

Dr hab. inż. Jarosław Marcisz

Sieć Badawcza Łukasiewicz – Górnośląski Instytut Technologiczny

ul. Karola Miarki 12-14

44-100 Gliwice

E-mail: Jaroslaw.Marcisz@git.lukasiewicz.gov.pl; Tel.: +48 600 297 300

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr. inż. Karoliny Szwejkowskiej pt. *„Kształtowanie mikrostruktury i właściwości mechanicznych staliwa przy wykorzystaniu procesów nanostrukturyzacji bainitycznej”*, opracowana na podstawie pisma Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Warszawskiej z dnia 25.07.2023. Promotorem rozprawy jest Pan dr hab. inż. Wiesław Świątnicki, prof. PW.

Tematyka, zakres i teza pracy

Recenzowana praca została wykonana na Wydziale Inżynierii Materiałowej Politechniki Warszawskiej pod opieką merytoryczną prof. Wiesława Świątnickiego. Tematyka pracy dotyczy jednego z priorytetowych kierunków rozwoju Politechniki, tj. obszaru projektowania, badań i eksploatacji nowych materiałów, w tym wytwarzanych z zastosowaniem zaawansowanych zabiegów obróbki cieplnej.

Dążenie do optymalizacji procesów wytwarzania poprzez projektowanie składu chemicznego i dobór parametrów obróbki cieplnej w połączeniu z zaawansowanymi analizami w zakresie przemian fazowych to wciąż aktualny trend w rozwoju materiałów. Nowe wyzwania wynikają także z dostępności coraz bardziej zaawansowanych urządzeń, które umożliwiają precyzyjne sterowanie i kontrolę parametrów pracy.

Osiągnięte rezultaty oraz zdobyte doświadczenie Doktorantki stanowią podstawy do rozwoju w obszarze projektowania i wytwarzania materiałów, metod badań i interpretacji wyników obserwacji mikrostruktury, właściwości mechanicznych i korelacji ww. cech materiału.

Materiałem badań w pracy było staliwo o zaprojektowanym składzie chemicznym uwzględniającym rodzaj innowacyjnych zabiegów obróbki cieplnej. W pracy wskazano potencjalne zastosowanie opracowanego materiału na koła zębate oraz zweryfikowano prototypowe elementy w próbach eksploatacyjnych. Stale stosowane na koła zębate powinny spełnić szereg wymagań w zakresie właściwości mechanicznych, w tym w ekstremalnych i często zmiennych

warunkach użytkowania. Analiza ilościowa i jakościowa składników strukturalnych i fazowych po zastosowanych wariantach obróbki cieplnej staliwa, umożliwiła wskazanie optymalnego rozwiązania w celu wykonania kół zębatych co m.in. stanowiło rezultat praktyczny pracy. Przedmiotowa praca obejmowała szeroki zakres badań właściwości mechanicznych oraz eksploatacyjnych tych kół zębatych.

„Celem pracy była analiza możliwości kształtowania właściwości mechanicznych staliwa poprzez sterowanie zawartością składników fazowych w jego mikrostrukturze przy zastosowaniu nowoczesnych obróbek cieplnych, nierozpowszechnionych jeszcze wśród odlewniczych stopów żelaza.”

Doktorantka w rozdziale 3 zatytułowanym „Cel i zakres pracy” sformułowała następującą tezę: „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”. Określiła ogólny cel pracy jako „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” oraz cztery cele szczegółowe obejmujące projektowanie składu chemicznego, charakterystykę składu fazowego i mikrostruktury po obróbkach cieplnych, wyznaczenie właściwości mechanicznych oraz korelację ww. cech materiału.

Przeprowadzone badania pozwoliły na wytworzenie prototypowego rozwiązania w postaci kół zębatych o znaczeniu praktycznym i potencjale aplikacyjnym.

Charakterystyka rozprawy

Praca ma tradycyjny układ z wydzieloną częścią dotyczącą przeglądu literatury oraz opisu wyników badań własnych wraz z ich analizą, podsumowaniem i wnioskami. Rozprawa została podzielona na następujące rozdziały: wstęp, analiza stanu zagadnienia i rozdział w którym sformułowano hipotezę i cele pracy oraz metodykę badań, wyniki badań i ich dyskusja i podsumowanie z wnioskami. Sumarycznie praca zawiera 123 strony, 47 rysunków i 11 tablic. Wstęp i analizę stanu zagadnienia opracowano na 49 stronach z materiałem ilustracyjnym w liczbie 8 rysunków. Następnie na 14 stronach opisano tezę i cele pracy, zakres i materiał badań oraz zastosowane metody badań mikrostruktury i pomiarów właściwości. Główny rozdział dotyczący prezentacji i interpretacji wyników badań i pomiarów przedstawiono na 42 stronach a podsumowanie łącznie z wnioskami na 3 stronach.

W analizie literatury wskazano 97 pozycji, w tym publikację współautorstwa Doktorantki. Dobrany zakres i obszar tematyczny pozycji literaturowych został prawidłowo dobrany w aspekcie zakresu badań i analiz pracy doktorskiej.

Układ pracy został opracowany prawidłowo, co ułatwiło ocenę i analizę uzyskanych rezultatów. Obszerny materiał eksperymentalny stanowiący

rezultaty pracy poddany został przez Doktorantkę dyskusji, stanowiącej podstawę do opracowania wniosków oraz potwierdzenia przyjętej tezy pracy i osiągnięcie założonych celów. Można stwierdzić, że sposób opracowania wyników badań, zrealizowanych z zastosowaniem prawidłowo dobranych metod badawczych, świadczy o dobrym przygotowaniu do samodzielnej pracy eksperymentalnej i naukowej. Na uwagę zasługuje fakt kompleksowego podejścia do rozwiązania postawionych problemów naukowych, w szczególności analiza charakterystyk materiałowych dotyczących mikrostruktury i właściwości mechanicznych oraz ich zmian w warunkach symulujących środowisko pracy. Istotny jest aspekt praktyczny uzyskanych wyników, w postaci weryfikacji składu chemicznego, właściwości mechanicznych i eksploatacyjnych obrobionych cieplnie kół zębnych.

Zaplanowany i zrealizowany zakres eksperymentów i badań oraz dobrane metody były adekwatne do postawionego problemu badawczego. W szczególności wykonano badania mikrostruktury z zastosowaniem mikroskopii świetlnej, skaningowej mikroskopii elektronowej i transmisyjnej mikroskopii elektronowej co jest szczególnie istotne w analizie przemian fazowych podczas innowacyjnych procesów obróbki cieplnej, której celem było m.in. wytworzenie elementów mikrostruktury o wymiarach nanometrycznych. Zastosowane metody badań i techniki pomiarowe pozwalają na kompleksową ocenę morfologii mikrostruktury, a w szczególności charakterystykę fazową ilościową i jakościową oraz właściwości mechaniczne w statycznej próbie rozciągania i ściskania, twardość i udarność.

Na podstawie przedstawionej analizy wyników badań i osiągniętych rezultatów można stwierdzić, że zaplanowany cel pracy został osiągnięty, a postawiona hipoteza w założonym zakresie merytorycznym udowodniona. Do najistotniejszych osiągnięć Doktorantki zaliczyć można:

- opracowanie składu chemicznego staliwa z zastosowaniem symulacji numerycznych i wytworzenie materiału badań,
- charakterystyka ilościowa i jakościowa składników strukturalnych i fazowych po zaprojektowanych cyklach obróbki cieplnej staliwa,
- wyznaczenie właściwości mechanicznych, pomiary twardości i udarności oraz korelacja uzyskanych wyników pomiarów ze składem fazowym staliwa w aspekcie planowanych zastosowań (wyrobów),
- opanowanie zaawansowanych metod badań i interpretacji uzyskanych wyników, w szczególności analizy mikrostruktury z zastosowaniem TEM (obserwacje w jasnym i ciemnym polu widzenia, mikrodyfrakcja).

Opiniowana rozprawa zawiera fragmenty, wymagające dyskusji i dodatkowych wyjaśnień. Autorka stosuje skróty myślowe i/lub sformułowania wymagające zdefiniowania. Poniżej przedstawiono główne uwagi, sugestie i komentarze, które z punktu widzenia tematyki pracy są istotne i wymagają uściśleń.

Komentarze zaznaczone pogrubioną czcionką wymagają w

szczegółności dyskusji merytorycznej i odniesienia się do nich Doktorantki.

Komentarz 1

Str. 61

W próbie ściskania jednoosiowego próbek walcowych z uwagi na tarcie pomiędzy powierzchniami próbki i narzędzia występuje istotna lokalizacja naprężenia i w konsekwencji odkształcenia. W celu zminimalizowania tego zjawiska stosuje się odpowiednie proporcje wysokości do średnicy próbki badawczej, smarowanie lub specjalny rodzaj próbek (np. Rastigajewa).

Czy w próbie ściskania stosowano smar pomiędzy próbką a narzędziem ? Czy oceniano niejednorodność naprężenia/odkształcenia podczas jednoosiowego ściskania próbek walcowych ?

Komentarz 2

Str. 70/71

Czy przeprowadzono badania rozpuszczalności węglików stopowych (Mo, Cr) w procesie austenitzowania w temp. 900, 930, 950 i 1000°C biorąc pod uwagę czas tego procesu wynoszący 15 minut oraz sferoidalny kształt tych wydzielen powstałych podczas wyżarzania zmiękczającego w temp. 680°C przez 4 godziny, które stosowano dla materiału w stanie po odlaniu ?

Komentarz 3

Str. 78

Stwierdzono, że dla każdej temperatury bainityzacji zaprojektowano obróbkę pełnej i niepełnej nanostrukturyzacji. Proszę o definicję „pełnej” nanostrukturyzacji biorąc pod uwagę, że nawet po bardzo długim czasie izotermicznego wygrzewania w materiale pozostaje nieprzemieniony austenit ? Jak była metodyka wyznaczenia 85-90% zaawansowania przemiany bainitycznej ?

Komentarz 4

Str. 82

Wskazano na występowanie przemiany austenitu pozostałego po zakończeniu procesu wygrzewania w martenzyt („przemiana martenzytyczna podczas końcowego chłodzenia”, „fresh martensite”).

Czy z uwagi na zawartość węgla w austenicie resztkowym (znacząco wyższą od średniej zawartości w materiale) oraz uwarunkowania dotyczące jego usytuowania w mikrostrukturze pomiędzy innymi stabilnymi fazami, jest możliwe zajście przemiany martenzytycznej w temperaturze wyższej lub równej temperaturze otoczenia ?

Czy na podstawie oszacowanej zawartości węgla w austenicie resztkowym można określić przybliżone wartości temperatur M_s i M_f dla badanego materiału ?

Komentarz 5

Str. 83

Jaka jest przyczyna znacząco zróżnicowanej szerokości płytek ferrytu bainitycznego (od 54 do 944 nm) oraz warstw austenitu (od 6 do 168 nm) ? Czy badano rozkład wielkości i wyznaczono wartość średnią tych elementów

mikrostruktury ? Jaki jest wpływ tego rodzaju mikrostruktury (o dużym zróżnicowaniu szerokości listew) na właściwości mechaniczne staliwa ?

Komentarz 6

Str. 95

Jakie są potencjalne trudności w zastosowaniu przemysłowym opracowanych parametrów obróbki cieplnej, w szczególności krótkie czasy (np. 3 min., czas osiągnięcia temperatury po bainityzacji itp.) w aspekcie utrzymania równomierności temperatury na przekroju wyrobu ? Czy rozważano specjalny sposób nagrzewania/chłodzenia i wygrzewania aby zapewnić powtarzalność i prawidłowość stosowania tego rodzaju parametrów ?

Komentarz 7

Str. 104

Wykres na rys. 44 ($R_{0,2}$ i R_m)

Warianty po bainityzacji w 300°C, szczególnie nr 11 i 12 charakteryzowały się bardzo niską wartością $R_{p0,2}$. Co było przyczyną niskiej wartości granicy plastyczności i jaka jest korelacja tego rodzaju właściwości z mikrostrukturą staliwa ?

Komentarz 8

Str. 111

W pracy stwierdzono-cytat: „Problem w użyteczności badanego staliwa wraz z zaprojektowaną obróbką cieplną może stanowić niska udarność.....związana z nadal niewyeliminowaną niejednorodnością składu chemicznego”

Pomiary udarności materiałów konstrukcyjnych bardzo często wykonuje się w zakresie temperatur -40°C - +20°C, m.in. w celu wyznaczenia temperatury przejścia w stan kruchy. Czy zastosowanie materiału opracowanego w ramach pracy do wytwarzania kół zębatych nie wymaga tego rodzaju badań udarności ? Proszę o komentarz dotyczący niskiej udarności w aspekcie niejednorodności i wskazanie możliwych zabiegów technologicznych ograniczających to niekorzystne zjawisko ?

Skróty myślowe/usterki edycyjne

Uwaga ogólna: w pracy często stosowane jest sformułowanie „właściwości wytrzymałościowe”. Poprawnie np. zgodnie z normą dot. wyznaczania właściwości w statycznej próbie rozciągania, obowiązuje określenie „właściwości mechaniczne”, które obejmują: granicę plastyczności, wytrzymałość na rozciąganie, wydłużenie, przewężenie (przykład na str. 52: Charakterystyka właściwości mechanicznych i wytrzymałościowych).

Str. 20; ...w przedziale 0,15-45% wag.

Str. 27; ...zupełnego[9], brak spacji

Str. 28; ...praktycznie zupełny brak ciągliwości. – to zależy głównie od zawartości węgla

Str. 30; (4 linia od dołu). Struktury wyjściowe o twardości niższej od martenzytu po odpuszczaniu mają twardość w przybliżeniu na tym samym poziomie. Bardziej poprawne wydaje się określenie, że „materiał o strukturze martenzytu posiada twardość” (a nie struktura posiada twardość) / styl

Str. 31; Najlepszą kombinację właściwości wytrzymałościowych i plastycznych wykazuje sorbit.... – to zależy dla jakich zastosowań

Str. 33; Staliwa odporne na ścieranie, dzięki swojej wysokiej wytrzymałości na rozciąganie i ciągliwości przy niskiej twardości (?). Twardość jest proporcjonalna do wytrzymałości na rozciąganie – sformułowanie wysoka wytrzymałość i jednocześnie niska twardość to sprzeczność

Str. 39; powinno być ...obrabianego cieplnie stopu Fe....

Str. 45; ...gęstości płytek ferrytu bainitycznego.. – brak definicji pojęcia „gęstość płytek” (?)

Str. 46; użyto sformułowania „transformacja austenitu” – powinno być raczej „przemiana austenitu”

Str. 47; ...zwiększyć szybkość umocnienia..... – czy „wartość umocnienia” (?)

Str. 50; ...elementów budowy fazowej (?)

Str. 53; skład chemiczny – należy zdefiniować jednostkę zawartości pierwiastków (% masowe; % atomowe)

Str. 56; ...z szybkością 50°C... - powinno być: 50°C/s (/min.) ?

Str. 57; zależność stereologiczna [74] – należy podać raczej źródło pierwotne dla tego rodzaju zależności (np. pozycje autorstwa J. Rysia/Stereologia lub inne) zamiast materiałów konferencyjnych

Str. 65; ...umożliwiły zaobserwowanie obszarów „gładkich”, pierzastych, jak również listwowych... - def. pojęć gładkie / pierzaste (?)

Str. 70; do wyznaczania temperatur charakterystycznych stosowano temperaturę austenitzacji 1050°C a następnie temperaturę Ms wyznaczano stosując inne temperatury aust. 900, 930, 950 i 1000°C (dlaczego?)

Str. 78; ...wytypowano trzy temperatury bainityzacji... - w tablicy 4 są dwie: 250 i 300°C (?)

Str. 80; opis rys. 27 - ..ciemnym pomu... (powinno być ciemnym polu widzenia)

Str. 89; Natomiast duża udarność może wynikać z kombinacji dużej zawartości austenitu i drobnego ziarna – o jakie ziarno chodzi ?

Str. 89; podano literaturowe dane dot. wartości udarności w [J] i porównano je z wynikami badań własnych określonych w [J/cm²] – należy ujednolicić jednostki w celach porównawczych

Str. 91;staliwo ma niecałe 0,67% wag. C – co oznacza sformułowanie „niecałe” w aspekcie zawartości węgla

Str. 98; ... w formie zygzakowatej...

Str. 100; ...pasma pochodzące od ferrytu... raczej nie pasma tylko „piki lub linie”

Str. 106; ..wyraźna granica wytrzymałości na ściskanie... - brak definicji tego parametru. Standardowo stosuje się: wyraźna granica plastyczności oraz wytrzymałość na ściskanie.

Str. 113; ...twardej i wytrzymałej mikrostruktury... - twardość i wytrzymałość to cechy materiału – nie mikrostruktury. Powinno być ... uzyskanie w staliwie wysokiej twardości i wytrzymałości

Str. 113; Zastosowanie procesu nanostrukturyzacji bainitycznej, jak również procesu BQ&P poprawiło właściwości plastyczne i wytrzymałościowe staliwa w stosunku do konwencjonalnej obróbki. – wg danych na wykresach 46 i 47 wartości twardości, granicy plastyczności i wytrzymałości na rozciąganie oraz udarności są wyższe dla materiału po obróbce konwencjonalnej (?)

Podsumowując, stwierdzam że wskazane powyżej komentarze i uwagi o charakterze polemicznym i uzupełniającym oraz edytorskie nie zmieniają pozytywnej oceny pracy, która stanowi samodzielne opracowanie naukowe rozwiązujące postawione tezy. Przedstawione komentarze nie obniżają istotnie wartości naukowej zamieszczonych w rozprawie oryginalnych wyników badań, dotyczących perspektywicznych materiałów konstrukcyjnych. W mojej opinii Doktorantka wykazała umiejętność rozwiązania problemu badawczego w szerokim kontekście zakresu działań od rozpoznania stanu wiedzy, przez zaprojektowanie materiału i dobór metod badawczych oraz zaplanowanie i wykonanie eksperymentów, po wnikliwą analizę i dyskusję uzyskanych wyników oraz opracowanie wniosków. Na szczególną uwagę zwraca fakt podjęcia wieloaspektowego zagadnienia badawczo-aplikacyjnego i w konsekwencji uzyskany w ramach realizacji pracy efekt w postaci praktycznego zastosowania wyników badań. Zrealizowany w ramach pracy doktorskiej zakres badań, potwierdza dojrzałość Doktorantki do samodzielnego prowadzenia prac badawczych, w tym o charakterze aplikacyjnym.

Stwierdzam, że przedstawiona do recenzji praca doktorska spełnia wymagania określone w art. 187 ustawy z dnia 20 lipca 2018r. – Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (t.j. Dz. U. z 2020 roku poz. 85, z późn. zm.) i wnioskuję o dalsze procedowanie przewodu mgr. inż. Karoliny Szwejkowskiej, w tym przyjęcie i dopuszczenie niniejszej rozprawy do publicznej obrony przed Radą Naukową Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Warszawskiej.

Karolina Szwejkowska
25.08.2023