



AKADEMIA GÓRNICZO-HUTNICZA
IM. STANISŁAWA STASZICA W KRAKOWIE
AGH UNIVERSITY OF SCIENCE
AND TECHNOLOGY

Dr hab. inż. Janusz Krawczyk, prof. AGH

Kraków, dn. 22.10.2023

Wydział Inżynierii Metali i Informatyki Przemysłowej

Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica

Al. A. Mickiewicza 30

30-059 Kraków

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Karoliny Elżbiety Szwejkowskiej
pt. „**Kształtowanie mikrostruktury i właściwości mechanicznych staliwa przy
wykorzystaniu procesów nanostrukturyzacji bainitycznej**”

Niniejsza recenzja została opracowana na zlecenie Przewodniczącej Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Materiałowa, Pani prof. dr. hab. inż. Małgorzaty Lewandowskiej w związku z uchwałą Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Warszawskiej z dnia 23 czerwca 2023 roku (pismo z dnia 25 lipca 2023 roku).

1. Ogólna charakterystyka pracy

Praca doktorska mgr inż. Karoliny Elżbiety Szwejkowskiej, napisana pod promotorstwem dra hab. inż. Wiesława Świątnickiego, prof. PW mieści się pod względem jej koncepcji w dyscyplinie naukowej inżynieria materiałowa. Wynika to ze spełnienia głównych założeń dla tej dyscypliny naukowej. Założeniami tymi jest: poszukiwanie nowego składu chemicznego, świadome ukształtowanie mikrostruktury, świadome ukształtowanie właściwości mechanicznych oraz realizacja tych cech przez zaprojektowanie procesu technologicznego, który ma konkretnie wskazane zastosowanie użytkowe. Skład chemiczny materiału (staliwa)

dobrano w oparciu o koncepcję składów chemicznych materiałów podatnych na uzyskanie mikrostruktury nanobainitycznej. Jest to przeniesienie naukowej koncepcji kształtowania mikrostruktury a przez to właściwości na warunki technologiczne, co stanowi istotę zagadnień poruszanych w naukach inżynierskich. Jest to bardzo trudne i wymagające zadanie, co jednocześnie predestynuje je do realizacji w ramach rozprawy doktorskiej. W omawianym przypadku połączenie założeń teoretycznych z praktyką inżynierską jest szczególnie trudne. Wynika to z rezygnacji (w tym przypadku) z wyżarzania ujednorodniającego (homogenizacji), co na początku zakłada bardzo dużą niejednorodność materiału. W połączeniu z bardzo wysublimowaną obróbką cieplną wymagającą bardzo precyzyjnego dobrania temperatury np. wytrzymania izotermicznego do konkretnego składu chemicznego, staje się bardzo dużym wyzwaniem dla uzyskania zadowalających efektów kształtowania mikrostruktury zarówno w przestrzeniach międzydendrytycznych jak i w obrębie dendrytów (rdzenia dendrytów), które istotnie różnią się składem chemicznym w wyniku mikrosegregacji węgla, pierwiastków stopowych i zanieczyszczeń. Zagadnienie dodatkowo komplikuje brak możliwości wsparcia tego procesu przez obróbkę cieplno-plastyczną, ponieważ w założeniu materiałem jest staliwo. Skutkuje to już na wstępie, przewidywalnym dużym rozrzutem uzyskiwanych wyników badań, który może zakończyć się bardzo dużymi problemami w ich interpretacji. W pracy postanowiono w tym zakresie zastosować badania nad odlewem o specyficznym kształcie, który w założeniu miał ograniczyć przynajmniej zakres makrosegregacji składu chemicznego. Finalnie wykonano też badania dla odlewów aplikacyjnych kół zębatych. Natomiast badaniami, które miały za zadanie ustalenie parametrów obróbek cieplnych jak i weryfikować wpływ uzyskanej wg tych obróbek cieplnych mikrostruktury na właściwości materiału były: symulacje komputerowe, mikroskopia świetlna, transmisyjna mikroskopia elektronowa, badania VSM, badania dylatometryczne, badania składu fazowego XRD, pomiary twardości, pomiary udarności, statyczna próba rozciągania, próba ściskania oraz próby tribologiczne. Zakres zastosowanych badań można więc uznać za odpowiadający poziomowi pracy doktorskiej. Wydaje się jednak, że problem niejednorodności materiału skłaniałby do zastosowania mikroanalizy składu chemicznego, szerszego użycia skaningowej mikroskopii elektronowej oraz metalografii ilościowej przynajmniej w odniesieniu do charakterystyki struktury dendrytycznej materiału. Generalnie zastosowano trzy rodzaje obróbki cieplnej: nanostrukturyzację - hartowanie z przystankiem izotermicznym w zakresie bainitycznym, klasyczne ulepszanie cieplne –



hartowanie i odpuszczanie oraz tzw. BQ&P - hartowanie bainityczne z przystankiem izotermicznym i partycjonowaniem. Biorąc pod uwagę różne warianty poszczególnych obróbek cieplnych (4 warianty nanostrukturyzacji, 4 warianty ulepszania cieplnego oraz 13 wariantów BQ&P) uzyskano odpowiednio dużą ilość materiału badawczego dla zrealizowania badań i opracowań naukowych na poziomie doktoratu. Do tego należy jeszcze dodać badania nad obrobionymi cieplnie kołami zębatymi weryfikującymi założenia obróbki BQ&P. Należy tu zaznaczyć, że wprowadzenie tego ostatniego materiału badawczego czyni pewne zamieszanie utrudniające śledzenie źródłowości stanu wyjściowego materiału do badań pod względem składu chemicznego oraz struktury krystalizacji i jej jednorodności. Utrudnia to odniesienie wyników badań tego ostatniego materiału do wcześniej uzyskanych wyników. Jasne jest za to założenie, że ten ostatni materiał badawczy ma być domknięciem doktoratu w zakresie weryfikacji użyteczności proponowanej obróbki cieplnej. Trudno jednak pozbyć się wrażenia, że wyniki te były pierwotne w stosunku do badań na wytopach laboratoryjnych. Zrozumiałym jest natomiast to, że nie każdy materiał badawczy został wykorzystany do wszystkich badań charakteryzujących jego stan fazowo-mikrostrukturalny. Natomiast dla tych stanów uzyskiwano najczęściej pełne wyniki badań właściwości mechanicznych (np. własności tribologiczne oceniano tylko dla materiału pobranego z kół zębatych). W tym zakresie wątpliwość budzi proste odrzucanie prób, w których występowało kruche pękanie. Przypadki te powinny być uwzględnione w walidacji przydatności danych wariantów obróbek cieplnych. W tych przypadkach stosowano proste wytłumaczenie oparte na przypominanej w tych momentach niejednorodności materiału. Niejednorodność materiału zamiast istotnym problemem badawczym i interpretacyjnym stała się tu „wytrychem” ucinającym niewygodny temat do dyskusji. Pomijając ten aspekt należy uznać, że w sposób logiczny dokonano wyboru ograniczenia zakresu badawczego dla zrealizowanych wariantów obróbek cieplnych.

Praca ma układ klasyczny, w którym można wyróżnić 2 zasadnicze części tj. przegląd piśmiennictwa oraz część badawczą odnoszącą się do zrealizowanych badań własnych. Praca zawiera również streszczenie w języku polskim i angielskim, wykaz ważniejszych symboli i skrótów użytych w pracy, wstęp oraz bibliografię. Przegląd piśmiennictwa należy uznać za syntetyczny oparty o 71 pozycji literaturowych. Niestety w tej części wykorzystano dużo pozycji literaturowych będących podręcznikami akademickimi często zawierającymi podstawowe, uproszczone treści, których wykorzystanie nie jest adekwatne dla rozprawy



doktorskiej. W mojej ocenie powoduje to, że rozdział 2.1. pod tytułem „Staliwo” jest strywalizowany. W to miejsce lepszym byłoby opracowanie problematyki makro- a zwłaszcza mikrosegregacji oraz wpływu wytrzymania w podwyższonych temperaturach na zakres dyfuzji węgla i pierwiastków stopowych. Streszczenia i wstęp dobrze oddają paradygmat pracy. Narracja w pracy jest płynna, spójna i logiczna, co skutkuje jej czytelnością. Praca liczy 123 strony i składa się z 6 rozdziałów, w tym jako rozdział 1 jest umieszczony wstęp. Rozdziały mają ciągłą numerację niezależnie od ich umieszczenia w przeglądzie literatury (rozdz. 2 „Analiza stanu zagadnienia”) czy też związanych z badaniami własnymi (rozdz. 3-6). Praca zawiera 47 rysunków (niejednokrotnie złożonych z więcej niż jednego slajdu lub wykresu) i 11 tabel oraz 4 wzorów (wliczając ten na str. 30). W pracy odwołano się do 97 pozycji literaturowych czyniąc to nie tylko w części dotyczącej przeglądu literatury ale i podczas dyskusji uzyskanych wyników lub uzasadniania przyjętych założeń i wyborów badawczych jak i projektowych. W drugim rozdziale dotyczącym analizy stanu zagadnienia omówiono staliwo odnosząc się do jego definicji i klasyfikacji w tym staliwa węglowego (prawidłowo: niestopowego) oraz stopowego, obróbki cieplnej staliw, budowy fazowej oraz mikrostruktury jak i właściwości staliw a na końcu zastosowania staliw. Druga część rozdziału 2 obejmowała zagadnienia tzw. nowoczesnych obróbek cieplnych w tym nanostrukturyzacji bainitycznej stali i żeliwa (obejmując zagadnienia mikrostruktury i właściwości stali i żeliwa po procesach nanostrukturyzacji bainitycznej), wytwarzania mikrostruktur o dużej zawartości austenitu szczątkowego (obejmując zagadnienia obróbki Q&P, nanostrukturyzacji bainitycznej w procesie BQ&P i wpływu zmiany poszczególnych parametrów obróbki BQ&P na mikrostrukturę i właściwości stali) oraz analizy możliwości wykorzystania nowoczesnych obróbek cieplnych do staliwnych kół zębatach. Rozdział 2 jest zakończony podsumowaniem stanu zagadnienia. W trzecim rozdziale przedstawiono cel i i zakres pracy. Rozdział ten zawiera mało uwypukloną tezę pracy jak i cel ogólny oraz cele szczegółowe. Opis metodyki badań obejmuje czwarty rozdział. Przedstawiono tu schemat procedury eksperymentalnej oraz scharakteryzowano materiał do badań, zastosowane symulacje komputerowe przemian fazowych, badania przemian fazowych, badania mikrostruktury, analizę składu fazowego (badania składu fazowego metodą rentgenowskiej analizy fazowej (XRD) oraz badania przy użyciu magnetometru wibracyjnego (VSM)), badania właściwości mechanicznych i eksploatacyjnych (obróbkę cieplną próbek objętościowych (raczej powinna być w innym podrozdziale), badania twardości (raczej

pomiary niż badania), badania udarności, próbę rozciągania, próbę ściskania, badania odporności na zużycie przez tarcie) a na koniec scharakteryzowano zastosowaną obróbkę cieplną kół zębatach. Najważniejszym rozdziałem jest rozdział piąty dotyczący wyników badań własnych i ich dyskusji. Obejmuje on charakterystykę materiału bezpośrednio po odlaniu, charakterystykę materiału po wyżarzaniu zmiękczającym (tzw. stan wyjściowy z charakterystyką niejednorodności mikrostruktury i twardości w różnych częściach odlewu oraz hartownością staliwa), wyznaczenie punktów krytycznych i kinetyki przemian fazowych w staliwie (w tym wyznaczenie temperatur charakterystycznych oraz wykresów CTP staliwa na podstawie badań dylatometrycznych), procesy nanostrukturyzacji bainitycznej staliwa (w tym zaprojektowanie i przeprowadzenie obróbek cieplnych nanostrukturyzacji przy wykorzystaniu procesów izotermicznych, charakterystykę mikrostruktury po procesach nanostrukturyzacji bainitycznej oraz właściwości mechaniczne staliwa po procesach nanostrukturyzacji bainitycznej), obróbkę hartowania i odpuszczania (w tym zaprojektowanie i przeprowadzenie obróbki konwencjonalnej hartowania i odpuszczania oraz charakterystykę właściwości mechanicznych po obróbce konwencjonalnej), obróbki BQ&P (w tym zaprojektowanie złożonych obróbek cieplnych typu BQ&P, charakterystykę mikrostruktury po procesach BQ&P oraz właściwości mechaniczne staliwa po procesach BQ&P), weryfikację składu fazowego oraz właściwości mechanicznych i eksploatacyjnych obrobionych cieplnie kół zębatach (w tym analiza składu fazowego jak i badania właściwości mechanicznych i eksploatacyjnych). Ostatnim numerowanym rozdziałem jest rozdział szósty, który obejmuje podsumowanie i wnioski odnoszące się do całej rozprawy. Praca kończy się zestawieniem bibliograficznym.

Przyjęty układ pracy w zakresie badań własnych należy ogólnie uznać za dobry. Zasadność takiego układu pracy polega na scharakteryzowaniu najpierw materiału badawczego, określeniu temperatur krytycznych oraz kinetyki przemian przechłodzonego austenitu z wprowadzeniem zakresów przemian przy izotermicznym wytrzymaniu a następnie przedstawieniu koncepcji doboru parametrów nanostrukturyzacji i wyników jej zrealizowania. W tym momencie postanowiono przedstawić (referencyjnie) klasyczny proces ulepszania cieplnego, co prawdopodobnie wynikało z zamiaru finalizowania rozprawy najbardziej nowatorskim podejściem tj. obróbką BQ&P. Konsekwencją takiego podejścia (choć częściowo zrozumiałego) jest pewne zamieszanie, które utrudnia śledzenie logiki rozwoju planu badawczego. Efekt zamieszania potęguje finalne odniesienie się do klasycznej



obróbki cieplnej ale w odniesieniu do kół zębatych w tym klasycznym ujęciu ale i w odniesieniu do obróbki BQ&P. Nie można więc odmówić zastosowanemu układowi pracy logiki i przemyślenia choć wydaje się, że można było go poprawić pod kątem czytelności pracy.

2. Ocena doboru tematyki i zakresu pracy

Podjęte zagadnienie badawcze oceniam jako bardzo wymagające i trudne nawet w odniesieniu do pracy doktorskiej. Wymusiło to istotne uogólniające założenia w odniesieniu do samego materiału badawczego jak i zakresu zrealizowanych badań. Najbardziej wymagającym w zakresie naukowym ale i praktycznym było uwzględnienie niejednorodności materiału jak i brak zastosowania obróbki cieplno-plastycznej. Są to główne przyczyny, dla których nanobainityzacja nadal ma ograniczone zastosowanie w praktyce przemysłowej. Brak uzyskania jednorodnego w zakresie nanostrukturyzacji materiału skutkuje pozostawieniem mikroobszarów, w których klasyczna mikrostruktura w połączeniu z dużą zawartością krzemu i węgla determinują ekstremalnie małą odporność na pękanie. O właściwościach mechanicznych będą natomiast decydować te „słabe” mikroobszary a nie te o „wybitnych” parametrach mechanicznych. Jak widać trudność podjętego zadania stwarzała duże niebezpieczeństwo braku uzyskania sukcesu zwłaszcza w odniesieniu do użytecznego znaczenia uzyskanych wyników badań. Nie można więc odmówić ambitności postawionego przed Doktorantką zadania. Świadczy to o oryginalności założonego do zrealizowania zadania badawczo-naukowego.

Tematyka pracy bardzo dobrze mieści się w dyscyplinie inżynieria materiałowa. W powiązaniu z bardzo ambitnymi planami należy stwierdzić, że koncepcja pracy ma potencjał do wniesienia elementów nowości do dziedziny naukowej inżynieria materiałowa. Natomiast wprowadzenie koncepcji procesu BQ&P czyni problematykę naukową pracy aktualną z punktu widzenia zadań stawianych przed inżynierią materiałową w kształtowaniu mikrostruktury i właściwości.

Sformułowano następującą tezę pracy: **„Poprzez odpowiedni dobór parametrów obróbki cieplnej, wykorzystującej proces nanostrukturyzacji bainitycznej, można w szerokim zakresie sterować składem fazowym i mikrostrukturą staliwa, a w konsekwencji wpływać na właściwości plastyczne i wytrzymałościowe tego materiału”**. Tak sformułowaną tezę pracy można ocenić jako poprawną ale i bezpieczną dla podjętej tematyki. Trywializuje to w



pewnym zakresie założenia badawcze, które były bardzo ambitne a jednocześnie świadczy o poziomie orientacji Doktorantki w złożoności zagadnienia, którego się podjęła. Uzasadnienie potwierdzenia takiej tezy nie jest już bardzo wymagające.

Ogólnym celem pracy była: **Analiza możliwości kształtowania właściwości mechanicznych staliwa poprzez sterowanie zawartością austenitu, martenzytu i bainitu w jego mikrostrukturze przy zastosowaniu nowoczesnych obróbek cieplnych, wykorzystujących proces nanostrukturyzacji bainitycznej.** Takie postawienie celu ogólnego uznaję za bezpieczne ale i wymagające dużego zakresu zrealizowanych badań jak i ich analizy naukowej. Trudno jednak wskazać wystarczający zakres badań i analiz, które można uznać za świadczący o zrealizowaniu tego celu. W tej walidacji powinny pomóc postawione cele szczegółowe:

- **Zaprojektowanie procesów obróbki cieplnej staliwa w oparciu o kinetykę przemian fazowych, celem uzyskania korzystnego zespołu parametrów mechanicznych oraz wytrzymałościowych.**
- **Charakterystyka składu fazowego i mikrostruktury staliwa po zaprojektowanych obróbkach cieplnych.**
- **Określenie właściwości mechanicznych staliwa po procesach obróbki cieplnej.**
- **Ujawnienie elementów budowy fazowej i mikrostruktury, wpływających na określone parametry wytrzymałościowe i plastyczne badanego staliwa.**

Cele szczegółowe (może poza ostatnim) mają już bardzo wymierny charakter, który pozwala na przedstawienie oceny czy założenia pracy zostały zrealizowane. Uznaje te cele szczegółowe za właściwe i niezbędne dla walidacji ocenianej pracy.

3. Opis metodyki badawczej

Do zweryfikowania postawionej tezy badawczej Autorka użyła staliwa o specjalnie zaprojektowanym składzie chemicznym, który opiera się o prace H. Bhadeshii. Jest to uznany w świecie badacz kojarzony głównie z koncepcją stali nanobainitycznych. Można powiedzieć, że ktokolwiek zajmujący się problematyką bainitu nie może pominąć prac tego autora oraz prac innych autorów opartych na jego koncepcjach. Materiał ten lokuje się również w ostatniej długoletniej tematyce badawczej Promotora. Stąd wybór składu chemicznego jawi się jako oparty na nowych koncepcjach naukowych i ugruntowany doświadczeniem zespołu badawczego, w którym realizowano pracę. Materiał o takim składzie chemicznym jest



jednakże dedykowany dla nanostruktury bainitycznej i z założenia nieadekwatny dla innych klasycznych mikrostruktur zwłaszcza materiałów odlewanych. Zastosowana metodyka badawcza została dostosowana głównie do założeń analizy nanostruktur. Stąd istotny udział badań z użyciem transmisyjnej mikroskopii elektronowej. Wymagania odnośnie precyzyjnego doboru temperatur krytycznych i czasów wytrzymania izotermicznego skłoniły do użycia badań dylatometrycznych. Istotną rolę odgrywa tu również ocena udziału austenitu szczątkowego (lub/i resztkowego) oraz jego stabilności. Stabilność austenitu szczątkowego oceniana została przez obliczenia zawartości w nim węgla, co determinuje tzw. stabilność chemiczną. Badania właściwości mechanicznych dobrano w oparciu o podstawowe charakterystyki dla założonych materiałów. Stan lany materiału wymusił oparcie się również o próby ściskania w związku z trudnością uzyskiwania reprezentatywnych rezultatów dla prób rozciągania. Zagadnienie prób eksploatacyjnych oparto o próby tribologiczne. Jednakże próby te obejmowały głównie zagadnienie odporności na ścieranie podczas gdy dla kół zębatych jest to mniej istotny parametr eksploatacyjny. Pomiary twardości należy uznać za klasyczne rozwiązanie uzyskania parametru wytrzymałościowego najprostszego w realizacji. Próby udarnościowe można uznać za referencyjne w odniesieniu do stabilności austenitu szczątkowego i zakresu wydzielania węglików. Można więc stwierdzić, że dobór metodyki badawczej został opracowany świadomie i logicznie w odniesieniu do wcześniejszych badań w zakresie nanobainityzacji. Natomiast wyróżnikiem tej pracy w odniesieniu do znakomitej większości innych opracowań w tym zakresie jest stan materiału tj. stan lany z wszystkimi jego konsekwencjami. W tym zakresie praca wydaje się uboga w dokumentację z mikroskopii świetlnej oraz skaningowej mikroskopii elektronowej. Brakuje opisu jakościowego i ilościowego zakresu mikrosegregacji dendrytycznej składu chemicznego (np. udziału objętościowego przestrzeni międzycząsteczkowych). Powoduje to, że nie wiadomo, z których mikroobszarów uzyskiwano obrazy i wyniki analiz TEM. W tym przypadku zasadnym byłoby wykonywanie badań STEM wskazujących miejsca pobrania tzw. lamerek. Natomiast w odniesieniu do badań właściwości użytkowych zasadnym byłyby badania odporności na zmęczenie np. wykresy Wöhlera.

Podsumowując, stwierdzam że pomimo ww. uwag do metodyki badawczej oceniam ją jako ogólnie wystarczającą do weryfikacji przyjętej tezy oraz dla zrealizowania założonego ogólnego celu pracy jak i celów szczegółowych w tym, w wystarczającym zakresie poprawną dla wymaganego poziomu rozprawy doktorskiej.



4. Ocena merytoryczna pracy

Oceniając pracę od strony merytorycznej, należy zacząć od dokonanego przeglądu literatury. W tym względzie jako noszącą znamiona nowości na poziomie doktorskim uznaję część opisującą tzw. nowoczesne obróbki cieplne. Ponadto dobrą stroną jest koncentrowanie się na opisie roli pierwiastków stopowych w odniesieniu do materiałów lanych a nie stali, co często ma miejsce w opracowaniach odnoszących się do staliw. Natomiast przedstawiona charakterystyka staliw w mojej opinii została strywializowana. Po macoszemu potraktowano zagadnienie mikrosegregacji a zastosowanie staliw zostało niepotrzebnie rozszerzone na materiały o zupełnie innych zasadach kształtowania właściwości użytkowych jak np. staliwa Hadfielda. Brakło również dogłębnej charakterystyki mechaniki pękania ulokowanej w zakresie materiałów odlewniczych. Ograniczone zasygnalizowanie problematyki żeliw ADI pomimo ich konotacji do bainitu bezwęglkowego w zrealizowanym zakresie wprowadza istotne zamieszanie w opisie podjętego zagadnienia badawczego. Brakuje też opisu istotności uzyskania tzw. zgiotu fazowego w odniesieniu do uzyskania nanostrukturyzacji wykonywanego przez przechłodzenie po bainityzacji poniżej $M_s^{1,2}$. Ponadto w praktycznie każdej publikacji autorzy podkreślają konieczność uzyskania jak najbardziej jednorodnej struktury, którą należy uzyskać w wyniku dużego stopnia przerobu i długotrwałego wyżarzania ujednolaniającego przed końcową obróbką cieplną aby uzyskać właściwą nanostrukturyzację¹.

Autorka wykazała się wystarczającą umiejętnością w realizacji badań, opracowywania ich wyników oraz interpretacji uzyskanych wyników. Praca w zakresie merytorycznym jest skonstruowana logicznie. Pozwoliło to Doktorantce na dobrym poziomie prowadzić spójną narrację. Praca napisana jest w sposób generalnie staranny pod względem jej konstrukcji, choć Doktorantka nie ustrzegła się nielicznych błędów językowych i interpunkcyjnych. Zastosowana metodyka badań (poparta odpowiednim schematem) jak i opis wyników badań własnych i analiza osiągniętych wyników badań własnych pozwoliły na pozytywne zweryfikowanie przyjętej tezy oraz zrealizowanie celów pracy a w konsekwencji z powodzeniem jej ukończenie jako autorskiego opracowania. Ogólnie pracę doktorską mgr inż. Karoliny Elżbiety Szwejkowskiej oceniam pod względem merytorycznym jako spełniającą wymagania. Jednak podczas jej lektury nasuwają się pewne spostrzeżenia natury



polemicznej odnoszące się do zagadnień merytorycznych oraz uwagi szczegółowe (natury edycyjnej oraz inne drobne uwagi), które zostały niżej przedstawione.

¹Pawłowski B.: Sposoby wytwarzania mikrostruktury nanobainitu w stalach oraz w staliwach, analiza literatury. Opracowanie wykonane w ramach grantu realizowanego we współpracy z firmą Specodlew sp. z o.o. AGH 2018.

²Gong W., Tomota Y., Adachi Y., Paradowska A.M., Kelleher J.F., Zhang S.Y.: Effects of ausforming temperature on bainite transformation, microstructure and variant selection in nanobainite steel, Acta Materialia 61, (2013), 4142–4154.

5. Polemiczne uwagi merytoryczne

1. W streszczeniu Doktorantka stwierdza, że „Ostatecznie dokonano wyboru najbardziej optymalnego procesu pod kątem planowanego zastosowania do obróbki cieplnej stożkowych kół zębatach do pracy w przekładniach dla przemysłu górniczego”. Trudno jednak określić aby w pracy została dokonana optymalizacja. Podobnie określenie optymalizacja jest nadużywane w opisie procedury eksperymentalnej. Również trudno przyjąć że zrobiono optymalizację temperatury austenizacji (str. 71), optymalizację zabiegów obróbki cieplnej (str. 95) jak i czasu partycjonowania (str. 105).
2. W wykazie oznaczeń użytych w tekście zapisano, że: „ Ac_1 – temperatura początku przemiany eutektoidalnej perlitu w austenit podczas nagrzewania, Ac_{1p} – temperatura początkowa przemiany eutektoidalnej przy nagrzewaniu”. Z merytorycznego punktu widzenia nie ma różnicy pomiędzy tymi dwoma oznaczeniami.
3. Obecnie zgodnie z normą zamiast określenia stal czy też staliwo węglowe używa się określenia stal lub staliwo niestopowe.
4. Dokonując podziału na rozdziały i podrozdziały nie stosuje się raczej jednego podrozdziału w rozdziale jak to uczyniono w przypadku podrozdziału 2.2.1. i podpodrozdziału 2.2.1.1, jest to niemerytoryczne.
5. Twardości raczej nie badamy – twardość mierzymy.
6. Określenie w rozdziale 5.5 – obróbka hartowania i odpuszczania jest skrótem myślowym niepoprawnym również semantycznie.
7. Na stronie 11 stwierdza się, że „Staliwo wysokowęglowe ... jest materiałem bardzo atrakcyjnym ze względu na brak ograniczeń składu chemicznego (w przeciwieństwie do

stali), ..." – nie zgadzam się że w staliwie jest brak ograniczeń składu chemicznego, zresztą Doktorantka później sama zaprzecza takiemu stwierdzeniu.

8. Trudno zgodzić się z opinią odnośnie staliwa zamieszczoną na stronie 14, że „... staliwo ... jego właściwości, które są niemożliwe do osiągnięcia przez pozostałe stopy. Odlewy staliwne ... inne tworzywa nie są w stanie sprostać ... wysoka odporność na działanie naprężeń dynamicznych, także naprężeń zmiennych.”. Zdecydowanie stale mają większą odporność na działanie naprężeń dynamicznych niż staliwa – choćby zasada doboru rodzajów walców hutniczych do klatek walcowniczych.
9. Odnośnie zabiegu rewitalizacji należy zaznaczyć, że regeneracja struktury odlewu to tak naprawdę odtworzenie mikrostruktury ferrytyczno-perlitycznej, co stoi w sprzeczności z założeniem niniejszej pracy a wynika to z tego, że ta rewitalizacja dotyczy głównie odlewów stosowanych w podwyższonych i zmiennych temperaturach. Jest to niefortunne podanie przypadku nieadekwatnego do omawianej tematyki. Taki problem występuje w kilku miejscach rozdziału 2.1.
10. Odnośnie dyskusji prowadzonej na stronie 15 należy zaznaczyć, że znacznie więcej czynników niż tylko grubość odlewu wpływa na niejednorodność chemiczną staliwa, np. zakres występowania kryształów kolumnowych czy też zakres temperaturowy pomiędzy linią solidus i likwidus, intensywność chłodzenia, przewodnictwo cieplne itd.
11. W rozdziałach 2.1.1.1 oraz 2.1.1.2 przeważająca część opisu dotyczy starych zasad klasyfikacji i oznaczeń staliw. Wprowadza to bardzo duże zamieszanie. Np. nie odniesiono się do wprowadzenia „X” w oznaczeniu przy przekroczeniu 5% zawartości pierwiastka stopowego w nowych oznaczeniach staliw stopowych ze względu na skład chemiczny.
12. Zastosowano bardzo duże uproszczenie wskazując dodatki stopowe staliw odpornych na ścieranie pomijając różne koncepcje tworzenia tej odporności jak np. przez dodatek Cr w porównaniu do Mn. Zwłaszcza w odniesieniu do hartowności co np. nie dotyczy wysokomanganowych staliw Hadfielda, które są obok wspominane.
13. Żaroodporności staliw raczej nie wzmacnia Ni ale Al obok Cr i Si.
14. Wyżarzanie odprężające rzeczywiście w założeniu ma nie zmieniać mikrostruktury ale nie można powiedzieć, że nie zmienia właściwości odlewu bo inaczej byłoby ono niepotrzebne.

15. Jako bardzo duży skrót myślowy należy uznać zdanie ze str. 33 „Z oczywistych względów żadne staliwa odporne na ścieranie nie powinny zawierać twardych, wykruszających się składników strukturalnych [7].” Jeśli tak by było to żadne eutektyki węglkowe nie powinny być w staliwach a jest liczna grupa staliw wysokowęglowych i wysokochromowych, które na takich eutektykach opierają swoją odporność na ścieranie. Wszystko zależy od udziału, morfologii tych składników strukturalnych oraz obciążenia w węzle tarcia.
16. Wtręt o grupie staliw stosowanych w obniżonych temperaturach jest w zakresie i formie, która nie daje możliwości wykroczenia poza niebezpieczne skróty myślowe i jest zupełnie niezwiązana z tematem rozprawy.
17. Stosuje się czasami w pracy wymiennie określenie austenit resztkowy i szczątkowy podczas gdy są to istotnie różne określenia w polskiej terminologii a do tego często różnie definiowane w zależności od szkoły naukowej.
18. W schemacie procedury eksperymentalnej planowane jest „badanie właściwości mechanicznych i wytrzymałościowych” a przecież właściwości wytrzymałościowe wchodzą w zakres właściwości mechanicznych.
19. Założenia badawcze dotyczą staliwa o istotnie podwyższonej zawartości krzemu, co nie jest klasyką dla składów chemicznych staliw i trudno oczekiwać aby staliwo to miało wystarczające właściwości po klasycznej obróbce cieplnej. Natomiast innym zagadnieniem są właściwości odlewnicze, dla których tematyka wpływu składu chemicznego została pominięta w pracy. Należy dodatkowo zaznaczyć, że krzem i nikiel są pierwiastkami grafityzującymi, co stwarza kolejne niebezpieczeństwo dla struktury odlewniczej.
20. Nie uwzględniono, że symulacje komputerowe były przeprowadzone dla założenia jednorodności składu chemicznego i stanu równowagowego, co jest istotne w odniesieniu ich do uzyskanych wyników.
21. Wyniki analiz TEM należy traktować jako losowe – nie wiadomo czy dla obszarów dendrytów czy przestrzeni międzidendrytycznych czy też obszarów pośrednich.
22. Na wyniki pomiarów austenitu przy użyciu magnetometru wibracyjnego wpływa występowanie czy też brak występowania ferromagnetycznego cementytu. Ponadto np. krzem w osnowie ferrytycznej obniża remanencję i namagnesowanie nasycenia. Jak to uwzględniano w odniesieniu do wyników?



23. Czy występowanie porowatości nie dyskwalifikuje wyników próby rozciągania? Jakie wykresy uzyskano w zapisie próby rozciągania inżynierskie czy rzeczywiste?
24. Metody Pin-on-Disc i Ball-on-Disc są istotnie różne, również w zakresie interpretacji ich wyników – podpis pod schematem na rys. 11 jest chyba nie adekwatny do wykonanej próby. Co ciekawe tester T-05 jest dla innego układu tj. Block-on-Ring. Ponadto w odniesieniu do pracy kół zębatych lepiej było wykonać przeciwpróbkę z tego samego staliwa (pytanie w jakim stanie strukturalnym?) lub innego staliwa stosowanego na koła zębate – to też ma wpływ na wyniki próby tribologicznej. Jak widać opis próby tribologicznej jest niespójny.
25. Nie przekazano informacji odnośnie różnic w składzie chemicznym wytopów laboratoryjnych i kół zębatych a raczej nie były one tożsame. Niesie to konsekwencje w odniesieniu wyników dla prób z obu materiałów i zakresu możliwego ich porównywania.
26. Zastosowana metoda pomiaru twardości wskazuje na niejednorodność materiału. Można było wykonać pomiary twardości lub mikrotwardości np. HV dla obszarów dendrytu i przestrzeni międzidendrytycznych, co wskazałoby na zakres problemu niejednorodności składu chemicznego a przez to mikrostruktury.
27. Dla stanu po odlaniu widać, że w przestrzeniach międzidendrytycznych jest więcej austenitu szcążkowego a w obszarach rdzeni dendrytów na podkładkach z wtrąceń niemetalicznych zarodkuje drobny perlit (podobnie jak na granicach krystalitów). Dlatego podawanie udziału austenitu z badań za pomocą magnetometru jest tylko wartością uśrednioną czyli małowartościową dla zrozumienia stanu materiału po odlaniu.
28. Niejednorodność mikrostruktury po odlaniu powoduje, że przypadkowość analiz TEM może udowodnić praktycznie dowolną tezę.
29. Po wyżarzaniu zmiękczającym raczej nie należy oczekiwać istotnego zmniejszenia niejednorodności materiału pod względem mikrosegregacji. Uzyskana mikrostruktura tylko maskuje tę niejednorodność. Mniejsze powiększenia z mikroskopu świetlnego powinny nadal jednak wskazywać na strukturę dendrytyczną.
30. Trudno się zgodzić z następującym opisem wykresu z rys. 18: „Zgodnie z oczekiwaniami, w miarę zwiększania się odległości od czoła próbki, następuje bardzo **łagodne i równomierne** obniżenie twardości staliwa ...”. Ponadto warto było odnieść

te zmiany twardości do zakresu występowania kryształów zamrożonych, kolumnowych i równoosiowych.

31. Na wykresie zamieszczonym na rysunku 19 nie wskazano temperatury A_{c3} , którą następnie się podaje i rozważa (rys. 25 i 26b). Przy takiej niejednorodności oraz dokładności aproksymacji odczyt temperatur charakterystycznych z dokładnością do ułamka stopnia jest bardzo wątpliwy i nie metrologiczny.
32. Czy wynik M_s dla austenitzacji w 1000°C nie wynika z zajścia wzrostu mikrosegregacji węgla? Lub też przy temperaturach austenitzacji $930-950^{\circ}\text{C}$ mamy do czynienia z efektami ograniczonej dyfuzji pomiędzy obszarami dendrytów i przestrzeniami międzidendrytycznymi.
33. Skład chemiczny raczej nie wskazuje aby tworzyły się węglikoazotki $M_2(\text{C},\text{N})$. To raczej efekt teoretyzacji wyników symulacji.
34. Na wykresach zamieszczonych na rysunku 22 łatwiejszym byłoby wyznaczenie temperatur charakterystycznych po wprowadzeniu krzywej różniczkowej. Również tu dokładność odczytu temperatury jest przesadzona a więc niemetrologiczna.
35. Na wykresie zamieszczonym na rysunku 23 nie zaznaczono dla krzywej najwolniejszego chłodzenia końca przemiany bainitycznej. Czym tłumaczyć tak dużą hartowność badanego materiału?
36. Na dyfrakcji z obszaru prezentowanego na rysunku 27e widać bliższe do środka refleksy – od czego one są? Czy to nie wskazuje na węgliki?
37. Obecność austenitu szczątkowego nawet po zakończeniu przemiany bainitycznej należy raczej wiązać z niejednorodnością i przestrzeniami międzidendrytycznymi.
38. Odnośnie mikrostruktury staliwa po hartowaniu izotermicznym w 250°C przez 34 h 15 min stwierdzono brak austenitu w wyniku wydzielania się cementytu podczas gdy dla hartowania izotermicznego w 250°C przez 2 h 5 min już stwierdzono cementyt (rys. 27e).
39. Dlaczego dla hartowania izotermicznego w 300°C nie policzono również parametrów struktur wyznaczonych za pomocą metody Rietvelda oraz zawartości węgla w austenicie po procesach nanostrukturyzacji?
40. Nielogiczne jest stwierdzenie „Duże obciążenie zapewniło pomiar twardości z pewnego obszaru, co pomogło ograniczyć wpływ lokalnych niejednorodności występujących w

znacznym stopniu w badanym stopie odlewniczym.” ze względu na istotne skróty myślowe.

41. Odnośnie stwierdzenia: „Duża twardość jest prawdopodobnie efektem umocnienia materiału wynikającego z wydzielen cementytu wewnątrz ziaren ferrytu bainitycznego, ...” należy zwrócić uwagę że w konsekwencji zmniejsza się przesycenie osnowy, co powinno zmniejszać twardość.
42. Porównywanie właściwości i efektów w zdaniach: „Uzyskane wartości są niższe o ok. 25% niż opisane przez S. Putatundę po hartowaniu w 260°C przez mniej niż 2h staliwa wysokowęglowego z dużą zawartością krzemu (1% wag. C i 2,45% wag. Si)”, „Duża różnica (470 MPa) między granicą plastyczności a wytrzymałością na rozciąganie dla próbki poddanej krótszej obróbce wskazuje na wystąpienie efektu TRIP, ...” oraz „Wyniki badań wytrzymałości na rozciąganie uzyskane przez badacza są ponad dwukrotnie niższe, a wydłużenie wielokrotnie niższe niż osiągnięte po procesach nanostrukturyzacji bainitycznej w laboratorium WIM PW.” są niezasadne bez pogłębionej analizy tych zagadnień.
43. Odnośnie pierwszych dwóch procesów typu BQ&P stwierdzono, że „... w obu obróbkach podczas tego etapu na krzywych dylatometrycznych był wyraźnie widoczny przyrost długości próbki, co wskazuje na zachodzenie wydzielania wtórnego ferrytu bainitycznego, czyli procesu konkurencyjnego w stosunku do preferowanego zjawiska partycjonowania węgla z martenzytu do otaczającego go austenitu.”. Nie dopatrzono się jednak w pracy dokumentacji potwierdzającej to stwierdzenie.
44. W pracy omawiane są wpływy różnych czynników na właściwości mechaniczne w oparciu o zestawienia tabelaryczne. Można było zrobić zestawienia w postaci wielu wykresów, które pozwoliłyby ocenić istotność tych zależności. Brakuje więc również analizy statystycznej istotności omawianych zależności, co pozwoliłoby na walidację zawartych w pracy stwierdzeń w tym roli niejednorodności składu chemicznego w odniesieniu do ich istotności. Tak więc naprawdę nie wiadomo co było czynnikiem (czynnikami) kształtującym wyniki wykonanych procesów obróbki cieplnej. Jest to poważne ograniczenie praktycznego i naukowego znaczenia uzyskanych wyników. Można byłoby wprowadzić analizę niezawodności. Powyższe braki mogą być również przyczyną stwierdzenia na stronie 106, że „... nie ma również logicznych zależności

między właściwościami wytrzymałościowymi i plastycznymi staliwa po tych obróbkach.”.

45. Pomimo zamieszczenia na stronie 106 następującego opisu: „Wykresy ściskania uzyskane dla wspomnianych dwóch próbek po konwencjonalnej obróbce cieplnej zawierały natomiast dostrzegalne punkty przegięcia, charakterystyczne dla metali ciągliwych, oznaczające, że po przekroczeniu pewnej wartości obciążenia, odkształcenia rosną coraz wolniej ...” w pracy nie zaprezentowano wspomnianych (choćby przykładowych) krzywych aby móc odnieść się do tego stwierdzenia. Dodatkowo na stronie 107 podobnie stwierdza się, że „Sposób zniszczenia wszystkich ściskanych próbek staliwnych był taki sam – materiał ulegał zniszczeniu przez poślizg – „ścięcie” materiału, płaszczyzna poślizgu była nachylona do poziomu pod kątem zbliżonym do 45° [94].” gdzie poza brakiem dokumentacji odnośnik literaturowy dotyczy pozycji będącej opracowaniem ćwiczeń laboratoryjnych, co należy uznać za mało adekwatne źródło dla rozprawy doktorskiej.
46. Wzrost odporności na ścieranie może być czynnikiem nawet pogarszającym właściwości eksploatacyjne kół zębatach w odniesieniu np. do zjawisk pittingu, scuffingu czy gallingu.
47. Na str. 110 jest mowa o module koła – czy chodzi o moduł sprężystości materiału koła?
48. Odnosząc się do ostatniego zdania w rozdziale 5.7.2 „Problem w użyteczności badanego staliwa wraz z zaprojektowaną obróbką cieplną może stanowić niska udarność materiału, znaczny rozrzut wyników tego badania wokół wartości średniej, związany z nadal niewyeliminowaną niejednorodnością składu chemicznego badanego staliwa.” należy zaznaczyć że właśnie pod względem jednorodności chemicznej materiału powinno się projektować składy chemiczne staliw na odlewane koła zębate.
49. W podsumowaniu i wnioskach stwierdza się, że „Wytrzymywanie izotermiczne staliwa w niskich temperaturach z zakresu pomiędzy temperaturą w jakiej tworzy się bainit górny a temperaturą M_s , przez czas umożliwiający osiągnięcie 100% zaawansowania przemiany bainitycznej spowodowało powstanie dużych obszarów mikrostruktury nanobainitycznej.”. Co znaczy „dużych obszarów”? Czy nie należy obawiać się tu problemu tzw. karbu strukturalnego?
50. Nie przeprowadzono badań właściwości użytkowych jak to zapisano w rozdziale 6 tj. „Przeprowadzone badania właściwości użytkowych wskazują na konkurencyjność

opracowanych zabiegów obróbki cieplnej w odniesieniu do tradycyjnego hartowania i odpuszczania.”. Ponadto nie można nawet tego stwierdzić przy tak dobranym materiale porównawczym. Z podobnych względów byłbym się zamieszczać następujące stwierdzenie: „Staliwo o specjalnie dobranym pod konkretne zastosowanie składzie chemicznym wraz z zaproponowaną obróbką cieplną może w przyszłości stanowić alternatywę dla stali stosowanych dotychczas do produkcji kół zębatach, pracujących w trudnych warunkach eksploatacyjnych.”.

6. Uwagi redakcyjne i szczegółowe

1. Często pomijano wcięcia przy niektórych akapitach.
2. Stosowanie języka angielskiego w opisie rysunków należy uznać za błąd redakcyjny, np. rys. 10.
3. Brak odstępu w tytule podrozdziału 5.6.3 „...po procesachBQ&P”.
4. Str. 11, 55. „... m. in. ...”.
5. Str. 17. „... o **zwartości** węgla ...”.
6. Str. 21. brakuje przecinka w „... po obróbce cieplnej w wyniku której powstanie ...” oraz „... jest to zależne od atmosfery w której pracuje [7]”.
7. Str. 25. „... ok. 2,4 min/**1mm** ...”.
8. Str. 26. „... **nadeutektoidlanego** ...”.
9. Str. 27. „... wyżarzania **zupełnego**[9].”.
10. Str. 45. „... **nanostrukturyzacji** ...”.
11. Str. 48. brakuje przecinka w „... od austenitu z którego powstaje ...”.
12. Str. 58. „... w zakresie 2-**1000K**”.
13. Str. 61. „... wysokości 7,5 mm (h = **1,5d**).”.
14. Str. 62. brak przecinków i kropki przy opisie składowych wzoru (3).
15. Zamieszczone rozwiązania dyfrakcji elektronowych są na wydruku pracy nieczytelne.
16. Na wykresie zamieszczonym na rysunku 19 opis jest w języku angielskim, łącznie z kropkami zamiast przecinków (oddzielających części dziesiętne i całkowite) oraz niepotrzebnie są zera po kropce w znacznikach osi.
17. Podpis pod rys. 27, 31-34 zamiast ciemnym polu jest ciemnym pomu.
18. Podpis pod rys. 31, 32 „... przez **1h** 5 min ...”.
19. Podpis pod rys. 33, 34 „... przez **32h** ...”.

20. Str. 110. zamiast „stali” powinno być „staliwa”.
21. Str. 113. brakuje przecinka w „... po obróbce cieplnej w wyniku której powstanie ...” oraz „... jest to zależne od atmosfery w której pracuje [7]”.
22. Str. 118. odnośnik literaturowy [46] „... Wear of nano-structured carbide-free bainitic steels **und C.er** dry rolling-sliding conditions ...”.

7. Podsumowanie odnośnie przedstawionych uwag

Wszystkie przedstawione uwagi nie negują pozytywnej oceny całości pracy. Duży zakres przedstawionych uwag oraz ich szczegółowość miały na celu stworzenie Autorce możliwości swobodnego ich wykorzystania dla własnych celów w dalszym rozwoju naukowo-badawczym. Wyniki badań, sposób ich zaprezentowania oraz ich interpretacja potwierdza, że Autorka wystarczająco przestudiowała literaturę i potrafi poruszać się w tematyce nowoczesnych obróbek cieplnych staliw jak i wystarczająco opanowała wymagające techniki badawcze oraz sposoby prezentowania wyników. Moim zdaniem Autorka spełniła wymagania w zakresie rozwiązania sformułowanego problemu badawczego, osiągnęła cele badawcze związane z postawioną tezą. Praca zawiera odpowiedni poziom nowości dla dziedziny naukowej inżynieria materiałowa. Wszystko powyższe wyczerpuje niezbędne znamiona wymagane dla rozprawy doktorskiej.

8. Wniosek końcowy

Podsumowując stwierdzam, że rozprawa jest dobrze ułożona w obecnym stanie wiedzy, została wykonana i napisana poprawnie oraz przy użyciu poprawnie dobranych technik badawczych. Zamieszczone uwagi nie negują mojej pozytywnej opinii o całości pracy.

Po zapoznaniu się z rozprawą doktorską mgr inż. Karoliny Elżbiety Szwejkowskiej pt.: „Kształtowanie mikrostruktury i właściwości mechanicznych staliwa przy wykorzystaniu procesów nanostrukturyzacji bainitycznej” stwierdzam, że **spełnia ona wymogi stawiane pracom doktorskim** zgodnie z Ustawą z dnia 14 marca 2003r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dziennik Ustaw z 2017 r. poz. 1789 z późniejszymi zmianami) a także przepisami ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. – Przepisy wprowadzające ustawę – Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dziennik Ustaw z 2022 poz. 574, z późniejszymi zmianami) oraz **wnioskuję do Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Warszawskiej o dopuszczenie jej do publicznej obrony.**

