

RECENZJA

pracy doktorskiej mgr inż. Barbary Romelczyk - Baishya

p.t. " *Zastosowanie zginania zminiaturyzowanych próbek do wyznaczania właściwości mechanicznych materiałów* "

wykonana na zlecenie Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Warszawskiej

1. Przedmiot oceny

Recenzowana rozprawa doktorska obejmuje zagadnienia związane z badaniami właściwości mechanicznych wykonywanych na zminiaturyzowanych próbkach. zawiera spis treści, uzasadnienie tematu (przegląd literatury), cel pracy, metodykę, wyniki badań własnych, podsumowanie i wnioski końcowe oraz wykaz literatury. Tematyka rozprawy wiąże się z prowadzonymi obecnie w wielu ośrodkach pracami nad zastosowaniem do badań właściwości mechanicznych niestandardyzowanych miniaturowych próbek. Tematyka ma duże znaczenie zarówno z punktu widzenia poznawczego jak i metodycznego.

W pracy przedstawiono aktualny stan wiedzy o materiałach dostępnych w małej objętości oraz technikach charakteryzacji ich właściwości mechanicznych. Autorka w zwięzły sposób wskazała zalety i wady poszczególnych technik i wynikające z tego możliwości zastosowania do charakteryzowania właściwości materiałów. W badaniach własnych skoncentrowano się na analizie procesu zginania zminiaturyzowanych próbek (SPT) wykonanych z różnych materiałów metalicznych. Badania były realizowane na zaprojektowanym i zbudowanym z udziałem Doktorantki stanowisku badawczym. Badań tych nie obejmują normy przedmiotowe, dlatego należy doprowadzić do ich skorelowania z wynikami klasycznych metod oraz standaryzacji, co było głównym celem pracy. Bibliografia zawiera 124 cytowania. Autorka dokładnie przeanalizowała przedmiotową bazę wiedzy. Wiele pozycji literaturowych obejmuje najnowszą literaturę światową w zakresie analizowanej problematyki. Poprawne są proporcje zawartości przeglądu piśmiennictwa i badań własnych. Przedstawione w pracy wyniki badań własnych w wystarczającym stopniu stanowią wsparcie merytoryczne dla

wyciągniętych wniosków końcowych rozprawy. Autorka używa poprawnej terminologii technicznej. Rozprawa napisana jest w języku polskim.

2. Ocena pracy

W rozdziale 1 „*uzasadnienie tematu*” na wstępie, dokonano przeglądu literatury dotyczącego opisu technologii kształtujących mikrostrukturę i właściwości materiałów, które ze względu na charakter procesu dostarczają małe ilości materiału badawczego. Autorka słusznie wskazała, że dla tego typu wyrobów nie ma możliwości wykonania znormalizowanych badań właściwości mechanicznych i należy szukać innych sposobów. Wielu autorów do badań materiałów o małej objętości stosuje tylko podstawową metodę – badania mikrotwardości, co jest niewystarczające do pełnej charakterystyki ich właściwości. Kolejno, zostały przedstawione stosowane badania na małych próbkach tj. statyczna próba rozciągania, odporność na kruche pękanie, udarność i pomiary mikrotwardości. Przekonywujące jest wyjaśnienie przydatności metod badań na mikropróbkach. Dla przykładu, badania połączeń spawanych gdzie występują strefy, można osobno wykonać analizę właściwości mechanicznych na mikropróbkach pobranych z materiału rodzimego, spoiny, strefy wpływu ciepła a następnie skorelować z wynikami badań standardowych. Badacze często ograniczają się do rozkładu twardości lub mikrotwardości, co jest nie w pełni adekwatne do opisu właściwości. Istotna jest również możliwość badania próbek pobranych z elementów pracujących w energetyce (turbin parowych, zbiorników ciśnieniowych) w celu określenia tzw. „czasu bezpiecznej eksploatacji”. Doktorantka wskazała również na ważne aspekty z punktu widzenia tego typu badań tj. przygotowanie próbek oraz efekt skali. Wskazała m.in. na zakłócenie relacji klasycznego równania Halla-Petcha dla materiałów nanokrystalicznych, stąd prośba o komentarz o przyczyny takiego odstępstwa. Autorka dokładnie przedstawiła stosowaną w badaniach własnych metodę zginania zminiaturyzowanych próbek wraz z opisem przygotowanego stanowiska. Na uwagę zasługuje rozdział poświęcony opisowi krzywej SPT oraz zastosowaniu i korelacji wyników tych prób z innymi rezultatami. Na końcu rozdziału Doktoranta dokonała szczegółowego podsumowania, wskazując na konieczność podjęcia badań w celu zaimplementowania metod charakteryzacji właściwości materiałów dostępnych w małej objętości. Wyznaczone parametry z próby SPT nie mają bezpośrednio przełożenia, co do wartości na wyniki otrzymane w próbach klasycznych, dlatego konieczne jest ich skorelowanie z wynikami innych testów, poprzez równania lub metody modelowania. Przegląd literatury jest obszerny, treść jest wzbogacona dużą liczbą ilustracji i tablic, co ułatwia czytelnikowi zrozumienie istoty omawianego zagadnienia.

Na podstawie dokonanego przeglądu literatury i podsumowania Autorka słusznie sformułowała główny cel rozprawy cyt. *"Wystandardyzowane metody zginania zminiaturyzowanych próbek do wyznaczania właściwości mechanicznych materiałów dostępnych w małej objętości"*.

W dostępnej literaturze w zasadzie nie podjęto do tej pory prób standaryzacji tej metody.

Jako materiał badawczy stosowano technicznie czyste żelazo poddane procesom SPD metodą wyciskania hydrostatycznego i ściskania o ultradrobnoziarnistej mikrostrukturze. Badania prowadzono również dla stali austenitycznej 316LVM. Szkoda, że nie opisano dokładniej tej stali, stąd prośba o krótki komentarz. Co oznacza LVM i czy jest to stal ponieważ nie wskazano, że materiał zawiera węgiel. Kolejnym materiałem badawczym była stal do pracy w podwyższonej temperaturze w gatunkach 23H2MF i 26H2MF, przeznaczona dla przemysłu energetycznego zarówno w stanie dostawy jak i po długotrwałej eksploatacji.

Taki dobór materiałów umożliwił Autorce dokładną charakterystykę analizowanej metody SPT. Do badań porównawczych wykorzystano bardziej rozpowszechnione próby rozciągania, udarności metodą Charp'ego i odporności na pękanie.

Wydaje się, że Autorka powinna również zawrzeć algorytmy w formie schematów blokowych, co ułatwiłoby zrozumienie idei kolejności działań w opracowanym planie badań. Schematy prezentowałyby jasno klarownie program badań, umożliwiłoby to analizę postępowania w prowadzonych tak obszernych badaniach.

Badania własne obejmowały szeroki zakres prac:

- badania podstawowych właściwości mechanicznych materiałów oraz badania mikrostruktury,
- zaprojektowanie i testowanie stanowiska badawczego,
- weryfikację geometrii matryc, stempla oraz sposobu przygotowania próbek i prowadzenia prób,
- porównanie wyników prób z uzyskiwanymi na innych stanowiskach,
- charakterystykę parametrów wpływających na wyniki zginania zminiaturyzowanych próbek SPT,
- analizę parametrów siłowo – energetycznych dla prób realizowanych w temperaturze obniżonej, otoczenia i podwyższonej,
- charakterystykę fraktograficzną,
- wyznaczenie równań korelacji wyników uzyskanych na podstawie proponowanej metody z charakterystykami właściwości mechanicznych.

W rozdziale „*Wyniki badań i dyskusja*” Doktorantka przedstawiła dane uzyskane na autorskim urządzeniu z wynikami otrzymanymi w innych ośrodkach, dla wszystkich paddanych badaniom materiałów. Umiejętnie wyjaśniła przyczynę nieznacznych rozbieżności rezultatów wynikających ze sztywności urządzenia, średnic otworów matrycy. Dyskutowała również wpływ geometrii stempla, jak i grubości początkowej próbek. Cenne jest również uwzględnienie w badaniach analizy chropowatości powierzchni, której wzrost sprzyja zmniejszaniu wartości mierzonej siły. Uzyskane wyniki badań umożliwiły opracowanie procedury przygotowania próbek w celu uzyskania jak najdokładniejszych rezultatów.

W rozdziale 4.2. scharakteryzowano pękanie próbek technicznie czystego żelaza. Analizowano próbki wyciskane o strukturze mikrokrystalicznej (Fe20 średnica pręta 20mm), uzyskanego w warunkach wyciskania hydrostatycznego o strukturze ultradrobnoziarnistej (HE8) i następnie ściskanego (HE8F). Badania prowadzono dla krążków i minibelek zarówno w temperaturze otoczenia jak i obniżonej (-180°C). W badaniach wykazano odmienne zachowanie analizowanego materiału w zależności od stopnia odkształcenia i temperatury procesu. Pojawia się pytanie jak wytłumaczyć chwilowy zarejestrowany spadek siły na krzywej dla próbek wyciskanych hydrostatycznie, pokazany na rys. 64b, czy wiąże się z wyraźną granicą plastyczności lub pękaniem?

Zawarte w rozdziale wyniki udowadniają, przydatność zaproponowanej metody do charakteryzowania właściwości materiału w różnych stanach obróbki plastycznej. Metoda umożliwia propagację pęknięć równoległe do osi pręta, czego nie udaje się uzyskać innymi technikami, jest to niezwykle przydatne dla charakteryzowania mechanizmów pękania materiałów. Otrzymane próbki stanowią więc materiał do dalszych badań struktury i charakterystyki przełomów.

W dalszej części pracy Autorka przeprowadziła badania właściwości mechanicznych, stali po eksploatacji w gatunku 26H2MF. Badanie materiałów po eksploatacji w instalacjach energetycznych jest istotne z punktu widzenia określenia czasu dalszej bezpiecznej eksploatacji. Stąd pojawiają się pytania jak długo element, z którego wykonane zostały próbki był eksploatowany oraz w jakich warunkach pracował? Prowadzone badania wskazują, że zaproponowana metoda zginania SPT jest bardzo dobrą metodą do określenia właściwości pracujących elementów, ich stanu wyeksploatowania. Pojawia się jednak pytanie czy według doświadczeń Autorki należy prowadzić dodatkowe uzupełnienie ubytków materiału elementu, z którego pobrano próbki np. metodami napawania, tak jak w przypadku badań dla metod

standardowo stosowanych oraz jaka będzie najlepsza metoda pobierania mikropróbek do badań zginania SPT?

Rozdział wnosi szereg interesujących danych o charakterystykach właściwości mechanicznych eksploatowanej stali odniesieniu do stanu dostawy (określane w pracy jako stan wyjściowy). Udało się z powodzeniem opracować zależności granicy plastyczności (YS) i wytrzymałości na rozciąganie (UTS) w zależności od parametrów siłowych i geometrycznych próby zginania SPT. W kontekście pojawia się pytanie, czy były podejmowane próby wyznaczenia wartości naprężenia i odkształcenia ew. rozkładu tych parametrów metodami modelowania na podstawie danych z prób SPT? Oczywiście nie było to tematem rozprawy, ale czy tego typu badania będą przydatne dla uzupełnienia wyników otrzymywanych z próby i mogą stanowić kierunek ewentualnych dalszych?

Kolejno, dla dużej liczby prób wyznaczono temperaturę przejścia w stan kruchy, Skorelowano wartości krytycznego współczynnika intensywności naprężeń dla próbek standardowych z wynikami prób SPT. W rozdziale 4.3.5. „*temperatura przejścia krucho-plastycznego*” na rys. 96 podano wymiar energii E_u dla punktu maksymalnej siły w N*mm, zaś w spisie oznaczeń jako J*m, podobnie na rys. 100, stąd prośba o komentarz, jak była wyznaczana i jak należy interpretować energię E_u ?. Ponadto, wyniki uzupełniono o dokładne badania fraktograficzne powierzchni przełomów.

Uzyskane dane zostały odniesione do rezultatów otrzymanych przez innych naukowców. Wyniki otrzymane przez Autorkę mieściły w zakresach granicznych otrzymanych w innych badaniach, zaś rozbieżności wynikają głównie z przyjętej metodologii testów.

Badania zrealizowane przez Doktorantkę są obszerne i dogłębne. Do największych Jej osiągnięć, zaprezentowanych w pracy należy zaliczyć:

- opracowanie dokładnego przeglądu literaturowego uzasadniającego podjęcie tematu w zakresie badań materiałów dostępnych w małej objętości,
- szczegółowego opracowania metodyki i wytycznych prowadzenia testów zginania zminiaturyzowanych próbek metodą SPT.
- wyznaczenie równań korelacji, o wysokim poziomie istotności, pomiędzy właściwościami mechanicznymi a parametrami siłowo-energetycznymi rejestrowanymi podczas prób zginania dla badanych materiałów.

Całość pracy można ocenić bardzo wysoko, cechuje ją bardzo dobry warsztat badawczy, starannie dobrany materiał eksperymentalny. Na szczególną uwagę zasługują osiągnięcia Autorki w zakresie realizacji badań doświadczalnych na stanowiskach laboratoryjnych

i prowadzenia badań właściwości mechanicznych. Dużym sukcesem jest fakt, że uzyskane przez Doktorantkę wyniki badań i zebrane doświadczenia pozwalają na dokładne wyznaczenie parametrów opisujących właściwości mechaniczne i dają podstawy unifikacji stosowanej metody. Autorka w ostatnim rozdziale wskazała zwięźle kierunki dalszych prac, dotyczące rozszerzenia bazy wiedzy dotyczącej odporności na kruche pęknięcia wyznaczanej metodą zginania SPT o inne materiały oraz opracowanie metodologii badania procesu pełzania z zastosowaniem zaprojektowanej komory. Przedstawiony w tej części opis świadczy o dużej wiedzy zdobytej przez Autorkę w trakcie realizacji pracy. Dobrze zdaje sobie sprawę z pewnych możliwości modyfikacji zaproponowanej metodyki. Stąd prośba o wyjaśnienie czy podejmowane były już próby zastosowania zaprojektowanej komory temperaturowej do prób pełzania? Czy podejmowano badania metodą SPT dla innej grupy materiałów?

W podsumowaniu można stwierdzić, że przeprowadzone w pracy badania i ich analiza w pełni spełniły sformułowany cel pracy, polegający na wystandaryzowaniu metody zginania zminiaturyzowanych próbek do wyznaczenia właściwości mechanicznych materiałów dostępnych w małej objętości.

3. Wniosek końcowy

Przedstawione w pracy doktorskiej wyniki badań mają dużą wartość naukową i użyteczną. Należy docenić osiągnięcia Autorki dotyczące wykonania obszernych badań dotyczących optymalizacji geometrii próbek, narzędzi oraz realizacji prób zginania w temperaturze obniżonej, otoczenia i podwyższonej, które umożliwiły opracowanie poprawnej metodologii prowadzenia badań zginania metodą SPT. Uwagę zwraca również obszerny i dobrze przygotowany przegląd literatury obejmujący dostępną wiedzę z zakresu badań mikropróbek. Opracowana metodyka jest nowatorska i jedyna w skali krajowej.

Doktorantka wykazała się niezbędną wiedzą, umiejętnością twórczego prowadzenia badań eksperymentalnych oraz ich analizy, co pozwala pozytywnie ocenić pracę doktorską mgr inż. Barbary Romelczyk-Baishya. Na uwagę zasługuje również obszerny dorobek naukowy w innych obszarach związanych z inżynierią materiałową. Na tej podstawie można stwierdzić, że Doktorantka jest już doświadczonym badaczem.

Stwierdzam, że opiniowana praca doktorska nt. „*Zastosowanie zginania zminiaturyzowanych próbek do wyznaczenia właściwości mechanicznych materiałów*” spełnia wymagania stawiane kandydatom do stopnia doktora, określone w Ustawie z dnia 14 marca 2003r. o stopniach i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz. U. z 2017r. poz. 1789 z późniejszymi zmianami) i wnioskuję do Wysokiej Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa

Politechniki Warszawskiej o dopuszczenie mgr inż. Barbary Romeleczyk-Baishya do publicznej obrony.

dr hab. inż. Dariusz Kuc

prof. PŚ



Ponadto zwracam się do Wysokiej Rady o rozważenie możliwości wyróżnienia opiniowanej pracy doktorskiej. Prowadzone prace odznaczają się wysokim poziomem naukowym. Autorka na podstawie obserwacji bardzo dobrze potrafi łączyć i analizować wiedzę z różnych obszarów inżynierii materiałowej – preparatyki, właściwości mechanicznych oraz badań struktury. Udowadnia to w przedstawionym przeglądzie literatury, przekonywującym, wyborze analizowanej metody określania właściwości mechanicznych oraz badaniach uzupełniających mikrostruktury i fraktografii przełomów z zastosowaniem najnowszych dostępnych metod. Zaprezentowane wyniki świadczą o dużej pracowitości oraz zaangażowaniu Doktorantki w podjętą tematykę badawczą. Autorka realizuje badania naukowe z dużą dociekliwością stąd duża ilość przeprowadzonych eksperymentów dla uzyskania najdokładniejszych wyników. Umiejętnie analizuje uzyskane rezultaty i potrafi krytycznie spojrzeć na otrzymane wyniki. Opracowane zalecenia odnośnie przygotowania próbek, doboru narzędzi i sposobu prowadzenia badań oraz opracowania wyników dają silną podstawę do opracowania normy przedmiotowej metody zginania mikropróbek metodą SPT. O szerokiej wiedzy uzyskanej podczas realizacji pracy świadczy również spójne wskazanie kierunków dalszych badań w analizowanym obszarze. Legitymuje się również bardzo dobrym dorobkiem naukowym w postaci publikacji. Takich specjalistów jest mało i dobrze aby Pani mgr inż. Barbara Romelczyk-Baishya po pozytywnej obronie pracy dalej kontynuowała działalność naukową.

Wyróżnienie rozprawy może przyczynić się do jeszcze większego zaangażowania Doktorantki w doskonalenie opracowanych rozwiązań i związany z tym rozwój badań.

dr hab. inż. Dariusz Kuc
prof. PŚ

