

Gliwice, dn. 23.05.2023 r.

RECENZJA

rozprawy doktorskiej pt.:

„Rola węglików w kształtowaniu struktury i właściwości stali 100CrMnSi 6-4 na drodze przemiany bainitycznej”

Autor: mgr inż. Krzysztof Chmielarz

Promotor: dr hab. inż. Wiesław Świątnicki, prof. uczelni

Ocena rozprawy doktorskiej została wykonana w odpowiedzi na pismo Przewodniczącej Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Materiałowa, Pani prof. dr hab. inż. Małgorzaty Lewandowskiej z dnia 27.03.2023 r.

1. Przedmiot oceny

Recenzja dotyczy rozprawy doktorskiej liczącej 94 strony, 27 rysunków i 14 tabel, napisanej w języku polskim w klasycznym układzie. Praca została zrealizowana w ramach projektu pt. „Opracowanie nowej generacji stali o strukturze nanokrystalicznej z węglnikami”, finansowanego przez Narodowe Centrum Badań i Rozwoju w ramach Programu Lider IX na podstawie umowy nr: LIDER/12/0040/L-9/17/NCBR/2018 z dnia 26.11.2018. Rozprawa rozpoczyna się od streszczenia w języku polskim i angielskim oraz spisu treści. Rozdział 1 i 2 pracy stanowią odpowiednio wstęp oraz opis stanu zagadnienia. Teza, cel, zakres pracy oraz metodyka badań zostały opisane w rozdziałach 3 i 4. Kolejne rozdziały od 5 do 7 są związane z przeprowadzonymi badaniami i odnoszą się do charakterystyki przemian fazowych w badanej stali, projektowania obróbki cieplnej i opisu uzyskanych wyników. Rozdziały 8 i 9 zawierają odpowiednio podsumowanie i wnioski oraz bibliografię.

2. Ocena doboru tematyki badawczej

Tematyka rozprawy doktorskiej dotyczy procesów wydzieleniowych w stalach nanobainitycznych. Obecne sposoby wytwarzania wyrobów z tych stali są prowadzone w taki sposób, aby ograniczać wydzielenie węglików i jednocześnie najczęściej maksymalizować

udział drobnoziarnistego austenitu, stanowiącego składnik uzupełniający ferryt bainityczny. Prace skupiają się na doborze składu chemicznego stali oraz parametrów obróbki cieplnej zarówno podczas austenitowania, jak i w trakcie chłodzenia. Podczas austenitowania dąży się do rozpuszczania węglików obecnych w stali. Materiał w takim stanie jest następnie poddawany regulowanemu chłodzeniu. W tym zakresie wiedza jest szeroko dostępna i intensywnie rozwijana w przeciągu ostatnich kilku lat. Niewiele jest natomiast doniesień związanych z obecnością węglików w stali przed przemianą bainityczną. Doktorant w pracy podjął się analizy wpływu węglików nierozpuszczonych na przemianę bainityczną, uzyskaną strukturę oraz właściwości mechaniczne. W tym zakresie wiedza jest bardzo ograniczona, co potwierdza słuszność przyjętej przez Doktoranta tematyki badań.

Należy zatem stwierdzić, że tematyka rozprawy doktorskiej jest aktualna, istotna i uzasadniona nie tylko z punktu widzenia naukowego i poznawczego, ale również aplikacyjnego. Dobór tematyki badawczej uważam zatem za niezwykle trafny.

3. Ocena merytoryczna rozprawy doktorskiej

3.1 Ocena przeglądu piśmiennictwa, zakresu oraz zaproponowanej metodyki badawczej

Opis stanu zagadnienia stanowi około 30% objętości pracy. Analizie poddano łącznie 62 pozycje literaturowe, z czego 48 z nich przywołano w opisie stanu zagadnienia. Zakres ten obejmuje opis stosowanych rodzajów obróbki cieplnej, charakterystykę przemian fazowych zachodzących w stali, wpływ pierwiastków stopowych na ich przebieg, a także w przypadku przemiany bainitycznej charakterystykę różnych typów bainitu. Istotny wkład do pracy stanowi rozdział poświęcony modelowaniu przemian fazowych, w którym Doktorant opisał zarówno ogólne modele przemian, jak i modele związane z przemianą bainityczną. Dobór poruszonych zagadnień jest właściwy i ma kluczowe znaczenie dla poruszanej tematyki rozprawy. W większości Doktorant odwołuje się do właściwych pozycji literaturowych, w tym również wydanych w przeciągu ostatnich kilku lat. Pewnym niedociągnięciem jest jednak brak powołań na pozycje literaturowe w odniesieniu niektórych stwierdzeń oraz do cytowanych zależności matematycznych, zwłaszcza w części poświęconej modelowaniu. Przykładowo opisując przemianę ferrytyczną Autor informuje, że nowe ziarna ferrytu na granicach austenitu są wydłużone lub równoosiowe i wykazują zależność Kurdjumova-Sachsa w stosunku do orientacji ziarna austenitu. Nie wiadomo jednak skąd ta wiedza jest zaczerpnięta. W dalszej części Autor wprowadza skrót bez ich wytłumaczenia, co powoduje, że czytający musi się domyślać, że np. zależność K-S oznacza zależność Kurdjumova-Sachsa. Szkoda zatem, że Autor nie zdecydował się na zawarcie w pracy wykazu najważniejszych skrótów i oznaczeń. Należy podkreślić, że analiza obejmuje również liczne doniesienia literaturowe polskich Autorów i dotyczy nie tylko czasopism, ale również książek i autorskich monografii. W przeglądzie zagadnienia za dyskusyjne uważam stwierdzenie Autora dotyczące uznania procesów niepełnego austenitowania stali w zakresie temperatur pomiędzy A_{c1} a A_{c3} jako niekorzystnej obróbki cieplnej ze względu na wytworzenie struktury austenityczno-ferrytycznej o niskiej twardości ferrytu. Co prawda w pracy zaznaczono, że niepełne

hartowanie może mieć korzystny wpływ na właściwości stali w połączeniu z obróbką bainityczną, to jednak wydaje się, że zagadnienie to powinno być rozważane w szerszym zakresie. Obecnie bowiem dąży się do zmniejszania kosztów produkcji związanych z obniżaniem temperatury obróbki cieplnej. Coraz więcej linii technologicznych jest projektowanych w taki sposób, aby umożliwiały obróbkę cieplną w tym zakresie temperatur. Przykładem może być proces ciągłego wyżarzania blach ze stali typu DP, gdzie obróbka cieplna odbywa się w zakresie temperatur międzykrytycznych, bez negatywnego wpływu na produkt końcowy. Podobnie do tego zakresu nagrzewa się stale typu TRIP. W końcowej części analizy literaturowej zawarto podsumowanie stanu zagadnienia, które wskazuje na motywację i genezę problemu badawczego, jakim jest analiza wpływu nierozpuszczonych węglików na przemianę bainityczną i morfologię bainitu na przykładzie stali 100CrMnSi 6-4.

Doktorant jako tezę pracy przyjął, że *udział objętościowy węglików i rozkład ich wielkości w strukturze wyjściowej wpływa na kinetykę przemiany bainitycznej oraz uzyskiwane właściwości stali. Stąd też poprzez sterowanie udziałem i rozkładem węglików możliwe jest sterowanie właściwościami stali.* W odniesieniu do postawionej tezy Autor zdefiniował cele pracy w zakresie naukowym i aplikacyjnym. Do celów naukowych zaliczył zaprojektowanie obróbek cieplnych różnicujących wielkość i udział objętościowy węglików w stali przed hartowaniem izotermicznym i przemianą bainityczną, a także określenie wpływu węglików oraz ich rozkładu na kinetykę i temperatury związane z tą przemianą. Jako cele aplikacyjne przyjął skrócenie czasu procesu i zwiększenie właściwości mechanicznych stali bainitycznych poprzez opracowanie obróbek cieplnych umożliwiających sterowanie przemianą bainityczną.

Zarówno teza, jak i cele pracy zostały moim zdaniem sformułowane w sposób właściwy.

Materiał badawczy stanowiła stal łożyskowa stopowa w gatunku 100CrMnSi 6-4. Doktorant opisał rolę poszczególnych pierwiastków wchodzących w jej skład oraz w sposób właściwy uargumentował wybór zaproponowanego materiału pod kątem analizy wpływu węglików na przemianę bainityczną. W oparciu o przeprowadzone symulacje komputerowe i badania przemian fazowych zaprojektował trzy rodzaje obróbek cieplnych, różnicujących wielkość węglików. Próbkę po zaproponowanych obróbkach cieplnych poddano dalszym badaniom. Wykonano badania struktury metodami mikroskopii świetlnej i prześwietleniowej mikroskopii elektronowej z wyznaczeniem parametrów stereologicznych, badania fazowe XRD, pomiary twardości, statyczne próby rozciągania, badania udarności oraz odporności na zużycie ściernie. Stwierdzam, że zarówno zakres pracy, jak i zaproponowane metody badawcze, zostały właściwie dobrane pod kątem zdefiniowanego celu pracy, umożliwiając równocześnie weryfikację postawionej tezy.

3.2. Ocena uzyskanych wyników badań

W ramach ocenianej pracy uzyskano szereg bardzo wartościowych wyników badań. W pierwszej kolejności Doktorant w oparciu o przeprowadzone symulacje komputerowe, a przede wszystkim eksperymenty z wykorzystaniem badań dylatometrycznych, wyznaczył temperatury początku oraz końca przemiany ferrytu w austenit, temperaturę w której

następuje całkowite rozpuszczenie węglików w austenicie oraz temperatury początku przemiany martenzytycznej w zależności od zastosowanej temperatury austenitowania. Do dalszych badań wybrał i prawidłowo uzasadnił dwie temperatury austenitowania, tj. 820°C, dla której uzyskuje się całkowitą przemianę ferrytu w austenit i częściowe rozpuszczenie węglików oraz temperaturę 930°C, w której następuje rozpuszczenie większości węglików prowadzące do przesylenia austenitu węglem. W oparciu o uzyskane wyniki zaproponował następujące trzy rodzaje obróbki cieplnej przed etapami hartowania izotermicznego: (1) pojedyncze austenitowanie w 820°C, (2) podwójne austenitowanie w temperaturach kolejno 930 i 820°C przedzielone hartowaniem oraz (3) podwójne austenitowanie, najpierw w 930°C z następnym hartowaniem i ponownym nagrzewaniem do temperatury 700°C w celu przeprowadzenia sferoidyzacji materiału oraz dalej nagrzewanie z tej temperatury do 820°C. Próbkę po tych obróbkach cieplnych poddał badaniom struktury wraz z wyznaczeniem wielkości węglików oraz ziarna austenitu pierwotnego. W odniesieniu do przedstawionych wyników pojawiają się pytania związane z metodyką pomiaru wskazanych wielkości. O ile można się domyślać, że Doktorant jako wielkość węglików i ziarna posługuje się najprawdopodobniej średnicą równoważną, o tyle nie wiadomo jaka była powierzchnia poddana analizie oraz w jaki sposób prowadzono ilościową analizę struktury. Przeprowadzone eksperymenty pozwoliły na zróżnicowanie wielkości węglików. Doktorant w sposób uporządkowany omawiając wyniki prowadzi ich równoczesną dyskusję. W kolejnym etapie dla zaproponowanych obróbek Autor opracował wykresy CTPi po ostatnim austenitowaniu. Wykresy pozwoliły na wytypowanie trzech następujących temperatur hartowania izotermicznego z przemianą bainityczną: 250, 320 i 430°C, zapewniających uzyskanie różnych typów bainitu. Podsumowując część pracy związaną z projektowaniem obróbki cieplnej, uważam że została ona wykonana w sposób właściwy, doprowadzając do zróżnicowania struktury materiałów w tym wielkości węglików. Kolejną część pracy poświęcono badaniom strukturalnym próbek po zaprojektowanych obróbkach cieplnych. W oparciu o przeprowadzone badania z wykorzystaniem mikroskopu świetlnego Doktorant wskazuje na wzrost zawartości austenitu resztkowego ze wzrostem temperatury przemiany bainitycznej. Pomimo, że jest to zgodne z prawdą, to takie wnioskowanie na podstawie obserwacji za pomocą metod mikroskopii świetlnej uważam za dyskusyjne. Znacznie więcej szczegółów strukturalnych można zauważyć analizując wyniki badań struktury uzyskane za pomocą transmisyjnego elektronowego mikroskopu (TEM). W zależności od zastosowanych parametrów obróbki cieplnej Doktorant uzyskał i opisał różne typy bainitów. Jak powszechnie wiadomo rozróżnia się kilka ich typów, do których można zaliczyć bainit ziarnisty, bainit górny, zdegenerowany bainit górny czy bainit dolny. O typie bainitu decyduje składnik uzupełniający ferryt bainityczny, którym mogą być węgliki lub produkty przemiany austenitu. W tym miejscu wydaje się, że Doktorant powinien w sposób jednoznaczny udokumentować i wskazać na zdjęciach poszczególne składniki strukturalne w odniesieniu do ich cech morfologicznych i identyfikacji fazowej. Przykładowo opisując strukturę próbki po hartowaniu w temperaturze 430°C, Doktorant wskazuje na obecność bloków austenitu resztkowego czy węglików jedynie na podstawie obserwacji zdjęć, a nie na podstawie ich identyfikacji fazowej. W odniesieniu do wyników badań TEM Autor informuje, że wykonał badania identyfikacji składników strukturalnych w oparciu o metodę dyfrakcyjną. Niestety w pracy tych wyników nie zawarto. Wydaje się to kluczowym zagadnieniem nie tylko dla pełnej identyfikacji składników

strukturalnych, ale również w odniesieniu do opisu roli austenitu w strukturze próbek po hartowaniu izotermicznym. Równocześnie pomimo, że kilkakrotnie wcześniej Doktorant wskazuje, że w strukturze nie powinny wydzielać się inne węgliki niż cementyt, to jednak nie zostało to udokumentowane wynikami badań dyfrakcyjnych. Doktorant wykonał badania udziału składników fazowych między innymi metodą XRD. Również i w tym przypadku celowym wydaje się zamieszczenie dyfraktogramów. Powyższe uwagi dotyczące sposobu przedstawiania wyników badań powinny być pomocne Autorowi w przyszłej karierze naukowej. Wysoko oceniam natomiast rozdział poświęcony analizie kinetyki przemian fazowych, w którym Doktorant posłużył się m.in. modelem Starinka, prowadząc równocześnie dogłębną dyskusję uzyskanych wyników badań oraz rozdział przedstawiający wyniki badań właściwości mechanicznych uzyskanych na próbkach po zaprojektowanych obróbkach cieplnych. Końcową część pracy stanowi podsumowanie wyników badań i wnioski. Doktorant w tym rozdziale w sposób zwięzły i przejrzysty podsumował i zinterpretował najważniejsze uzyskane wyniki. Jako najważniejsze osiągnięcie pracy uważam wykazanie przez Doktoranta, że zwiększenie wielkości węglików pierwotnych przyspiesza kinetykę przemiany bainitycznej. Autor wykazał również możliwość sterowania właściwościami stali, wykorzystując zaprojektowane procesy obróbki cieplnej, pozwalające na uzyskanie odpowiedniej morfologii i rozkładu węglików.

W podsumowaniu można stwierdzić, że uzyskane wyniki badań są adekwatne do celu pracy oraz potwierdzają słuszność przyjętej tezy.

4. Uwagi szczegółowe

Praca jest napisana w większości starannie pod względem poprawności językowej stosowanej w literaturze naukowo-technicznej i cechuje się dokładnością wykonania zamieszczonych tablic i rysunków. W pracy występują również pewne niejasności i błędy edytorskie, do których należy zaliczyć:

- Str. 9, 6 wiersz od góry: jest: „...właściwości mechanicznych, i stosunkowo łatwego procesu produkcji.”, a powinno być: ... właściwości mechanicznych i stosunkowo łatwego procesu produkcji.;
- Str. 13, Rys. 1.1 jest słabo czytelny;
- Str. 13, 7 wiersz od dołu: jest: „Poprzez odpowiednie dodatki możliwe jest uzyskanie stopów w którym austenit będzie stabilny...”, a powinno być: Poprzez odpowiednie dodatki możliwe jest uzyskanie stopów, w których austenit będzie stabilny...;
- Str. 14, 11 wiersz od dołu: jest: „W stalach niskostopowych głównym czynnikiem wpływającym jednorodności austenitu...”, a powinno być: W stalach niskostopowych głównym czynnikiem wpływającym na jednorodność austenitu...;
- Str. 15, 8 wiersz od góry: jest: „Pozwala to na uzyskanie drobniejszej mikrostruktury produkcie...”, a powinno być: Pozwala to na uzyskanie drobniejszej mikrostruktury w produkcie...;
- Str. 15, 12 wiersz od góry: jest: „...prowadzi do rozrostu ziarna austenitu i zwiększenie zawartości węgla...”, a powinno być: ...prowadzi do rozrostu ziarna austenitu i zwiększenia zawartości węgla...;

- Str. 16, 10 wiersz od dołu: jest: „Przy małych przechłodzeniach grubość płytek perlitu jest dużo...”, a powinno być: Przy małych przechłodzeniach grubość płytek perlitu jest większa...;
- Str. 16, 3 wiersz od dołu: jest: „Bainit w stali jest często struktura pożądaną...”, a powinno być: „Bainit w stali jest często strukturą pożądaną ...”;
- Str. 19, 5 wiersz od dołu. Autor wprowadza terminologię procesu bainitowania, najprawdopodobniej mając na myśli proces związany z przemianą bainityczną;
- Str. 23, 5 wiersz od góry: jest: „...na skutek rozpuszczenie się w nim...”, a powinno być: ...na skutek rozpuszczenia się w nim...;
- Str. 29, 14 wiersz od góry: jest: „...fazy przemienionej...”, a powinno być: ...fazy przemienionej...;
- Str. 31, 9 wiersz od góry: jest: „...pozwoliło by...”, a powinno być: ...pozwoliłoby...;
- Str. 31, 7 wiersz od dołu: jest: „P wprowadzeniu parametru...”, a powinno być: Po wprowadzeniu parametru...;
- Str. 32, 1 wiersz od góry: jest: „... krzywą Gaussa...”, a powinno być: ... krzywą Gaussa...;
- Str. 36, 7 wiersz od dołu: jest: „...węgiel nie biorący udziału...”, a powinno być: ...węgiel niebiorący udziału...;
- Str. 39, wiersz 4 od dołu oraz str. 40 wiersz 5 od dołu. Doktorant stosuje zamiennie terminologię właściwości mechaniczne z własnościami mechanicznymi. Prawdłowo powinno być właściwości mechaniczne;
- Str. 45, wiersz 15 od góry, jest: „Temperatury Ac1 oraz Ac_m zbadane zostały...”, a powinno być: Temperatury Ac₁ oraz Ac_m zostały wyznaczone... ;
- Str. 51, wiersz 3 od dołu, jest: „...przemian zachodzących w trakcie chłodzenia – Ac₁...”, a powinno być: ...przemian zachodzących w trakcie nagrzewania – Ac₁...;
- Str. 61, wiersz 3 od dołu, jest: „Niemożliwe jest jednak, zdaniem autora, zachowaniu identycznych...”, a powinno być: Niemożliwe jest jednak, zdaniem autora, zachowanie identycznych...;
- Str. 64, wiersz 6 od dołu, jest: „Dzięki zastosowaniu symulacji może także stwierdzić...”, a powinno być: Dzięki zastosowaniu symulacji można także stwierdzić...;
- Str. 71, tytuł tabeli 7.3, jest: „Wyniki badań XRD próbki hartowanej izotermicznie w 250°C”, a powinno być: Wyniki badań XRD próbek po zastosowanych obróbkach cieplnych.;
- Str. 85, wiersz 2 od góry, jest: „...czy to w przed...”, a powinno być: ... czy to przed....

5. Uwagi dyskusyjne

Zawarte w recenzji uwagi mają charakter dyskusyjny, wynikający z zainteresowania recenzenta pracą i w żaden sposób nie obniżają wartości pracy. Proszę o odniesienie się do następujących kwestii:

1. W podsumowaniu stanu zagadnienia Doktorant stwierdza „że bazujące na przemianie bainitycznej specjalnie zaprojektowane obróbki cieplne stali o określonym składzie chemicznym pozwalają na uzyskanie struktury nanokrystalicznego bainitu i osiągnięcie wyjątkowych właściwości mechanicznych: dużej wytrzymałości i jednocześnie ciągliwości a przy tym korzystnych właściwości użytkowych: dużej odporności na

pękanie i na zużycie ściernie”. Proszę o wskazanie zakresów wartości przytoczonych parametrów potwierdzających to stwierdzenie wraz z odniesieniem ich do innych typów struktur bainitycznych.

2. Proszę o doprecyzowanie metodyki prowadzenia badań w zakresie ilościowej analizy obrazu, w tym wyznaczania wielkości węglików i ziarna austenitu pierwotnego.
3. W wynikach badań próbek po zaprojektowanych obróbkach cieplnych wskazano na obecność austenitu, cementytu i ferrytu bainitycznego. Proszę o udokumentowanie obecności tych składników na wybranych zdjęciach struktury i określenie roli jaką w tych strukturach pełni austenit.
4. Co Autor rozumie pod pojęciem ziarno bainitu lub ziarno ferrytu bainitycznego i w jaki sposób prowadzono pomiary tych wielkości?

6. Wniosek końcowy

Uzyskane przez Doktoranta wyniki badań mają wartość naukową, poznawczą, jak również aplikacyjną. Doktorant w realizacji pracy wykazał się niezbędną wiedzą, dojrzałością, umiejętnością twórczego prowadzenia badań i interpretowania uzyskanych wyników. Recenzowana praca pt. „Rola węglików w kształtowaniu struktury i właściwości stali 100CrMnSi 6-4 na drodze przemiany bainitycznej” spełnia wszystkie wymagania określone w obowiązującej Ustawie o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki, wobec czego wnioskuję do Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Materiałowa o dopuszczenie mgr inż. Krzysztofa Chmielarza do publicznej obrony swojej rozprawy.

