

Warszawa, 17 marca 202 r.

Dr hab. inż. Wiesław Świątnicki, prof. PW
Wydział Inżynierii Materiałowej
Politechnika Warszawska
ul. Wołoska 141
02-507 Warszawa

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Karola Janusa,

pt.: „**Nowoczesne stale o strukturze zapewniającej kombinacje wysokich właściwości wytrzymałościowych i plastycznych**”

Niniejsza recenzja została opracowana w odpowiedzi na pismo Pani dr hab. inż. Joanny Wojewody-Budki, Dyrektor Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej im. Aleksandra Krupkowskiego Polskiej Akademii Nauk w Krakowie, z dnia 10.01.2024 r.

Ocena wyboru tematyki i zakresu rozprawy.

Recenzja dotyczy pracy doktorskiej Pana mgr. inż. Karola Janusa, napisanej pod kierunkiem Pana dr hab. inż. Łukasza Rogala, prof. Instytutu. Recenzowana [praca doktorska](#) dotyczy o stali strukturze nanobainitycznej należącej do trzeciej generacji zaawansowanych stali o dużej wytrzymałości - AHSS (*Advanced High Strength Steels*).

Bezwęglkowe stale nanobainityczne są od prawie 20 lat przedmiotem intensywnych badań eksperymentalnych, prac teoretycznych, jak również modelowania i symulacji komputerowych. Wykazano, że mikrostruktura nanobainityczna z austenitem szczytkowym zapewnia stali niezwykle korzystny zespół właściwości wytrzymałościowych i plastycznych oraz właściwości użytkowych. Mimo niewątpliwych osiągnięć w rozwoju tych stali, nie zostały one jak dotąd wdrożone w szerokim zakresie do produkcji przemysłowej. Wynika to z dość istotnych przeszkód. Z jednej strony skład chemiczny tych stali musi być precyzyjnie zaprojektowany, bo poza wyjątkami, nie ma stali normowych spełniających warunki nanobainityzacji. Przy projektowaniu składu chemicznego należy jednocześnie unikać lub ograniczać dodatki drogich,

deficytowych pierwiastków stopowych tak, by ułatwić komercjalizację tych stali. Drugą przeszkodą jest długi czas procesu wytwarzania struktury nanobainitycznej poprzez obróbkę cieplną z hartowaniem izotermicznym w zakresie przemiany bainitycznej. W ostatnich latach pojawiły się publikacje dotyczące prób przyspieszenia przemiany bainitycznej przy zastosowaniu naprężeń w zakresie sprężystym lub odkształcenia plastycznego. Mechanizmy wspomaganie przemiany bainitycznej naprężeniem lub odkształceniem plastycznym nie zostały jednak w pełni wyjaśnione. W ten nurt badań wpisuje się rozprawa doktorska mgr inż. Karola Janusa.

W przedstawionej do oceny rozprawie, mgr inż. Karol Janus podjął się rozwiązania przedstawionych powyżej problemów. Celem podjętych przez Doktoranta prac badawczych było zaprojektowanie składu chemicznego nowej stali, warunkującego wytworzenie bezwęglkowego nanobainitu, przy ograniczeniu w składzie zawartości drogich dodatków stopowych. Drugim istotnym celem było opracowania technologii wytworzenia w nowej stali mikrostruktury bezwęglkowego nanobainitu z austenitem szczątkowym, która pozwoli uzyskać korzystną kombinację właściwości wytrzymałościowych i plastycznych przy skróceniu całkowitego czasu procesu. Innowacyjnym rozwiązaniem, które w tym celu wykorzystał Doktorant, było poddanie stali krótkotrwałemu działaniu naprężenia poniżej granicy plastyczności podczas etapu hartowania z przystankiem izotermicznym w procesie obróbki cieplnej stali.

Biorąc pod uwagę aktualność, znaczenie aplikacyjne i naukowe postawionego przez Doktoranta problemu, należy uznać wybór tematu rozprawy za trafny, ciekawy i uzasadniony.

Struktura pracy i ocena strony formalnej rozprawy

Praca wydana jest w postaci książkowej, liczy łącznie 109 stron, w tym 10 stron zajmuje spis literatury. Plan pracy jest logiczny, typowy dla rozprawy doktorskiej i obejmuje 5 głównych części: *Przegląd literatury*, *Teza i cel pracy*, *Część eksperymentalna*, *Wnioski* i *Bibliografia*. Na początku pracy znajdują się: *Spis treści* oraz *Wykaz oznaczeń i skrótów*. Na końcu pracy znajdują się: streszczenia w języku polskim i angielskim (*Abstract*).

Rozdział wstępny (*Wprowadzenie*) stanowi wprowadzenie w tematykę rozprawy. Autor przedstawił krótko genezę analizowanego w rozprawie zagadnienia, zarysował problemy, jakie występują przy wdrażaniu do praktyki

przemysłowej stali nanobainitycznych oraz zdefiniował i ogólnie uzasadnił problem będący przedmiotem rozprawy.

W części I *Przegląd literatury*, liczącej 31 stron, Autor przedstawił stan wiedzy dotyczący tematyki rozprawy koncentrując się na przemianach fazowych zachodzących w stalach, w tym z wykorzystaniem wspomaganie przemian naprężeniem w zakresie sprężystym i odkształceniem plastycznym. Przedstawił również opis konwencjonalnych stali bainitycznych oraz stali o strukturze nanobainitycznej.

Na początku części II Doktorant przedstawił krótkie podsumowanie wynikające z przeglądu literatury, na podstawie którego sformułował tezę i cel pracy.

Część eksperymentalna (III) licząca 52 strony, składa się z 3 rozdziałów: *Materiał i procedury badawcze* (rozdz. 6), *Wyniki* (Rozdz. 7) oraz *Dyskusja wyników* (rozdz. 8).

Część IV zawiera podsumowanie wyników pracy ujęte w 5 wnioskach.

Część V (Bibliografia) liczy 142 odnośniki, z których 84 pozycje to prace opublikowane w ostatnich 10 latach. Dobór pozycji literaturowych jest trafny i odpowiada tematyce rozprawy oraz stawianym w niej problemom.

Ogólna struktura pracy jest logiczna i przejrzysta i pod względem formalnym prawidłowa.

Ocena merytoryczna rozprawy

Tytuł rozprawy

Tytuł ocenianej pracy jest dość ogólny i uniwersalny w tematyce stali. Nie można jednak na jego podstawie ocenić jakiego problemu dotyczy rozprawa. Wydaje się, że tytuł powinien bardziej precyzyjnie odnosić się do głównego problemu rozprawy, który dotyczy procesu wytwarzania mikrostruktury nanobainitycznej w nowej stali przy zastosowaniu obróbki cieplnej wspomaganiej odkształceniem sprężystym.

Wykaz oznaczeń i skrótów

Na początku pracy Autor przedstawił spis symboli, oznaczeń i skrótów, co jest bardzo przydatne do sprawnego śledzenia treści rozprawy. Niestety, w niektórych przypadkach definicje podanych skrótów, oznaczeń i pojęć nie zgadzają się z powszechnie stosowanymi oznaczeniami w normach

i w literaturze. Niekiedy nie zgadzają się też z ich znaczeniem przyjętym w dalszej treści rozprawy.

Autor zdefiniował np., oznaczenie A_{C1} jako temperaturę przemiany eutektoidalnej austenitu w perlit podczas chłodzenia, zaś A_{C3} jako temperaturę przemiany austenitu w ferryt podczas chłodzenia. Według normy (PN-EN-10052) tak oznacza się temperatury charakterystyczne przemian podczas nagrzewania (indeks *c* jest skrótem francuskiego słowa *chauffage*). Dlatego A_{C1} to temperatura początku wydzielania austenitu podczas nagrzewania, zaś A_{C3} to temperatura całkowitej przemiany ferrytu w austenit podczas nagrzewania.

Z kolei oznaczenia A_{r1} i A_{r3} Autor definiuje jako temperatury krytyczne przemian podczas nagrzewania, podczas gdy w literaturze i w normach są one określane przy chłodzeniu (indeks *r* jest skrótem od francuskiego słowa *refroidissement*).

Nieprawidłowo również są zdefiniowane parametry: A_{Ccm} jako temperatura zakończenia wydzielania cementytu w austenicie i A_{rcm} jako temperatura zakończenia rozpuszczania się cementytu w austenicie. Symbol A_{Ccm} określa temperaturę zakończenia rozpuszczania cementytu w austenicie podczas nagrzewania, zaś A_{rcm} temperaturę początku wydzielania cementytu z austenicie przy chłodzeniu.

W dalszej części rozprawy ww. parametry czasem są definiowane tak, jak w wykazie oznaczeń i skrótów (np. str. 14, 17) a w innych miejscach są definiowane zgodnie z normą (np. str. 10, 55).

Zastanowienie wzbudziła przyjęta w rozprawie definicja efektu TRIP (ang. *Transformation-Induced Plasticity*) jako przemiany fazowej austenitu w martenzyt indukowanej odkształceniem plastycznym. Tłumaczenie z angielskiego wskazuje raczej, że chodzi o plastyczność indukowaną przemianą austenitu w martenzyt. Natomiast przemianę fazową austenitu w martenzyt indukowaną odkształceniem plastycznym można określić skrótem SIMT (ang. *Strain-Induced Martensitic Transformation*). Podobnie jak efekt TRIP zdefiniowano w pracy efekt TWIP (ang. *Twinning-Induced Plasticity*), jako tworzenie bliźniaków mechanicznych podczas odkształcenia plastycznego austenitu. Należy jednak zaznaczyć, że w literaturze nadal panuje pewna dowolność w stosowaniu ww. oznaczeń.

Kolejną wątpliwość budzą określenia kształtu wydzielen ferrytu bainitycznego α_b , a zwłaszcza austenitu szczątkowego γ^f_R . Obie te fazy Autor klasyfikuje jako

listwy lub nanolistwy i ta terminologia dominuje w całej pracy doktorskiej chociaż czasami w odniesieniu do ferrytu bainitycznego używa terminu „płytki”, czyli zgodnie z tym, co postuluje prof. H. Bhadeshia (*plates*). Trudno jednak uznać, że austenityczna osnowa płytek ferrytu bainitycznego ma postać listew lub nanolistew, są to raczej cienkie warstwy (w j. ang. nazywane *films*) rozdzielające wydzielenia płytek ferrytu bainitycznego.

Przegląd literatury

W przeglądzie stanu wiedzy Autor przedstawił charakterystykę grupy Zaawansowanych Stali o Podwyższonej Wytrzymałości (AHSS) do której należą stale nanobainityczne. Zwrócił uwagę na znaczenie austenitu szczątkowego w kształtowaniu właściwości mechanicznych oraz na przemianę martenzytyczną tego austenitu pod wpływem naprężenia lub odkształceniem plastycznym. Zaakcentował też znaczenie tej przemiany dla zwiększenia plastyczności i wytrzymałości stali AHSS 1-generacji typu TRIP oraz analogiczny wpływ zjawiska bliźniakowania mechanicznego austenitu na te właściwości w stalach AHSS 2-generacji typu TWIP.

W dalszej części Autor opisał procesy przemian fazowych z podziałem na przemiany rekonstrukcyjne (dyfuzyjne) i przemiany mechanizmem ścinania (martenzytyczna i bainityczna), a także czynniki wpływające na przemianę bainityczną. Przedstawił również charakterystykę konwencjonalnych stali bainitycznych. W ostatnim rozdziale tej części opisał nanostrukturalne stale bainityczne, ich mikrostrukturę, właściwości oraz technologie wytwarzania. Zamieścił również punkt poświęcony przemianie bainitycznej wspomaganą naprężeniem poniżej i powyżej granicy plastyczności stali, co jest ważne z punktu widzenia tematu rozprawy.

Część literaturowa w większości obejmuje problemy związane z częścią eksperymentalną rozprawy. Wydaje się jednak, że w niektórych punktach Autor niepotrzebnie opisuje zagadnienia ogólnie znane i szczegółowo opisane w podstawowych podręcznikach akademickich, np. te dotyczące definicji stali, typowych przemian fazowych w stalach, charakterystyki konwencjonalnych stali bainitycznych, roli pierwiastków stopowych, etc. Zamiast tych znanych zagadnień można było w większym stopniu pogłębić opis stanu wiedzy w zakresie termodynamiki i kinetyki przemian fazowych wspomaganą naprężeniem i odkształceniem plastycznym, które są bezpośrednio przydatne do analizy i dyskusji wyników badań opisanych w części eksperymentalnej rozprawy.

Jeśli chodzi o uwagi szczegółowe, to już we wprowadzeniu Autor stwierdził, iż: „**Najpopularniejszą** grupą stali (...) są zaawansowane stale trzeciej generacji (...) AHSS”. Dalej Autor napisał: „Wśród nich wyróżnia się stale TRIP” (str. 8). W zasadzie stale AHSS 3-generacji są obecnie przedmiotem prac badawczo-rozwojowych i jeszcze nie są spopularyzowane w przemyśle. Ponadto stale TRIP są stalami AHSS pierwszej generacji, a nie trzeciej, o czym sam Autor napisał na str. 10. Jeszcze dalej: „Nanostrukturalne stale bainityczne zaproponowane przez zespół Bhadeshii w latach 90 ubiegłego wieku [5] (...) cechują się wysokim stosunkiem wytrzymałości do plastyczności (...) oraz najprostszą technologią otrzymywania z grupy stali AHSS”. Akurat stale te zostały zaproponowane dopiero w tym wieku a technologia na tle innych procesów otrzymywania stali z grupy AHSS, nie jest szczególnie prosta o czym sam Autor wspomniał, że wymaga bardzo długiego czasu wyżarzania w zakresie przemiany bainitycznej, „nawet do 10 dni” (str. 9). Na dodatek stale te nie cechują się „wysokim stosunkiem wytrzymałości do plastyczności”, tylko wysokim iloczynem wytrzymałości i wydłużenia (plastyczności).

W tekście rozprawy można też znaleźć informacje, które nie mają pokrycia w cytowanej literaturze. Przykładem jest np. stwierdzenie, że wytworzenie w stali nanolistew bainitu bez wydzielenia węglików prowadzi do poprawy udarności stali: str. 8 [10, 11], str. 26 [49, 50] oraz kolejne stwierdzenie: „Pakiety bainityczne składające się z naprzemiennie ułożonych nanolistew ferrytu bainitycznego oraz austenitu szczątkowego dodatkowo zwiększają udarność tej stali [71]” (str. 31). W cytowanych tu artykułach [10, 11, 49, 50] nie ma jednak danych dotyczących zwiększenia udarności stali dzięki wytworzeniu nanolistew ferrytu bainitycznego i austenitu szczątkowego. Inne opublikowane prace badawcze i opisy patentowe wskazują raczej, że stale nanobainityczne mają niską lub umiarkowaną udarność, natomiast dużą odporność na kruche pękanie mierzone współczynnikiem K_{IC} . Oprócz analizy wpływu „nanolistew” ferrytu bainitycznego na właściwości mechaniczne stali, Autor odniósł się też do roli austenitu szczątkowego w postaci wysp (str. 30) stwierdzając, że „Jego morfologia oraz zawartość węgla umożliwia przemianę fazową indukowaną mechanicznie w martenzyt podczas odkształcenia, zwiększając plastyczność i udarność stali [66, 67]”. Potwierdza to również cytowany przez Autora artykuł Kumara i Singha [71], w którym wykazano, że udarność rośnie ze wzrostem udziału austenitu szczątkowego w postaci bloków, a nie w postaci cienkich warstw.

Przy opisywaniu stali TWIP Doktorant napisał: „Głównym efektem umocnienia jest odkształcenie przez bliźniakowanie fazy macierzystej **o strukturze regularnie przestrzennie centrowanej (RPC)** [28]” (str. 12). Akurat w stalach TWIP fazą macierzystą jest austenit, który ma strukturę regularną ściennie centrowaną, co zresztą jest wyraźnie napisane w cytowanym przez Autora artykule [28]. Dalej jest podobnie, np. na str. 19: „Struktura krystaliczna austenitu zmienia się w trakcie przemiany martenzytycznej **z regularnie przestrzennie centrowanej** do tetragonalnie przestrzennie centrowanej (TPC)”. Na str. 20 Autor stwierdził: „**przemiana austenitu o sieci RPC** w martenzyt odbywa się na drodze bezdyfuzyjnej, czyli poprzez jednorodne zdeformowanie sieci krystalicznej austenitu, wg. mechanizmu zaproponowanego przez Baina”. Pomijając błąd dotyczący sieci austenitu jako RPC, trudno się też zgodzić z dalszą częścią tego zdania. Otóż deformacja Baina nie tłumaczy w pełni rzeczywistej przemiany martenzytycznej, o czym świadczą obserwowane relacje orientacji między martenzytem i austenitem, które są inne niż te, jakie przewiduje deformacja Baina.

Można też mieć wątpliwości do szeregu innych stwierdzeń w tej części pracy, np. „Aby możliwa była przemiana przechłodzonego austenitu w martenzyt, szybkość chłodzenia stali musi być **ekstremalnie** duża tak, aby uniknąć przemian dyfuzyjnych” (str. 18). Akurat zdolność do tworzenia martenzytu zależy od składu chemicznego stali i wielkości hartowanego elementu, co w wielu przypadkach nie wymaga szybkości „ekstremalnych”.

Opisując przemianę bainityczną Autor przytoczył koncepcję temperatur T_0 i T'_0 (str. 20) dość istotną dla dyskusji wyników w dalszej części pracy. Napisał jednak, że „przemiana bainityczna kończy się w momencie, **gdy energia swobodna ferrytu stanie się mniejsza od energii swobodnej austenitu**, czyli do momentu osiągnięcia przez austenit zawartości węgla w punkcie odpowiadającym temperaturze przemiany izotermicznej na krzywej T'_0 ”. Otóż przemiana bainityczna $\gamma \rightarrow \alpha_b$ zachodzi mechanizmem ścinania właśnie dlatego, że energia swobodna ferrytu jest mniejsza niż austenitu. Faktycznie, w trakcie przemiany następuje wzbogacenie w węgiel austenitu, i to jego energia swobodna maleje a przemiana kończy się, gdy wartość energii swobodnej austenitu zrównuje się z energią swobodną ferrytu, czyli gdy energia swobodna ferrytu przestaje być mniejsza niż austenitu.

Dalej Autor napisał: „Biorąc pod uwagę (...) pośredni charakter przemiany bainitycznej (...) należy zaznaczyć **bezdyfuzyjny charakter zarodkowania** i wzrostu przesyconego węglem ferrytu jak w przypadku przemiany

martenzytycznej” (str. 22). Wg H. Bhadeshii faktycznie wzrost ferrytu bainitycznego i martenzytu ma taki sam bezdyfuzyjny charakter. Nie dotyczy to jednak zarodkowania wymienionych faz, gdyż w przeciwieństwie do bezdyfuzyjnego mechanizmu zarodkowania martenzytu, ferryt bainityczny zarodkuje wskutek dyfuzyjnej „fluktuacji związanej ze składem chemicznym austenitu, czyli tam, gdzie chwilowo i lokalnie austenit jest zubożały w węgiel”, co sam Autor napisał na str. 23.

Lektura tej części nasunęła kilka komentarzy i pytań, co do których Recenzent oczekiwałby ustosunkowania się Doktoranta w pisemnej odpowiedzi na recenzję. Te pytania i komentarze są zapisane w recenzji kursywą i są ponumerowane.

1) *Na str. 36, w opisie wzoru (3) cytowanego za pracą [11] Autor napisał: „gdzie $\Delta G^{\gamma \rightarrow \gamma' + \alpha}$ jest siłą pędą zarodkowania w **warunkach nierównowagowych**”. Akurat w cytowanej pracy [11] jest mowa o warunkach tzw. para-równowagi, które są ściśle zdefiniowane. Proszę o ustosunkowanie się do tego zagadnienia?*

2) *Analizując przemianę bainityczną wspomaganą naprężeniem w postaci rozciągania lub ściskania w trakcie hartowania ciągłego lub izotermicznego, Autor napisał, iż „spowoduje to podwyższenie temperatury przemiany bainitycznej oraz martenzytycznej. Konsekwencją zachodzących zjawisk jest przyśpieszenie kinetyki wzrostu płytek zarówno martenzytu, jak i ferrytu bainitycznego poprzez wprowadzoną dodatkową energię mechaniczną do układu $\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha}$ ”. W tym kontekście niejasne jest dalsze stwierdzenie Autora iż: „Dodatkowym efektem tych postępowań jest **zmniejszenie** udziału twardej fazy martenzytycznej czy bainitycznej kosztem austenitu szczątkowego ze względu na podniesienie temperatur omawianych przemian [11] (str. 37)”. Proszę o wyjaśnienie, jak podniesienie temperatury przemian prowadzi do zmniejszenia udziału twardych faz: α' i α_b .*

Podsumowując należy stwierdzić, że część literaturowa jest zasadniczo spójna z częścią obejmującą badania własne Doktoranta i stanowi dobrą bazę do analizy i dyskusji uzyskanych przez Doktoranta wyników badań.

Teza i cel pracy

Na podstawie analizy opublikowanych prac z zakresu przemiany bainitycznej oraz wytwarzania stali nanobainitycznych, Autor rozprawy zidentyfikował dwa

niewystarczająco zbadane obszary, które przyjął jako problemy do rozwiązania w swojej pracy doktorskiej.

Pierwszy problem dotyczy długiego czasu trwania procesu wytwarzania w stali struktury nanobainitycznej, który można określić jako problem aplikacyjny. Dla skrócenia czasu procesu Doktorant zaproponował „zastosowanie dodatkowego naprężenia zewnętrznego poniżej granicy plastyczności austenitu w trakcie wytrzymania izotermicznego”.

Drugi problem miał charakter poznawczy i dotyczył „poszerzenia wiedzy z zakresu wpływu naprężenia zewnętrznego na przemianę bainityczną stali poprzez zastosowanie naprężenia skręcającego i ocenienie jego wpływu na kinetykę przemiany, mikrostrukturę i właściwości mechaniczne”.

W tym kontekście Autor sformułował następującą tezę 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.”

Jest to teza oryginalna, mająca aspekty zarówno poznawcze, jak i praktyczne.

Celem badań 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.”

Opis realizacji badań zmierzających do udowodnienia tezy pracy i osiągnięcia postawionego celu Autor przedstawił w części III rozprawy *pn.:* ***Część eksperymentalna.***

Pierwszy rozdział tej części dotyczy metodyki przeprowadzonych prac badawczych.

Materiał i procedury badawcze

Dla realizacji badań Doktorant skonstruował spójny i konsekwentny program prac eksperymentalnych, który ujął w formie schematu (*Rys. 28.*). Program obejmował 3 główne etapy badań:

Pierwszy etap dotyczył metodyki przygotowania stali do badań, w tym metodyki zaprojektowania jej składu chemicznego, odlania wlewków i ich obróbki cieplno-plastycznej.

Drugi etap obejmował zaprojektowanie konwencjonalnej obróbki cieplnej oraz obróbki wspomaganej odkształceniem sprężystym, przy wykorzystaniu symulacji komputerowych i badań dylatometrycznych, a następnie przeprowadzenie zaprojektowanych obróbek.

Ostatni etap obejmował charakterystykę mikrostruktury, składu fazowego i właściwości mechanicznych stali poddanych zaprojektowanym obróbkom.

Do każdego etapu zostały dobrane określone techniki i metody badawcze. Na początku Autor opisał metody wykorzystane do zaprojektowania składu chemicznego stali, odlania wlewków stalowych i wstępnej obróbki cieplno-plastycznej tych wlewków. Następnie przedstawił metody projektowania obróbki cieplnej, w tym z zastosowaniem wspomaganego odkształceniem sprężystym, przy wykorzystaniu symulacji komputerowych i pomiarów dylatometrycznych. Opisał również metodykę przeprowadzenia procesów obróbki cieplnej przy zastosowaniu odkształcenia sprężystego.

Celem charakterystyki składu fazowego i tekstury krystalicznej Doktorant zastosował pomiary rentgenowskie (XRD) a także badania dyfrakcji wysokoenergetycznego promieniowania synchrotronowego, które zostały przeprowadzone w ośrodku badawczym DESY w Hamburgu.

Analizę mikrostruktury przeprowadził przy wykorzystaniu mikroskopii świetlnej, elektronowej mikroskopii skaningowej (SEM) i transmisyjnej (TEM) oraz dyfrakcji wstecznie rozproszonych elektronów (EBSD).

Właściwości mechaniczne zostały scharakteryzowane na podstawie pomiarów twardości, prób jednoosiowego rozciągania oraz pomiarów udarności.

Należy podkreślić, że program badań jest logiczny, spójny dobrze skorelowany z celami pracy doktorskiej.

Do tej części Recenzent ma kilka pytań.

3) Nie jest jasno wytłumaczony opis obróbki cieplnej wspomaganej odkształceniem sprężystym stali nB2. Proszę o wyjaśnienie, jak połączono hartowanie izotermiczne ze wspomaganym przemianą naprężeniem w próbie skręcania oraz o sprecyzowanie, jak kontrolowano osiągnięcie temperatury przystanku izotermicznego w tej obróbce podczas chłodzenia z temperatury austenitowania.

*4) Do zaprojektowania obróbki cieplnej Doktorant zastosował badania przemian fazowych w stali przy wykorzystaniu pomiarów dylatometrycznych. Czy do wyznaczenia temperatur przemian A_{C1} i A_{C3} zastosowano **szybkość***

nagrzewania 2,5 °C/s, o czym można wnioskować z opisu zamieszczonego w rozdz. 7.3.1?

Zaplanowane eksperymenty i badania oraz zastosowane techniki badawcze były adekwatnie dobrane do rozwiązania postawionego problemu i realizacji celu pracy, pozwalając na określenie charakterystyki przemian fazowych, mikrostruktury, tekstury, składu fazowego badanych stali oraz ich właściwości mechanicznych.

Wyniki

W rozdziale 7 Autor opisał prace nad zaprojektowaniem i zoptymalizowaniem składu chemicznego stali, z wykorzystaniem programów komputerowych JMatPro oraz mucg83. Następnie dokonał charakterystyki stali w stanie odlanym. W kolejnym punkcie Autor zaprojektował oraz przeprowadził konwencjonalną obróbkę izotermiczną oraz obróbkę cieplną wspomaganą odkształceniem sprężystym próbek stalowych. Na zakończenie Autor przedstawił wyniki dotyczące mikrostruktury i właściwości mechanicznych stali po przeprowadzonych procesach cieplnych i cieplno-mechanicznych.

Lektura tej części też nasunęła kilka komentarzy i kilka pytań.

5) *Opisując projektowanie składu chemicznego stali Autor napisał (str. 49): „Wstępną zawartość manganu ustalono na poziomie 2,5% wag. w celu (...) przesunięcia temperatury T_0 i T'_0 w kierunku **wyższych** wartości węgla w austenicie”. W cytowanej przez Autora publikacji [73] akurat wzrost zawartości Mn przesunął temperatury T_0 i T'_0 w kierunku niższych wartości węgla w austenicie. Proszę o komentarz.*

6) *Analizując relacje orientacji między austenitem i ferrytem bainitycznym Autor napisał: „W przypadku stali nB1 dyfrakcja elektronowa przedstawiona na Rys. 43b **bardzo dobrze odpowiada relacji K-S** $((111)_\gamma \parallel (101)_\alpha, [\bar{1}\bar{1}0]_\gamma \parallel [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha)$ ”. Trudno jednoznacznie określić, czy ujawniona relacja orientacji na dyfraktogramie z TEM "bardzo dobrze" odpowiada relacji K-S, bo na punktowym obrazie dyfrakcji elektronów podobnie wygląda relacja N-W. W przypadku dyfrakcji punktowej błąd w wyznaczeniu kierunku osi pasa może sięgać ponad 5°, a różnica między orientacją K-S i N-W wynosi zaledwie 5,16°. Lepszą metodą jest zastosowana przez Doktoranta analiza relacji orientacji przy wykorzystaniu EBSD.*

7) *W rozdz. 7.4.1 Autor napisał: „W odniesieniu do stali nB2, aby przeprowadzić izotermiczną obróbkę cieplną wspomaganą odkształceniem*

sprężystym w pierwszej kolejności wyznaczono granicę plastyczności austenitu pierwotnego w temperaturze 200°C.” Autor nie wyjaśnił, czy granicę plastyczności wyznaczono w temperaturze 200°C zanim rozpoczęła się przemiana bainityczna, ani jak kontrolowano początek wystąpienia tej przemiany.

8) Dalej Autor stwierdził: „Dodatkowo zwiększeniu uległ również parametr sieci austenitu do $3,6305 \pm 0,001 \text{ \AA}$, z czego bezpośrednio wynika, że **zawartość węgla w austenicie również wzrosła** i po rozciąganiu wynosi $1,59 \pm 0,12\%$ wag”. Czy faktycznie zawartość węgla w austenicie wzrosła po rozciąganiu? Czy raczej w trakcie odkształcenia przemianie martenzytycznej uległ austenit blokowy o mniejszej zawartości węgla, a w mikrostrukturze stali pozostał tylko austenit w postaci cienkich warstw o większej zawartości węgla?

9) Zaobserwowane na zdjęciach TEM (Rys. 65b i 66) nano-bliźniaki błędy ułożenia w cienkich warstwach austenitu w stali nB2 Autor wytłumaczył „kumulacją naprężeń przez austenit w postaci nanolistew wskutek przemiany martenzytycznej indukowanej odkształceniem”. Nie jest to jasne wytłumaczenie. Być może, przy bardzo małej grubości warstw austenitu, naprężenie wygenerowania dyslokacji jest większe niż naprężenie bliźniakowania.

Należy podkreślić, że wyniki badań są opisane w sposób szczegółowy, kompletny i rzetelny, przy wykorzystaniu wszystkich technik badawczych opisanych w rozdziale 6. Może szkoda, że Doktorant nie spróbował określić udziału austenitu szczątkowego w postaci bloków i austenitu w postaci warstw, oraz oddzielnie je scharakteryzować, tylko podał uśrednioną charakterystykę austenitu w każdej z próbek nB1 i nB2. Wyodrębnienie austenitu blokowego pozwoliłoby łatwiej przeanalizować efekt TRIP w badanych próbkach.

Dyskusja wyników badań

W rozdz. 8 Autor przeprowadził wnikliwą dyskusję uzyskanych wyników w zakresie: wpływu odkształcenia sprężystego na kinetykę przemiany bainitycznej, na mikrostrukturę badanej stali oraz na jej właściwości mechaniczne. Należy podkreślić, że dyskusja odnosi się do kluczowych zagadnień rozprawy i w przejrzysty sposób wyjaśnia oraz interpretuje zaobserwowane w pracy efekty i zależności. Mimo to, również do tej części można mieć pewne uwagi.

Na str. 91 Autor, interpretując uzyskanie w stali nB2 płytek o mniejszej grubości, napisał: „Świadczy to o rozdrobnieniu składników mikrostruktury **pod**

wpływem odkształcenia sprężystego wywołanego podczas przemiany bainitycznej”. I dalej: „Tak więc, **wspomaganie przemiany bainitycznej odkształceniem sprężystym w temperaturze (200°C) spowodowało zredukowanie t_{α_b}** oraz wygenerowanie wysokiej gęstości dyslokacji w α_b , co znacznie poprawiło wytrzymałość na rozciąganie stali nB2”. Na tej samej stronie Autor jednak stwierdził: „Właściwości wytrzymałościowe, głównie wytrzymałość na rozciąganie jest tym większa im mniejsza jest średnia szerokość listew ferrytu bainitycznego, a ta z kolei zależy głównie od temperatury przemiany izotermicznej i **maleje wraz z jej obniżeniem**”. Należy tu przypomnieć, że temperatura przystanku izotermicznego w stali nB2 wynosiła 200°C i była niższa od temperatury przystanku w stali nB1 o 80°C. Niższa temperatura przemiany bainitycznej prowadzi do wytworzenia płytek o mniejszej grubości nawet bez zastosowania odkształcenia sprężystego, zatem trudno jest na podstawie przedstawionych wyników badań rozdzielić wpływ obniżenia temperatury przemiany izotermicznej od wpływu zastosowanego odkształcenia sprężystego na redukcję grubości płytek ferrytu bainitycznego.

Druga uwaga dotyczy gęstości dyslokacji wygenerowanych w trakcie przemiany izotermicznej. Autor komentując wysoką wytrzymałość w stali nB2 stwierdził: „Co więcej, gęstość dyslokacji w ferrycie bainitycznym w przypadku stali nB2 jest bardzo wysoka i wynosi $1,85 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ (uwaga, powinno być: 10^{+15} m^{-2}). Tak więc, wspomaganie przemiany bainitycznej odkształceniem sprężystym w temperaturze (200°C) spowodowało zredukowanie t_{ab} oraz **wygenerowanie wysokiej gęstości dyslokacji w α_b , co znacznie poprawiło wytrzymałość na rozciąganie stali nB2**” (str. 91). Jednak na stronie 93 znajduje się stwierdzenie: „ferryt bainityczny w stali nB1 charakteryzuje się wyższą niż w przypadku stali nB2 gęstością dyslokacji równą $5,8 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ ”, co osłabia interpretację ze strony 91.

Tym niemniej w kluczowych dla rozprawy doktorskiej zagadnieniach dyskusja jest przeprowadzona wnikliwie, jasno i rzetelnie.

Wnioski

Przeprowadzone badania i analiza uzyskanych wyników pozwoliły Doktorantowi sformułować pięć kluczowych wniosków, które potwierdzają udowodnienie postawionej w pracy tezy naukowej i osiągnięcie założonego celu.

Ocena strony edytorskiej rozprawy - uwagi redakcyjne

Praca jest zredagowana poprawnym językiem, przy zachowaniu odpowiedniej składni zdań i stylu tekstu. Mimo to nie czyta się jej płynnie, z uwagi na nieścisłości, błędy i brak konsekwencji w definicjach stosowanych pojęć, co zostało wcześniej przedstawione w recenzji. Wymagało to ciągłego porównywania ze sobą poszczególnych fragmentów tekstu. Podobnie jest z powołaniami, gdyż w niektórych przypadkach cytowane artykuły nie potwierdzały stwierdzeń Autora. Trzeba jednak podkreślić, że opis odnośników literaturowych jest jednolity, prawidłowy i pełny.

W pracy zauważono pewną liczbę błędów redakcyjnych i nieścisłości, których przykłady podane są poniżej:

- Str. 6. Jest: „*TPC* struktura tetragonalnie przestrzennie centrowana”, powinno być: TPC struktura tetragonalna, przestrzennie centrowana.
- Str. 8. Autor używa określeń żargonowych, np.: „wymagają od technologów i konstruktorów ciągłego **zwiększania** ich właściwości”
- Str. 8. Jest: „wg. Bhadeshii [10]”. Akurat H. Bhadeshia nie jest autorem pracy [10]. Może chodziło o pracę [11]? Podobne wątpliwości co do trafności powołań literaturowych Recenzent ma do prac cytowanych na stronie 9.
- Str. 17. „W stalach nadeutektoidalnych wyróżnia się również allotriomorficzną odmianę cementytu drugorzędowego (Rys. 5a)”. Zdjęcie 5a pokazuje różne postacie ferrytu a nie cementytu.
- Str. 24. Jest: „odpowiadającym przemianą dyfuzyjnym”, powinno być odpowiadającym przemianom dyfuzyjnym”
- Str. 26. Opis osi na wykresie 14b jest błędny: oś pionowa to czas inkubacji przemiany bainitycznej a nie szybkość przemiany (w funkcji zawartości węgla)
- Str. 36. W podpisie pod wykresem (Rys. 22) jest powołanie na artykuł [8], ale cytowana publikacja nie zawiera takiego wykresu. Może chodziło o artykuł [9]?
- Str. 79. Jest „Rys. 66 przedstawia efekt bliźniakowania mechanicznego wewnątrz nanolistew austenitu szczątkowego w postaci widocznych o wymiarze $17 \pm 4 \mu\text{m}$ błędów ułożenia”. Chyba chodzi o błędy ułożenia o wymiarze $17 \pm 4 \text{nm}$?

Str. 82. Jest „co spełnia warunek określony **wzorem 4**”, a powinno być: co spełnia warunek określony wzorem 3.

Str. 91. Jest: „gęstość dyslokacji (...) wynosi $1,85 \times 10^{-15} \text{ m}^{-2}$, powinno być: wynosi 10^{15} m^{-2} .

Zawarte w pracy wykresy i ilustracje mają odpowiedni format i są czytelne. Poza drobnymi nieścisłościami (np. Rys. 14b) tabele, ilustracje i wykresy są opisane prawidłowo i konsekwentnie.

Podsumowanie i wnioski końcowe

Reasumując chciałbym podkreślić, że mgr inż. Karol Janus zrealizował z powodzeniem zaplanowany program badań eksperymentalnych. Problem badawczy, będący przedmiotem pracy, jest oryginalny i aktualny na tle literatury przedmiotu. Jego rozwiązanie ma znaczenie naukowe ale może też mieć konsekwencje aplikacyjne. Zaprezentowane rezultaty badań i ich analiza potwierdzają, że Doktorant osiągnął założony w pracy cel i udowodnił postawioną tezę.

Przedstawiona do recenzji rozprawa ma wysoki poziom merytoryczny. Doktorant wykazał się wiedzą teoretyczną, umiejętnością planowania badań analizowania i interpretowania uzyskanych wyników oraz wyciągania wniosków.

Na uwagę zasługuje również wysoka jakość zrealizowanych przez Doktoranta badań przemian fazowych za pomocą pomiarów dylatometrycznych oraz badań składu fazowego i mikrostruktury przy zastosowaniu nowoczesnych metod elektrono-mikroskopowych i dyfrakcyjnych. Należy podkreślić, że otrzymane przez Doktoranta wyniki badań były szczegółowo przeanalizowane oraz porównane z wynikami prac opublikowanych przez innych badaczy. Przeprowadzone badania pozwoliły precyzyjnie opisać zmiany składu fazowego i mikrostruktury stali po przeprowadzonych obróbkach cieplnych oraz po próbach mechanicznych. Umożliwiły też zrozumienie mechanizmów odpowiedzialnych za ukształtowanie właściwości mechanicznych stali po przemianie bainitycznej wspomaganą odkształceniem sprężystym.

Do najważniejszych osiągnięć Doktoranta można zaliczyć:

- Zaprojektowanie nowej stali nanobainitycznej o zoptymalizowanym składzie chemicznym pod kątem wytworzenia bezwęglkowego nanobainitu

w procesach hartowania z przystankiem izotermicznym w relatywnie szerokim zakresie temperatur, ale poniżej 300°C.

- Opracowanie nowej technologii wytwarzania struktury nanobainitycznej przy wykorzystaniu wspomaganie przemiany bainitycznej naprężeniem poniżej granicy plastyczności. Nowa technologia pozwala na radykalne skrócenie procesu wytwarzania bezwęglkowego nanobainitu w stali, co jest ważnym osiągnięciem pod kątem jej przemysłowego wykorzystania. Stal po zastosowaniu opracowanego procesu wykazuje bardzo korzystny zestaw właściwości wytrzymałościowych i plastycznych.
- Wyjaśnienie, na podstawie analizy teoretycznej popartej wynikami badań eksperymentalnych, przyczyn przyspieszenia procesu otrzymywania nanobainitu przy zastosowaniu naprężenia w zakresie sprężystym, co ma istotne znaczenie poznawcze.

Dowodem oryginalności rozprawy jest osiągnięcie nowych, oryginalnych rezultatów na tle literatury przedmiotu. W szczególności chodzi o wykazanie skuteczności stosowania naprężenia w zakresie sprężystym do skrócenia czasu bainityzacji w niskiej temperaturze (poniżej 200°). Nowością było również zastosowanie próby skręcania jako metody wspomaganie przemiany bainitycznej naprężeniem sprężystym.

Zamieszczone w recenzji uwagi krytyczne nie negują pozytywnej oceny całości pracy.

Uważam, że rozprawa doktorska mgr inż. Karola Janusa spełnia wszelkie wymagania stawiane rozprawom doktorskim przewidziane Ustawą Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce z dnia 20 lipca 2018 r. (Dz.U. z 20.04.2023r., poz. 742) i wnioskuję do Rady Naukowej Instytutu Metalurgii i Inżynierii Materiałowej im. Aleksandra Krupkowskiego Polskiej Akademii Nauk w Krakowie o dopuszczenie jej do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

Wiesław Świątecki