



Leszek A. DOBRZAŃSKI

M. Dr h.c. prof. dr hab. inż.

Profesor zwyczajny

Instytut

Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych

Wydział Mechaniczny Technologiczny

POLITECHNIKA ŚLĄSKA

ul. Konarskiego 18a

44-100 GLIWICE



DZIEKAN
Wydziału Mechanicznego Technologicznego
prof. dr hab. inż. Arkadiusz Mężyk

Gliwice, dnia 28 czerwca 2014 roku

RECENZJA

pracy doktorskiej

Pani mgr inż. Agnieszki KURC-LISIECKIEJ

pod tytułem

„Kształtowanie struktury i tekstury metastabilnego austenitu stali X5CrNi18-10 w procesie odkształcenia plastycznego na zimno”

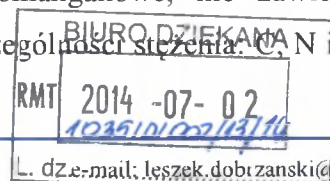
wykonanej pod opieką promotora Pana Prof. Pol. Śląskiej dra hab. inż. Wojciecha OZGOWICZA
opracowana na zlecenie Rady Wydziału Mechanicznego Technologicznego

Politechniki Śląskiej w Gliwicach

na podstawie pisma RMT0-770/D/006/13/14 z dnia 9 kwietnia 2014 roku

Dziekana Pana Prof. dra hab. inż. Arkadiusza Mężyka

W ostatnich latach w Instytucie Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych Politechniki Śląskiej w Gliwicach intensywnie są wykonywane prace, głównie pod moim kierunkiem, dotyczące stali wysokomanganowych austenicznych wykazujących efekty TWIP (TWinning Induced Plasticity) i TRIP (TRansformation Induced Plasticity) oraz typu TRIPLEX o trójfazowej strukturze austenitu, ferrytu i węglików κ - $(\text{Fe}, \text{Mn})_3\text{AlC}_{1-x}$. Badania te zostały uzupełnione w niniejszej pracy doktorskiej o tematykę dotyczącą podobnych efektów strukturalnych, zachodzących w stali austenicznej wysokostopowej Cr-Ni odpornej na korozję. Wysokie koszty materiałowe ograniczają jednak uniwersalne zastosowania stali tej grupy i w przypadkach, gdy nie chodzi głównie o odporność na korozję, np. przy zastosowaniu na karoserie w przemyśle samochodowym, ze względów ekonomicznych oraz wobec przeważającego zapasu energii odkształcenia plastycznego na zimno, preferowane muszą być stale wysokomanganowe, nie zawierające kosztownego niklu. W zależności od składu chemicznego, a w szczególności stężenia: C, N i Ni, a



także Mn, Al, Si i Cu znaczący wzrost wytrzymałości tych stali występuje już przy niewielkich stopniach odkształcenia plastycznego. To silne umocnienie stali podczas obróbki plastycznej na zimno może być korzystnym czynnikiem podczas kształtowania np. cienkich blach, natomiast silne umocnienie stali związane z przemianą austenitu w martenzyt może być także szkodliwym czynnikiem, powodującym obniżenie własności eksploatacyjnych gotowych produktów, w wyniku ich przedwczesnego pęknięcia. Udział przemiany martenzytycznej zależy od składu chemicznego stali oraz temperatury, wielkości i szybkości odkształcenia. W zależności od składu chemicznego i energii błędu ułożenia (EBU) przemiana martenzytyczna w tych stalach może mieć różny przebieg: $\gamma \rightarrow \varepsilon$, $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$ lub $\gamma \rightarrow \alpha'$, a udział objętościowy poszczególnych faz ma wpływ na własności mechaniczne i odporność korozyjną badanych stali. Odkształcenie plastyczne na zimno wymienionej stali austenitycznej prowadzi do zmiany struktury, włącznie ze zmianą tekstury, decydującej o anizotropii własności stali. A zatem znajomość mechanizmu tworzenia i ewolucji tekstury umożliwia otrzymywanie gotowych produktów o pożądanych własnościach mechanicznych i technologicznych. Autorka za cel pracy postawiła sobie określenie wpływu kształtowania struktury, a w tym także tekstury, na własności mechaniczne walcowanych na zimno cienkich blach ze stali austenitycznych Cr-Ni, w związku z przemianą części austenitu w martenzyt, w wyniku odkształcenia plastycznego. Tematyka opiniowanej pracy doktorskiej bez wątpienia dotyczy dyscypliny naukowej „*Inżynieria Materiałowa*”. Praca ta mieści się w nurcie ważnych i aktualnych działań naukowych. Na podstawie przeprowadzonej analizy piśmiennictwa Autorka przyjęła tezę pracy w brzmieniu: *„Efekt przemiany martenzytycznej w metastabilnych stalach austenitycznych Cr-Ni jest determinowany głównie składem chemicznym i parametrami technologicznymi, a w szczególności stopniem i temperaturą odkształcenia. Uzyskane w wyniku odkształcenia plastycznego własności mechaniczne badanych stali są wynikiem złożonego oddziaływania synergicznego analizowanych czynników strukturalnych oraz parametrów stosowanego procesu technologicznego.*” Można uznać, że tezę sformułowano poprawnie, aczkolwiek efekt przemiany martenzytycznej w badanych stalach z oczywistych względów zależy od składu chemicznego i warunków technologicznych odkształcenia plastycznego, a własności mechaniczne wielu stali są wynikiem synergicznego oddziaływania różnych czynników strukturalnych i warunków technologicznych. Ta teza jest zatem sformułowana bardzo ogólnie. Można również zgłosić zastrzeżenia do redakcji tytułu opiniowanej pracy. Być może korzystniej byłoby go skrócić *„Kształtowanie struktury stali austenitycznej X5CrNi18-10 podczas odkształcenia plastycznego na zimno*”. Bezspornie tekstura należy do atrybutów struktury stali. Wymienione uwagi, z natury semantyczne, nie mają jednak większego znaczenia dla oceny pracy doktorskiej wykonanej przez Panią mgr inż. Agnieszkę Kurc-Lisiecką.

Badania wykonano na wycinkach taśm o wymiarach 2×40×700 mm pochodzących z dwóch wytopów przemysłowych stali austenitycznej odpornej na korozję X5CrNi18-10 wg. PN-EN

10088-1:2007. Odształcenie plastyczne badanych stali wykonano poprzez walcowanie na zimno na walcierce QUATRO, zachowując stały kierunek i stronę walcowanego pasma, według założonego programu, stosując stopnie odkształcenia od 10 do 70%, po przesycaniu z 1100°C przez 60min. i oziębianiu w wodzie. W celu weryfikacji postawionej tezy wykonano próby statycznego rozciągania badanych stali w zakresie temperatury od +20 do -196°C z szybkością odkształcenia ok. 10^{-5} i ok. $10^{-3}s^{-1}$, pomiary twardości, badania metalograficzne z wykorzystaniem mikroskopu świetlnego oraz skaningowej (SEM) i transmisyjnej mikroskopii elektronowej (TEM), badania fraktograficzne, badania rentgenograficzne w zakresie analizy fazowej oraz analizę tekstury walcowania przy wykorzystaniu funkcji rozkładu orientacji (FRO) i dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych (EBSD). Wyniki pomiarów opracowano statystycznie.

Opiniowana praca doktorska *Pani mgr inż. Agnieszki Kurc-Lisieckiej* pod tytułem „*Kształtowanie struktury i tekstury metastabilnego austenitu stali X5CrNi18-10 w procesie odkształcenia plastycznego na zimno*” ma klasyczny układ. Obejmuje 223 strony (można uznać, że jest zbyt długa), zawiera 143 rysunki i 19 tablic. Zacytowano w niej 225 pozycji literaturowych, z czego większość obejmuje prace obcojęzyczne, w tym liczne opublikowane w ostatnim dziesięcioleciu. Niestety Autorka nie powołuje się na publikacje, których jest współautorem. Praca rozpoczyna się wykazem stosowanych skrótów i oznaczeń oraz krótkim wstępem, który stanowi pierwszy rozdział. W rozdziale drugim zawarto studia literaturowe, w których scharakteryzowano stale austenityczne Cr-Ni, czynniki wpływające na ich strukturę i własności mechaniczne w wyniku odkształcenia plastycznego, aspekty dotyczące przemiany martenzytycznej związanej z odkształceniem plastycznym tych stali, analizę tekstury w materiałach polikrystalicznych, zwłaszcza o strukturze sieciowej Al i jej opisu funkcją rozkładu orientacji (FRO). W kolejnym rozdziale dotyczącym badań własnych, po opisie celu, tezy i zakresu pracy, opisano materiał do badań, proces technologiczny i metodykę badawczą i w kolejnym rozdziale przedstawiono wyniki badania własności mechanicznych, badań metalograficznych, fraktograficznych, w transmisyjnym mikroskopie elektronowym, rentgenowskiej analizy fazowej, badań tekstury metodą dyfrakcji rentgenowskiej i elektronów wstecznie rozproszonych (EBSD). Rozdział czwarty pracy dotyczy omówienia wyników badań, a piąty obejmuje wnioski. Pracę kończy spis literatury oraz streszczenia w języku polskim i angielskim.

W pełni pozytywnie merytorycznie oceniam opiniowaną pracę doktorską *Pani mgr inż. Agnieszki Kurc-Lisieckiej* pod tytułem „*Kształtowanie struktury i tekstury metastabilnego austenitu stali X5CrNi18-10 w procesie odkształcenia plastycznego na zimno*” wykonaną pod opieką promotora **Pana Prof. Pol. Śląskiej dra hab. inż. Wojciecha Ozgowicza**. Autorka osiągnęła postawiony cel opiniowanej pracy doktorskiej i udowodniła postawioną tezę. Uzyskane wyniki badań są wartościowe poznawczo, oryginalne i mogą mieć znaczenie aplikacyjne. Praca cechuje się bardzo wysokim poziomem merytorycznym. Wykonane badania oraz analiza ich

wyników pozwalają na stwierdzenie, że w badanych blachach ze stali odpornej na korozję X5CrNi18-10, odkształcenie plastyczne podczas walcowania na zimno oraz podczas statycznej próby rozciągania w obniżonej temperaturze od -100 do -196°C , wywołuje przemianę martenzytyczną $\gamma \rightarrow \alpha'$. Zwiększenie stopnia odkształcenia plastycznego podczas walcowania na zimno badanych blach z sumarycznym stopniem gniotu od 10 do 70%, powoduje wzrost udziału wydłużonych ziarn osnowy γ i fazy α' , zwiększenie gęstości linii poślizgu oraz pasm odkształcenia plastycznego i ścinania, a także bliźniaków, które decydują o przyroście własności wytrzymałościowych stali i obniżeniu ich własności plastycznych. Obniżenie temperatury odkształcenia plastycznego badanych stali z -100 do -196°C powoduje znaczny przyrost własności mechanicznych do wartości maksymalnych 1850-1980 MPa, jak również zwiększenie własności plastycznych A_{22} do ok. 7%. Metodami rentgenowskiej analizy fazowej ujawniono martenzyt α' zarówno po walcowaniu na zimno jak i po statycznym rozciąganiu w obniżonej temperaturze, którego udział zwiększa się ze wzrostem stopnia odkształcenia z 8 do 45%, gdy obniżenie temperatury odkształcenia w próbie rozciągania do -196°C zwiększa udział fazy α' nawet do ok. 90%. Rozwój tekstury odkształcenia plastycznego w badanych blachach walcowanych na zimno jest ściśle związany z równoczesną ewolucją struktury stali. W teksturze odkształconego plastycznie austenitu dominują orientacje włókna $\alpha = \langle 110 \rangle \parallel \text{KN}$, głównie orientacja Gossa $\{110\}\langle 001 \rangle$ i orientacja typu $\{110\}\langle 112 \rangle$. Po walcowaniu ze stopniem odkształcenia plastycznego 30% w teksturze martenzytu α' najsilniejszą orientacją jest $\{001\}\langle 110 \rangle$, natomiast po maksymalnym odkształceniu plastycznym ok. 70% dominują orientacje typu $\{111\}\langle 112 \rangle$ i $\{112\}\langle 110 \rangle$. Autorka wykazała ponadto, że technika dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych EBSD okazała się równie skutecznym i efektywnym oraz komplementarnym narzędziem wyznaczania tekstury odkształcenia badanych blach w procesie walcowania na zimno. Uzyskane wyniki analizy tekstury są porównywalne z uzyskanymi metodą dyfrakcji rentgenowskiej.

Wyraźnie podkreślam, że opiniowana praca doktorska *Pani mgr inż. Agnieszki Kurc-Lisieckiej* pod tytułem „*Kształtowanie struktury i tekstury metastabilnego austenitu stali X5CrNi18-10 w procesie odkształcenia plastycznego na zimno*” wykonana pod opieką promotora **Pana Prof. Pol. Śląskiej dra hab. inż. Wojciecha Ozgowicza** charakteryzuje się niezwykle wysokim poziomem merytorycznym, m.in. dzięki komplementarnemu i bardzo kompetentnemu wykorzystaniu awangardowych i niezwykle trudnych do opanowania metod badawczych, w tym wysokonapięciowej transmisyjnej mikroskopii elektronowej HRTEM, z wykorzystaniem w analizie dyfrakcyjnej odwrotnej transformaty Fouriera IFFT, rentgenowskiej analizy fazowej jakościowej RAFJ i ilościowej RAFI, oceny tekstury z wykorzystaniem jej opisu funkcją rozkładu orientacji FRO oraz techniki dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych EBSD. Plasuje to Autorkę

opiniowanej pracy doktorskiej, która opanowała wymienione i pozostałe metody badawcze użyte w pracy w sposób perfekcyjny, wśród arystokracji badaczy w zakresie „*Inżynierii Materiałowej*”.

Autorka w bardzo dobrym stopniu opanowała umiejętności edycyjne i wykorzystania do tego dostępnych technik komputerowych oraz narzędzi multimedialnych. Dołożyła do tego bardzo wiele starań, a wysiłek ten jest bardzo dobrze widoczny w ostatecznej redakcji pracy. Niestety, jak to zwykle bywa, zauważyłem pewne (choć drobne sic!) błędy edycyjne i niedociągnięcia merytoryczne w opiniowanej pracy doktorskiej. Osobiście nie pisałbym np. o mikrostrukturze, lecz ogólnie o strukturze, zamiast zawartości lub ilości pierwiastków lub faz pisałbym odpowiednio o stężeniu lub udziale, nie chodzi o wagę, lecz o masę, jest mowa o szybkości, a nie o prędkości odkształcenia, zamiast przeróbki plastycznej, używałbym określenia obróbka plastyczna, a zamiast parametry technologiczne napisałbym warunki technologiczne. Nie odpowiada mi określenie martenzyt odkształcenia, nadużywane jest słowo proces (również w tytule pracy sic!), jak również uważam, że niezgrabnym skrótem myślowym jest przemiana martenzytyczna indukowana odkształceniem plastycznym, bezpośrednio i wprost przetłumaczonym z języka angielskiego. Tekstura jest oczywiście atrybutem struktury, a zatem trudno mówić tu o koniunkcji tych pojęć (zapisanej już w tytule pracy, zatwierdzonym przez Radę Wydziału sic!), gdyż w istocie chodzi o implikację. Oczywiście można tego typu błędów znaleźć więcej, ale nie jest ich zbyt wiele, ani nie mają one w istocie żadnego wpływu na pogorszenie jakości merytorycznej opiniowanej pracy doktorskiej, chociaż warto je uwzględnić w przypadku zamiaru opublikowania wyników pracy w literaturze specjalistycznej. Pomimo, że w trakcie lektury pracy nasunęły mi się również inne uwagi szczegółowe, np. ograniczylibym liczbę wniosków, a z kolei uważam że streszczenie jest zbyt lapidarne i nie oddaje bogactwa wykonanych badań i uzyskanych wyników. Oczywiście są to uwagi ze wszech miar dyskusyjne. Stanowczo podkreślam jednak, że te drobne usterki mogą być spowodowane nadmiernym pośpiechem w ostatniej fazie redakcji pracy i w istocie, nie mają niemal żadnego wpływu na obniżenie bardzo wysokiej oceny merytorycznej opiniowanej pracy doktorskiej, którą starałem się wykazać we wcześniejszych fragmentach niniejszej recenzji.

Podsumowując niniejszą recenzję opiniowanej pracy doktorskiej Pani mgr inż. Agnieszki Kurc-Lisieckiej pod tytułem „*Kształtowanie struktury i tekstury metastabilnego austenitu stali X5CrNi18-10 w procesie odkształcenia plastycznego na zimno*”, wykonanej pod opieką promotora Pana Prof. Pol. Śląskiej dra hab. inż. Wojciecha Ozgowicza i ogólnie oceniając bardzo wysoko całokształt dokonań Doktorantki, jak również biorąc pod uwagę, że w pracy Autorka wykazała, że:

- ***jest bardzo dobrze zorientowana w poruszanej w literaturze problematyce dotyczącej technologii, struktury i własności stali austenitycznych Cr-Ni odkształcanych plastycznie na zimno oraz złożonej metodyki ich badania, wykazując się dużą erudycją w tym zakresie dyscypliny naukowej „Inżynieria Materiałowa”,***

- *pozyskała umiejętności stawiania problemów badawczych i właściwego doboru komplementarnego i szerokiego zestawu metod badawczych do ich rozwiązania oraz ich pełnego opanowania praktycznego,*
- *uzyskała wartościowe i oryginalne wyniki badań, o istotnym znaczeniu poznawczym i o walorach aplikacyjnych oraz osiągnęła założony cel naukowej pracy i udowodniła jej tezę,*
- *w pełni opanowała umiejętności opracowania wyników wykonanych badań oraz prezentowania osiągniętych rezultatów badawczych,*

z pełnym przekonaniem stwierdzam, że opiniowana praca doktorska spełnia wszelkie wymagania określone w Ustawie o Stopniach Naukowych i Tytule Naukowym oraz o Stopniach i Tytule w Zakresie Sztuki (Dz. U. nr 65 z dnia 16 kwietnia 2003 roku poz. 595 z późniejszymi zmianami) (w tym przypadku nadal obowiązuje tryb określony w tej właśnie Ustawie zgodnie z art. 33 ust. 1 Ustawy o zmianie ustawy – Prawo o szkolnictwie wyższym, Ustawy o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki oraz o zmianie niektórych innych ustaw - Dz. U. Nr 84, poz. 455 i Nr 112, poz. 654 z dnia 18 marca 2011 roku) i wnioskuję do Rady Wydziału Mechanicznego Technologicznego Politechniki Śląskiej w Gliwicach o dopuszczenie Pani mgr inż. Agnieszki Kurc-Lisieckiej do publicznej obrony przygotowanej przez Nią pracy doktorskiej.

Biorąc pod uwagę szczególnie wartościowe podejście metodyczne, komplementarnie łączące nowoczesne metody badań materiałoznawczych oraz uwzględniając uzyskane dzięki temu wartościowe wyniki poznawcze i metodyczne opiniowanej pracy doktorskiej, ponadto wnioskuję do Rady Wydziału Mechanicznego Technologicznego Politechniki Śląskiej w Gliwicach o wyróżnienie pracy doktorskiej Pani mgr inż. Agnieszki Kurc-Lisieckiej pod tytułem „Kształtowanie struktury i tekstury metastabilnego austenitu stali X5CrNi18-10 w procesie odkształcenia plastycznego na zimno” wykonanej pod opieką promotora Pana Prof. Pol. Śląskiej dra hab. inż. Wojciecha Ozgowicza.

Równocześnie szczerze gratuluję Panu Prof. Pol. Śląskiej dr. hab. inż. Wojciechowi Ozgowiczowi znakomitego poziomu wykonanej pod Jego opieką pracy doktorskiej i wysokiego poziomu kompetencji wypromowanej przez Niego Doktorantki.

