rozprawy jest zaproponowanie nowych mechanizmów mikrostrukturalnych tłumaczących tworzenie nowych orientacji zarodków w początkowych stadiach rekrytalizacji.

Zamieszczone w recenzji uwagi krytyczne dotyczą głównie strony redakcyjnej pracy i nie umniejszają jej wartości merytorycznej.

Uważam, rozprawa doktorska mgr inż. Jagody Poplewskiej spełnia wszelkie wymagania przewidziane Ustawą o Tytule Naukowym i Stopniach Naukowych i wnioskuję do Rady Naukowej Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej Polskiej Akademii Nauk w Krakowie o dopuszczenie jej do dalszych etapów przewodu doktorskiego.