Dr hab. inż. Anna Góral, prof. instytutu
Instytut Metalurgii i Inżynierii Materiałowej
im. A. Krupkowskiego Polskiej Akademii Nauk
ul. Reymonta 25
30-059 Kraków

Kraków, 25.09.2023 r.

RECENZJA ROZPRAWY DOKTORSKIEJ

mgr inż. Michała Krzywieckiego

pt. **„Wyznaczanie profili naprężeń w warstwach wierzchnich z użyciem techniki rentgenowskiej i elektropolerowania"** wykonanej pod opieką naukową dr hab. inż. Barbary Kucharskiej, prof. PCz oraz dr inż. Marzeny Lech-Gregi.

Podstawa wykonania recenzji

Recenzję wykonano na zlecenie Rady Dyscypliny Naukowej Inżynieria Materiałowa Politechniki Częstochowskiej z dnia 31.07.2023 r.

Uwagi ogólne o tematyce rozprawy

Przedstawiona do recenzji praca dotyczy wyznaczania profili naprężeń własnych w warstwach wierzchnich stali austenitycznych. Naprężenia własne w istotny sposób determinują przydatność wyrobów do konkretnych zastosowań. Z rodzajem i wielkością naprężeń związane są właściwości materiałów, na przykład naprężenia ściskające wpływają na zwiększenie wytrzymałości mechanicznej warstwy powierzchniowej, natomiast wysokie naprężenia rozciągające mogą przyspieszyć inicjację pęknięć i spowodować zniszczenie elementu. Dlatego też tematyka rozprawy doktorskiej mgr inż. Michała Krzywieckiego dotyczy bardzo aktualnego i istotnego problemu wyznaczania naprężeń własnych w materiałach stalowych z wykorzystaniem metod dyfrakcji rentgenowskiej. Metody te wykorzystywane są powszechnie ze względu na ich nieniszczący charakter oraz możliwość wykonywania pomiarów w określonych objętościach zależnych od współczynnika absorpcji promieniowania w badanym materiale. Dostępność zaawansowanej aparatury i intensywnie rozwijanych metod pomiarowych jest również istotna. W swojej pracy Doktorant przedstawił oryginalną koncepcję wyznaczania profilu głębokościowego naprężeń występujących w warstwach wierzchnich stali austenitycznych w oparciu o połączenie rentgenowskich pomiarów naprężeń ze zdejmowaniem cienkich warstw materiału metodą elektropolerowania. Podjęta tematyka rozprawy doktorskiej ma również znaczenie praktyczne, bowiem profile odzwierciedlające konfigurację naprężeń na różnych głębokościach od powierzchni zewnętrznej mogą wskazywać obszary potencjalnej destrukcji materiału.

Ocena merytoryczna i metodologiczna rozprawy

Recenzowana rozprawa doktorska rozpoczyna się krótkim (1 strona) wprowadzeniem, w którym Doktorant przedstawił zwięzłą charakterystykę pracy z określeniem metodologii oraz spodziewanych wymiernych efektów.

W części literaturowej zostały omówione zagadnienia istotne z punktu widzenia tematyki rozprawy dotyczące problematyki naprężeń własnych występujących w materiałach (ich rodzaje, źródła powstawania i metody wyznaczania) oraz charakterystyki austenitycznych stali chromowo-niklowych (właściwości i wykorzystanie). Doktorant przedstawił również najważniejsze zalety stosowania elektroobróbki materiałów w celu poprawy ich właściwości użytkowych i dekoracyjnych a także korzyści wynikające z elektropolerowania stali wraz z analizą czynników mających wpływ na jego przebieg. Przedstawioną wiedzę oparł na 100 pozycjach literaturowych, jednak wydaje się być niekompletna w zakresie metodyki pomiarowej naprężeń własnych.

W oparciu o przeprowadzoną analizę aktualnego stanu wiedzy naukowej z zakresu przedstawionego tematu Doktorant sformułował problem naukowy. Celem przeprowadzonych badań było określenie warunków pomiarów rentgenowskich metodą $\sin^2\psi$ oraz kontrolowanego zdejmowania warstw stali chromowo-niklowych metodą elektrolityczną na potrzeby wyznaczania w nich profili głębokościowych naprężeń własnych.

Do zrealizowania celu badań zaproponowano bogaty program badawczy przedstawiony w rozdziale II.3 rozprawy obejmujący trzy główne zagadnienia: 1) określenie właściwości stali użytych do badań, 2) określenie efektywności elektropolerowania stali oraz 3) wyznaczenie profili naprężeń własnych w stalach. Doktorant scharakteryzował materiał badawczy, który stanowiły trzy austenityczne stale chromowo-niklowe (wg AISI: 304L, 316L i 310S) w postaci blach. Szczegółowo opisał metodykę elektropolerowania stali oraz pomiarów naprężeń, aparaturę i warunki pomiarowe. Na podkreślenie zasługuje zaangażowanie Doktoranta w zmodernizowanie elektropolerki w celu wyeliminowania pierwotnych niedotrawień stali, jak również szeroka współpraca z wiodącymi ośrodkami badawczymi w zakresie pomiarów naprężeń. Przyjęty program badań poza bogatym planem pomiarów naprężeń własnych (w różnych kierunkach, za pomocą różnych dyfraktometrów, z zastosowaniem różnych warunków pomiarowych) obejmował również badania wpływu głębokości trawienia na powierzchnię stali, teksturę oraz twardość.

Dobór zarówno metodologii badań, jak i technik badawczych jest odpowiedni do osiągnięcia założonego celu badawczego a wykonanie ich wymagały od Doktoranta wiedzy i umiejętności w zakresie przeprowadzania ww. eksperymentów. Badania blach w stanie dostawy mają znaczenie, ponieważ naprężenia własne to powszechnie występująca ważna cecha materiału, jednak stan technologiczny powinien zostać lepiej zdefiniowany, np. po walcowaniu na zimno lub na gorąco, itp. Wydaje się również, że bardziej wartościowym osiągnięciem pracy byłoby porównanie wyznaczonych profili naprężeń własnych w warstwie

wierzchniej stali w stanie technologicznym i w stanie po przeprowadzonej dodatkowej obróbce, takiej jak np. kulowanie, śrutowanie itp.

W rozdziale II.9 dotyczącym wyników badań Doktorant przeprowadził makro- i mikroskopową ocenę elektroobrobionych powierzchni stali w celu dobrania elektrolitu oraz optymalnych warunków procesu i wyznaczenia grubości zdejmowanych warstw w czasie. Na uwagę zasługuje część poświęcona pomiarom naprężeń własnych za pomocą metod dyfrakcji rentgenowskiej, w której skoncentrował się na charakterystyce parametrów kluczowych z punktu widzenia potencjalnego wyznaczania profili naprężeń w badanych stalach. Przedstawił analizę wpływu przyjętego do badań refleksu dyfrakcyjnego, długości fali promieniowania rentgenowskiego oraz geometrii pomiaru na efektywną głębokość wnikania. Dokonał szczegółowej charakterystyki refleksu dyfrakcyjnego dla płaszczyzny {311} γ-Fe w zależności od kąta pochylania próbki ψ, kierunku na próbce, głębokości wytrawienia oraz temperatury stali określając ich wpływ na profil refleksu oraz separację składowych Kα1 i Kα2. Pomiary naprężeń własnych zostały przeprowadzone na różnej aparaturze. Otrzymane profile naprężeń w większości oscylowały wokół wartości zerowej, niemniej jednak występowały znaczne różnice zarówno w wartościach naprężeń, jak i niepewności pomiarowej. Na powierzchniach badanych próbek stalowych występowały naprężenia ściskające. Na podkreślenie zasługują pomiary naprężeń wykonane na stalach w różnym stanie odprężenia (wygrzania) w trakcie statycznej próby rozciągania z zadanym obciążeniem, w których wykazano korelację naprężeń wyznaczonych z zadanymi dla stali 304L i 316L. Nie stwierdzono jednak zależności pomiędzy wartościami naprężeń ich znakiem a mikrotwardością dla badanych stali, niemniej jednak przy powierzchni próbek zmierzono jej najwyższe wartości.

W rozdziale III Doktorant przedstawił analizę wyników badań oraz najważniejsze wnioski.

Za najważniejsze osiągnięcia o charakterze poznawczym i technologicznym Pana mgr inż. Michała Krzywieckiego uważam:

1. Zmodernizowanie elektropolerki umożliwiające otrzymanie lepszych jakościowo obszarów stali po trawieniu oraz wydłużenie czasu jednego cyklu elektroobróbki.
2. Analizę czynników wpływających na wartości naprężeń własnych wyznaczanych metodami dyfrakcji rentgenowskiej.

Formalna strona pracy

Recenzowana rozprawa doktorska pana Marcina Krzywieckiego napisana jest w języku polskim, zawiera 177 stron wraz z załącznikiem zawierającym szczegółowe dane pomiarowe i obliczeniowe oraz literaturą złożoną z 100 pozycji, 121 rysunków i 37 tabel. Składa się z trzech rozdziałów: części literaturowej, części badawczej i analizy wyników badań. Rozdziały te poprzedzone są spisem treści oraz krótkim wprowadzeniem, z kolei na końcu znajdują się wnioski, literatura oraz załącznik. Praca przedstawia szerokie spektrum zagadnień dotyczących charakterystyki badanych stali, określenia efektywności ich elektropolerowania oraz określenia

naprężeń własnych oraz profili głębokościowych naprężeń w stalach, wzbogaconych o wyznaczenie profili głębokościowych twardości w stalach. Na podkreślenie zasługuje strona graficzna, rysunki są czytelne i opisane. Rozprawa jest przejrzysta, niemniej jednak w tekście znajduje się dużo błędów literowych i edytorskich wynikających głównie niewłaściwej odmiany wyrazów oraz braku odstępu między wyrazami. Poniżej przedstawię tylko najważniejsze.

Występują błędy w zapisie równań. We wzorze (18) opisującym równanie Bragga brakuje liczby 2, poprawny zapis to: $n \cdot \lambda = 2\, d_{hkl} \cdot \sin\theta$. We wzorze (26) opisującym efektywną głębokość wnikania w liczniku zamiast symbolu logarytmu naturalnego ln jest litera l.

W podpisie pod rysunkiem II.34 powinna być stal 316L nie 310S.

W tekście znajdują się odniesienia do niewłaściwych numerów tabel np. II.6 zamiast II.9 (str. 50), II.9 zamiast II.10 (str. 64) oraz rysunków, np. II.21 zamiast II.20 (str. 59), itp.

Brak rozdziału II.9.1.3, zarówno w tekście, jak i w spisie treści, do którego odnosi się Doktorant w rozdziale II.5.4.3 (str. 50).

Odnośnie terminologii naprężeń Doktorant pominął termin „naprężenia własne", który jest powszechnie stosowany i znacznie lepiej niż termin „naprężenia szczątkowe" definiuje naprężenia istniejące w materiale bez jakichkolwiek oddziaływań zewnętrznych w chwili pomiaru.

W rozprawie zauważyłam też kilka niezręcznych sformułowań odnoszących się do terminologii. W rozprawie Doktorant stosuje terminy np.: „sieć krystalograficzna", „stale nierdzewiejące", „strawienie stali", „roztrawienie się próbki", „roztrawienie stali", „naprężenia wyznaczono rentgenowsko", „obserwacje mikroskopowe skaningowe", „powierzchnia (...) pod pomiary naprężeń", „głębokości pomiarów rentgenowskich", itp.

Spostrzeżenia i uwagi krytyczne

Krytyczna ocena rozprawy doktorskiej Pana mgr inż. Michała Krzewieckiego dotyczy opisu i interpretacji uzyskanych wyników oraz dodatkowych wyjaśnień odnośnie zagadnień, które nasunęły mi się po przeczytaniu pracy.

1. W tytule rozprawy wskazane byłoby podanie rodzaju materiału, którego profile naprężeń własnych wyznaczane są w warstwach wierzchnich.
2. Do analizy profili naprężeń własnych wybrano trzy stale austenityczne chromowo-niklowe w stanie technologicznym posiadające zbliżony skład chemiczny i właściwości mechaniczne. Dlaczego nie przeprowadzono analizy naprężeń własnych w próbkach po obróbce generującej wysoki stan naprężeń?
3. W pracy Doktorant napisał, iż „na skutek nadmiernego nagrzewania się próbki w wyniku przepływu prądu" na powierzchni trawionej stali tworzyła się cienka warstewka. To mogłoby sugerować powstawanie faz tlenkowych na powierzchni stali, jednak tylko w przypadku stali 310S zidentyfikowano obecność tlenu w nalocie. Jak wytłumaczyć różny skład chemiczny nalotów w poszczególnych próbkach? Zawartość wszystkich

pierwiastków w poszczególnych nalotach podana w tabeli II.10 powinna wynosić 100 %wag., tymczasem znacznie odbiega od tej wartości.

4. Elektropolerowanie zmienia stan warstwy wierzchniej, np. jej chropowatość, a czy wpływa na stan naprężeń własnych w badanym materiale? Proszę o komentarz z uwzględnieniem fizycznych warunków elektropolerowania.
5. W tabeli II.16 chropowatość zmierzona Scratch Testerem powierzchni trawionej stali 310S waha się w zakresie od 260 nm do 640 nm, natomiast na rys. II.46b i c zmierzona za pomocą AFM od 4,6 nm i 10,2 nm. Czy istnieje korelacja między tymi wynikami? Ponadto, w tekście na str. 149 podano, że chropowatość tej stali po trawieniu jest wyższa niż przed obróbką, odwrotnie niż podano na rysunku II.46b i c. Co w podpisie pod rys. II.46b oznacza sformułowanie „wytrawienie o głębokości 100 s"?
6. Na stronie 96 Doktorant stwierdził, że „Użycie promieniowania pochodzącego z anody Mn, o znacznie krótszej długości fali niż w przypadku anody Co powoduje, że głębokość pomiaru rtg jest około 1,5 x większa." – Długość fali promieniowania rentgenowskiego MnKα = 0,21018 nm jest większa od CoKα = 0,1789 nm. Głębokość wnikania promieni rentgenowskich w dany materiał zależy również od liniowego współczynnika absorpcji promieniowania w badanym materiale.
7. Wartości naprężeń własnych wyznaczonych na różnej aparaturze i w różnych ośrodkach badawczych znacząco się różniły. W jaki sposób wytłumaczyć te różnice? Świadczą one o ciągłej potrzebie doskonalenia metodologii i techniki pomiarowej w tym zakresie.

Opinia końcowa

W opinii końcowej stwierdzam, że recenzowana praca jest wartościowa pod względem naukowym wskazując, że elektropolerowanie może być efektywną metodą zdejmowania warstw stali chromowo-niklowych do wyznaczania profili głębokościowych naprężeń. Doktorant opanował szereg metod badawczych i umiejętność samodzielnego prowadzenia badań. Rozprawa doktorska „Wyznaczanie profili naprężeń w warstwach wierzchnich z użyciem techniki rentgenowskiej i elektropolerowania" spełnia wymagania formalne stawiane pracom doktorskim zgodnie z Ustawą z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki z późn. zm. i wnioskuję do Rady Dyscypliny Naukowej Inżynieria Materiałowa Politechniki Częstochowskiej o dopuszczenie mgr inż. Michała Krzywieckiego do publicznej obrony.

A Ginel