

Prof. Krzysztof Wierzbanowski
Wydział Fizyki i Informatyki Stosowanej
Akademia Górniczo-Hutnicza
Kraków

Kraków, 31.03.2018

Recenzja pracy doktorskiej pani mgr Elżbiety Gadalińskiej:

“Micromechanical properties and stresses in two-phase polycrystalline materials studied using diffraction and self-consistent model”

Przedstawiona praca doktorska jest obszernym studium własności mechanicznych materiałów dwufazowych takich jak: kompozyt Al/SiC, stal ferrytyczno-austenityczna oraz stal perlityczna. O ile pierwszy z nich jest sztucznie wytworzonym kompozytem przez zmieszanie dwóch faz, to dwa pozostałe są otrzymywane w odpowiednich ciągłych procesach metalurgicznych. Istotną cechą tych materiałów jest korzystna modyfikacja parametrów mechanicznych wynikająca z wzajemnego oddziaływania cząstek obu faz. Główną zaletą powyższych materiałów jest ich podwyższona wytrzymałość mechaniczna, a dodatkowo w przypadku stali ferrytyczno-austenitycznej jest nią jeszcze wysoka odporność na korozję.

Badając własności mechaniczne kompozytu istotne jest jak naprężenia rozkładają się pomiędzy obu fazami w sytuacji przyłożonych sił zewnętrznych (naprężenia wewnętrzne), a także jakie naprężenia pozostają w materiale po ustaniu obciążeń zewnętrznych (naprężenia resztkowe/własne). Oba te zagadnienia badane są szczegółowo w pracy w odniesieniu do wymienionych trzech materiałów dwufazowych.

Wybór techniki dyfrakcyjnych jako głównej metody badawczej w omawianej pracy jest podyktowany tym, że można mieć wgląd w stan naprężeń w obu fazach kompozytu w sposób nieniszczący. O ile zastosowanie klasycznej techniki dyfrakcji rentgenowskiej umożliwia badanie naprężeń w warstwie powierzchniowej próbki, to zastosowanie dyfrakcji neutronów oraz promieniowania synchrotronowego daje informację o materiale z dużych objętości lub wnętrza próbki. W konsekwencji eksperymenty dyfrakcyjne prowadzone przez Doktorantkę realizowane były na dyfraktometrach laboratoryjnych w Polsce, przy reaktorze jądrowym IBR-2 w Dubnej w Rosji oraz w ośrodku synchrotronowym ESRF w Grenoble we Francji.

W Rozdziale 2 pracy Doktorantka dokonała obszernego przeglądu literatury. Omówiła podstawy metodologii badania naprężeń technikami dyfrakcyjnymi oraz modele służące do obliczania makroskopowych stałych sprężystych (Reussa, Voigta, Eshelby-Krönera). Scharakteryzowany został także samouzgodniony model odkształcenia sprężysto-

plastycznego, który jest podstawowym narzędziem obliczeń teoretycznych przeprowadzonych w pracy. Omówione zostały także mechanizmy umocnienia w kompozytach, efekty wynikające z mikrostruktury osnowy oraz procesy relaksacji naprężeń.

W Rozdziale 3 przedstawiony został przegląd literaturowy własności mechanicznych i strukturalnych kompozytu Al/SiC oraz stali ferrytyczno-austenitycznej oraz perlitycznej. Na podkreślenie zasługuje dogłębność oraz szczegółowość charakterystyk mechanicznych, chemicznych, mikrostrukturalnych i termicznych omawianych materiałów. Uwypuklona została różny charakter oraz komplementarność omawianych kompozytów.

W kolejnym Rozdziale, 4, przedstawione zostały użyte w pracy aparaty pomiarowe przy dużych urządzeniach, a więc:

- geometrię i charakterystyka dyfraktometru Epsilon umieszczonego przy reaktorze IBR-2 w Zjednoczonym Instytucie Badań Jądrowych w Dubnej; podkreślić trzeba, że stosowana jest tam metoda czasu przelotu neutronów, a badane próbki mogą być rozciągane podczas pomiaru dyfrakcyjnego (pomiar *in-situ*),
- opis i parametry dyfraktometru przy wiązce ID15 w Europejskim Centrum Synchrotronowym (ESRF) w Grenoble we Francji.

W kolejnych Rozdziałach, a więc 5-7 Doktorantka przedstawiła właściwe wyniki swoich badań.

Badania kompozytu Al/SiC przeprowadzono przy zastosowaniu dyfrakcji neutronowej. Do materiału tego zastosowano dwie różne procedury termiczne (T1 i T6) w celu wyjaśnienia mechanizmów umocnienia. Podstawowym faktem determinującym własności tego kompozytu jest to, że osnowa aluminiowa wchodzi w zakres odkształcenia plastycznego, podczas gdy węgiel krzemu podlega tylko odkształceniu sprężystemu. Niemalym problemem był wybór odpowiednich pików dyfrakcyjnych dla SiC, ale problem ten został poprawnie rozwiązany. Wyznaczone zostały poziomy naprężeń, które obejmują obie fazy kompozytu podczas obciążeń zewnętrznych. Rozkład naprężeń pomiędzy dwiema fazami, jak i charakterystyczne punkty graniczne na krzywych odkształcenia sieci w funkcji przyłożonych naprężeń zostały poprawnie przewidziane przez smaouzgodniony model odkształcenia sprężysto-plastycznego. Z dopasowania doświadczalnych i teoretycznych wyników otrzymano parametry prawa umocnienia Voce'a, w tym naprężenia krytyczne. Ciekawym efektem jest wykrycie rozciągających naprężeń hydrostatycznych w osnowie aluminiowej oraz hydrostatycznych naprężeń ściskających w fazie węgla krzemu, przy czym całkowite naprężenia hydrostatyczne z obu faz kompensują się do zera. Te naprężenia nie odgrywają oczywiście roli w odkształceniu plastycznym, do którego aktywacji konieczne są naprężenia ścinające, niemniej charakteryzują wzajemne oddziaływanie obu faz kompozytu. Interesujące byłoby

porównanie jak zmieniają się naprężenia hydrostatyczne w trakcie rozciągania i ściskania i czy one relaksują podobnie ?

Badania stali perlitycznej przeprowadzono przy użyciu promieniowania synchrotronowego. Tutaj także badano dwie próbki po różnych obróbkach termicznych, co pozwoliło na szerszy opis własności tej stali. Opracowanie danych doświadczalnych wymagało użycia specjalistycznego oprogramowania. Badano oddzielnie zachowania perlitu w zakresach sprężystym i w plastycznym. Przewidywania modelu samo-uzgodnionego nie pokrywały się dobrze z danymi doświadczalnymi. Jedną z przyczyn jest trudny do jednoznacznego opisanie kształt płytek cementytu. Spośród kilku proponowanych rozwiązań polepszenia tej zgodności najlepsze wyniki dało użycie modelu odkształcenia będącego mieszanką modelu samo-uzgodnionego oraz modelu Taylora (w którym zakłada się jednorodne odkształcenie plastyczne). I tutaj nasuwa się pytanie dlaczego użyto akurat tych dwóch modeli. Czy próbowano innych modeli ? W dodatku, aby uzyskać dobrą zgodność z eksperymentem, użyto różnych proporcji tej mieszanki w różnych stadiach deformacji. Podejście to jest oczywiście dyskusyjne, ale dało ono dobre wyniki. Wyznaczono parametry prawa Voce'a opisującego umocnienie materiału. Stwierdzono, że naprężenia krytyczne systemów poślizgu oraz próg plastyczności ferrytu są zależne od średnich odległości między płytkami cementytu. W wyniku przeprowadzonych badań stwierdzono, że faza cementytu przejmuje bardzo wysokie naprężenia, co prowadzi do znacznego podniesienia wytrzymałości mechanicznej kompozytu. W celu uniezależnienia się od naprężeń hydrostatycznych użyto naprężeń efektywnych Von-Misesa. Istotnym osiągnięciem jest wyznaczenie efektywnych naprężeń pierwszego i drugiego rzędu w ferrycie w funkcji przyłożonego obciążenia. Oszacowanie amplitudy tych drugich było możliwe przez włączenie modelu samo-uzgodnionego do interpretacji danych doświadczalnych. Podsumowując, badanie naprężeń wewnętrznych umożliwiło lepsze zrozumienie przebiegu odkształcenia sprężystego, procesów umocnienia plastycznego oraz podziału naprężeń pomiędzy obie fazy perlitu.

Trzecim typem materiału dwufazowego, badanego w pracy była stal ferrytyczno-austenityczna. Badania dyfrakcyjne przeprowadzono przy użyciu promieniowania synchrotronowego i tej samej wiązki jak w przypadku perlitu. W przypadku stali ferrytyczno-austenitycznej istotną rolę odegrały naprężenia początkowe obecne w próbce. W celu uwzględnienia ich obecności przeprowadzono obliczenia metodą elementów skończonych (MEF), uwzględniając różne współczynniki sprężystości oraz współczynniki rozszerzalności termicznej obu faz. Obliczenia dotyczyły procesu chłodzenia oraz rozciągania próbki. Rozkłady odkształceń i naprężeń otrzymane z dwuwymiarowych obliczeń MEF, choć dotyczące ośrodka ciągłego, były jakościowo zgodne z eksperymentem. (Tutaj nasuwa się pytanie dlaczego nie użyto obliczeń

trójwymiarowych ?). Następnym krokiem było uwzględnienie krystalograficznego charakteru obu faz, czyli sięgnięcie po model samo-uzgodniony odkształcenia sprężysto-plastycznego. Uzyskana zgodność między zmierzonymi i obliczonymi relacjami odkształcenia sieci dla poszczególnych refleksów w funkcji przyłożonego naprężenia jest bardzo dobra. Z uzyskanych danych udało wyznaczyć się naprężenia krytyczne na poślizgi, progi plastyczności a także parametry prawa umocnienia dla austenitu i ferrytu. Wyznaczono także rozkład naprężeń pomiędzy obie fazy materiału. Charakterystyczną cechą dla stali jest występowanie naprężeń II-go rzędu, wynikających z niedopasowania kształtu ziaren do otaczającego materiału. W pracy wyznaczono ich amplitudę dopasowując zmierzone odkształcenia sieci do wartości przewidzianych modelem samo-uzgodnionym. Warto też dodać, że ważnym parametrem jest kształt ziaren używanych w modelu – są one przybliżane elipsoidami z różnymi stosunkami ich osi.

Wyniki przedstawione w pracy opisują odkształcenia sprężyste i plastyczne w trzech badanych materiałach kompozytowych. Przy czym zauważyć można następujące ogólne tendencje:

- jeśli obie fazy kompozytu mają podobne stałe sprężyste to obserwujemy w nich podobne amplitudy naprężeń – zachowanie takie występuje w stali ferrytyczno-austenitycznej oraz stali perlitycznej; inaczej jest w przypadku kompozytu Al/SiC – tutaj wyższe naprężenia występują w fazie o większej sztywności, czyli w SiC,
- w zakresie obciążeń, w którym jedna faza jest wciąż w zakresie sprężystym a druga w plastycznym: w fazie plastycznej naprężenia stabilizują się na poziomie progu plastyczności, zaś w fazie sprężystej występują na wysokim poziomie. Jest to ważny wynik pracy, pokazano występowanie tego efektu w perlicie i w stali duplex, a jak jest w kompozycie Al/SiC ?
- jeśli obie fazy są w zakresie plastycznym, lecz każda z faz ma różne tempo umacniania, wyższe naprężenia występują w twardszej fazie – przykładem jest tu stal ferrytyczno-austenityczna.

Podsumowanie

W pracy doktorskiej pani Elżbiety Gadalińskiej przedstawiono szeroki wachlarz własności sprężysto-plastycznych trzech charakterystycznych materiałów kompozytowych: kompozytu Al/SiC, stali perlitycznej oraz stali ferrytyczno-austenitycznej. Podstawową metodą badawczą jest dyfrakcja: neutronowa oraz promieniowania synchrotronowego, połączona z testami rozciągania, w tym *in-situ*. Każdy z badanych materiałów kompozytowych wykazuje inne własności i adekwatnie do nich Doktorantka dobrała odmiany i zakresy metod pomiarowych. Pomiar dyfrakcyjny naprężeń są techniką stosunkowo trudną, wymagana jest wysoka precyzja samego pomiaru oraz często trudno dostępne źródła promieniowania (synchrotron, reaktor).

Jeśli chce się przeprowadzić bardziej dogłębną, niż tylko na poziomie inżynierskim, analizę własności materiału trzeba użyć zaawansowanych narzędzi obliczeniowych do opracowania danych doświadczalnych oraz ich dalszej analizy. W tym drugim etapie użyć należy modelowania zarówno na poziomie ośrodka ciągłego (Metoda Elementów Skończonych) jak i na poziomie struktury materiału (krystalograficzny model samo-uzgodniony odkształcenia). Pani mgr Elżbieta Gadalińska w pełni opanowała i owocnie wykorzystała te narzędzia.

Praca zawiera oryginalne osiągnięcia, oto kilka wybranych:

- Zbadano bezpośrednio zmianę naprężeń (in situ) w rozciąganych i ściskanych próbkach przy użyciu promieniowania synchrotronowego (bez potrzeby użycia modelu do interpretacji wyników),
- Rozseparowano naprężenia I i II rzędu (czyli niedopasowania plastycznego), przy czym wyznaczono ich ewolucję,
- Zbadano oddzielnie ewolucję naprężeń hydrostatycznych i dewiatorycznych,
- Wyjaśniono mechanizm powstania bardzo dużych naprężeń w perlicie oraz ich rozkładu pomiędzy jego obie fazy,
- Został potwierdzony efekt wpływu twardości matrycy na twardość Al/SiC oraz perlitu.

Podsumowując: zebrane w pracy wyniki i ich interpretacja stanowią bogate źródło informacji o własnościach mechanicznych materiałach kompozytowych. Będą one ważnym punktem odniesienia dla badań prowadzonych innymi technikami.

Wniosek końcowy

Stwierdzam, że praca doktorska pani mgr Elżbiety Gadalińskiej całkowicie spełnia wymagania stawiane pracom doktorskim i wnoszę o dopuszczenie jej do publicznej obrony.

Równocześnie, biorąc pod uwagę wysoki poziom uzyskanych wyników wnoszę o wyróżnienie pracy doktorskiej pani Elżbiety Gadalińskiej.

K. Wencboonli

