

## Summary

The analysis of the available literature indicates that relatively few published works concern X-ray stress measurements. The reasons for this state of affairs include time-consuming measurements and difficulties related to the interpretation of diffraction reflections for some states of materials. The influence of stresses occurring in materials on their properties is recognized in technical sciences and is gaining more and more interest from the industrial sector. The number of expertise commissioned by the industry regarding the determination of stress values is successively increasing, and their measurements can be performed on large objects thanks to modern design solutions of diffractometers. However, stress measurements are made without taking into account their distribution at depth. It is expected that the proposed subject of the doctoral thesis will contribute to expanding the possibilities of assessing stresses in metallic materials.

PhD thesis entitled "Determination of residual stress profiles using the X-ray technique and electropolishing" deals with the problem of determining stresses in a controlled manner that allows for comparative analyses. The entire study was divided into three main parts.

The first part was devoted to a literature review. It defines the concept of stress and looks at the historical aspect of terminology. The sources of residual stresses in materials were explained and the methods of their testing were reviewed. Given the fact that chromium-nickel steels were used for the implementation of the work, their definition, classification and application were made in the literature review. The concept of the work assumes the use of steel the electropolishing as a technique for removing thin layers of material, therefore this part of the work describes the electropolishing of chromium-nickel steels. The course of the electropolishing process and the electrolytes used were defined and described.

The second part of the work is the research part. At the beginning, the purpose of the work and its justification were defined, and then the scope of the study and the research material were presented. In the research part, a lot of space was devoted to research methodology. Considering the two-part topic of the work, the methodology of work is divided into two parts. First, the method of conducting research in the field of electropolishing in order to obtain characteristics for chromium-nickel steels was described, and then the research methodology for measuring texture stresses and hardness was described.

In the further part of the research, the obtained results are presented. First of all, electrical machining and then stress measurements. The composition, microstructure and properties of the tested steels were presented. The influence of the modification of the electroprocessing cell on the course of the electropolishing process was shown and the surfaces subjected to etching were presented. Macro and microphotographs of them, including those obtained by SEM, were presented. Graphical presentations of profiles of electropolishing surfaces are presented and values of etching depths obtained during electropolishing are listed. From the point of view of the measurable effects of the work, the development of electroprocessing characteristics of chromium-nickel steels based on perchloric acid, allowing for planned and controlled removal of steel layers, should be considered the most important.

In the area of X-ray stress measurements, the results of the estimation of the penetration depth of X-rays from  $K\alpha_{Co}$  and  $K\alpha_{Mn}$  were presented, general diffractograms and reflection profiles (311) and (220) were presented. The results of the analysis of the examined reflections, their diffraction angle, half width, interplanar distance  $d_{311}$  and the elaboration of the measurement results for the determination of stresses using the  $\sin 2\Psi$  method are presented.

The research part also presents the depth profiles of stress measurements obtained using the Seifert 3003TT X-ray diffractometer and compared them with the profiles obtained using diffractometers dedicated to stress measurements. The measurement error of the apparatus and the operator conducting the tests was estimated. Additional complementary tests in the work were the texturing measurements of the tested steels, X-ray stress tests of chromium-nickel steels under load and annealed at temperatures up to 900°C. The research part ends with the results of hardness measurement on etched surfaces and their comparison with the results of stress measurements.

The third part of the work presents an analysis and discussion of the obtained results as well as synthetic final conclusions, specifying, among others, electropolishing conditions and factors influencing the determined stresses, such as: measuring equipment, measurement geometry, length of radiation used, sample rotation angles, mathematical elaboration of profiles, as well as determining the lack of correlation with steel microhardness.

## Streszczenie

Analiza dostępnej literatury wskazuje, że stosunkowo niewiele publikowanych prac dotyczy pomiarów naprężeń metodą rentgenowską. Powody takiego stanu rzeczy to m.in. czasochłonność pomiarów oraz trudności związane z interpretacją refleksów dyfrakcyjnych dla niektórych stanów materiałów. Wpływ występujących w materiałach naprężień na ich właściwości jest uznany w naukach technicznych i znajduje coraz większe zainteresowanie ze strony branży przemysłowej. Sukcesywnie zwiększa się ilość zlecanych przez przemysł ekspertyz dotyczących określenia wartości naprężzeń, a ich pomiary mogą być wykonywane na dużych obiektach, dzięki nowoczesnym rozwiązańom konstrukcyjnych dyfraktometrów. Pomiary naprężzeń są jednak wykonywane bez uwzględniania ich rozkładu na głębokości. Oczekuje się, że zaproponowana tematyka pracy doktorskiej przyczyni się do poszerzenia możliwości oceny naprężzeń w materiałach metalicznych.

Praca doktorska pt. „Wyznaczanie profili naprężzeń w warstwach wierzchnich z użyciem techniki rentgenowskiej i elektropolerowania” dotyczy problematyki wyznaczania naprężzeń w sposób kontrolowany i pozwalający na analizy porównawcze. Całość opracowania podzielono na trzy główne części.

Cześć pierwsza poświęcona została przeglądowi literaturowemu. Zdefiniowano w nim pojęcie naprężzeń oraz przyjrzano się historycznemu aspektowi terminologii. Wyjaśniono źródła powstawania naprążenia szczałkowych w materiałach oraz dokonano przeglądu metod ich badania. Zważywszy na fakt, iż do realizacji pracy zastosowano stale chromowo-niklowe to w przeglądzie literaturowym dokonano ich zdefiniowania, klasyfikacji oraz zastosowanie. W koncepcji pracy założono zastosowanie techniki elektroobróbki stali jako techniki zdejmowania cienkich warstw materiału, dlatego też w tej części pracy opisano elektroobróbkę stali chromowo-niklowych. Zdefiniowano i opisano przebieg procesu elektropolerowania oraz stosowane elektrolyty.

Druga częścią pracy to część badawcza. Na początku zdefiniowano cel pracy jak i jego uzasadnienie a następnie zaprezentowano zakres badania oraz przedstawiono materiał badawczy. W części badawczej poświecono dużo miejsca metodyce badań. Zważywszy na dwuczłonowy temat pracy metodykę pracy podzielona na dwie części. Najpierw opisano sposób przeprowadzenia badań w zakresie elektroobróbki w celu uzyskania charakterystyk dla stali chromowo-niklowych, a następnie opisano metodykę badań pomiarów naprążzeń tekstury oraz twardości.

W dalszej części badawczej zaprezentowano uzyskane wyniki. W pierwszej kolejności dotyczące elektroobróbki a następnie pomiarów naprążzeń. Zaprezentowano skład, mikrostrukturę i własności badanych stali. Pokazano wpływ modyfikacji celi do elektroobróbki na przebieg procesu elektropolerowania oraz zaprezentowano powierzchnie poddane wytrawieniu. Zaprezentowano ich makro i mikrofotografie, w tym uzyskane za pomocą SEM. Przedstawiono graficzną prezentację profili elektroobrabianych powierzchni oraz zestawiono wartości głębokości wytrawień uzyskanych w czasie elektropolerowania. Z punktu widzenia wymiernych efektów pracy za najbardziej istotną należy uznać opracowanie charakterystyk elektroobróbki stali chromowo-niklowych na bazie kwasu nadchlorowego pozwalających na planowane i kontrolowane zdejmowanie warstw stali.

W obszarze rentgenowskich pomiarów naprążzeń zaprezentowano wyniki oszacowania głębokości wnikania promieniowania rentgenowskiego pochodzącego od  $K_{\alpha}Co$  oraz od  $K_{\alpha}Mn$ , zaprezentowano

dyfraktogramy ogólne oraz profile refleksów (311) i (220). Przedstawiono wyniki analizy badanych refleksów, ich kąta dyfrakcji, szerokości połówkowej, odległości miedzypłaszczyznowej  $d_{311}$  oraz opracowanie wyników pomiarów do wyznaczania naprężeń metodą  $\sin^2\Psi$ .

W części badawczej przedstawiono również profile głębokościowe pomiarów naprężień uzyskane za pomocą dyfraktometru rentgenowskiego Seifert 3003 TT oraz porównano je z profilami uzyskanymi za pomocą dyfraktometrów dedykowanych do pomiarów naprężień. Dokonano oszacowania błędu pomiarowego aparatury jak i operatora prowadzącego badania. Dodatkowymi badaniami uzupełniającymi w pracy były pomiary stekstrowania badanych stali, rentgenowskie badania naprężzeń stali chromowo-niklowych pod obciążeniem oraz wygrzanych w temperaturze do 900°C. Część badawczą kończąc wyniki pomiaru twardości na wytrawionych powierzchniach oraz zestawienie ich z wynikami pomiarów naprężień.

W trzeciej części pracy przedstawiono analizę dyskusję uzyskanych wyników oraz syntetyczne wnioski końcowe, określające m.in. warunki elektropolerowania oraz czynniki wpływające na wyznaczone naprężenia takie jak: aparatura pomiarowa, geometria pomiaru, długość użytego promieniowania, kąty rotacji próbki, opracowania matematycznego profili, a także określenia braku korelacji z mikrotwardością stali.