

Dr hab. inż. Krzysztof Radwański
Sieć Badawcza Łukasiewicz - Instytut Metalurgii Żelaza
im. Stanisława Staszica w Gliwicach
ul. Karola Miarki 12-14
44-100 Gliwice

Tel. +48 (32) 2345234
e-mail: krzysztof.radwanski@imz.pl

Gliwice, dn. 13.09.2022 r.

RECENZJA

rozprawy doktorskiej pt.:

„Strukturalne i mechaniczne czynniki ciągliwości na gorąco stali wysokomanganowych”

Autorka: mgr inż. Gabriela Fojt-Dymara

Promotor: dr hab. inż. Marek Opiela, prof. PŚ

Recenzja została wykonana w odpowiedzi na pismo Przewodniczącego Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa, Pani Prof. dr hab. inż. Marii Sozańskiej z dnia 05.07.2022 r., informujące o powołaniu mnie przez Radę Dyscypliny na recenzenta pracy doktorskiej mgr inż. Gabrieli Fojt-Dymary w przewodzie prowadzonym w dyscyplinie Inżynieria Materiałowa.

1. Przedmiot oceny

Recenzja dotyczy rozprawy doktorskiej liczącej 166 stron, 136 rysunków i 7 tablic. Praca jest napisana w języku polskim, w klasycznym układzie i cechuje się wysokim poziomem edytorskim. Rozprawa rozpoczyna się od spisu treści oraz wykazu najważniejszych oznaczeń i skrótów. Rozdział 1 i 2 pracy stanowią odpowiednio wstęp oraz przegląd piśmiennictwa związany z tematem pracy. Badania własne z uwzględnieniem celu i tezy pracy, a także materiału i metodyki badań opisano w rozdziale 3. Wyniki badań i ich analiza oraz podsumowanie wraz z wnioskami zawarto odpowiednio w rozdziałach 4 i 5. Ponadto, praca zawiera spisy literatury, tablic i rysunków oraz streszczenia w języku polskim i angielskim.

2. Ocena doboru tematyki badawczej

Przemysł motoryzacyjny jest obecnie jednym z najbardziej dynamicznie rozwijających się gałęzi. Wynika to głównie z coraz ostrzejszych norm w zakresie bezpieczeństwa i oddziaływania na środowisko, związanego ze zmniejszaniem emisji CO₂. Kwestia bezpieczeństwa związana jest z właściwościami materiałów stosowanych na konstrukcje samochodów, wśród których dominuje stal, stanowiąc do 60% masy pojazdu. Stale dla

motoryzacji stanowią zatem od wielu lat tematykę podejmowaną w badaniach naukowych. Jedną z grup stali dla motoryzacji są stale wysokomanganowe o strukturze austenitycznej, których dotyczy problematyka rozprawy doktorskiej. Dzięki dobrym właściwościom wytrzymałościowym oraz wysokiej plastyczności są one stosowane na elementy karoserii, które podczas dynamicznego odkształcania mają zdolność do pochłaniania dużej ilości energii, zapewniając bezpieczeństwo pasażerów. Stale te stanowią w literaturze przedmiot wielu prac realizowanych przez różne ośrodki naukowe. Wiedza związana z przeróbką plastyczną tych stali w zakresie temperatury 700-1100°C jest dobrze poznana i opisana w literaturze. Istotnym ograniczeniem dla szerszego stosowania tej grupy stali w praktyce przemysłowej, a tym samym wyzwaniem badawczym do rozwiązania, jest ich ograniczona ciągliwość na gorąco, kluczowa na etapie wytwarzania. Problem ten nabiera praktycznego znaczenia na etapie zmniejszania przekroju wlewka ciągłego na wyjściu z krystalizatora, czyli temperatur powyżej 1100°C. Mała ciągliwość na gorąco jest przyczyną powstawania pęknięć poprzecznych wyrobu stalowego, co obniża wydajność procesu i prowadzi do wzrostu kosztów produkcji. Wynika to z segregacji wydzielań faz kruchych, ferrytu, fosforu, siarki oraz innych wtrąceń niemetalicznych na granicach ziarn austenitu, wpływających na obniżenie ciągliwości na gorąco oraz powodujących kruchość wysokotemperaturową. Dostępność wiedzy w zakresie wpływu temperatury powyżej 1100°C i szybkości odkształcania plastycznego na gorąco na ciągliwość wysokotemperaturową stali wysokomanganowych jest bardzo ograniczona. Należy zatem stwierdzić, że tematyka rozprawy doktorskiej jest aktualna, istotna i uzasadniona nie tylko z punktu widzenia naukowego i poznawczego, ale również przemysłowego. Dobór tematyki badawczej uważam zatem za niezwykle trafny.

3. Ocena merytoryczna rozprawy doktorskiej

3.1 Ocena przeglądu piśmiennictwa, zakresu oraz zaproponowanej metodyki badawczej

Przegląd piśmiennictwa stanowiący około 30% objętości pracy jest sporządzony na wysokim poziomie merytorycznym. Analizie poddano 239 pozycji literaturowych. Zakres przeglądu piśmiennictwa obejmuje charakterystykę stali wysokomanganowych o strukturze austenitycznej, mechanizmy umocnienia stali, odkształcalność na gorąco, mechanizmy pęknięcia, kruchość na gorąco, zagadnienia związane z wpływem składu chemicznego i czynników strukturalnych na proces pęknięcia, a także kawitację międzykrystaliczną i poślizgu wzdłuż granic ziarn w procesie pęknięcia. Dobór poruszonych w przeglądzie piśmiennictwa zagadnień jest właściwy i ma kluczowe znaczenie dla poruszanej tematyki rozprawy. Doktorantka odwołuje się do właściwych pozycji literaturowych, w tym również wydanych w przeciągu ostatnich kilku lat. Należy podkreślić, że analiza obejmuje również liczne doniesienia literaturowe polskich Autorów i dotyczy nie tylko czasopism, ale również książek i autorskich monografii.

Doktorantka nie zdecydowała się na podsumowanie przeglądu piśmiennictwa osobnym rozdziałem. Jednocześnie należy podkreślić, że zostało to wykonane w rozdziale Badania własne, gdzie w punkcie opisującym cel i tezę pracy poruszono zagadnienia związane z motywacją i genezą problemu badawczego, przywołując najważniejsze pozycje literaturowe.

Jako cel pracy Doktorantka założyła „określenie wpływu temperatury (zwłaszcza powyżej 1100°C) i szybkości odkształcania na strukturalne i mechaniczne czynniki decydujące o ciągliwości na gorąco stali wysokomanganowych”. W oparciu o przegląd piśmiennictwa i doświadczenia własne sformułowała również następującą tezę pracy:

„Synergia oddziaływania prawidłowo zmodyfikowanych wtrąceń niemetalicznych, drobnoziarnistego austenitu zrekrytalizowanego dynamicznie oraz wprowadzonego mikrododatku Ti ograniczającego występowanie szkodliwych wtrąceń typu AlN i MnS-AlN, wpłynie na poprawę ciągliwości na gorąco stali wysokomanganowej”.

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

Materiał badawczy stanowiły dwa gatunki austenitycznych stali wysokomanganowych 27Mn-4Si-2Al-Nb i 24Mn-3Si-1,5Al-Nb-Ti, uzyskane w formie wytopów laboratoryjnych, które w procesie kucia swobodnego przerobiono plastycznie na płaskowniki, a następnie na blachy walcowane na gorąco. Były to stale koncepcyjne z przeznaczeniem dla przemysłu motoryzacyjnego. W ramach pracy wykonano badania materiału po walcowaniu na gorąco w zakresie analizy stopnia zanieczyszczenia stali wtrąceniami niemetalicznymi, określono wpływ temperatury przesycania na właściwości mechaniczne wyznaczone w statycznej próbie rozciągania i wielkość ziarna, a także przeprowadzono badania ciągliwości na gorąco z wykorzystaniem symulatora termomechanicznego Gleeble 3800. W analizie jakościowej i ilościowej wtrąceń niemetalicznych, badaniach struktury próbek w stanie po walcowaniu, próbach rozciągania oraz symulacjach fizycznych wykonanych z wykorzystaniem symulatora Gleeble 3800, zastosowano metody mikroskopii świetlnej, mikroanalizy rentgenowskiej, elektronowej mikroskopii skaningowej z wykorzystaniem detektora EDS do analizy składu chemicznego w mikroobszarach, detektora EBSD do mikroanalizy fazowej i oceny parametrów krystalograficznych oraz oprogramowania do ilościowej analizy obrazu. Wykonywano również badania rentgenograficzne do określania składu fazowego oraz badania charakteru przelomów metodą elektronowej mikroskopii skaningowej. Stwierdzam, że zarówno zakres pracy, jak i zaproponowane metody badawcze zostały właściwie dobrane pod kątem zdefiniowanego celu pracy, umożliwiając jednocześnie weryfikację postawionej tezy.

3.2. Ocena uzyskanych wyników badań

W ramach ocenianej pracy uzyskano szereg bardzo wartościowych wyników badań. Autorka opisując poszczególne wyniki badań prowadzi równocześnie ich dyskusję, stosując odniesienia i porównania do pozycji literaturowych. Często można odnieść wrażenie, że rozdział poświęcony omówieniu wyników badań jest równocześnie w pewnym stopniu rozszerzeniem przeglądu piśmiennictwa w odniesieniu do konkretnych, analizowanych na danym etapie wyników. Taki sposób ujęcia wyników badań z równoczesną ich dyskusją uważam za trafny i wygodny dla czytelnika. Dyskusja jest prowadzona dogłębnie, w sposób krytyczny i właściwy. W pierwszej kolejności Doktorantka scharakteryzowała strukturę oraz przeprowadziła badania stopnia zanieczyszczenia wtrąceniami niemetalicznymi blach po walcowaniu na gorąco. Wtrącenia niemetaliczne opisała pod względem składu chemicznego oraz parametrów stereologicznych. Materiał po walcowaniu poddała przesycaniu w wodzie

z zakresu temperatury 900-1200°C. Określiła wpływ temperatury przesycania na właściwości mechaniczne wyznaczone w statycznej próbie rozciągania w temperaturze otoczenia oraz na strukturę z wyznaczeniem wielkości ziarna austenitu. Doktorantka wykazała, że mniej czuła na rozrost ziarna ze wzrostem temperatury jest stal z tytanem, co wynika z obecności węglikoazotków typu $(Ti,Nb)(C,N)$ na granicach ziarn. W kolejnym etapie pracy wykonała statyczne próby rozciągania w zakresie temperatury od 1050 do 1200°C po uprzednim wygrzewaniu w 1200°C. Wykazała, że w warunkach odkształcania plastycznego na gorąco struktura jest kształtowana głównie oddziaływaniem mechanizmów umocnienia odkształceniowego i rekrytalizacji dynamicznej, jak również procesów wydzieleniowych. Autorka dowiodła, że wyższa ciągliwość stali 24Mn-3Si-1,5Al-Nb-Ti wynika ze współdziałania modyfikacji wtrąceń niemetalicznych, ukształtowanej drobnoziarnistej zrekrystalizowanej dynamicznie struktury austenitycznej i utworzenia się stabilnych azotków TiN, co eliminuje możliwość wydzielenia się na granicach austenitu niekorzystnych dla ciągliwości azotków AlN oraz wtrąceń niemetalicznych typu MnS-AlN. W mojej ocenie jest to jedno z ważniejszych osiągnięć pracy. Za bardzo wartościowe o znaczeniu praktycznym uważam wyniki badań związane z wyznaczeniem temperatury zerowej wytrzymałości, temperatury zerowej plastyczności, temperatury nawrotu plastyczności oraz zakresu kruchości wysokotemperaturowej. Są to wyniki kluczowe dla planowania przemysłowej obróbki plastycznej wlewków z proponowanych stali. Na uznanie zasługują również wyniki badań charakteru przełomów próbek.

Pomimo, mojej bardzo wysokiej ogólnej oceny rozprawy, chciałbym zwrócić uwagę na pewne kwestie, związane głównie z uściśleniem sposobu przedstawiania wyników badań, które powinny być pomocne Doktorantce w przyszłej karierze naukowej. Doktorantka w tabelicy 4.1 jako miarę wielkości wtrąceń niemetalicznych przyjęła pole powierzchni wtrącenia, podczas gdy w opisie wyników badań (str. 100), jako parametru używa średnią średnicę wtrącenia. Zastosowanie różnych parametrów do opisu wielkości wtrąceń generuje pewne trudności dla czytającego w analizie wyników. Zawarte w tabelicy 4.3 wyniki badań właściwości mechanicznych przedstawiają wyższe wartości granicy plastyczności i wytrzymałości na rozciąganie dla blach po przesycaniu z temperatury w zakresie 900-1100°C dla stali 24Mn-3Si-1,5Al-Nb-Ti, w porównaniu do stali 27Mn-4Si-2Al-Nb. Równocześnie zaprezentowane na rysunkach 4.15 i 4.16 krzywe płynięcia dla tych stali, po przesycaniu z temperatury 900°C czy 1100°C wskazują na odwrotne zależności. Z przebiegu krzywych wynika, że dla stali z tytanem, uzyskano niższe wartości wytrzymałości na rozciąganie. Mając na uwadze, że podane wartości w tabelicy 4.3 stanowią średnią z trzech pomiarów, a krzywe pokazano dla jednego zestawu próbek, Doktorantka powinna jednak pokazać wyniki uzyskane dla próbek najbardziej zbliżonych do uzyskanych wartości średnich, co nie budziłoby wątpliwości czytającego. Autorka bazując na wynikach mikroanalizy składu chemicznego przy opisie wtrąceń niemetalicznych, wnioskuje jednoznacznie o ich składzie fazowym. Wyniki mikroanalizy składu chemicznego mogą z dużym prawdopodobieństwem wskazywać na daną fazę, jednak nie mogą o ich obecności rozstrzygać. Prawidłowe podejście w tym względzie Doktorantka zastosowała w odniesieniu do fazy Fe_2Al_5 , której obecność potwierdziła wynikami badań EBSD. W metodyce badań EBSD brakuje natomiast informacji czy, a jeśli tak to jakie, zastosowano metody korekcji punktów analizy. Jest to istotna informacja z punktu widzenia opisu i analizy uzyskanych wyników badań. Również podpis pod rys. 4.22 dotyczący rozkładu

ziarn austenitu wydaje się być nieprecyzyjny, gdyż obszary oddzielone kolorami rozdzielają w wielu przypadkach granice ziarn od granic bliźniaczych. W takim przypadku dla zobrazowania rozkładu ziarn w strukturze należałoby przeprowadzić korektę punktów analizy o wspomniane granice bliźniacze. Chciałbym równocześnie podkreślić, że powyższe kwestie w żaden sposób nie wpływają na wartość merytoryczną pracy.

Kończącą część pracy stanowi rozdział poświęcony podsumowaniu wyników badań i wnioskom. Doktorantka w tym rozdziale w sposób zwięzły i przejrzysty zarówno podsumowała, jak i zinterpretowała najważniejsze wyniki badań.

W podsumowaniu można stwierdzić, że przeprowadzone przez Doktorantkę badania są bardzo obszerne i dogłębne. Uzyskane wyniki badań są adekwatne do celu pracy oraz potwierdzają słuszność przyjętej tezy.

4. Uwagi szczegółowe

Praca jest napisana 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. 14, 13 wiersz od dołu: Co należy rozumieć pod terminologią węgliki ziarniste?
- Str. 15, 7 wiersz od góry: Jest: „...austenitu nieprzemienionego...”, a powinno być: ...austenitu nieprzemienionego...;
- Str. 26, 7 wiersz od góry: Jest: „... opór stawiany przez granice ziarn dla ruchu dyslokacji”, a powinno być: ... opór stawiany przez granice ziarn dla ruchu dyslokacji;
- Str. 31, 6 wiersz od góry: Jest: „Motto i Nabarro wykazali, że umocnienie...”, a powinno być: Motto i Nabarro wykazali, że umocnienie...;
- Str. 40, 11 wiersz od dołu: Jest: „... na granicach ziarn są obecne są wydzielenia...”, a powinno być: ...na granicach ziarn występują wydzielenia...;
- Str. 43, 14 wiersz od góry: Jest: „... (NDS – Nil Ductility Temperature)...”, a powinno być: ... (NDT - Nil Ductility Temperature)...;
- Str. 49, 14-15 wiersz od góry: Jest: „Wartości przewężenia badanej stali z dodatkiem Ti i B, osiągnęła wartość bliską 82%.”, a powinno być: Przewężenie badanej stali z dodatkiem Ti i B osiągnęło wartość bliską 82%.
- Str. 52, 15 wiersz od dołu: Jest: „...zgodnie ze schematem przedstawionym na rysunku...”, a powinno być: ...zgodnie ze schematem przedstawionym na rysunku...;
- Str. 52, 11 wiersz od dołu: Jest: „...pod wpływem...”, a powinno być: ...pod wpływem...;
- Str. 58, dane zawarte na rys. 3.1: Jest: „Statyczna próba rozciągania w zakresie temperatury 1050-1260°C”, a powinno być: Statyczna próba rozciągania w zakresie temperatury 1050-1200°C;
- Str. 64, rys. 3.7, Wymiary próbki są podane z różną dokładnością;
- Str. 94, podpis pod rys. 4.26: Jest: „... z temperatury 900°C...”, a powinno być z temperatury 1200°C;

- Str. 110, 15-16 wiersz od góry, zdanie niezrozumiałe: „Niekiedy ziarna zrekrystalizowane dynamicznie w przygranicznych obszarach ziarna mają mniejszą wielkość w porównaniu z tworzącymi się wewnątrz ziarn wyjściowych”;
- Str. 119, 5 wiersz od dołu: Jest: „Obecność tej fazy wstali...”, a powinno być: Obecność tej fazy w stali...;
- Str. 121, podpis pod rys. 4.59: Jest: „... e)austenit...”, a powinno być: ... e) austenit...;
- Str. 125, 9 wiersz od góry: Jest: „W konsekwencji zakresie temperatury...”, a powinno być: W konsekwencji w zakresie temperatury...;
- Str. 128, 6-7 wiersz od dołu: Jest: „... na przewężenie próbek badanych stali rozciągany według założeń...”, a powinno być: ... na przewężenie próbek badanych stali rozciąganych według założeń...”
- Str. 130, 9 wiersz od góry: Jest: „... zakresami kruchości wysokotemperaturowe...”, a powinno być: ...zakresami kruchości wysokotemperaturowej...;
- Str. 131, podpisy pod rysunkami 4.70 i 4.71: Jest: „...po rozciąganie w temperaturze...”, a powinno być: ... po rozciąganiu w temperaturze...;
- Str. 135, 8 wiersz od dołu: Jest: „... stal 24Mn-3Si-1,5Al-Nb...”, a powinno być: ... stal 24Mn-3Si-1,5Al-Nb-Ti...;
- Str. 137, 7 wiersz od dołu: Jest: „... przesycające wodzie...”, a powinno być: ...przesycające w wodzie.

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. Zwiększanie temperatury przesycań w zakresie 900-1200°C powoduje rozrost ziarna austenitu dla obu badanych gatunków stali z jednoczesnym zmniejszaniem się właściwości wytrzymałościowych, których wartości są wyższe dla stali 24Mn-3Si-1,5Al-Nb-Ti. Wyjątkiem jest próbka po przesycań z temperatury 1200°C. W jaki sposób można wyjaśnić niższe wartości $R_{p0,2}$ i R_m , wyznaczone w temperaturze otoczenia dla stali 24Mn-3Si-1,5Al-Nb-Ti ($R_{p0,2}=301\text{MPa}$, i $R_m=360\text{MPa}$) przy wielkości ziarna $D=225,5\ \mu\text{m}$ w porównaniu do właściwości mechanicznych uzyskanych dla stali 27Mn-4Si-2Al-Nb ($R_{p0,2}=535\text{MPa}$, i $R_m=635\text{MPa}$), dla której wielkość ziarna jest znacznie większa i wynosi $D=360,0\ \mu\text{m}$?
2. Rozkład wartości kąta dezorientacji krystalicznej przedstawiony na rys. 4.27 uzyskany dla stali 27Mn-4Si-2Al-Nb po przesycań z temperatury 1200°C i odkształconej plastycznie różni się znacząco w stosunku do rozkładów pokazanych na rys. 4.24 i 4.25 w próbkach po przesycań z zakresu temperatury 900-1100°C i również odkształconych plastycznie. Różnica dotyczy zakresu występowania kątów dezorientacji. W przypadku próbki przesycań z temperatury 1200°C wykazano obecność granic w zakresie do 120°, podczas gdy w pozostałych przypadkach wartości kątów dezorientacji nie przekraczają 65°. Z jakimi cechami struktury kojarzone są granice o kątach dezorientacji powyżej 65°, zidentyfikowane w próbce po przesycań z temperatury 1200°C?

3. Wątpliwości budzi informacja dotycząca wyników pomiarów mikrotwardości HV0,1 fazy Fe_2Al_5 . Na str. 91 Doktorantka pisze „Przeprowadzone pomiary mikrotwardości wykazały, że ujawniona faza posiada wyraźnie wyższą twardość (432 HV0,1) niż otaczająca ją osnowa (290 HV0,1)”. Ze względu na niewielki rozmiar tej fazy wydaje się niemożliwe wykonanie pomiarów twardości jedynie tej fazy wspomnianą metodą. Wyznaczenie twardości wymagałoby zastosowania metod nanoindentacji. Czy nie jest tak, że odciski wykonano w obszarze zawierającym zarówno fazę Fe_2Al_5 oraz osnowę austenityczną?
4. W pracy wskazano, że badane stale mogą znaleźć zastosowanie między innymi na karoserii samochodowej. Proszę o wskazanie elementów karoserii, na które Doktorantka zaproponowałaby zastosowanie przedmiotowych gatunków stali wraz z uzasadnieniem oraz proponowanymi parametrami obróbki cieplno-plastycznej.

6. Wniosek końcowy

Uzyskane przez Doktorantkę wyniki badań mają wartość naukową, poznawczą, jak również aplikacyjną. Doktorantka w realizacji pracy wykazała się niezbędną wiedzą, dojrzałością, umiejętnością twórczego prowadzenia badań i interpretowania uzyskanych wyników. Recenzowana praca pt. „Strukturalne i mechaniczne czynniki ciągliwości na gorąco stali wysokomanganowych” 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 Dyscypliny Inżynieria Materiałowa o dopuszczenie mgr inż. Gabrieli Fojt-Dymary do publicznej obrony swojej rozprawy.

Biorąc pod uwagę zawartość merytoryczną pracy, uzyskane wyniki badań oraz ich dogłębną analizę, wnioskuję również o wyróżnienie ocenianej rozprawy doktorskiej.

