dr hab. Bolesław Augustyniak, prof. emerytowany

Wydział Fizyki Technicznej i Matematyki Stosowanej
Politechnika Gdańska

Gdańsk 20.10.2023

Recenzja rozprawy doktorskiej **mgr inż. Michała Krzywieckiego** pt.
„Wyznaczanie profili naprężeń w warstwach wierzchnich z użyciem techniki rentgenowskiej i elektropolerowania"

przygotowanej pod kierunkiem:
Promotora: **dr hab. inż. Barbary Kucharskiej**, prof. PCz
Katedra Inżynierii Materiałowej; Wydział Inżynierii Produkcji i Technologii Materiałów Politechniki Częstochowskiej oraz
Promotora pomocniczego: **dr inż. Marzeny Lech-Gregi**, prof. IMN Sieć Badawcza Łukasiewicz IMN-OML Skawina;
Częstochowa 2023

1. Uwagi wstępne

Recenzję tę sporządzono kierując się wymogami zapisanymi w Ustawie z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki z późn. zmianami_(Dz.U. 2003 nr 65 poz. 595). W szczególności art. 13 ust. 1 tej Ustawy formułuje ogólne wymogi wobec rozprawy doktorskiej: *„Rozprawa doktorska, przygotowywana pod opieką promotora albo pod opieką promotora i promotora pomocniczego, powinna stanowić oryginalne rozwiązanie problemu naukowego lub oryginalne rozwiązanie problemu w oparciu o opracowanie projektowe, konstrukcyjne, technologiczne, lub oryginalne dokonanie artystyczne, oraz wykazywać ogólną wiedzę teoretyczną kandydata w danej dyscyplinie naukowej lub artystycznej oraz umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej lub artystycznej"*

Recenzja zawiera opis i ocenę formalną rozprawy a także uwagi i pytania do doktoranta oraz końcową konkluzję.

2. Wybór i znaczenie tematu rozprawy

Stan naprężenia resztkowego w warstwach wierzchnich stalowych elementów konstrukcyjnych używanych w wielu gałęziach przemysłu i jest zagadnieniem o wyjątkowym znaczeniu dla zapewnienia bezpiecznej pracy tych elementów podczas ich eksploatacji w warunkach zmiennych obciążeń mechanicznych. Wiadomym jest negatywny skutek naprężenia resztkowego rozciągającego, gdyż takie naprężenie stymuluje powstanie pustek i przyspiesza rozwój mikropęknięć aż do powstania makropęknięcia, które jest przyczyną awarii eksploatowanego urządzenia czy też konstrukcji. Zadaniem pirytowym jest zatem stosowanie metody diagnostyki stanu owego naprężenia na etapie produkcji a także podczas eksploatacji danego elementu konstrukcji. Należy stwierdzić, że jest to zagadnienie nadal otwarte pomimo ustawicznego postępu w technice pomiarowej. Oceniając proponowane na rynku diagnostyki metody ze względu na ich 'praktyczną' użyteczność, czyli łatwość stosowania w warunkach przemysłowych (liczy się czas i koszt przygotowania obiektu do badania i czas samego badania), należy preferować metody określane jako 'nieniszczące'. Nie wymagają one bowiem ingerencji w stan mechaniczny badanego elementu. W szczególności wskazać trzeba tu metodę wykorzystującą efekt Barkhausena. Pozwala ona w czasie rzędu kilku sekund na detekcję 'sygnału' świadczącym o stanie naprężenia w warstwie o głębokości rzędu kilkuset mikrometrów. Metoda ta może być stosowana tylko dla stali o właściwościach

ferromagnetycznych. Tego istotnego ograniczenia nie ma metoda pomiaru stanu naprężenia bazująca na efekcie dyfrakcji promieni rentgenowskich (metoda rtg). Może być stosowana do badania wszelkich materiałów o strukturze krystalicznej i jest w swej istocie 'nieniszcząca' a czas pomiaru jest rzędu kilku minut. Istotnie ważną cechą tej metody w odniesieniu do zagadnienia pomiaru stanu naprężenia jest ta, że pozwala on określić stan naprężenia tylko w relatywnie cienkiej warstwie przypowierzchniowej badanego obiektu – grubość rzędu kilku mikrometrów. Ta cecha implikuje zasadność eksperckiego przygotowania stanu tej warstwy. Owo przygotowanie polega na stosowaniu techniki trawienia (lub polerowania) elektro chemicznego. Stopniowe usuwanie warstw i wykonanie pomiaru na odsłoniętej kolejnej warstwie pozwala na wyznaczenie 'profilu głębokościowego' naprężenia w danym kierunku. To stanowi schemat ogólny i znany powszechnie dla takiej metodologii wyznaczania rozkładu poziomu naprężenia w funkcji głębokości wytrawienia. Doktorant podjął badania o charakterze utylitarnym, które dotyczyły optymalizacji techniki zdejmowania warstw metodą elektrolizowania dla potrzeb wyznaczenia profili naprężeniowych metodą rtg. Badania prezentowane w rozprawie służyły wskazaniu różnych czynników (m.in. aparaturowych, geometrii pomiarów rtg, opracowania refleksów dyfrakcyjnych) na wynikowe profile głębokościowe naprężenia resztkowego. W części dotyczącej elekropolerowania doktorant skupił się na doborze parametrów procesu pozwalających na uzyskiwanie dobrych jakościowo powierzchni wytrawień i wyznaczeniu charakterystyk pozwalających na kontrolowane zdejmowanie warstw austenitycznych stali Cr-Ni. Można zatem uznać, że doktorant podjął się badań, które mogą i powinny być użyteczne dla optymalnego stosowania techniki elekropolerowania przy badaniu profili głębokościowych w warunkach laboratoryjnych a także – co jest oczekiwane na rynku diagnostycznym – w badaniach profili w warunkach przemysłowych. Badanie w warunkach przemysłowych stanu naprężenia techniką rtg jest już teraz możliwe przy użyciu przenośnych i bardzo efektywnych aparatów rentgenowskich. W tych badaniach pomocną ma być wiedza o optymalnej metodzie trawienia warstw wierzchnich. Można zakładać, że to pozwoli na powszechne użycie techniki rtg do skutecznej diagnostyki profili głębokościowych naprężenia, czyniąc ją także użyteczną dla kalibracji (czy też weryfikacji) wskazań metody wykorzystującej efekt Barkhausena. Uzyska się w takim połączeniu obu tych technik pozytywny efekt synergii. To świadczy o właściwym wyborze przez doktoranta i tematyki i techniki badawczej.

3. Cele pracy i hipoteza badawcza

Celem dysertacji – według doktoranta – jest określenie warunków pomiarów rentgenowskich metodą $\sin^2\psi$ oraz kontrolowanego zdejmowania warstw stali chromowo-niklowych metodą elektrolityczną na potrzeby wyznaczania w nich profili głębokościowych naprężenia szczątkowego. Doktorant nie formułuje w sposób deklaratywny hipotezy badawczej, ale owa hipoteza może być wywiedziona z zakresu deklarowanych badań własnych. Badania własne dotyczą bowiem (wg. doktoranta) trzech zadań:

1) określenie własności stali użytych do badań,
2) określenie efektywności elektropolerowania stali,
3) określenie profili naprężenia szczątkowego w stalach.

Słowem ważnym (kluczowym) dla wywiedzenia owej hipotezy badawczej jest sformułowanie 'efektywność elektropolerowania'. Zasadne jest zatem założenie, że doktorant zamierza wypracować optymalną metodologię elektropolerowania wybranych gatunków stali dla potrzeb wyznaczania profili głębokościowych naprężenia szczątkowego metodą rtg, zakładając, że jego badania pozwolą na wypracowanie takiej metodologii.

4. Struktura, metody i merytoryczna ocena treści rozprawy

Rozprawa liczy 178 stron i jest podzielona na cztery główne rozdziały:

I. CZĘŚĆ LITERATUROWA (ilość stron 29)

II. CZĘŚĆ BADAWCZA (ilość stron 110)

III. ANALIZA WYNIKÓW BADAŃ i WNIOSKI (ilość stron 10)

IV. ZAŁĄCZNIK (ilość stron 11).

Na końcu rozprawy jest zamieszczony spis literatury (100 pozycji) oraz Oświadczenie doktoranta, sformułowane zgodne z wymogami prawa.

Część literaturowa zawiera 4 podrozdziały. W podrozdziale I.1. opisano ogólne warunki równowagi naprężeń. Podrozdział I.2. opisuje rodzaje naprężeń – w tym szczątkowych, podając ich klasyfikację do trzech grup. W podrozdziale I.3. przedstawiono źródła naprężeń w materiałach i problematykę badawczą naprężeń szczątkowych. Wyszczególniono naprężenia indukowane różnymi obróbkami cieplno-mechanicznymi (obróbka cieplna, plastyczna, spajanie, nakładanie powłok i warstw dyfuzyjnych). Podrozdział I.4. zawiera syntetyczny opis metod wyznaczania naprężeń szczątkowych. W obszarze metod badań nieniszczących opisano skrótowo metodę bazująca na efekcie Barkhausena. W części dotyczącej prezentacji metod dyfrakcyjnych podano elementarne wiadomości o metodologii wyznaczania poziomu naprężenia z użyciem promieni rentgena w tym dwóch metod charakteryzujących się zmianą kąta Ψ (metody „d – $\sin^2\Psi$ " i „Glsin$^2\Psi$"). Te dwie metody były wykorzystywane w badaniach stanu naprężenia. Podrozdział I.5. to opis właściwości stali austenitycznych chromowo-niklowych, wykorzystywanych jako materiał do badań. Zwrócono uwagę na ich żaroodporność. W ostatnim podrozdziale - I.6., zapisano informację o specyfice elektropolerowania stali austenitycznych chromowo-niklowych.

Część druga rozprawy jest poświęcona opisowi badań i podzielona została na 14 podrozdziałów.
Na początku doktorant przedstawia cel rozprawy oraz uzasadnienia ten cel (podrozdział **II.1** Tezy i cel rozprawy) a następnie w podrozdziale **II.3** dokonuje wyliczenia zakresów wykonanych wielorakich badań własnych, podzielonych na trzy grupy (zgodnie z przyjętymi trzema zadaniami dla tych badań). W zadaniu dotyczącym określenia własności stali wykonano badania składu chemicznego, twardości, własności wytrzymałościowych, mikrostruktury oraz tekstury. W zadaniu dotyczącym określenia efektywności elektropolerowania stali wykonano modernizację stanowiska do elektropolerowania a następnie przeprowadzono badania wpływu elektrolitu, czasu i parametrów prądowych elektroobróbki na stan powierzchni stali, chropowatość powierzchni elektroobrobionej oraz głębokość ubytków a także wyznaczono charakterystyki elektropolerowania stali w ustalonych warunkach. Badania wykonane w zadaniu dotyczącym wyznaczenia naprężenia szczątkowego polegały kolejno na:
- ustaleniu parametrów i procedur pomiarów rentgenowskich;
- ustaleniu procedury opracowania dyfraktogramów do wyznaczenia naprężenia;
- wykonaniu pomiarów rentgenowskich stali, w stanie technologicznym, po obróbkach cieplnych oraz w stanie naprężenia zewnętrznego;
- opracowaniu profili głębokościowych naprężenia w stalach;
- opracowaniu profili głębokościowych twardości w stalach.

Podrozdział **II.4**. poświęcony jest opisowi materiału badawczego i wynikom badań właściwości fizycznych. Materiałem do badań były trzy jednofazowe stale chromowo-niklowe, które oznaczono zgodnie z nomenklaturą AISI jako: 310S – stal żaroodporna i 304L oraz 316L - stale odporne na korozję. Podano wyniki analizy składu chemicznego oraz statycznej próby

rozciągania, pomiaru twardości twardościomierzem Vickersa oraz obrazy zgładów metalograficznych z przekrojów poprzecznych (200x) dla materiału w stanie dostawy.
Podrozdział **II.5** (Metodyka elektropolerowania) zawiera opis układu użytego do elektropolerowania i jego modernizacji a także informacje o sposobie przygotowania elektrolitów oraz szczegółową prezentację wyników badania przeprowadzonej elektroobróbki stali a w tym badania wpływu stanu powierzchni na przebieg elektropolerowania oraz wyznaczonych głębokości ubytków materiału i chropowatości powierzchni.
Podrozdział **II.6** opisuje zastosowaną metodykę pomiaru naprężenia oraz opisuje program badań dodatkowych.
Badania rentgenowskie poziomu naprężenia wykonano metodą $\sin^2\Psi$ z użyciem czterech dyfraktometrów:

1) Seifert 3003TT z Katedry Inżynierii Materiałowej w Politechnice Częstochowskiej,
2) STRAINFLEX PSF 2M z Instytutu Metali Nieżelaznych o. w Skawinie,
3) XTRa-ARL z Katedry Materiałoznawstwa i Laboratorium Badań Materiałów dla Przemysłu Lotniczego w Politechnice Rzeszowskiej,
4) MSP1364 PCB w PCB Service Sp. z o.o. w Pszczółkach.

Dyfraktometry 2, 3 i 4 – dedykowane do pomiaru stanu naprężenia - wykorzystano do wyznaczenia kontrolnego profili w wybranych próbkach w stanie technologicznym dla stali 304L (dyfraktometry 2, 3,4) i stali 310S (dyfraktometr 3). Większość badań dla trzech gatunków stali była wykonana dyfraktometrem Seifert w symetrycznej geometrii Bragg-Brentano (B_B) jak i w geometrii stałego kąta padania *alfa* = 35 deg (GIXRD) stosując lampę Co oraz refleks 311. Pomiary na PCz zostały wykonane w trzech kierunkach płaszczyzny dyfrakcji określonych kątem: $\Phi = 0°, 45°$ i $90°$ (kierunek $\Phi = 0°$ jest kierunkiem równoległym do kierunku walcowania stali). Nachylenie próbek względem osi symetrii wiązki zmieniało się w zakresie kąta Ψ <35,-35°>.
W pomiarach poziomu naprężenia zrealizowanych na PCz wykonano badania mające na celu określenie: wpływu elektropolerowania, wpływu obróbki cieplnej i odkształcenia plastycznego, oraz wpływu warunków pomiaru i obróbki dyfraktogramów na wartości naprężeń w stalach i ich głębokościowe profile. Stal 310S była badana także w stanie po wygrzaniu oraz dodatkowym rozciąganiu plastycznym (*epsilon* = 0,2). Opisano też warunki badania kontrolnego (walidacyjne) poziomu naprężenia metodą rtg próbek obciążanych statycznie w maszynie wytrzymałościowej.
Opis metodologii badania tekstury z użyciem dyfraktometru znajduje się w podrozdziale **II.7.** a podrozdział **II.8.** opisuje metodologię wyznaczania profili głębokościowych mikrotwardości HV 0,01 do głębokości około 100 mikrometrów i na powierzchni obszarów elektropolerowanych
Podrozdział **II.9.** zawiera opis wyników badania skutków zastosowanej elektro obróbki a w tym pomiaru chropowatości oraz ocenę głębokości pomiarów rtg w funkcji kąta Ψ dla lamp Co i Mn. Wykazano, że te głębokości są na poziomie około 10 mikrometrów dla Co i 20 mikrometrów dla Mn.
Wyniki pomiarów poziomu naprężenia zostały opisane szczegółowo i zilustrowane wykresami w podrozdziale **II.10.** W pięciu pierwszych pod-podrozdziałów zawarto informacje o dyfraktometrach ogólnych badanych stali, profilach i kątach dyfrakcji oraz szerokościach połówkowych rejestrowanych refleksów a także o odległościach międzypłaszczyznowych d_{311} (dla różnych głębokości trawienia). W pod-podrozdziale **II.10.6.** zilustrowano metodologię wyznaczania poziomu naprężenia z zależności stałej sieciowej d_{311} od wartości $\sin^2\Psi$ wykreślonej dla dodatnich i ujemnych wartości kąta Ψ. Doktorant zastosował tu regresję liniową: $y = a + bX$, przyjmując, że współczynnik kierunkowy *b* jest jednoznacznie skojarzony z poszukiwanym poziomem naprężenia *sigma*. Pokazano przykładowe wyniki takiej analizy dla trzech gatunków stali wytrawionych do trzech różnych głębokości i dla trzech kierunków badania (kąt Φ). Pod-podrozdział **II.10.7.** ilustruje wynik badania powtarzalności wyznaczanych profili naprężeniowych dla trzech gatunków stali przy zmianie położenia próbki. Kolejny pod-podrozdział **(II.11)** zawiera opis głównych wyników badania profili naprężeniowych dla trzech gatunków stali – najpierw z użyciem trzech dyfraktometrów nr 2, 3 i 4 a następnie z użyciem dyfraktometru nr

1 na PCz. Trzy ostatnie pod-podrozdziały **(II.12- II.14)** przedstawiają kolejno: wyniki badania tekstur w trzech gatunkach stali, wyniki pomiaru naprężenia dla próbek statycznie obciążonych oraz profile głębokościowe twardości w stanie dostawy i po wygrzaniu.

Część trzecia rozprawy zawiera analizę wyników (rozdział III) oraz wnioski.

W odniesieniu do badań właściwości fizycznych materiału badawczego wykazane zostało, że wybrane stale posiadały strukturę austenitu, o niewielkich różnicach w wielkości ziaren a różnice w mikrostrukturze znalazły odzwierciedlenie we właściwościach mechanicznych stali (w szczególności w przebiegu krzywych statycznego rozciągania). Doktorant – po analizie wyników prób wytrzymałościowych - przyjął dla trzech badanych gatunków stali tę samą wartość modułu Younga E = 220 GPa.

W odniesieniu do prac nad metodyką elektrolitycznego zdejmowania cienkich powierzchniowych warstw stali uzyskano szereg rezultatów o charakterze utylitarnym.

1. Modyfikacja maskownicy na celi roboczej spowodowała laminarny przepływ elektrolitu co poskutkowało eliminacją osadów na powierzchni trawionej.
2. Wykazano, że schłodzenie całości elektrolitu skutkowało zwiększeniem bezpieczeństwa obróbki.
3. Wykazano, że elektrolit na bazie kwasu nadchlorowego, z dodatkiem butyloglikolu umożliwia zarówno gładką powierzchnię stali jak i równomierne w czasie strawianie warstw.
4. Zoptymalizowano napięcia pierwszego etapu elektro-obróbki dla każdego z gatunków stali oraz wykazano, że przy zastosowanych optymalnych napięciach charakterystyki głębokości usuwanych warstw w funkcji czasu elektro-obróbki były liniowe, ze współczynnikami szybkości trawienia charakterystycznymi dla danego gatunku stali.

W odniesieniu do pomiarów dyfrakcyjnych wykonanych dyfraktometrem Seifert 3003TT uzyskano ocenę ilościową szeregu czynników mających wpływ na warunki pomiaru stanu naprężenia w warstwach o grubości wyznaczonej w tej części badań. W szczególności określono wpływ przyjętego do badań refleksu oraz długości promieniowania a także geometrii układu pomiarowego na grubość warstwy powierzchniowej.

Wykazano analitycznie, że użycie krótszej długości promieniowania $K_{alfa}Mn$ oraz pomiary w geometrii GXRD pozwalają na najbardziej optymalne badania porównawcze naprężenia we wszystkich trzech gatunkach użytych stali chromowo-niklowych w oparciu o refleks 311. Większość badań stanu naprężenia na Politechnice Częstochowskiej wykonano stosując lampę Co i geometrię B-B (Bragg – Brentano). Wykazano, że kształt profilu refleksu dyfrakcyjnego zależy od kąta odchylenia Ψ (największe natężenie profilu występuje dla kąta $\Psi = 0$) oraz od głębokości wytrawienia (regularny kształt profilu dla małych głębokości trawienia, nieregularny dla większych głębokości).

W części analizy czynników mających wpływ na wartość poziomu naprężenia wyliczanego metodą $\sin^2\Psi$ doktorant zwrócił uwagę:

- na efekt zwiększania kąta dyfrakcji oraz zmniejszenie szerokości połówkowej refleksów wraz z głębokością trawienia;
- na wystąpienie 'gradientu naprężenia' w funkcji głębokości, co powoduje, że 'najlepsze warunki pomiaru' poziomu naprężenia dla metody $\sin^2\Psi$ występują dla małych wartości zmiany kąta Ψ (zakres od -15 do +15);

- na wpływ użytej aparatury na uzyskane dla stali 304L profile głębokościowe przy trawieniu do głębokości 60 mikrometrów. Niemal zerowe zerowe naprężenia ujawnił aparat STRAINFLEX PSF 2M, oscylacje wokół zera wykazał aparat ARL-XTRa (profile przesunięte były w kierunku wartości ujemnych naprężeń o 40-100 MPa wykazał aparat MSP1364 PCB natomiast profile naprężeń wyznaczone aparatem Seifert 3003TT, ze względu na przyjęty sposób realizacji pomiarów (większy obszar powierzchni) cechowały się „większym rozrzutem wartości naprężeń".

Procedura walidacji, polegająca na pomiarze naprężenia metodą rtg w próbce obciążonej w maszynie wytrzymałościowej naprężeniem rozciągającym w zakresie wartości do i tuż powyżej granicy plastyczności, ujawniła 'dobrą' korelację wskazań rtg dla stali 304L i 316 L (współczynnik korelacji 0,92) oraz 'nie tak jednoznaczną' dla stali 310S (współczynnik korelacji 1,34).

Wynik badania korelacji naprężenia szczątkowego z poziomem twardości w funkcji głębokości okazał się być jednoznacznie negatywny – „nie stwierdzono zależności między wartością naprężeń szczątkowych i ich znakiem a mikrotwardością badanych stali".

W treści wniosków trzy pierwsze dotyczącą elektropolerowania. Doktorant stwierdza, że:

1 – obróbka z użyciem elektrolitu na bazie kwasu nadchlorowego jest efektywną metodą zdejmowania warstw (uzyskano chropowatość Ra ~ 0,6 μm);

2 – obróbka z takim elektrolitem wymaga doboru parametrów (aby uzyskać laminarności przepływu) i stosowania dwuetapowego poziomu napięcia;

3 – wyznaczono specyficzne dla danego gatunku stali funkcje liniowe zależności ubytku materiału od czasu trawienia.

Trzy kolejne wnioski dotyczą analizy wyników badań poziomu naprężenia metoda rtg. Doktorant stwierdza tu, że

1 – pomiary naprężenia szczątkowego wykonane dla określonego refleksu i długości fali promieniowania odnoszą się do grubości warstwy objętej promieniowaniem (podając wartości rzędu 10 μm);

2 – na wartości naprężenia szczątkowego wyznaczonych metodą $\sin^2\Psi$ wpływają czynniki aparaturowe, geometria pomiaru, usytuowanie próbki, opracowanie matematyczne profilu refleksu, orientacja laboratoryjna próbki oraz zakres rotacji kąta Ψ;

3 – walidacja wskazań metody rtg poprzez wykonanie próby statycznego rozciągania jest istotna, ale *„obecność naprężeń ściskających może wpływać na pojawienie się rozbieżności w charakterystykach walidacji"*.

Ostatni wniosek to konstatacja, że 'nie stwierdzono korelacji wartości naprężeń szczątkowych... z mikrotwardością dla stali austenitycznych.

ZAŁĄCZNIK to zbiór 17 tabel z wynikami większości pomiarów. Wyniki te zostały wykorzystane do sporządzenia szeregu wykresów części 'badawczej' rozprawy. Doktorant, opisując dany wykres, podaje zazwyczaj informację o numerze tabeli skojarzonej z pokazanymi wynikami.

5. Ocena formalnej strony rozprawy

Dokonując oceny formalnej strony recenzowanej rozprawy stwierdzam, że nie zawiera rażących błędów redakcyjnych (językowych czy też stylistycznych). Pomijając zatem błędy językowe, wskazuję – dla zachowania zasad recenzowania - najpierw kilka redakcyjnych uchybień - nie mających jednak znaczenia dla zrozumienia treści tekstu.

Uchybienia redakcyjne

1. wadliwe numery stron w spisie treści (punkty I.3.1 i I.5.2) ;
2. wadliwa numeracja podrozdziału II – brak podrozdziału II.2 (przeskok numeracji);
3. wadliwa numeracja pod-podrozdziału II.9 – brak II.9.1.3 (przeskok numeracji).

Wymienić trzeba uchybienia „redakcyjne" polegające na wadliwym zapisaniu wzorów (wyrażeń):

4. wzór (18) - brak cyfry 2 przed d_{hkl};

5. wzory (21) i (22) zawierają fragment zapisany w mianowniku ($\sigma_\phi \sin^2\Psi$), który powinien być w liczniku a w drugim składniku tych wyrażeń - z sigmami w nawiasach, powinien być jednoznacznie zapisany w liczniku.

Uchybienia w opisie wielkości fizycznych czy też praw fizycznych

6. Za uchybienie w odniesieniu do interpretacji używanych w rozprawie wielkości fizycznych uważam opisywanie wielkości *m* w wyrażeniu (24) jako 'tangens kąta nachylenia funkcji krzywej wyznaczonej zależności d_{hkl}= f(sin $^2\Psi$)'. Wielkość *m* jest miarą odkształcenia względnego *eps* i jest tożsama ze współczynnikiem *a* użytym w wyrażeniu (23), który zależy od poszukiwanego naprężenia σ_ϕ oraz stałej sprężystości S_2 w sposób opisany na Rys. 1.9. Należy tu też nadmienić, że Rys. 1.9 ilustruje zależność między sin $^2\Psi$ i wielkością *eps* a nie wielkością d_{hkl}, a więc nie tak, jak to opisuje Doktorant w komentarzu do wzoru (24).
7. Uważam za błąd merytoryczny zapisanie na str. 24 przed wzorem (24) warunku wystąpienia płaskiego stanu naprężenia w formie przypisania wartości zero składowej odkształcenia ε_3 ($\varepsilon_3 = 0$). Moim zdaniem należy tu użyć takiej równości dla składowej naprężenia: $\sigma_3 = 0$

Uchybienie w przestrzeganiu deklarowanego porządku rozprawy

8. Zwracam uwagę na brak w rozprawie opisu tezy rozprawy, pomimo deklarowania takowego opisu na str. 16 w tytule podrozdziału: **II.1. Tezy i cel rozprawy.** Można jedynie przypuszczać, że ten brak jest efektem niezamierzonym przy redagowaniu rozprawy. Będę prosił o wyjaśnienie tej sprawy w kolejnej części recenzji. Brak tezy a więc i jej obrony formalnej w rozprawie traktuję jako uchybienie, które jednakowoż nie wyklucza pozytywnej oceny struktury rozprawy czy też osiągniętych rezultatów.

Kończąc ocenę formalną rozprawy, stwierdzam, że układ rozprawy jest poprawny, gdyż zawiera kolejno: opis problemu badawczego, odniesienie do stanu wiedzy wynikające z doniesień literaturowych, opis szczegółowy zastosowanych procedur i metod badawczych oraz - w swej części zasadniczej - analizę ilościową i jakościową uzyskanych wyników, zakończoną zapisem wniosków.

6. Uwagi, pytania i kwestie dyskusyjne

1. Zgłaszam uwagę czy też zastrzeżenie odnoszące się do niewłaściwego – moim zdaniem - używania w rozprawie określenia 'naprężenia' w liczbie mnogiej dla nazywania wielkości fizycznej, która – w moim przekonaniu - powinna być używana zawsze w liczbie pojedynczej w dziedzinie mechaniki ośrodków ciągłych. Zgodnie z powszechną wiedzą, **naprężenie** – w mechanice ośrodków ciągłych jest wielkością fizyczną wyrażającą siły wewnętrzne, jakie sąsiednie cząstki materiału ciągłego wywierają na siebie i jest opisywane jako tensor drugiego rzędu. Taki sposób opisu tej wielkości jest stosowany w

cytowanej w rozprawie pierwszej publikacji [1] Dominika Senczyka pt. *Rentgenowskie pomiary tensora naprężenia.*

2. Doktorant prezentuje wyniki swych pomiarów wykresami i podaje wartości liczbowe także w postaci tabelarycznej. Te tabele stanowią wartościowy element rozprawy, gdyż dokumentują jednoznacznie uzyskane wyniki badań. Zgłaszam pytanie odnośnie niezgodności o marginalnym znaczeniu dla redakcji rozprawy – czy i gdzie jest zamieszczona tabela z wynikami pomiaru wykreślonymi na Rys. II 87 ze str. 134, gdyż deklarowana na str. 131 Tabela II32 zawiera – moim zdaniem - wyniki innego badania.
3. Porównanie wartości liczbowych podanymi w tabelach z wykresami tych wartości na rysunkach pozwala zauważyć, że w przypadku rezultatów badania profili Doktorant stosuje specyficzny zabieg edycyjny – wyniki zapisane w tabelach o wartościach większych od około ± 300 MPa zaznacza na wykresach jako mające tę graniczną wartość. Trzy przykłady to prezentacje wyników z Tabeli II28 na Rys. II85 (stal 304L), z Tabeli II31 na Rys. II86 (stal 316L) i z Tabeli II34 na Rys. II88 (stal 310S). Należy zaznaczyć, że wartości naprężenia zapisane w tabelach osiągają często wartości istotnie wysokie: od około 1000 MPa do 1700 MPa w Tabeli II32 (stal 316L) czy około 1500 MPa w Tabeli II34 (stal 310S). Stawiam pytanie o przyczynę stosowania takiego zabiegu.
4. Ważnym dla oceny zasadności rozprawy jest wynik badań porównawczych stanu naprężenia zmierzonego na tych samych próbkach różnymi aparatami rentgenowskimi. Doktorant przedstawia wyniki badań wykonanych dla stali 304L w Politechnice Rzeszowskiej (Rys. II.80a), Instytucie Metali Nieżelaznych (Rys. II.80b) i przez PCB (Rys. II.80c) oraz wyniki badań własnych (Rys. II85). Badana stal była w stanie dostawy i porównywane są profile do głębokości około 60 μm. Doktorant na str. 153 podsumowuje te wyniki wskazując na niemal zerowe naprężenie uzyskane aparatem w IMN i naprężenie zbliżone do zera choć z niewielkimi oscylacjami uzyskane aparatem w Politechnice Rzeszowskiej oraz przesunięte o kilkadziesiąt MPa w zakres wartości ściskających z badania PCB. Wyniki wykreślone przez Doktoranta cechuje znaczny rozrzut wartości (w zakresie ±300 MPa i zmienność. Dodam, że rozrzut wartości naprężenia zapisanych w Tabeli II28 dla stali 404L osiąga poziom około ±1000 MPa przy zmianie o około do 1000 MPa na przy zmianie głębokości o kilka mikrometrów. Swoje wyniki Doktorant ocenia bardzo oględnie, jako „cechujące się większym rozrzutem wartości", tłumacząc to czynnikami aparaturowymi. Zgłaszam zatem pytanie o przedstawienie przyczyny uzyskania wartości naprężenia o tak znacznych poziomach i o tak dużej zmienności przy relatywnie małej zmianie głębokości trawienia.
5. Doktorant, wyznaczając poziom naprężenia, stosuje formułę regresji liniowej dla wyników tworzących zależność pomiędzy stałą sieciową d_{hkl} a wartością $\sin^2\Psi$, gdzie kąt Ψ zmieniany jest w zakresie zbiorów wartości dodatnich oraz ujemnych (0, 6, 11, 15, 25 i 35). Wykresy zależności d_{hkl} od $\sin^2\Psi$ – widoczne np. na Rys. II73 do Rys.II76 – ujawniają, że postulowana relacja liniowa nie jest właściwością dominującą, albowiem obserwujemy nie jeden a dwa ciągi wyników d_{hkl} systematycznie i znacząco rozbieżnych dla obu zbiorów wartości Ψ (dla dodatnich i ujemnych kątów). Ta rozbieżność obu ciągów danych ma niewątpliwie wpływ na mniejszą skuteczność czy też większą niepewność pomiarową wyliczanego 'współczynnika' kierunkowego regresji liniowej. Doktorant twierdzi na str. 152, że *„najlepsze warunki pomiaru, pozwalające na wyznaczenie naprężeń w badanych stalach austenitycznych według procedury $\sin^2\psi$, ..., występowały dla zakresu kątów $-15° \leq \Psi \leq 15°$"*. Zgłaszam zdanie przeciwne, twierdząc, że wyniki regresji mają walor lepszego odwzorowania poziomu naprężenia przy maksymalnie dużej zmianie kąta Ψ. Oczekuję, że doktorant przedstawi argumenty nie tylko jakościowe ale i ilościowe dla uzasadnienia swego stanowiska.
6. Ostatnie pytanie dotyczy stwierdzonego wyżej braku w rozprawie opisu tezy. Proszę o uzasadnienie takiego stanu przedłożonej do recenzji rozprawy.

7. Konkluzja końcowa

Stwierdzam, że doktorant opracował rozprawę, która zawiera szereg nowych informacji, użytecznych dla osób zajmujących się diagnostyką stanu naprężenia w elementach stalowych, w tym w szczególności technika rtg.

Stwierdzam też, że Doktorant wykazał duże umiejętności technologiczne i eksperymentalne oraz ujawnił potencjał samodzielnego prowadzenia pracy naukowej w przedmiocie procedury wyznaczania profilu stanu naprężenia w materiałach technicznych. Twierdzę też, że należy ocenić jako oryginalną zdobytą przez doktoranta wiedzę o optymalnej technologii elektrochemicznego trawienia warstw wierzchnich wybranych gatunków stali. Rozprawa niniejsza wypełnia tym samym cytowane w uwagach wstępnych recenzji zapisane w Ustawie ogólne wymogi wobec rozprawy doktorskiej. Konkludując pozytywnie powyższe stwierdzenia, wnoszę o dopuszczenie pana mgr. inż. Michała Krzywieckiego do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

dr hab. Bolesław Augustyniak