

Prof. dr hab. inż. Jarosław Mizera
Wydział Inżynierii Materiałowej
Politechnika Warszawska

Warszawa, 12 września 2023 r.

OCENA ROZPRAWY DOKTORSKIEJ

mgr inż. Sebastian SUMARA

„Odwrotne bliźniakowanie odkształceniowe w materiałach metalicznych
średnio- oraz wysoko-entropowych”

Uwagi ogólne

Opiniowana praca powstała pod opieką dr hab. inż. Macieja Szczerby, profesora Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN w Krakowie. Wpisuje się ona doskonale w nurt prac badawczych prowadzonych przez Promotora. Dotyczy ona mechanizmów deformacji plastycznej materiałów metalicznych. Zagadnienie to niemal od zawsze jest przedmiotem licznych badań i nigdy nie straciło na aktualności. Tym bardziej, że podjęte w pracy wątki badawcze wnoszą w ten obszar nową wiedzę.

W materiałach polikryształach najczęściej występującym mechanizmem deformacji plastycznej jest poślizg dyslokacji. Jednakże w tych charakteryzujących się niską lub średnią energią błędu ułożenia można zaobserwować intensywny proces aktywacji innego istotnego mechanizmu deformacji plastycznej - bliźniakowania odkształceniowego. Stosunkowo niedawne odkrycia eksperymentalne udowodniły występowanie stowarzyszonych bliźniakowaniu mechanizmów, mianowicie odwrotnego oraz pseudo-odwrotnego bliźniakowania odkształceniowego, które mogą występować po procesie pierwotnego bliźniakowania odkształceniowego.

Niniejsza praca doktorska dotyczy analizy tych nowo odkrytych mechanizmów deformacji plastycznej tzn. odwrotnego oraz pseudo-odwrotnego bliźniakowania materiałów metalicznych o strukturze regularnie ściennie centrowanej należących do grupy tzw. materiałów odpowiednio średnio- oraz wysoko-entropowych (badano stopy o składzie CrCoNi oraz CrFeCoMnNi).

Uzyskane przez Doktoranta wyniki badań potwierdzają jednoznacznie możliwość aktywacji mechanizmu odwrotnego bliźniakowania w badanych materiałach. Jednocześnie, możliwym było określenie, zarówno dla stopu CrCoNi jak i CrFeCoMnNi, poziomu koniecznych naprężeń aktywacyjnych tego rodzaju mechanizmu w próbie jednoosiowego ściskania.

Recenzowana praca dotyczy, moim zdaniem, zagadnień o istotnej wartości poznawczej. Podjęto w niej wciąż aktualny wątek badawczy w inżynierii materiałowej – analizę mechanizmów deformacji plastycznej w nowoczesnych materiałach metalicznych.

Uwagi redakcyjne

Recenzowana praca ma klasyczny układ, jest kompletna i napisana w sposób komunikatywny. Autor wyodrębnił w niej kilka części. Na wstępie przedstawił aktualny stan wiedzy w obszarze badań podejmowanych w doktoracie ze szczególnym naciskiem na opis zjawiska odwrotnego/pseudo-odwrotnego bliźniakowania oraz stopów o wysokiej i średniej entropii. Następnie Doktorant przedstawiał tezę, cel i zakres pracy. Po opisie metodyki badań przedstawił wyniki i dyskusję otrzymanych wyników badań. Ostatni rozdział obejmuje podsumowanie uzyskanych wyników oraz opracowane wnioski.

Dysertację czyta się z dużym zainteresowaniem tym bardziej, że jest ona napisana bardzo dobrym językiem i praktycznie nie zawiera błędów redakcyjnych. Na uwagę zasługują, co prawda nieliczne ale trafnie dobrane powołania literaturowe.

Teza, cel i zakres pracy

Z przeprowadzonej przez Doktoranta krytycznej analizy aktualnego stanu wiedzy związanego z tematem pracy wynika, że w stopach średnio- i wysoko-entropowych podczas deformacji plastycznej w temperaturze ciekłego azotu dochodzi do istotnej aktywacji mechanizmu bliźniakowania odkształceniowego przy stosunkowo niskich prędkościach odkształcenia. Innym ważnym spostrzeżeniem jest to, że materiały metaliczne o strukturze RSC (taką strukturę posiadają stopy wybrane do badań) mogą ulec odkształceniu plastycznemu w wyniku działania mechanizmu odwrotnego bliźniakowania.

Zważywszy na te fakty Doktorant wyznaczył sobie za cel przedstawienie dowodów eksperymentalnych na występowanie mechanizmu odwrotnego bliźniakowania w stopach wysoko- i średnio-entropowych - odpowiednio CrFeCoMnNi oraz CrCoNi.

Na podstawie tak zdefiniowanego celu Autor rozprawy postawił następującą tezę badawczą:

„Zarówno stop wysoko-entropowy CrFeCoMnNi, jak i średnio-entropowy CrCoNi może ulec deformacji plastycznej w wyniku aktywacji mechanizmu odwrotnego bliźniakowania w temperaturze 77K”.

Koncepcja dowodzenia tej tezy przyjęta przez Doktoranta zakładała przeprowadzenie badań obejmujących wykonanie eksperymentów dotyczących analizy mikrostruktury i właściwości mechanicznych jednoosiowego rozciągania oraz ściskania w temperaturze 77K celem jednoznacznej identyfikacji formułujących się w trakcie prób rozciągania bliźniaków odkształcenia oraz ich potencjalnego zaniku podczas próby ściskania. Istota prób rozciągania polegała na przerywaniu ich na różnym etapie odkształcenia w celu przeprowadzenia badań mikrostrukturalnych metodą EBSD.

Autor pracy poprawnie dobierając techniki badawcze zrealizował ambitny program badań obejmujący wytworzenie dwóch wieloskładnikowych stopów oraz późniejszej obróbce cieplno-mechanicznej otrzymanych wsadów w celu wytworzenia materiału do zaplanowanych badań mechanicznych oraz obserwacji mikrostrukturalnych.

Uważam, że przeprowadzone przez Doktoranta badania dostarczyły spójnych informacji, które pozwoliły Mu na rzetelne zweryfikowanie postawionej tezy. Chciałbym podkreślić duże znaczenie poznawcze uzyskanych wyników badań.

W podsumowaniu stwierdzam, że cel i zakres badań opiniowanej pracy w pełni spełniają wymagania stawiane rozprawom doktorskim.

Ocena rozprawy doktorskiej

Niniejsza rozprawa ma charakter poznawczy. Dotychczasowa wiedza w zakresie mechanizmów odkształcenia plastycznego polikrystalicznych materiałów metalicznych CrCoNi oraz CrFeCoMnNi należących do grupy materiałów średnio- oraz wysoko-entropowych była ograniczona głównie do systemów poślizgowych oraz bliźniakowania w procesie deformacji plastycznej. Jednakże brak było do tej pory dowodów na występowania odwrotnego bliźniakowania, jak również potencjalnej roli jaką może ten proces odgrywać w zakresie procesów obróbki plastycznej, materiałów średnio i wysoko-entropowych.

W celu zrealizowania celu pracy Autor rozprawy zmierzył się z problemem zaplanowania badań, które polegałyby na przerywaniu odkształcania próbek na różnym etapie w celu przeprowadzenia badań mikrostrukturalnych metodą EBSD. Istotą opracowanego przez Autora dysertacji eksperymentu była konieczność wykonania badań z tego samego miejsca na powierzchni próbki, aby wykonać obserwacje zmian w ramach poszczególnych ziaren, a w szczególności dokonać identyfikacji pojawiających się bliźniaków odkształcenia odróżniając ich od bliźniaków rekrytalizacji. W ten sposób możliwe było po przeprowadzonej identyfikacji bliźniaków odkształcenia kontynuowanie procesu odkształcenia plastycznego w próbie jednoosiowego ściskania zmieniając drogę deformacji. W konsekwencji nastąpił wzrost czynnika orientacji dla systemu odwrotnego bliźniakowania i możliwość jego aktywacji, którego identyfikację Doktorant przeprowadził również w oparciu o pomiary EBSD.

Moim zdaniem bardzo ważne z punktu widzenia poznawczego jest wykazanie przez Autora dysertacji, że zarówno w przypadku stopu CrCoNi jak i stopu CrFeCoMnNi, istnieje możliwość aktywacji systemu odwrotnego bliźniakowania odkształceniowego. Naprężenie aktywacyjne tego mechanizmu zarówno dla stopu wysoko-entropowego CrFeCoMnNi, jak również dla stopu średnio-entropowego CrCoNi w przypadku przeprowadzonych prób jednoosiowego ściskania w temperaturze 77K było w zakresie 600 MPa – 650 MPa.

Niezwykle istotne są uzyskane przez Doktoranta wyniki badań, które pozwoliły stwierdzić, że naprężenie aktywacyjne bliźniakowania odkształcenia w próbie jednoosiowego rozciągania w temperaturze 77K jest wyższe dla stopu CrCoNi w stosunku do stopu CrFeCoMnNi i mieści się odpowiednio w zakresie od 1050MPa do 1130 MPa oraz od 970 MPa do 1030 MPa.

Uważam, że rozprawa doktorska mgr inż. Sebastiana Sumary stanowi oryginalne rozwiązanie problemu badawczego o charakterze poznawczym. Recenzowana dysertacja jest bardzo dobrze osadzona w dyscyplinie Inżynieria Materiałowa. Niewątpliwym osiągnięciem Doktoranta jest pozyskanie nowej wiedzy związanej z poznaniem mechanizmów odkształcania materiałów o średniej i wysokiej entropii.

Należy podkreślić, że przedstawione wyniki w ramach niniejszej rozprawy doktorskiej otwierają kolejny etap badań dotyczących analizy mechanizmów odwrotnego bliźniakowania oraz ich roli podczas procesów technologicznych wykorzystujących zjawiska dużych odkształceń plastycznych i wpływu tych mechanizmów na właściwości użytkowe materiałów metalicznych średnio- oraz wysoko-entropowych o strukturze regularnie ściennie centrowanej.

Uwagi

W rozdziale 3 „Odwrotne bliźniakowanie odkształceniowe w materiałach RSC” Doktorant pisze, że „ze względu na fakt, iż mechanizm odwrotnego bliźniakowania został eksperymentalnie odkryty w materiale monokrystalicznym jednofazowego stopu Cu-Al, w niniejszej pracy doktorskiej podjęto próbę weryfikacji występowania tego mechanizmu w innych materiałach metalicznych RSC, istotnych z punktu widzenia potencjalnego zastosowania. W tym celu wybrano dwa materiały o składzie Cr-Co-Ni-Mn-Fe oraz Cr-Co-Ni, które zaliczane są odpowiednio do grupy materiałów tzw. wysoko- oraz średnio-entropowych, które są intensywnie badane ze względu na swoje właściwości mechaniczne”.

Czy zamiarem Doktoranta było powiązanie występowania mechanizmu odwrotnego bliźniakowania w badanych stopach z, jak sam pisze, ich potencjalnym zastosowaniem?

Z punktu widzenia energetycznego deformacja plastyczna jest procesem nieodwracalnym, w którym znacząca część pracy odkształcenia plastycznego wykonanej nad materiałem jest rozproszona w postaci ciepła, a reszta pozostaje w materiale, nawet po odciążeniu próbki, powodując przebudowę jego mikrostruktury.

W tym kontekście nasuwa się pytanie – jak zdaniem Doktoranta przedstawia się problem bilansu energetycznego na drodze Bliźniakowanie – Odwrotne Bliźniakowanie?

W rozdziale 5 rozprawy „Podstawowe mechanizmy deformacji plastycznej materiałów metalicznych średnio- oraz wysoko-entropowych” Doktorant informuje czytelnika, że „odkształcenie plastyczne zarówno w temperaturze pokojowej, jak i w temperaturze ciekłego azotu, stopu wysoko-entropowego CrFeCoMnNi i średnio-entropowego CrCoNi rozpoczyna się poprzez poślizg dyslokacji całkowitej $\langle 110 \rangle$. W taki sam sposób przebiega deformacja plastyczna w przypadku konwencjonalnych stopów o strukturze RSC. Przy około dwóch procentach odkształcenia w stopie HEA zauważono występowanie znacznej ilości błędów ułożenia w szerokim zakresie temperaturowym”. W dalszej części tego rozdziału Autor rozprawy stwierdza również, że w badanym stopie HEA „w temperaturze 77K, jak wcześniej wspomniano, odkształcenie również

rozpoczyna się od poślizgu dyslokacji całkowitej, a następnie dochodzi do ich dysocjacji na dyslokacje Schockley'a z błędem ułożenia występującym pomiędzy nimi”.

Zważywszy na relację efektywnej energii błędu ułożenia z wielkością błędu ułożenia ograniczonego dyslokacjami częściowymi oraz traktowania tej energii jako miary względnej stabilności struktur krystalicznych nasuwa się pytanie – czy istnieje i jaka jest ewentualna relacja pomiędzy „stopniem entropii” stopu, a wartością jego energii błędu ułożenia?

Opinia końcowa

Bardzo dobrze oceniam pracę doktorską mgr inż. Sebastiana Sumary. Autor pracy wybrał bardzo interesujący problem badawczy, umiejętnie sformułował tezę, cel i zakres pracy oraz wnikliwie przeprowadził analizę otrzymanych wyników badań. Uzyskane przez Autora dysertacji wyniki badań pozwoliły Mu na pozytywną weryfikację postawionej tezy. Należy również podkreślić, że przeprowadzone przez Doktoranta badania stanowią podstawę do zrozumienia fizycznych aspektów odkształcania plastycznego nowoczesnych tworzyw metalicznych.

Stwierdzam, że recenzowana rozprawa doktorska przedłożona przez Pana mgr inż. Sebastiana Sumarę pt. „Odwrotne bliźniakowanie odkształceniowe w materiałach metalicznych średnio- oraz wysoko-entropowych” spełnia warunki określone w Art. 187. Ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. (Prawo o Szkolnictwie Wyższym i Nauce, Dz. U. 2022, poz. 574) i wnioskuję do Rady Naukowej Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN w Krakowie o dopuszczenie mgr inż. Sebastiana Sumary do dalszych etapów postępowania o nadanie stopnia doktora w dziedzinie nauk Inżynierijno-Technicznych w dyscyplinie Inżynieria Materiałowa.

