

**Recenzja rozprawy doktorskiej mgr inż. Jagody Poplewskiej  
pt. „Role of low-angle boundaries in microstructure and texture  
transformations during annealing of severely deformed aluminum alloys”**

Przedstawiona do recenzji praca dotyczy badania roli granic małego kąta w przemianach mikrostruktury i tekstury podczas wyżarzania silnie odkształconych plastycznie stopów aluminium. Rozważane są procesy aktywowane termicznie tj. zdrowienie oraz rekrytalizacja prowadzące do istotnych zmian zarówno mikrostruktury, jak i tekstury krystalograficznej materiałów polikrystalicznych. Podczas rekrytalizacji powstają nowe ziarna, których wzrost zależy od stanu materiału wyjściowego, głównie jego mikrostruktury oraz wydzielenia fazy wtórnej. Jednym z podstawowych problemów rozważanych w pracach dotyczących rekrytalizacji jest wpływ procesu zarodkowania oraz wzrostu ziarna na ewolucję mikrostruktury oraz tekstury krystalograficznej materiału poddanego wyżarzaniu. Modele tłumaczące różnice między orientacjami ziaren odkształconych plastycznie (pierwotnych) oraz ziaren zrekrystalizowanych oparte są na hipotezach zorientowanego zarodkowania (gdy główną rolę podczas rekrytalizacji odgrywa orientacja sieci zarodka) i zorientowanego wzrostu (gdy bardziej istotny jest proces wzrostu ziarna). Klasyczne teorie rekrytalizacji pozwalają również opisać mechanizm zarodkowania i początkowego wzrostu na podstawie zmiany orientacji sieci krystalicznej zrekrystalizowanego ziarna względem ziarna pierwotnego. Zaobserwowano, że w przypadku sieci RSC zarodki zdolne do dalszego wzrostu posiadają orientacje obrócone o kąt  $\alpha \approx 40^\circ$  wokół kierunku  $\langle 111 \rangle$  względem matrycy, co może być tłumaczone ruchem dwóch rodzin dyslokacji śrubowych o prostopadłych wektorach Burgersa lub migracją granicy pochłaniającej spiętrzone dyslokacje krawędziowe. Podkreślić należy jednak, że oprócz obrotu wokół kierunku  $\langle 111 \rangle$  obserwuje się również obroty wokół innych kierunków krystalograficznych, np.  $\langle 211 \rangle$  lub  $\langle 110 \rangle$ , a mechanizmy tych zmian orientacji wymagają wyjaśnienia.

Recenzowana praca dotyczy badania fizycznych przyczyn obserwowanej ewolucji mikrostruktury i tekstury w silnie odkształconych stopach aluminium poddanych

odkształceniu plastycznemu poprzez przeciskanie przez kanał kątowy (ECAP - equal channel angular pressing), a następnie wygrzewaniu. Celem pracy jest wykazanie, że granice małego kąta powstałe podczas deformacji materiału wpływają na proces zarodkowania i początkowy wzrost ziarna. Ponadto w pracy badany jest wpływ wydzielenia fazy wtórnej na przebieg procesów aktywowanych termicznie.

### **Omówienie pracy**

Praca pani Jagody Poplewskiej jest napisana w języku angielskim, zawiera 94 strony i składa się z siedmiu rozdziałów oraz spisu literatury, w którym zamieszczono 112 pozycji. Cel pracy został jasno sformułowany. Struktura monografii jest przejrzysta i zawiera najważniejsze informacje pozwalające zrozumieć i ocenić osiągnięte wyniki. Pod względem edytorskim i językowym praca jest napisana poprawnie i starannie.

W rozdziałach pierwszym („Introduction”) i drugim („State of the art.”) autorka w sposób wyczerpujący opisała procesy i zjawiska zachodzące podczas wyżarzania odkształconych plastycznie metali. Scharakteryzowane zostały procesy: zdrowienia („recovery”), rekrytalizacji („primary recrystallization”) i rozrostu ziaren („grains growth”). W paragrafie 2.6 nieco mylące jest użycie sformułowania „grain growth” do opisu wzrostu ziarna podczas rekrytalizacji pierwszego rzędu bez wyjaśnienia, którego procesu wzrost ziarna dotyczy (tj. rekrytalizacji pierwszego rzędu czy rekrytalizacji wtórnej). Nie byłoby wątpliwości, gdyby paragrafy 2.5 i 2.6 były włączone do paragrafu 2.4 opisującego rekrytalizację pierwotną. Ponadto, dla kompletności rozważań w rozdziale drugim mogłaby się znaleźć jeszcze krótka informacja o znanych modelach rekrytalizacji takich jak model Monte Carlo, model typu Vertex czy też model funkcji kompromisu.

Rozdział trzeci zawiera jasno sformułowany cel pracy oraz tezę, że podczas rekrytalizacji granice małego kąta grają kluczową rolę w transformacji mikrostruktury i tekstury silnie odkształconych metali o sieci RSC. Założono, że migracja granic małego kąta oraz dyslokacji zgromadzonych we wnętrzu komórek dyslokacyjnych do frontu rekrytalizacji powoduje zwiększenie mobilności granic.

W rozdziale czwartym scharakteryzowano trzy stopy aluminium badane w pracy oraz przedstawiono użyte metody doświadczalne. Wybrane materiały poddano odkształceniu plastycznemu (proces ECAP) uzyskując podziarna o wielkości poniżej 1  $\mu\text{m}$  i dużej gęstości granic małego i dużego kąta. Badania mikrostruktury (metody SEM/EBSD i TEM) wykazały,

że stopy te różnią się rodzajem i wielkością wydzieleni fazy wtórnej. Wykonano również pomiary tekstury krystalograficznej oraz mikrotwardości dla próbek odkształconych.

Rozdział piąty stanowi szczegółowy opis badań wykonanych dla odkształconych plastycznie stopów aluminium poddanych izotermicznemu wyżarzaniu w różnych temperaturach i w czasie 1 godziny (stop AA1050 poddano dodatkowo wygrzewaniu w różnych czasach i w stałej temperaturze równej 270°C). Wykonano kompleksowe pomiary pozwalające scharakteryzować i porównać ewolucję tekstury i mikrostruktury w badanych próbkach (SEM/EBSD, mikrotwardość, dyfrakcja rentgenowska). Wyniki doświadczalne poddano wstępnej obróbce, która wykazała istotne różnice w przebiegu procesów zachodzących w badanych materiałach. Ważne wyniki to między innymi: stwierdzenie różnicy w przebiegu procesów zachodzących w zależności od wielkości cząstek wydzieleni fazy wtórnej (na podstawie badania mikrostruktury), stwierdzenie dużych zmian tekstury w stopach AA1050 i Al-0.25Zr podczas rekrytalizacji, zbadanie ewolucji mikrotwardości potwierdzającej wartości temperatur rekrytalizacji, a także wskazującej na przedłużony proces zdrowienia dla materiału Al-0.25Zr. Pokazano również ewolucję wielkości ziaren i subziaren, ilości granic małego i dużego kąta oraz dezorientacji ziaren w funkcji temperatury. Można stwierdzić, że przedstawione wyniki, rzetelnie wykonanych pomiarów, stanowią bardzo dobrą bazę pozwalającą zweryfikować postawioną tezę badawczą, jak również mogą być wykorzystane w przyszłości do wielu innych analiz, niekoniecznie związanych z głównymi celami pracy. Jeśli chodzi o badanie transformacji tekstury, można by przeanalizować dogłębniej wyniki pomiarów EBSD, np. badając statystyki ściśle określonych orientacji i ich zmienność w funkcji temperatury. W pracy pokazano jedynie rentgenowskie figury biegunowe {111} i obliczone na ich podstawie udziały trzech orientacji dla stopów, w których zaszły duże zmiany tekstury tzn. stopów AA1050 i Al-0.25Zr. Pokazano, że zmiany orientacji ziaren następują w wyniku obrotów wokół osi  $\langle 110 \rangle$  i  $\langle 277 \rangle$ . Jeśli statystyka ziaren obserwowanych w pomiarze EBSD jest wystarczająca, można by przeanalizować również mniej preferowane transformacje tekstury (fizycznie uzasadnione obroty wokół innych kierunków  $\langle hkl \rangle$ ), jak również zbadać szczegółowiej zmiany tekstury w stopie AA3004.

Rozdział szósty i siódmy pracy to wyczerpująca dyskusja wyników oraz podsumowanie najważniejszych osiągnięć, które opisuję poniżej.

### Najważniejsze osiągnięcia pracy:

1) Najważniejszym osiągnięciem pracy jest wyjaśnienie procesu ewolucji tekstury krystalograficznej podczas rekrytalizacji silnie zdeformowanych metali o sieci RSC. Pokazano, że dominujący w stopach AA1050 i AA3004 obrót sieci wokół kierunku  $\langle 110 \rangle$  można otrzymać ze złożenia dwóch obrotów o taki sam kąt, wokół dwóch kierunków  $\langle 211 \rangle$ . Obroty te wynikają z aktywowanego termicznie przemieszczania grup dyslokacji krawędziowych na płaszczyźnie  $\{111\}$ . Zachodzące rzadziej obroty wokół kierunku  $\langle 277 \rangle$  rozłożone zostały na obroty o różnych amplitudach, również wokół osi  $\langle 211 \rangle$ . Ciekawe byłoby jakościowe wyjaśnienie dlaczego kąty składowych obrotów różnią się wartościami w przypadku osi obrotu  $\langle 277 \rangle$ , podczas gdy są sobie równe dla osi  $\langle 110 \rangle$ . Dlaczego nie są obserwowane obroty tylko wokół osi  $\langle 211 \rangle$  ?

2) W pracy zaproponowano mechanizm wyjaśniający proces przekształcenia struktury silnie spłaszczonych ziaren w ziarna równoosiowe występujące w początkowej fazie rekrytalizacji. W trakcie tego procesu zachodzi koalescencja podziaren oraz termicznie aktywowana migracja granic małego kąta, co prowadzi do obserwowanej doświadczalnie zmiany orientacji nowego ziarna względem matrycy.

3) Stwierdzono, że granice małego kąta i dyslokacje zgromadzone w odkształconych plastycznie ziarnach odgrywają istotną rolę w przekształceniu granic małego kąta o niskiej mobilności w granice dużego kąta o dużej mobilności. Wniosek ten poparty jest wynikiem analizy ewolucji średnich dezorientacji ziaren w funkcji temperatury. Zbadano, że w trakcie rekrytalizacji stopu AA1050 średnia dezorientacja w zakresie kątów  $2^\circ$ - $5.5^\circ$  maleje, podczas gdy średnia dezorientacja z zakresu  $5.5^\circ$ - $15^\circ$  rośnie (rys. 6.5). Podobną analizę należałoby również przeprowadzić dla stopów Al-0.25Zr i AA3004.

4) Ponadto w oparciu o obraz mikrostruktury, tekstury oraz zmian udziału granic ziaren opisano procesy aktywowane termicznie w trzech stopach poddanych silnej deformacji plastycznej:

- dla stopu AA1050 stwierdzono brak istotnego wpływu wydzielen i klasyczny przebieg procesów zdrowienia, rekrytalizacji i rozrostu ziaren prowadzący do dużej zmiany tekstury;

- dla stopu AA3004 proces rekrytalizacji występuje niejednorodnie, w zależności od odległości od dużych cząstek wydzielen fazy wtórnej, rekrytalizacja jest procesem ciągłym i prowadzi do anormalnego rozrostu ziaren o różnych wielkościach i słabej tekstury;

- dla stopu Al-0.25Zr wydzielenia fazy  $Al_3Zr$  w postaci nanocząstek zmniejszają mobilność granic i znacząco opóźniają proces rekrytalizacji, który jest poprzedzony

rozszerzonym zakresie zdrowienia (rekrytalizacja w temperaturze 350°C powoduje znaczną zmianę tekstury) .

### **Podsumowanie i wniosek końcowy**

Podsumowując, stwierdzam, że przedstawiona do recenzji praca zawiera bogaty materiał badawczy, poddany wyczerpującej dyskusji i pozwalający na pozytywną weryfikację postawionej tezy. Na podstawie otrzymanych wyników zidentyfikowano mechanizmy odpowiedzialne za uformowanie zarodka rekrytalizacji w silnie odkształconych plastycznie, płaskich ziarnach, co niewątpliwie poszerza stan dotychczasowej wiedzy dotyczącej procesu rekrytalizacji. Uwagi i pytania zawarte w recenzji nie umniejszają wartości pracy i są sugestiami dotyczącymi przyszłych badań.

Wysoko oceniam zarówno przedstawiony do recenzji manuskrypt, jak i widoczny wkład pracy doktorantki w przeprowadzone pomiary oraz ich interpretację. Stwierdzam, że praca doktorska pani mgr Jagody Poplewskiej 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 pani Poplewskiej i dopuszczenie jej do publicznej obrony.



Andrzej Baczański