

Recenzja pracy doktorskiej mgr inż. Karola Janusa pt. „Nowoczesne stale o strukturze zapewniającej kombinację wysokich właściwości wytrzymałościowych i plastycznych”.

Promotor: dr hab. inż. Łukasz Rogal, prof. Instytutu.

Promotor pomocniczy: dr inż. Grzegorz Korpała

Podstawa opracowania recenzji: Zlecenie Dyrektora Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN w Krakowie: dr hab. Joanny Wojewody-Budki, prof. Instytutu.

Stale bainityczne są materiałem o wysokiej wytrzymałości, ciągliwości oraz doskonałej odporności na zużycie i zmęczenie. Z tego względu w ostatnich latach są one wdrażane w wielu dziedzinach przemysłu, takich jak motoryzacja, kolejnictwo itp. Rollason jako pierwszy zaproponował w 1959 roku, wytwarzanie stali bainitycznej podczas przemiany izotermicznej. Od tego czasu przeprowadzono liczne badania kinetyki i termodynamiki procesów przemiany izotermicznej. Potwierdzono, możliwość sterowania mikrostrukturą tej stali poprzez zmienne parametrów wyżarzania izotermicznego takich jak czas i temperatura. Mikrostrukturę stali bainitycznej, dzięki wprowadzeniu pierwiastków stopowych takich jak Si i Al blokujących wydzielanie się węglików, tworzą głównie ferryt bainityczny oraz austenit szczątkowy. Zastosowanie niskotemperaturowej obróbki izotermicznej pozwoliło też uzyskać mikrostrukturę złożoną z bezwęglikowych nanolistew ferrytu o średniej szerokości poniżej 100 nm oraz nanolistew austenitu szczątkowego o średniej grubości od kilku do kilkunastu nanometrów. Pomimo wielu zalet mikrostruktury bainityczne mają podstawową wadę, którą jest długi czas wyżarzania izotermicznego, który dochodzi nawet do 10 dni. Powoduje to znaczne ograniczenie w wykorzystaniu tego materiału w przemyśle. Z tego też powodu prowadzonych jest obecnie bardzo dużo prac, których celem jest skrócenie tego czasu np. poprzez zastosowanie wieloetapowego wygrzewania izotermicznego. Inną metodą, obecnie wydaje się, że najbardziej perspektywiczną, jest zastosowanie dodatkowego naprężania w zakresie sprężystym lub odkształceń plastycznych.

Tematykę przedstawioną w recenzowanej pracy doktorskiej, w której Autor opracował innowacyjną technologię, polegającą na zastosowaniu odkształcenia sprężystego w zakresie przemiany bainitycznej umożliwiające skrócenie jej czasu przy jednoczesnym otrzymaniu struktury nanobainitycznej, należy uznać więc za bardzo aktualną i nowatorską. Otrzymane wyniki przyczynią się na pewno do dalszego udoskonalania metod wytwarzania stali bainitycznych i do szybszego wdrożenia ich na szeroką skalę.



W pierwszej części pracy mgr inż. Karol Janus przedstawił aktualny stan zagadnienia, koncentrując się na opisie wysokowytrzymałych stali obecnie wytwarzanych oraz ich zaletach i wadach. W tej części w sposób jasny i zwięzły przedstawia wpływ naprężenia i odkształcenia na temperaturę przemiany austenitu szczątkowego w austenit. Omawia też zagadnienia dotyczące zjawisk występujących w stalach TRIP i TWIP. (Uważam, że granicę bliźniaczą nie powinno nazywać się granicą międzyfazową w stali austenitycznej str. 12). Następnie przedstawił przemiany fazowe w stali w stanie równowagi oraz podczas ich przechłodzenia ze szczególnym uwzględnieniem powstawania bainitu. Są to informacje powszechnie znane, jednak przypomnienie ich ułatwia w znacznym stopniu zrozumienie pracy. W dalszej części rozprawy dokładniej omawia czynniki wpływające na przemianę bainityczną oraz opisuje klasyczne stale bainityczne i nanobainityczne. Stan zagadnienia kończy rozdziałem, w którym przedstawia aktualne metody wytwarzania stali nanobainitycznych ze szczególnym uwzględnieniem przyspieszenia przemiany poprzez przyłożenie dodatkowego naprężenia.

Studium literaturowe zostało przeprowadzone bardzo kompetentnie, z krytycznym podejściem do omawianych problemów oraz przedstawieniem najważniejszą informacji. Było to punktem wyjścia do sformułowania tezy pracy *„Opracowanie składu chemicznego stali oraz warunków odkształcenia sprężystego w zakresie przemiany bainitycznej umożliwi otrzymanie stali o mikrostrukturze nanobainitycznej przy jednoczesnym skróceniu czasu przemiany w warunkach izotermicznych i zachowaniu wysokich właściwości mechanicznych”* oraz celu pracy, którym było *„opracowanie technologii wytwarzania stali o mikrostrukturze nanobainitycznej pozwalającej na skrócenie czasu przemiany bainitycznej z kilku dni do kilkudziesięciu minut, która charakteryzować się będzie wysokimi właściwościami wytrzymałościowymi i optymalną plastycznością”*. Teza jest sformułowana zrozumiale i odpowiada treści pracy, jedynie stwierdzenie *„optymalna plastyczność”* nie jest zdefiniowane. Można mieć też zastrzeżenia do tytułu pracy *„Nowoczesne stale o strukturze zapewniającej kombinację wysokich właściwości wytrzymałościowych i plastycznych”*, jest bardzo ogólny i nie określa zakresu pracy.

Część badawcza zaczyna się od przedstawienia metodyki, która została przedstawiona bardzo szczegółowo i zrozumiale. Na podkreślenie zasługuje przeprowadzenie bardzo zaawansowanych eksperymentów przy użyciu najnowszej aparatury badawczej. Pierwszym etapem było zaprojektowanie składu chemicznego stali o mikrostrukturze nanobainitycznej za pomocą programów JMatPro oraz mucg83. Przeprowadzono to systematycznie w oparciu o wyniki z modelowania i literaturę. Skład chemiczny wyznaczony teoretycznie nieznacznie różnił się od składu chemicznego uzyskanego z rzeczywistego wytopu, który zawierał 0,78% C,



1,68% Si, 2,45% Mn, 1,35% Cr, 0,21% Mo, 1,3% Al. Dla tak otrzymanej stali Autor wyznaczył podstawowe parametry obróbki cieplnej takie jak: temperaturę austenitizacji, temperatury przemian martenzytycznej i bainitycznej oraz czas i temperaturę wytrzymania izotermicznego dla konwencjonalnej obróbki cieplnej oraz wspomaganą naprężeniem.

Dla konwencjonalnej obróbki cieplnej na podstawie badań literaturowych oraz własnych badań dylatometrycznych przyjął następujące parametry: austenitizacja w temperaturze 950°C przez 0,5h, następnie schłodzenie do temperatury wyżarzania izotermicznego – 280°C i wytrzymanie w tej temperaturze przez 72 h i schłodzenie w wodzie. Według przyjętego schematu przeprowadzono obróbkę cieplną. Badania na synchrotronie oraz mikroskopie transmisyjnym wykazały, że mikrostruktura składa się z nanolistew ferrytu o średniej szerokości  $84 \pm 21$  nm i nanolistew austenitu o średniej szerokości  $64 \pm 19$  nm w całej objętości materiału oraz wysp austenitu szczątkowego. Mikrostruktura ma charakter dwufazowy o udziale  $54,6 \pm 2,1\%$  ferrytu bainitycznego oraz  $45,4 \pm 1,8\%$  austenitu szczątkowego. Autor na podstawie parametru sieci określił zawartość węgla w austenicie na  $1,42 \pm 0,04\%$  wag. Pewne wątpliwości budzi uzyskana mikrostruktura, gdyż w większości dostępnej literatury np. „*The effects of external compressive stress on the kinetics of low temperature bainitic transformation and microstructure in a superbainite steel*” czy „*Comprehensive analysis on the effects of different stress states on the bainitic transformation*” autorzy uzyskiwali w strukturze martenzyt nawet przy mniejszej zawartości węgla na poziomie 0,4%. Tym bardziej budzi to wątpliwości jeżeli uwzględni się bilans wagowy węgla w austenicie wyjściowym 0,78% i po przemianie 1,42%, z którego wynika że otrzymany ferryt raczej nie jest bezwęglkowy.

Ostatnim etapem badań stali bainitycznej wytwarzanej konwencjonalnie były badania wytrzymałościowe, w których Doktorant wykazał, że otrzymana stal ma bardzo małą odkształcalność nieznacznie powyżej 4%, granicą plastyczności na poziomie  $989 \pm 4$  MPa, oraz wytrzymałość -  $1386 \pm 16$  MPa. Wyniki te budzą wątpliwości, gdyż granicę plastyczności uzyskano dla odkształcenia całkowitego około 1,5%, ponadto zastanawiająca jest tolerancja pomiarowa. Co ona oznacza? Mgr inż. Karol Janus przeprowadził też badania przelomu, który ma charakter zarówno ciągliwy jak i kruchy.

W następnej części pracy Doktorant proponuje nową izotermiczną obróbkę cieplną wspomaganą odkształceniem sprężystym. Na podstawie badań własnych oraz literatury wybrał temperaturę wyżarzania izotermicznego równą 200°C. W pierwszej kolejności wyznaczył granicę plastyczności austenitu pierwotnego w próbie skręcania. Trudno jednak znaleźć uzasadnienie, że próba ta nadaje się najlepiej do wyznaczenia tej granicy. Wyznaczona granica



wynosi 438 MPa, dlatego Doktorant w celu uniknięcia odkształcenia plastycznego do badań zastosował naprężenie równe około 60% granicy plastyczności czyli 250 MPa. Trudno z pracy wywnioskować jak było realizowane to obciążenie, gdyż w próbie skręcania naprężenia zmieniają się od wartości zerowej w osi próbki do wartości maksymalnej na promieniu zewnętrznym. Oczywiście nasuwa się też pytanie, z którego miejsca brane były próbki do badań mikrostrukturalnych. Również uważam, że wyjaśnieniu wymaga określenie czasu bainityzacji. W literaturze jest wiele sposobów jego wyznaczenia, trudno nawet stwierdzić, który jest poprawniejszy. Autor decyduje się zastosować metodę zaproponowaną przez zespół prof. Caballero, polegającą na rejestracji szybkości zachodzącej przemiany. Otrzymana jednak krzywa dylatometryczna przedstawiona na rys. 52b wskazuje, że przemiana ta chyba jeszcze nie została zakończona.

Ostatecznie Autor proponuje następującą obróbkę cieplno- mechaniczną: austenityzację w temperaturze 950°C, schłodzenie z szybkością 10°C/s do 200°C i wytrzymanie przez 30 s w celu jej stabilizacji, następnie odkształcenie o wartość 0,03 wywołane naprężeniem 250 MPa w zakresie przemiany bainitycznej przez 10 s. Po zdjęciu obciążenia stal schłodzono do temperatury 190°C i wytrzymano w tej temperaturze przez 30 min. Efektem zaproponowanej obróbki było otrzymanie ferrytu bainitycznego w ilości 56,9±2% oraz austenitu szczątkowego w ilości 43,1 ± 1,2%. Ponownie zastanawia ilość węgla w austenicie i ferrycie bainitycznym czy został zachowany bilans wagowy.

Bardzo ciekawa badania przedstawia Autor w rozdziale 7.4.2. Mikrostruktura i właściwości mechaniczne, gdzie za pomocą mikroskopii elektronowej przedstawia analizę krystalograficzną austenitu szczątkowego i ferrytu bainitycznego. Dodatkowo przeprowadził analizę rozkładu fazowego za pomocą EBSD oraz tekstury krystalograficznej.

Przedstawia także właściwości mechaniczne stali bainitycznej otrzymanej według nowej technologii oraz porównuje je z właściwościami stali bainitycznej otrzymanej w konwencjonalnym procesie. Okazuje się, że uzyskana nowa stal charakteryzuje się znacznie lepszymi właściwościami mechanicznymi oraz odkształcalnością od stali wytwarzanej konwencjonalnie. Doktorant tłumaczy to dwoma czynnikami. Pierwszy to efekt TRIP, jednak w stali wytwarzanej konwencjonalnie występowało też to zjawisko i nawet jeszcze więcej austenitu szczątkowego uległo przemianie. Drugi czynnik to efekt TWIP - szczegółowe obserwacje wykazały, że w nowej stali występują bliźniaki odkształcenia wewnątrz nanolistew austenitu szczątkowego.

W ostatnim rozdziale, mgr inż. Karol Janus prowadzi ciekawe rozważania wpływu odkształcenia sprężystego na kinetykę przemiany bainityczne. Są to rozważania teoretyczne podparte otrzymanymi wynikami pokazujące dużą wiedzę Autor w tym obszarze.

Opiniowana praca charakteryzuje się wysokim poziomem naukowym, odznacza się kompleksowym ujęciem problemu. Autor swobodnie porusza się w bardzo trudnych zagadnieniach dotyczących wytwarzania stali bainitycznych. Wymienione uwagi dyskusyjne, nie obniżają istotnie końcowej oceny pracy, którą uważam za wartościową szczególnie ze względu na wysoki poziom naukowy oraz praktycznych charakter. Praca przyczyni się na pewno do stworzenia wytycznych do projektowania stali bainitycznych oraz ich szybszego wdrożenia.

Do największych osiągnięć mgr inż. Karol Janus należy zaliczyć:

- bardzo kompleksową analizę procesu,
- dużą liczbę badań mikrostrukturalnych za pomocą zaawansowanej aparatury,
- zaprojektowanie nowej obróbki cieplno-plastycznej stali bainitycznej z dodatkowym odkształceniem sprężystym,
- ciekawą analizę wyników

#### **Wniosek końcowy**

Stwierdzam, że przedłożona mi do opinii rozprawa doktorska pt. pt. „Nowoczesne stale o strukturze zapewniającej kombinację wysokich właściwości wytrzymałościowych i plastycznych” w której mgr inż. Karol Janus

-zadawalająco rozwiązał problem o ważnym znaczeniu poznawczym i technologicznym z zakresu procesów wytwarzania stali bainitycznych,

-wykazał się niezbędną wiedzę z zakresu przedmiotu pracy i umiejętnością twórczego prowadzenia badań eksperymentalnych oraz ich analizy,

spełnia wymagań stawianych w Ustawie z dnia 20 lipca 2018 r., Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz.U. 2022 poz. 574). W związku z tym wnoszą o przyjęcie rozprawy mgr inż. Karola Janusa i dopuszczenie jej Autora do publicznej obrony.

