



**AGH**

Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica w Krakowie  
Wydział Metali Nieżelaznych  
Katedra Przeróbki Plastycznej i Metaloznawstwa Metali Nieżelaznych  
dr hab. inż. Krzysztof Żaba, prof. AGH

Kraków, 11 kwietnia 2022 r.

## **Recenzja**

**rozprawy doktorskiej mgr inż. Barbary Romelczyk-Baishya pt. „Zastosowanie zginania zminiaturyzowanych próbek do wyznaczania właściwości mechanicznych materiałów”, opracowana na zlecenie Przewodniczącej Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Warszawskiej, prof. dr hab. inż. Małgorzaty Lewandowskiej, pismo z dnia 22 lutego 2022 r.**

W ostatnich latach dążenie do miniaturyzacji w wielu aspektach życia stało się bardzo popularne, a często konieczne. W dobie powszechnego ograniczania kosztów oraz ze względu na wynikające z wymagań klientów wyspecyfikowane wymagania, również w szeroko pojętych technologiach materiałowych oraz w celu charakteryzacji materiałów, coraz większym zainteresowaniem cieszą się badania, określające właściwości mechaniczne i technologiczne wykonywane z zastosowaniem zminiaturyzowanych próbek. Jednym z obszarów, w którym wykorzystywane są takie próbki to procesy kształtowania plastycznego metodami dużych odkształceń plastycznych – SPD, m. in. ECAP, HPT, CEC, ARB, przeznaczone do uzyskiwania materiałów ultradrobnoziarnistych i nanokrystalicznych. Kolejną grupę stanowią materiały warstwowe oraz te z różnymi powłokami. Następny obszar to połączenia spawane/zgrzewane, w których do określenia właściwości poszczególnych stref i odniesienia wyników do właściwości materiału bazowego, próbki zminiaturyzowane wydają się być odpowiednie. Kolejną grupą materiałów, dla których techniki badań z wykorzystaniem zminiaturyzowanych próbek mają duże znaczenie, to materiały wytwarzane w dużych ilościach, jednak w określonych przypadkach dostępne do badań w niewielkiej objętości. Dotyczy to prętów, blach i elementów cienkościennych, w których wymagana jest charakteryzacja materiału na przekroju, a także pracujących konstrukcji, gdzie konieczne jest

monitorowanie stanu zużycia bez utraty ich nośności, przez co niemożliwe jest pobranie materiału do przygotowania standardowych próbek.

Autorka dysertacji proponuje do charakteryzacji właściwości mechanicznych materiałów dostępnych w małej objętości, zastosowanie techniki zginania zminiaturyzowanych próbek (ang. small punch test - SPT). W celu przeprowadzenia badań metodą SPT, zbudowano stanowiska badawcze umożliwiające realizację badań zarówno w temperaturze w zakresie  $-193^{\circ}\text{C}$  do  $23^{\circ}\text{C}$ , jak i od temperatury  $23^{\circ}\text{C}$  do  $900^{\circ}\text{C}$ . Scharakteryzowano najważniejsze parametry wpływające na uzyskiwane wyniki. Opracowane stanowiska badawcze i geometrie próbek zweryfikowano w badaniach przeprowadzonych dla technicznie czystego żelaza o mikro- i ultradrobnoziarnistej mikrostrukturze oraz w badaniach zrealizowanych dla stali 23H2MF i 26H2MF pobranych z turbiny energetycznej.

Z powyższych względów uważam, że problematyka i temat rozprawy doktorskiej mgr inż. Barbary Romelczyk-Baishya zostały trafnie sformułowane i zasługują na uznanie. Wybór tematyki jest jak najbardziej aktualny i wpisuje się w dynamicznie rozwijające się trendy badawcze w obszarze charakteryzacji materiałów z wykorzystaniem zminiaturyzowanych próbek wraz z analizą wpływu geometrii próbek na stabilność otrzymanych wyników, przy udziale wyspecyfikowanej aparatury badawczej i pomiarowej, ukierunkowane na otrzymanie wiarygodnych i powtarzalnych wyników, które można skorelować z wynikami otrzymanymi w badaniach standardowych, z użyciem znormalizowanych próbek.

### **Ocena rozprawy doktorskiej**

Recenzowana rozprawa, napisana pod opieką naukową prof. dr hab. inż. Zbigniewa Pakieły, obejmuje 162 strony, zawiera streszczenie w języku polskim i angielskim, zastosowane skróty i oznaczenia, 5 rozdziałów, w tym Podsumowanie i wnioski końcowe, bibliografię z udziałem Autorki, złożoną z 35 artykułów naukowych i 7 materiałów konferencyjnych (odpowiednio w 8 i 4 jako pierwsza Autorka), co oczywiście zasługuje na uznanie, bibliografię złożoną z 124 pozycji literaturowych, w tym 57 prac z ostatnich dziesięciu lat, 103 rysunki w postaci schematów, wykresów i fotografii oraz 13 tabel.

W dysertacji nie zamieszczono rozdziału Wprowadzenie, a szkoda, bo to w nim omówione powinny być, w sposób zwięzły, zagadnienia zrealizowane w ramach prac badawczych, a także przedstawiony układ pracy.

Część I rozprawy, obejmuje rozdział Uzasadnienie tematyki (rozdział 1, strony 15-60), który jest niejako przeglądem literatury w obszarze będącym przedmiotem dysertacji. Podzielony on został na podrozdziały 1.1-1.6, obejmujące zagadnienia dotyczące materiałów dostępnych w małej objętości, badań właściwości mechanicznych z zastosowaniem małych próbek, w tym statycznej próby rozciągania, odporności na (kruche) pękanie, udarności, pomiarów twardości, preparatyki, przygotowania i prowadzenia badań mechanicznych z zastosowaniem zminiaturyzowanych próbek, efektu skali, zginania zminiaturyzowanych próbek, w tym ich geometrii, konstrukcji stanowiska badawczego i prędkości odkształcenia,

opisu krzywej SPT, zastosowania i korelacji wyników prób SPT z innymi wynikami oraz podsumowania.

W końcowej części rozdziału 1 Doktorantka dokonała w pewnym sensie krytycznej analizy stanu zagadnienia. Niestety pojawiają się pewnego rodzaju nieścisłości. Autorka stwierdza bowiem, że *„Wśród różnych technik badawczych, w których stosowane mogą być próbki o małej objętości materiału badawczego najważniejsze to: statyczna próba rozciągania, odporność na pękanie, udarność, twardość, zginanie zminiaturyzowanych próbek SPT”*. Jednocześnie w tym samym podrozdziale pojawia się stwierdzenie, że: *„Jako alternatywną metodę, do wymienionych powyżej, autorka pracy proponuje zastosowanie zginania zminiaturyzowanych próbek”*, mimo, że właśnie powyżej wymienia tą metodę, jako jedną z technik badawczych obecnie stosowanych. W dalszej części tego podrozdziału Doktorantka stwierdza, że *„Zgodnie z założeniami metody wyniki z jednej próby można odnieść do wyników statycznej próby rozciągania, udarności i odporności na pękanie. Niestety SPT ma szereg wad, które ograniczają jego szerokie zastosowanie, a punktem wyjścia do ich opisu jest to, że na końcowy wynik próby wpływ ma zarówno geometria próbki, jak i samego stanowiska badawczego”*.

Pomimo tych uwag uważam, że analiza literaturowa oparta w większości o publikacje anglojęzyczne, została wykonana na wysokim poziomie, obejmując najważniejsze zagadnienia dotyczące tematyki podjętej w pracy.

Na podstawie analizy stanu zagadnienia Autorka, w rozdziale drugim rozprawy, przedstawiła cel i określiła zakres pracy (str. 64-65), co stanowi zakończenie Części I dysertacji.

Za główny cel pracy przyjęto *„Wystandaryzowanie metody zginania zminiaturyzowanych próbek do wyznaczenia właściwości mechanicznych materiałów dostępnych w małej objętości”*. Sformułowano również cele szczegółowe, obejmujące opracowanie stanowiska badawczego, zbadanie parametrów wpływających na uzyskiwane wyniki, zaproponowanie przebiegu próby i opracowania wyników oraz odniesienia ich do rezultatów statycznej próby rozciągania, udarności i odporności na pękanie, zastosowanie SPT do charakterystyki procesu pęknięcia dla ultradrobnoziarnistego żelaza w obniżonej temperaturze oraz zastosowanie SPT do charakterystyki materiału pobranego z wielkogabarytowego elementu konstrukcji/installacji.

Mam wątpliwości dotyczące użytego słowa „Wystandaryzowanie”. Uważam, że należało, po prostu, użyć słowa „Standaryzację” lub ewentualnie „Zestandaryzowanie”.

Pomimo tej uwagi stwierdzam, że sformułowany cel jest właściwy i jednoznacznie określa istotę rozprawy.

Cel pracy, według Doktorantki, powinien zostać osiągnięty, poprzez realizację prac badawczych, przedstawionych w czterech punktach (str. 64-65). Badania obejmują zaprojektowanie i wykonanie stanowiska badawczego umożliwiającego prowadzenie prób SPT w zakresie obniżonych i podwyższonych temperatur, z zastosowaniem tej samej geometrii najważniejszych elementów, przy zachowaniu wymagań normy ASTM E3205-20 i

zebranych danych literaturowych. Następnie charakterystykę parametrów (zarówno próbki, jak i stanowiska), które mają wpływ na uzyskane wyniki, w tym geometria stempla i matryc, pomiędzy które mocowana jest próbka, chropowatość próbki oraz grubość początkowa próbki, wykorzystanie zaproponowanego stanowiska w badaniach ultradrobnoziarnistego żelaza do analizy charakterystyki mechanizmu pęknięcia materiału w obniżonej i pokojowej temperaturze z zastosowaniem krążków i minibelek SPT, wykorzystanie stanowiska w badaniach stali 23H2MF oraz 26H2MF do analiz umożliwiających oszacowanie stanu eksploatacji materiałów pobranych z pracujących instalacji przemysłowych. W końcowej części zaś, przygotowanie procedur służących wyznaczeniu granicy plastyczności i wytrzymałości, temperatury przejścia krucho-plastycznego i oszacowaniu krytycznego współczynnika intensywności naprężeń. Ww. procedury bazują na opracowanych równaniach korelacji pomiędzy wynikami SPT, a odpowiadającymi im rezultatami z badań standardowych (statyczna próba rozciągania, udarność, odporność na pęknięcie).

Część II dysertacji, obejmująca badania własne, została podzielona na dwa rozdziały (3-4), zawarte na stronach 66-140.

W rozdziale 3 (str. 66-80) Doktorantka przedstawiła informacje, dotyczące zastosowanych materiałów oraz metodyki badań własnych. W pracy zrealizowano trzy rodzaje badań mechanicznych, zaprezentowanych w podrozdziale 3.1, wykorzystując statyczną próbę rozciągania (str. 66-67), odporność na pęknięcie (str. 67-69) i udarność metodą Charpy'ego (rys. 69-70), jako próby odniesienia z zastosowaniem standardowych próbek. Badania wykonano z użyciem maszyn wytrzymałościowych - Zwick/Roell model Z005 i Z250 oraz dynamicznej hydraulicznej maszyny MTS 810.

Kluczową, dla osiągnięcia celu pracy, metodykę, przedstawiono dopiero w podrozdziale 3.4 (str. 70-80), podzielonym na cztery części, obejmujące opis stanowiska SPT i zastosowanych próbek (str. 70-73), opracowanie wykresów siły w funkcji ugięcia (str. 73-74), badania w podwyższonej temperaturze, odporność na pęknięcie (str. 74-76), badania niskotemperaturowe, temperaturę przejścia krucho-plastycznego, ze szczegółową procedurą wyznaczenia temperatury przejścia krucho-plastycznego (str. 77-79) oraz charakterystykę mikrostruktury (str. 80).

Badania SPT realizowano w zakresie temperatury  $-193^{\circ}\text{C}$  do  $550^{\circ}\text{C}$  z wykorzystaniem trzech stanowisk do badań w temperaturze obniżonej, w temperaturze pokojowej oraz w temperaturze podwyższonej (rys. 45). Do badań zaprojektowane zostały komory umożliwiające odpowiednio chłodzenie i nagrzewanie próbek. Kluczowe elementy każdego ze stanowisk tj. matryca dolna/podtrzymująca i górna/przyciskająca (rys. 46) oraz stempel (rys. 47) miały tę samą geometrię, ale ze względu na pracę w zróżnicowanych warunkach temperaturowych były wykonane ze stali 316L (do badań niskotemperaturowych), ze stopu Inconel 718 (do badań wysokotemperaturowych) oraz ze stali stal NC11 poddanej obróbce cieplnej do twardości 55HRC (do badań w temperaturze pokojowej). Na podstawie zarejestrowanych wyników z próby SPT opracowano zależności siły (maksymalnej i zrywającej) w funkcji ugięcia, a następnie wyznaczono kluczowe parametry, przedstawione schematycznie na rys. 48 oraz energię, w zależności od wartości wspomnianych sił. Badania

SPT w podwyższonej temperaturze przeprowadzono dla stali 23H2MF. Zastosowano temperaturę 400°C i 550°C. Badania wykonano w celu oszacowania odporności na pękanie materiału w temperaturze pracy urządzenia, z jakiego pobrano próbki. Szczegółową procedurę badawczą przedstawiono na str. 76. Niskotemperaturowe badania SPT wykonano zarówno dla ultradroboziarnistego żelaza oraz dla stali pobranych z instalacji przemysłowych. W badaniach stali zrealizowano testy SPT w zakresie temperatury od -193°C do 23°C z zastosowaniem krążków  $\varnothing 8$  mm i grubości początkowej 0,5 mm w celu wyznaczenia temperatury przejścia krucho-plastycznego. W badaniach podstawowych zrealizowano testy SPT w temperaturze -180°C i 23°C z zastosowaniem krążków  $\varnothing 8$  mm i grubości początkowej 0,8 mm oraz minibelek 8x2x0,8 mm w celu charakteryzacji mechanizmu pękania ultradroboziarnistego żelaza. Szczegółową procedurę badawczą przedstawiono na str. 76. Badania mikrostruktury zrealizowane w pracy wykorzystano do wyjaśnienia zachodzących mechanizmów niszczenia w żelazie mikrokrystalicznym i ultradroboziarnistym w różnej temperaturze. Do obserwacji mikrostruktury żelaza mikrokrystalicznego wykorzystano mikroskop NIKON EPIPHOT 200, natomiast fotografie mikrostruktury ultradroboziarnistego żelaza wykonano przy użyciu skaningowego mikroskopu elektronowego (SEM) Hitachi SU8000 w kontraście od elektronów wstecznie rozproszonych (BSE).

Przedstawiona metodyka badawcza została opracowana bardzo skrupulatnie. Doktorantka zaproponowała kompleksowe podejście do kwestii opracowania zagadnień niezbędnych do prawidłowego wykonania eksperymentów. W pracy zastosowano bardzo szeroki aparat badawczy, wykorzystujący nowoczesne metody i urządzenia do przygotowania próbek, wykonywania poszczególnych badań oraz ich analizy. Jednocześnie muszą stwierdzić, że sposób przedstawienia metodyki jest skomplikowany, a przez to mało czytelny w szczególności w podrozdziale 3.4 (np. str. 72 *„Próby realizowane były w trybie stałego przemieszczenia a prędkość przesuwu belki wynosiła 1,5 mm/min dla badań stali z instalacji przemysłowych oraz 2 mm/min dla badań żelaza oraz wpływu geometrii stanowiska. W trakcie badania rejestrowano siłę w funkcji ugięcia próbki, a następnie wyznaczono parametry charakterystyczne”* oraz str. 73 *„W zależności od oczekiwanych rezultatów w pracy wykorzystano dwa rodzaje próbek do badań SPT”*, a także str. 74 *„Do badań SPT wykorzystano minimum trzy próbki na serię. Wyjątkiem były próby, w których wyznaczano temperaturę progę przejścia krucho-plastycznego gdzie stosowano jedną lub dwie próbki dla danej temperatury. Dla całego badania wyznaczenie TSPT stosuje się kilkanaście punktów pomiarowych (temperatur) i na tej podstawie prowadzi się obliczenia, jeżeli jakiś punkt nie znajduje się na wyznaczonej krzywej charakterystyki badanie dla tej temperatury jest powtarzane.”*). Należy żałować, że zarówno informacje dotyczące materiałów, jak i metodyki wykonywanych badań nie zostały ujęte w zbiorczej tabeli, co byłoby bardziej zrozumiałe dla czytelnika. Poza tym, wg mojej opinii, kolejność badań jest nieprawidłowa. Jako pierwsze powinny być przedstawione informacje dotyczące metodyki badań SPT, a potem badań właściwości mechanicznych, odporności na pękanie i udarności, jako prób odniesienia. Lektura dalszej części pracy wskazuje, że nie wszystkie materiały, techniki i urządzenia badawcze zostały zaprezentowane w rozdziale 3. Duża ilość dodatkowych informacji metodologicznych została umieszczona na początku podrozdziałów

w których przedstawiono wyniki poszczególnych badań, co z jednej strony powoduje, że rozdział 3 jest niekompletny, z fragmentarycznym, zamiast kompleksowym przedstawieniem metodologii badawczej, z drugiej strony szczegółowa metodyka przedstawiona na początku każdego z podrozdziałów przedstawiających wyniki, poszczególnych, specyficznych badań, staje się niejako wprowadzeniem ułatwiającym zrozumienie zrealizowanych prac badawczych i otrzymanych wyników.

Uważam, że wykorzystanie tak szerokiego potencjału wysokozaawansowanych metod i aparatury badawczej, pozwoliło na kompleksową charakteryzację badanych materiałów.

Wyniki badań przedstawiono w obszernym rozdziale 4 (str. 81-140), złożonym z trzech podrozdziałów. W podrozdziale 4.1. (str. 81-94) Doktorantka przedstawiła charakterystykę parametrów wpływających na wyniki SPT, w tym składu chemicznego wykorzystanych w pracy materiałów oraz dobór (niewłaściwie określony jako opracowanie) siły minimalnej, z jaką należy dokręcać próbki z zastosowaniem zaprojektowanego stanowiska badawczego tak, aby testy prowadzone były z pełnym usztywnieniem próbki (ang. „clamped test”). W szczegółach określiła krzywe siły w funkcji ugięcia uzyskane w badaniach SPT dla trzech materiałów wykonane na dwóch stanowiskach badawczych (rys. 54), zależności siły i ugięć dla węgłników o różnej geometrii i promieniu stempla (rys. 55), zależności siły (rys. 56) oraz ugięć (rys. 57) dla różnych grubości początkowych próbek. W celu zniwelowania wpływu grubości i próby przeliczenia siły na naprężenia Doktorantka dokonała korekty siły uplastyczniającej, zakładając odniesienie wyników odpowiednio do grubości początkowej ( $t_0$ ) oraz do kwadratu grubości próbek, natomiast dla siły maksymalnej dodatkowo wprowadzono parametr ( $t_0+U_u$ ). Zaproponowane korekty nie przyniosły jednak oczekiwanego rezultatu, stąd Autorka sugeruje, aby: „*planując eksperyment SPT należy pamiętać o zachowaniu tych samych grubości krążków dla danej serii badawczej*”. Założono zatem, że „*najlepszym dopasowaniem będzie funkcja liniowa, której współczynnik kierunkowy prostej będzie najniższy*”. Otrzymane równania o najniższych współczynnikach kierunkowych dla zależności siła po korekcie – grubość początkowa próbki dla każdego z analizowanych materiałów przedstawiono na rys. 58 i Tabeli 2 (dla siły uplastyczniającej) oraz na rys. 59 i Tabeli 3 (dla siły maksymalnej).

Na podstawie uzyskanych wyników Autorka sugeruje, że „*dla materiałów wykazujących wyraźną granicę plastyczności siłę uplastyczniającą należy podzielić przez grubość próbki. Dopiero te wartości (siła podzielona przez grubość lub grubość próbki do kwadratu) powinny zostać uwzględniane w równaniach korelacji z wynikami statycznej próby rozciągania oraz pozwolą na zniwelowanie wpływu grubości początkowej próbek i w rezultacie otrzymamy przybliżoną wartość  $R_e$  dla różnych grubości próbek SPT*” oraz, że „*... (siła maksymalna podzielona przez grubość początkowa lub suma grubości początkowej i ugięcia do siły maksymalnej) powinny zostać uwzględniane w równaniach korelacji z wynikami statycznej próby rozciągania oraz pozwolą na zniwelowanie grubości początkowej próbek i w rezultacie otrzymamy przybliżoną wartość  $R_m$  dla różnych grubości próbek SPT. Umożliwi to porównanie wyników badań otrzymanych przez inne grupy badawcze dla różnych grubości początkowych próbek*”. Należy żałować, że jak wskazuje Autorka „*ze względu na inną ilość dostępnego materiału badawczego tylko dla technicznie czystego*

żelaza przeprowadzono badania w pełnym zakresie grubości zwiększając próbki o 0,05 mm, dla stali natomiast zakresy grubości były mniejsze”, co uniemożliwiło kompleksowo zrealizować badania w tym obszarze.

Doktorantka zbadała również wpływ chropowatości powierzchni próbek po wycinaniu metodą EDM oraz po zeszlifowaniu nadmiaru materiału na papierze o gradacji #2400 na siłę gięcia w funkcji ugięcia (rys. 60), wykazując, że „Próbki, w których nie usunięto warstwy wierzchniej wykazały niższe siły uplastyczniające oraz maksymalne”. Poza tym Autorka określiła wpływ zróżnicowanej chropowatości powierzchni próbek, stwierdzając, że „w celu ułatwienia obserwacji powierzchni przełomów, jak i pęknięć po procesie SPT warto rozważyć mniejszą chropowatość powierzchni, np. polerowanie czy papier ścierny o gradacji #4000”.

W podrozdziale 4.2. (str. 94-109) Doktorantka przedstawiła wyniki badań dla technicznie czystego żelaza, których celem było scharakteryzowanie wpływu anizotropii mikrostruktury na kierunek propagacji pęknięcia i zachowanie plastyczności mikrokrystalicznego i ultradroboziarnistego żelaza w obniżonej temperaturze. W celu analizy mechanizmu pęknięcia dla ultradroboziarnistego żelaza w kierunku, w którym pęknięcie propaguje wzdłuż osi wydłużenia ziaren należało, wg Doktorantki, zmminiaturyzować próbki oraz dostosować techniki badawcze. W dysertacji zaproponowano zastosowanie techniki SPT. Do badań wykorzystano tradycyjne krążki oraz wprowadzono modyfikację kształtu próbek na minibelki. Do wytworzenia materiału badawczego, walcowany na zimno pręt o mikrokrystalicznej strukturze (Fe20), poddano wyciskaniu hydrostatycznemu (HE) w Instytucie Wysokich Ciśnień PAN, a następnie poddano ściskaniu na maszynie Zwick Roell Z250. Następnie przygotowano próbki wg schematów na rys. 63, które zestawiono w Tabeli 4. Badania zrealizowano w temperaturze pokojowej (RT) oraz -180°C. Badania mechaniczne, wykonane na maszynie Zwick Z005, uzupełniono o fraktografię przełomów z zastosowaniem mikroskopu SEM Hitachi S-3500N. Wstępne badania wykazały mieszany charakter pęknięcia w krążkach (rys. 64, 65), co uniemożliwiło jednoznaczne określenie wpływu anizotropii na mechanizm pęknięcia. Natomiast badania charakterystyki pęknięcia ultradroboziarnistego żelaza wytworzonego w procesie wyciskania hydrostatycznego z zastosowaniem minibelek SPT oraz stempla zakończonego rurką pozwoliło na charakterystykę mechanizmu pęknięcia pręta  $\varnothing 8$  mm dla pęknięcia propagującego równolegle do osi pręta, czego nie można było osiągnąć, stosując inne techniki (statyczna próba rozciągania, udarność). W przypadku gdy pęknięcie propaguje w kierunku prostopadłym do osi wydłużenia ziarna ultradroboziarniste żelazo zachowuje plastyczny charakter w temperaturze -180°C, a pęknięcie propaguje transkrystalicznie. Jednocześnie próbka mikrokrystaliczna wykazuje kruche pęknięcia. Natomiast w przypadku, gdy pęknięcie propaguje w kierunku równoległym do osi wydłużenia ziarna, ultradroboziarniste żelazo propaguje międzykrystalicznie w temperaturze -180°C, a zależność siły w funkcji ugięcia jest charakterystyczna, jak dla materiału kruchego. Wyniki badań zostały przedstawiono na wykresach sił uzyskiwanych w próbie SPT (rys. 66, 70), ugięcia (rys. 67, 71), krzywych siły w funkcji ugięcia (rys. 68, 72) oraz obserwacji przełomów w badaniach fraktograficznych (rys. 69, 73, 74) i mikrostrukturalnych (rys. 75, 76), dając

możliwość kompleksowej analizy zjawisk w trakcie odkształcenia metodą SPT, co zasługuje na podkreślenie i niewątpliwie należy uznać jako osiągnięcie Doktorantki.

W kolejnym podrozdziale 4.3. (str. 110-140) przedstawiono zastosowanie SPT w badaniach stali z instalacji przemysłowych. Autorka podzieliła badania ze względu na charakteryzowane materiały. Dla konstrukcji wykonanej ze stali 26H2MF, której rodzaju i przeznaczenia nie podano, Doktorantka zastosowała pierścienie z dwóch stref działania wysokich temperatur (rys. 78) wlotu (WL) i wylotu (WY), a następnie techniką EDM przygotowała zminiaturyzowane próbki do statycznej próby rozciągania i SPT w temperaturze pokojowej. Do badań zastosowano również materiał w stanie nieeksploatowanym. Kolejnym materiałem badawczym była stal 23H2MF, pobrana z konstrukcji, której rodzaju i przeznaczenia również nie podano, za pomocą przenośnego urządzenia Small Sample Scooping Machine (SSSM) (rys. 79). Do badań pobrano 9 wycinków z uprzednio wytypowanych miejsc pracującego urządzenia (ZD). Materiałem wzorcowym były próbki wycięte z kęsa materiału dostarczonego przez klienta (SW), z którego przygotowano próbki do badań SPT w temperaturze  $-180^{\circ}\text{C}$  do  $550^{\circ}\text{C}$ , statycznej próby rozciągania próbek standardowych w temperaturze RT oraz  $550^{\circ}\text{C}$ , statycznej próby rozciągania próbek zminiaturyzowanych w temperaturze RT, odporności na pękanie w temperaturze otoczenia, J i K z zastosowaniem próbek standardowych typu kompakt oraz udarność z zastosowaniem próbek ustandaryzowanych w temperaturze od  $-193$  do  $23^{\circ}\text{C}$ , co schematycznie przedstawiono na rys. 80. Natomiast z materiału ZD przygotowano próbki do badań statycznej próby rozciągania próbek zminiaturyzowanych w temperaturze pokojowej oraz SPT w temperaturze  $-180^{\circ}\text{C}$  ÷  $550^{\circ}\text{C}$ .

W przypadku stali 26H2MF badania miały na celu określenie wpływu eksploatacji na właściwości mechaniczne badanych materiałów. Na podstawie wyznaczonych  $F_y$  i  $F_u$  (Tabela 5) oraz granicy plastyczności i wytrzymałości przygotowano wykres siły w funkcji grubości (rys. 81) szacując nachylenie prostej i wyraz wolny (rys. 82). W rezultacie wyznaczono równanie korelacji (str. 114) wyników SPT i statycznej próby rozciągania dla materiału wyjściowego (SW). Otrzymane wyniki zweryfikowano z parametrami wyznaczonymi ze statycznej próby rozciągania (rys. 83), a całość uzupełniono o badania fraktograficzne (rys. 84).

Dla tego samego materiału w stanie wyjściowym Doktorantka wykonała również badania temperatury przejścia w stan kruchy ( $T_{\text{SPT}}$ ). W pierwszym kroku wyznaczyła energię do zniszczenia próbek w temperaturze w zakresie  $-193^{\circ}\text{C}$  –  $23^{\circ}\text{C}$  (Tabela 7, rys. 85), oszacowała  $T_{\text{SPT}}$  wynoszącą  $85,5\text{K}$  i stwierdziła na podstawie badań fraktograficznych (rys. 86), że w temperaturze RT przełom był plastyczny, w temperaturze  $-193^{\circ}\text{C}$  przełom był kruchy, natomiast w temperaturze  $-130^{\circ}\text{C}$ , znajdującej się na wykresie w zakresie plastycznym, przełom był kruchy.

W przypadku stali 23H2MF badania miały na celu próbę oszacowania wytrzymałości w podwyższonej temperaturze oraz odporności na pękanie materiału zdegradowanego (ZD). Jako kryterium pośrednie odporności na pękanie przyjęto energię potrzebną do zniszczenia materiału. Założono, że energia pęknięcia jest wprost proporcjonalna do krytycznego



współczynnika intensywności naprężeń. Uśrednione wyniki siły i energii dla materiału odniesienia dla prób SPT w temperaturze pokojowej w dwóch kierunkach (rys. 87) wskazują, że materiał odniesienia nie wykazywał anizotropii właściwości mechanicznych, dlatego w dalszych badaniach używano wartości uśrednionej obliczonej na podstawie wszystkich próbek stanu wyjściowego. Wyniki siły i ugięcia uzyskane dla próbek stanu odniesienia (SW) oraz stanu zdegradowanego (ZD) w temperaturze pokojowej (rys. 88) wskazują, że seria po eksploatacji (ZD) wykazywała niższe wartości niż materiał w stanie wyjściowym. Na podstawie uzyskanych wyników badań materiału odniesienia w temperaturze pokojowej i 550°C oraz materiału zdegradowanego w temperaturze RT, opracowano korelację wyników badań SPT-statyczna próba rozciągania (Tabela 8, rys. 90). Następnie równania korelacji zostały wykorzystane do obliczenia granicy plastyczności ( $R_e$ ) i wytrzymałości ( $R_m$ ) z próby SPT (Tabela 9, rys. 91).

Dla tego samego materiału Autorka wykonała również badania granicy plastyczności i wytrzymałość w podwyższonej temperaturze. Wykresy siły w funkcji ugięcia dla SW i ZD w odniesieniu do temperatury pokojowej oraz uśrednione wartości sił i energii stanu odniesienia i zdegradowanego dla temperatury 550°C przedstawiła odpowiednio na rys. 92-93. Na podstawie korelacji wyników SPT i statycznej próby rozciągania, przeprowadzonych w temperaturze pokojowej, Doktorantka obliczyła wytrzymałość materiału zdegradowanego w temperaturze 400°C i 550°C (Tabela 10). W badaniach w podwyższonej temperaturze weryfikacji obliczeń dokonała tylko dla materiału odniesienia, dla którego przeprowadzona została statyczna próba rozciągania w temperaturze 550°C. Uzyskane wyniki badań wskazują na niewielkie różnice, podobnie jak dla temperatury pokojowej, co sugeruje możliwości praktycznego zastosowania techniki SPT.

Kolejne badania dotyczą wyznaczenia korelacji temperatury przejścia krucho-plastycznego uzyskanej z prób SPT ( $T_{SPT}$ ) i udarności ( $T_{DBTT}$ ), uzyskanej na podstawie testów w zakresie temperatury od -180°C do 23°C dla stanu wyjściowego. Wyniki zależności siły w funkcji ugięcia materiału wyjściowego dla badań SPT w temperaturze pokojowej i obniżonej (rys. 94) wskazują, że wraz z obniżeniem temperatury wzrasta siła maksymalna oraz energia do zniszczenia i jednocześnie maleje ugięcie, aż do określonego punktu (-80°C), w którym rozpoczyna się przejście do zakresu krucho-pęknięcia. Następnie energia i siła zmniejszają wartość proporcjonalnie do spadku temperatury. Dla każdej temperatury wyznaczono energię do punktu maksymalnej siły  $E_u$ . Na podstawie zależności energii od temperatury  $E_u$  (T), (rys. 96), wyznaczono temperaturę przejścia krucho-plastycznego krążków o  $\varnothing 8$  i grubości początkowej 0,5 mm równą  $T_{SPT} = -139^\circ\text{C}$ . Temperatura  $T_{SPT}$  określona została, jako temperatura, dla której energia wyznaczona dla zakresu krucho niszczenia spada o 50%. W dalszym etapie badań wyznaczono wartości sił i energii oraz ugięć otrzymanych dla próbek SW i po eksploatacji ZD po próbach SPT w temperaturze -80°C (rys. 98), -170°C (rys. 99), energii w funkcji temperatury dla materiału ZD (rys. 100), a także badań fraktograficznych próbek odkształconych w temperaturze pokojowej oraz -170°C (rys. 101).

W ostatnim etapie Autorka wykonała badania, przy pewnych założeniach o których informuje na str. 137, odporności na pęknięcie stali 23H2MF uzyskane na podstawie korelacji SPT (Tabela 12), w wyniku których Doktorantka stwierdza, że „*badania wykazały znaczną*

przydatność techniki SPT. Stosując próbki typu kompakt zgodne z normą ASTM-E1820 scharakteryzowano odporność na pękanie tylko materiału odniesienia w RT. Natomiast wymiary zastosowanych krążków SPT umożliwiły wyznaczenie współczynnika intensywności naprężeń zarówno dla materiału odniesienia, jak i po eksploatacji. Co więcej badania można było przeprowadzić zarówno w obniżonej, jak i podwyższonej temperaturze znacznie rozszerzając charakterystykę odporności na pękanie omawianego materiału ze szczególnym uwzględnieniem próbek pobranych bezpośrednio z pracującej konstrukcji". Mimo, że bezpośrednio odniesienie uzyskanych wyników badań do danych literaturowych jest trudne, ze względu na różnorodność zrealizowanych prób, korelacji i materiałów, Autorka przedstawiła równania korelacji zaproponowane przez innych autorów i obliczone na ich podstawie parametry w porównaniu do tych uzyskanych w dysertacji w badaniach dla stali 23H2MF (Tabela 13). Parametry wyznaczone przez Doktorantkę mieszczą się w zakresach granicznych dla korelacji opracowanych w innych grupach badawczych.

Opracowane równania korelacji w badaniach materiałów pobranych z instalacji przemysłowych pozwoliły na wyznaczenie granicy plastyczności i wytrzymałości z badań SPT o porównywalnych wartościach do uzyskanych w statycznej próbie rozciągania. Dzięki wyznaczonym zależnościom możliwe było oszacowanie właściwości mechanicznych materiałów ze stali 23H2MF oraz 26H2MF pobranych z pracujących instalacji energetycznych, w temperaturze obniżonej, pokojowej i podwyższonej.

Rozdział 5 to podsumowanie (str. 141-143), tej, napisanej na wysokim poziomie, dysertacji, stanowiące kompleksowe przedstawienie wytycznych dotyczących badań SPT, wraz z wnioskami końcowymi (str. 143-144) oraz informacją o dalszych przewidzianych przez Doktorantkę badaniach (str. 145), w szczególności odporności na kruche pękanie o inne materiały oraz opracowanie metodyki prowadzenia badań pełzania z zastosowaniem zaprojektowanej komory temperaturowej.

Uważam, że lepszym rozwiązaniem byłoby, ze względu na złożoność badań, przedstawienie podsumowania uzyskanych wyników prac badawczych po każdym podrozdziale (4.1, 4.2 i 4.3), tak jak zostało to wykonane po podrozdziale 4.2 (str. 109). Natomiast w rozdziale 5 być może warto byłoby zamieścić tabelę zbiorczą, w której przedstawione byłyby podsumowujące informacje o materiale, próbkach, badaniach i osiągniętych rezultatach dla każdej z trzech grup tematycznych oraz, tak jak zostało to zrobione, wnioski i perspektywy dalszych badań.

**Za osiągnięcia Doktorantki uważam:**

- szczegółową analizę poszczególnych metod aktualnie stosowanych do charakterystyki właściwości mechanicznych materiałów dostępnych do badań w małej objętości oraz wytypowanie zginania zminiaturyzowanych próbek (SPT) jako metody alternatywnej do standardowych metod badawczych,
- projekt i wykonanie stanowiska SPT wraz z dedykowanymi komorami do badań w temperaturze  $-193^{\circ}\text{C}$  do  $900^{\circ}\text{C}$ ,
- opracowanie szczegółowych wytycznych dotyczących badań SPT, uwzględniających geometrię narzędzi kształtujących badanych próbek i ich chropowatości powierzchni, wykorzystywanych do badań właściwości mechanicznych, udarności oraz odporności na pękanie,
- opracowanie równań korelacji, w postaci funkcji liniowych, do zastosowania w statycznej próbie rozciągania,
- porównanie wyników uzyskanych w próbie SPT do wyników ze statycznej próby rozciągania, udarności oraz odporności na pękanie,
- opracowanie metodyki badań służącej do charakterystyki mechanizmu pęknięcia materiałów charakteryzujących się anizotropią mikrostruktury.

Lektura pracy była dużą przyjemnością z uwagi na sposób przedstawienia, zarówno informacji w części analizy literaturowej, jak i wyników badań, choć ze względu na dużą ilość zróżnicowanych próbek oraz wykonanych prac badawczych była wyzwaniem dla recenzenta. Znaczna ilość zrealizowanych badań eksperymentalnych i materiałowych, niewątpliwie świadczy o dużej wiedzy Doktorantki w wielu obszarach badawczych, zaprezentowanych w dysertacji, jak i o umiejętności planowania eksperymentów oraz właściwej analizie i wnioskowania.

Uzyskane przez Doktorantkę wyniki badań pozwoliły na osiągnięcie celu głównego pracy czyli standaryzację metody zginania zminiaturyzowanych próbek do wyznaczenia właściwości mechanicznych materiałów dostępnych w małej objętości oraz uzyskania celów szczegółowych, w tym opracowania stanowiska badawczego, propozycji przebiegu próby i opracowania wyników oraz odniesienia ich do rezultatów statycznej próby rozciągania, udarności i odporności na pękanie, zastosowania SPT do charakterystyki procesu pęknięcia dla ultradrobnoziarnistego żelaza w obniżonej temperaturze oraz materiału pobranego z wielkogabarytowego elementu konstrukcji/installacji.

Praca została zredagowana poprawną polszczyzną, zarówno w znaczeniu ogólnym, jak i technicznym.

Przedstawiona do oceny dysertacja stanowi oryginalne osiągnięcie Doktorantki. Badania zostały zrealizowane na wysokim poziomie z dbałością o szczegóły, z zachowaniem zasad prawidłowej realizacji eksperymentu naukowego, udokumentowane dużą ilością wykresów i tablic. Dysertację można określić jako kompendium wiedzy, które może być

wykorzystane przy dalszych pracach naukowo-badawczych oraz aplikacyjnych, dotyczących analizy zginania zminiaturyzowanych próbek do wyznaczania właściwości mechanicznych materiałów.

## Uwagi krytyczne

Lektura rozprawy nasuwa pewne uwagi i wątpliwości, które mają charakter dyskusyjny.

1. Na str. 5 Autorka zamieściła stwierdzenie, że „*Niewielkie wymiary próbki stosowanej do badań powodują, że przez niektórych autorów uważana jest za technikę nieniszczącą*”. Po pierwsze - brak informacji o „niektórych autorach”, a po drugie - na jakiej podstawie przyjmuje się, że badania z wykorzystaniem próbek zminiaturyzowanych, kwalifikowane są do grupy badań nieniszczących?
2. Na str. 7 Autorka informuje, że: „*Jako cel główny w pracy przyjęto implementację metody zginania zminiaturyzowanych próbek do wyznaczenia właściwości mechanicznych materiałów dostępnych w małej objętości na potrzeby badań realizowanych na Wydziale Inżynierii Materiałowej Politechniki Warszawskiej*”. Czy to oznacza, że przyjęta metodologia badawcza nie może być zastosowana poza WIM PW? Na podstawie lektury dysertacji pytanie wydaje się być retoryczne, a zatem nie potrzebne jest to stwierdzenie, zawężające możliwości wykorzystania metodologii badawczej tylko do WIM PW.
3. Jaki jest powód stosowania dwóch określeń charakteryzujących próbki, przedstawiony na str. 15, w zdaniu: „*W niniejszej pracy, próbki, których wymiary zostały opisane w normach nazywane są ustandaryzowanymi lub standardowymi*”?
4. Zamieszczony na str. 15 tekst rozpoczynający się od: „*Jako pierwsze ...*”, do końca akapitu, uważam za niewiele wnoszący do analizy przedmiotowego zagadnienia.
5. Zdanie podsumowujące podrozdział 1.1., str. 19: „*Podsumowując, należy podkreślić, że zminiaturyzowane próbki mogą zostać wykorzystane w badaniach mechanicznych materiałów, w których niemożliwe byłoby zastosowanie próbek ustandaryzowanych ze względu na zbyt małą objętość materiału dostępnego do przygotowania dużych próbek*” jest oczywiste i nie wymagało analizy literaturowej, żeby to stwierdzić.
6. Dlaczego w tytule podrozdziału 1.2.2., str. 21: „*Odporność na (kruche) pękanie*” słowo kruche jest w nawiasie?
7. W tytule podrozdziału 1.2.4., str. 24: „*Pomiary twardości (Hv)*” występuje błąd – zamiast Hv powinno być HV.
8. Brak informacji dotyczących powodu zastosowania do badań wytypowanych materiałów oraz parametrów (temperatury i czasu) zrealizowanych badań bez i z zastosowaniem komory chłodzącej i grzewczej.

9. Jaki był powód zastosowania próbki (rys. 41b), niewłaściwie oznaczonej w tekście jako rys. 41a, do badań właściwości mechanicznych?
10. Jaki był powód zastosowania zróżnicowanej prędkości przesuwu w belki (str. 72), wynoszącej 1,5 mm/min dla badań stali z instalacji przemysłowych oraz 2 mm/min dla badań żelaza?
11. Skład chemiczny materiałów wykorzystanych w badaniach (str. 81) powinien być przedstawiony w formie tabelarycznej.
12. Stwierdzenie (str. 81) „*W pierwszym etapie badań opracowano siłę minimalną, z jaką należy dokręcać próbki z zastosowaniem zaprojektowanego stanowiska badawczego...*” jest nieprawidłowe. Należało użyć słowa np. określono, czy też dobrano, tak jak jest to przedstawione na str. 82: „*Dobór minimalnej siły...*”.
13. W wielu miejscach pracy podpisy pod rysunkami są niewłaściwe/niekompletne, np. „*Rysunek 60. Przykładowe wyniki dla próbek o różnej chropowatości (Fe20 o grubości początkowej  $t = 0,6$  mm)*”. Mimo, że na wykresie jest przedstawione jakie są to przykładowe wyniki, to w podpisie pod wykresem taka informacja powinna być zawarta. Podobnie w tekście pracy pojawiają się zbyt enigmatyczne i niekompletne stwierdzenia typu: (str. 84) „*Zarówno norma ASTM E3205-20, jak i dokument CEN zalecają grubość próbek 0,5 mm*” lub też: „*Stosowne, zatem było przeprowadzenie badań wpływu grubości na uzyskane wyniki*”.
14. Uważam, że informacje (str. 94-95, 110) o publikacjach oraz projektach badawczych, będących niewątpliwie dokonaniem Doktorantki, powinny być umieszczone w innym miejscu, np. jako dodatek na końcu pracy, ponieważ w tym miejscu niczego nie wnoszą, zaburzając ciągłość przedstawionych wyników badań.
15. Informacje zawarte w 4.2.1. to metodyka, a nie wyniki badań i powinny być zawarte w rozdziale 3.
16. W podrozdziale 4.3. (str. 110) zamieszczono stwierdzenie: „*W tym rozdziale opisano zastosowanie SPT w badaniach stali z instalacji przemysłowych (zamiennie w pracy określano, jako badania przemysłowe)...*”. Tego typu informacji w pracy jest więcej. Jaki był powód używania zamiennie dwóch określeń?

Pomimo starannego zredagowania rozprawy wystąpiły w niej liczne, drobne błędy edycyjne i niedopatrzienia:

- strona edycyjna w rozdziałach 1 oraz 3-4 pozostawia dużo do życzenia pod kątem zamieszczonych schematów i wykresów, zaczerpniętych z literatury, charakteryzujących się zróżnicowaną wielkością, czcionką, opisami, itd.,
- w wielu przypadkach opisy rysunków lub osi na wykresach są w języku angielskim (np. rys. 1, 6). Skoro praca została zredagowana w języku polskim to nie powinna zawierać takich elementów, mimo, że dotyczy to przypadków zaczerpniętych z anglojęzycznej literatury,

- liczne schematy nie zostały wykonane samodzielnie przez Autorkę, natomiast wykonano ksero, skan i zamieszczono w pracy, np. na rys. 3, 5d-w tym przypadku rysunek wstawiony jako lustrzane odbicie, 6, 7, 8, 9, 11, 12, 13, 41, 47, 66b,
- zróżnicowana wielkość czcionki w oznaczeniu a), b), ... np. na rys. 2, 13,
- zróżnicowany rodzaj czcionki na wykresach i schematach np. na rys. 2, 3, 6, 7, 8, 9, 13, 41, 46, 47, 66,
- słabo widoczne oznaczenia na rys. 17 i niewłaściwie wstawiona fotografia - lustrzane odbicie,
- str. 8. - niefortunne stwierdzenie: „... odniesienie do wyników **prób** statycznej **próby** rozciągania...”,
- str. 15 – stwierdzenie: „W zastosowaniach naukowych znaczącą grupą, w której dysponujemy ograniczoną objętością materiału badawczego”, powinno być użyte bezosobowo,
- str. 31. niefortunne stwierdzenie: „Rysunek 14. **Sprzęt** wykorzystywany do rejestracji...”,
- większość rysunków wyrównana jest do środka ale kilka, np. 3, 13, 24, 25 wyrównanych jest do lewej. Podobnie w przypadku podpisów pod rysunkami-najczęściej są wyrównane do lewej ale w przypadku np. rys. 32 jest do środka,
- str. 61 – niefortunne stwierdzenie: „Jedne z najmniejszych próbek, jakie **zastosowano** w literaturze, do statycznej próby rozciągania z **zastosowaniem** maszyn wytrzymałościowych”.
- str. 139 – błędne oznaczenie stali w podpisie – Tabela 13,
- str. 155 – błąd w nazwisku drugiego autora pozycji literaturowej [45].

Powyższe uwagi merytoryczne i edycyjne nie umniejszają dużej wartości dysertacji. Uważam rozprawę doktorską za bardzo wartościową i oryginalną.

## Ocena końcowa

Ocena przedstawionej do zaopiniowania rozprawy doktorskiej mgr inż. Barbary Romelczyk-Baishya upoważnia mnie do stwierdzenia, że Autorka dokonała wnikliwej analizy stanu zagadnienia i na tej podstawie trafnie sformułowała cele rozprawy. Poprzez bardzo szerokie badania materiałowe oraz kompleksową analizę cele zostały przez Doktorantkę osiągnięte.

Podsumowując moją recenzję stwierdzam, że mgr inż. Barbara Romelczyk-Baishya wykazała się bardzo dobrą znajomością przedmiotu badań, przygotowaniem merytorycznym na wysokim poziomie, umiejętnością wykorzystania metod, technik i narzędzi badawczych, zdolnością do samodzielnego planowania i realizacji badań naukowych oraz ich analizy.

Recenzowana rozprawa doktorska może być przypisana do dyscypliny naukowej Inżynieria Materiałowa.

## Wniosek

Przedłożona do zaopiniowania rozprawa doktorska mgr inż. Barbary Romelczyk-Baishya pt. „Zastosowanie zginania zminiaturyzowanych próbek do wyznaczania właściwości mechanicznych materiałów” spełnia wymogi stawiane pracom doktorskim przez Ustawę o Stopniach Naukowych i Tytule Naukowym oraz o Stopniach i Tytule z Zakresu Sztuki z dnia 14.03.2003r. (Dz. U. Nr 65, poz. 595) z późniejszymi zmianami.

W związku z powyższym wnoszę do Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Warszawskiej o dopuszczenie mgr inż. Barbary Romelczyk-Baishya do publicznej obrony przedłożonej rozprawy doktorskiej.

dr hab. inż. Krzysztof Żaba, prof. AGH

