



Stanisław Skrzypek prof.zw.dr hab.inż.
AGH, Pawilon A2
Wydział Inżynierii Metali i Informatyki Przemysłowej
Katedra Metaloznawstwa I Metalurgii Proszków
30-059 Kraków, al.Mickiewicza 30
e-mail skrzypek@uci.agh.edu.pl
tel.(012)6172628, fax (012)6173190

Kraków, 11.06.2014 r.

Recenzja pracy doktorskiej *Pani mgr inż. Agnieszki KURC-LISIECKIEJ*
pt.: *„Kształtowanie struktury i tekstury metastabilnego austenitu stali X5CrNi18-10 w procesie odkształcenia plastycznego na zimno”*

Recenzja opracowana na zlecenie Rady i Dziekana Wydziału Wydziału Mechanicznego Technologicznego Politechniki Śląskiej w Gliwicach na podstawie pisma RMT0-770/D/006/13/14 z dnia 10 kwietnia 2014 roku podpisanego przez Dziekana Pana Prof. dr hab. inż. Arkadiusza Mężyka.

1. Uwagi wstępne

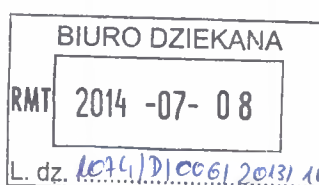
Opracowana recenzja stanowi krytyczną analizę rozprawy doktorskiej *Pani mgr inż. Agnieszki KURC-LISIECKIEJ* mającą na celu ocenę wartości naukowej tego dzieła w świetle kryteriów sprecyzowanych w Ustawie o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki z dnia 14 marca 2003 roku (Dz. U. RP z 2003 r., Nr 65, poz. 595, wraz z późniejszymi zmianami i rozporządzeniami do tej ustawy (Dz. U. z 2003 r. Nr 65, poz. 595; z 2005 r. Nr 164, poz. 1365, z 2010 r. Nr 96, poz. 620, Nr 182, poz. 1228, z 2011 r. Nr 84, poz. 455).

Przekazana do recenzji dysertacja doktorska jest opracowaniem naukowym powstałym w oparciu o przeprowadzone przez Autorkę i zespół badawczy eksperymenty polegające na badaniu zestawu stopów czteroskładnikowych układu Fe-Cr-Ni-Mn.

Treść pracy odpowiada tematowi określonymu w tytule. Jednak w tym punkcie wyrażę opinię o niespełnionym oczekiwaniu. Otóż znacząco bardziej odpowiadał by mi temat *„Wpływ struktury i tekstury metastabilnego austenitu stali X5CrNi18-10 wytworzonej w procesie odkształcenia plastycznego na zimno na własności mechaniczne”* Uważam, że otrzymane wyniki i tak w ewentualnych publikacjach będą ujmować relacje pomiędzy strukturą, teksturą i mikrostrukturą a własnościami mechanicznymi. Praca ma charakter eksperymentalny, przy czym dominują w niej zagadnienia mechaniki ciała stałego, fizyko-chemii metali i inżynierii materiałowej. Przeprowadzone badania mają charakter nowatorski.

2. Formalny opis pracy doktorskiej

Recenzowana praca napisana na 220 stronach, w tym 2 strony streszczenia w jęz. polskim i ang. 143 rysunki i 19 tabel. Praca podzielona została na 4 rozdziały, przy czym ostatni 5-ty 2-u stronicowy - stanowi wnioski. Pracę kończy bibliografia licząca 225 pozycje i streszczenia. Cytowane pozycje literatury zostały trafnie



dobrane, chociaż brakuje pewnych pozycji literaturowych np. Korbla, Jeleńkowskiego czy Duckiego przecież z Politechniki Śląskiej.

Układ tekstu jest logiczny i przejrzysty jednak zamieszczony opis podstaw metod badawczych w części eksperymentalnej (ROZDZ.2) uznaję za niepasujący. Dodatkowo, przy opisie niemal wszystkich metod (podrozdz.2.3.1 do 2.3.5) nie przywołano odpowiednich pozycji literaturowych. Jest to dopuszczalne przy ogólnikowym opisie, ale już w pracy doktorskiej, przy szczegółach o geometrii pomiarów czy eksperymentu, sposobie interpretacji i analizy danych i wyników poszczególnej metody, rodzaju oprogramowania niezbędne jest odsyłanie czytelnika do źródłowej literatury.

Stwierdzam, iż zachowano prawidłową proporcję pomiędzy wstępem teoretycznym, wprowadzającym w zagadnienie, i częścią zawierającą opis pomiarów eksperymentalnych wykonanych przez Autorkę – odpowiednio 99 stron/121 stron. Tezę i cel pracy sformułowano w rozdziale 2, chociaż przy tych wynikach można było dociekanie dowodowe skierować na większe wykorzystanie wyników badań tekstury krystalograficznej np. do prognozowania anizotropii właściwości czy związków tekstury krystalograficznej i np. metalograficznej.

Metodykę i przebieg badań własnych Autorka rozprawy przedstawiła w rozdziale 3 a uzyskane wyniki w rozdziale 4. Praca doktorska zakończona jest analizą wyników badań, którą wieńczy 9 wniosków. Rozprawa ma zatem klasyczny układ treści - zgodny z przyjętym kanonem - i dowodzi, że jej Autorka wykonała poprawnie eksperymenty i analizę zespołu ciekawych i istotnych zagadnień z dziedziny inżynierii materiałowej. Podstawowe wyniki uzyskano badając wystarczająco liczne zbiory próbek. Jednak niezrozumiałą jest dobór dwóch takich samych stopów A i B (Tab.2.1) i dodatkowo takich samych technologii obróbki cieplnej i plastycznej. Oczekuje w tej sprawie wyjaśnienia m.in. w zakresie zbędnych kosztów badań.

3. Uwagi dotyczące oryginalności pracy

W myśl przepisów, rozprawa doktorska powinna stanowić oryginalne osiągnięcie naukowe. Autorka powinna w niej wykazać zdolność do samodzielnego prowadzenia eksperymentów. Wytworzono i zbadano 2 czteroskładnikowe stopy, które nie są niestety nowością. Jednak w tym przypadku oryginalności można się doszukiwać w wytworzeniu unikalnych faz w aspekcie budowy krystalicznej. W marginalny sposób wykazywano właściwości tych faz np. w aspekcie modelowania transformacji tekstur zarówno w czasie odkształcania plastycznego jak i przemiany fazowej.

Pod względem ilości rysunków, co wiąże się z ilością wyników jest to praca rekordowa. Chociaż są one już częściowo opublikowane, pozostaje wrażenie, że wiele wyników nie do końca zinterpretowano a także, że z części badań można było zrezygnować na rzecz głębszej analizy i interpretacji wyników.

Nie jest to praca pod względem naukowym zamknięta. Obszar naukowych dociekań Autorki należy traktować jako źródło inspiracji do dalszych poszukiwań nowych faz i przemian fazowych a szczególnie ich właściwości i związków mikrostruktury, składu chemicznego i fazowego z właściwościami stopów.

4. Uwagi krytyczne

W tej części recenzji zawarto jedynie ważniejsze uwagi krytyczne.

4.1 Ważniejsze uwagi krytyczne do części literaturowej

1. Większość badań do pracy wykonano zaawansowanymi dyfrakcyjnymi metodami rentgenowskimi. Stwierdzam brak przykładowych poszerzonych analiz zapisów dyfrakcyjnych w obu geometriach dyfrakcji tj. BB i SKP w kierunku pozyskania uproszczonych wskaźników zawartych w obrazach dyfrakcyjnych jak: rozmiar kryształitów, parametry sieci, energia zmagazynowana, gęstość BU i wakacji.
2. Podpisy pod prawie wszystkimi rys. np.3, 4, 9, 11, 13 dotyczącymi mikrostruktur Autorka teksturowania i poszerzonej interpretacji informacji nazywa nieprawidłowo „Strukturami”.
3. Niektóre rys. i tabele są zbyt ogólnikowo podpisane, przez co są mało komunikatywne np. rys. 2.6, tab.2.3 i 2.4 . Ten problem dotyczy też innych rysunków i tabel.
4. Powszechnie używany jest opis np. str.49 cyt. „W pracy [103] badano....., zamiastW pracy Kiera-Belec i Gajda-Kucharska [103].badano... itd....
5. Niektóre rys. opisano błędnie np. rys.3.71 i rys. 3.72, gdzie opisano w poz.c FRO, podczas gdy są to odwrotne figury biegunowe generowane z FRO.
6. Wykonany przegląd literatury i badania własne wskazały, że wieloskładnikowe nierdzewne stale kryją wciąż wiele nowych właściwości umożliwiających nowe zastosowania

4.2 Ważniejsze uwagi krytyczne dotyczące części eksperymentalnej pracy

1. Na stronie 93 Autorka wymienia zestaw badanych stopów – 2 dla układu Fe-Cr-Ni-Mn. Niestety ta informacja nie jest dokładna bo badano dwa wytopy jednego stopu.
2. W rozdziale 2.3.5 – opis rtg. metod badawczych – w opisie rtg metody badania tekstur zamieszczono nieprecyzyjną informację jakoby α i β były obrotami a są kątami oraz. że na rys.2.6 b zawiera sposób prezentacji danych pomiarowych podczas gdy rys. reprezentuje projekcję stereograficzną wspomnianych kątów α i β .
3. Nie zinterpretowano różnicy rtg. obrazów dyfrakcyjnych rys. 3.55 i 3.56 dla zgniotu 70%.
4. Nie zinterpretowano różnicy ilości faz badanej stali rozciąganej w temp. -196 C dla obu wytopów (Tab. 3.6).
5. Nie zinterpretowano różnicy ilości faz rys. 3.15 i Tab. 3.5.
6. W pracy dominowały rentgenowskie metody dyfrakcyjne. Pomiaru wykonano przy zastosowaniu dwóch długości fal $\lambda_{Cu_{K\alpha}}$ i $\lambda_{Co_{K\alpha}}$. Dlaczego efektywną głębokość analizowano tylko dla $\lambda_{Cu_{K\alpha}}$? (Rys.2.5). Z tego rysunku wynika, że dyfrakcja przy użyciu lampy Cu sięga zaledwie ułamka mikrometra a więc mniej niż wynoszą nierówności powierzchni. Z tego punktu widzenia można to uznać za niewłaściwy dobór promieniowania X.
7. Uzyskane wyniki pomiaru tekstury metodą EBSD są porównywalne z uzyskanymi metodą dyfrakcji rentgenowskiej co już powszechnie wiadomo. Zatem rodzi się pytanie o cel dublowania dość drogich badań?



4.3. Ocena Rozdziału „Wyniki badań i ich analiza oraz wnioski”

Metodami rentgenowskiej analizy fazowej zidentyfikowano austenit i martenzyt odkształceniowy α' po walcowaniu na zimno i po rozciąganiu w obniżonej temperaturze.

Rozciąganie w temperaturze -196°C zwiększa udział fazy α' aż do 90% obj. Rozwój tekstury w czasie odkształcenia plastycznego na zimno jest związany z równoczesną zmianą mikrostruktury obu faz stali. Efektem tego jest wzrost wytrzymałości prawie do 2000 MPa.

Badania tekstury krystalograficznej są w tej pracy na wysokim poziomie. Teksturę odkształconego plastycznie austenitu można opisać idealną orientacją $\langle 110 \rangle \parallel \text{KN}$, w tym orientacją Gossa $\{110\}\langle 001 \rangle$ i orientacją typu $\{110\}\langle 112 \rangle$. Po walcowaniu na zimno 30% w teksturze martenzytu α' najsilniejszą orientacją jest $\{001\}\langle 110 \rangle$, natomiast po plastycznym odkształceniu ok.70% dominują orientacje typu $\{111\}\langle 112 \rangle$ i $\{112\}\langle 110 \rangle$. Natomiast podana składowa fazy alfa materiału B $\{665\}\langle 112 \rangle$ jest błędna (Tab.3.7). Te orientacje dopasowano zarówno na figurach biegunowych jak i na przekrojach FRO. Dodatkowo policzono intensywności maksymalne na figurach biegunowych i na FRO. Zwykle zachowana jest zależność proporcjonalna pomiędzy stopniem deformacji a intensywnością maksimum figury biegunowej.

Do krytycznych uwag można zaliczyć brak spełnienia zasady maksymalnego wykorzystania otrzymanych wyników i danych. Np. nie analizowano zróżnicowanego kształtu linii dyfrakcyjnych i refleksów dyfraktogramu elektronowego i rentgenowskiego, nie wykorzystano możliwości określania ułamka objętościowego faz z mikrostruktur, który mógłby posłużyć do uściślenia ilościowej analizy fazowej teksturovaniych faz. To jest spostrzeżenie istotne zwłaszcza w połączeniu z różnicą określenia zawartości fazy alfa metodą ilościowej rtg. analizy fazowej i z mikrostruktury obserwowanej pomiarami EBSD (rys.3.16 i tab.3.5).

Otrzymano interesujący wynik wzrostu zarówno wytrzymałości jak i ciągliwości (plastyczności) po odkształceniu w temperaturach niskich np. -196°C . Jaki jest tego powód i czy podjęto w tym kierunku jakieś kroki wdrożeniowe, publikacyjne czy też patentowe?

Z badań wyciągnięto 9 wniosków, które odzwierciedlają prawie całość ważniejszych wyników badań. Jednak stwierdzam, że pominięto w nich część wyników, które uważam za ważne na tyle, że mogły znaleźć odzwierciedlenie w dyskusji wyników a nawet we wnioskach. Chodzi mi mianowicie o możliwość potwierdzenia krystalograficznych zależności Baina, K-S czy NW na podstawie badań tekstury przy tak szeroko udokumentowanej przemianie fazowej $\gamma \Rightarrow \alpha'$.

Podsumowując opis pracy stwierdzam, że:

- 1) Treść rozprawy odpowiada tematowi określönemu w tytule
- 2) Teza pracy i cele są jasno sformułowane lecz pozostaje niedosyt w zakresie ukierunkowania naukowych dowodów i postawionych celów.
- 3) Zamiast badania dwóch tych samych materiałów powinien być jeden za to z dwoma procesami przeróbki plastycznej lub odwrotnie

- 4) Zastosowana metodyka badań jest adekwatna do postawionego problemu naukowego, choć polemicznie zapytuję o cel dodatkowego badania tekstury technika EBSD?
- 5) Rozprawa stanowi rozwiązanie postawionego problemu naukowego
- 6) W niektórych punktach analizy wyników można zauważyć zawężoną interpretacją uzyskanych wyników. Moim zdaniem te nowe właściwości stali, a zwłaszcza przy pewnym dodatku Mn, Mo, Al., Ti innych np. do stopu B i przy tych zróżnicowanych mikrostrukturach, teksturach, umocnieniu za mało włożono wysiłku interpretacyjnego wskazującego nowe obszary zastosowania omawianych stali austenitycznych. Można wskazać aby przy dalszych analizach uzyskanych wyników i w publikacjach podjąć ten kierunek.
- 7) Pozycje literatury zostały właściwie dobrane i wykorzystane

5. Ocena wartości merytorycznej pracy i wniosek końcowy

Recenzja pracy naukowej jest z natury polemiczna. Zawarte krytyczne uwagi wymagające publicznej wypowiedzi Autorki są pokreślone. Bilans uwag krytycznych i ocen pozytywnych recenzowanej pracy jest korzystny dla całości pracy doktorskiej.

Powyższe uwagi krytyczne nie obniżają w decydującym stopniu merytorycznej wartości naukowej rozprawy. Utrzymuję jednak, że przedłożone krytyczne uwagi mogą posłużyć Autorce do udoskonalenia warsztatu naukowego do poszerzonej interpretacji wyników co przyczyni się do podniesienia poziomu planowanych publikacji. Pozytywnie oceniam fakt, że Doktorantka dążyła do zbadania i odkrycia nowych własności faz badanych stopów po różnych operacjach technologicznych co przyczyni się do poszerzenia oferty ich zastosowania.

Wyniki badań wskazały nowe kierunki dalszych badań i wytyczyły drogę do ewentualnych prac o charakterze wdrożeniowym tych stopów w przemyśle chemicznym, spożywczym, farmaceutycznym a także po modyfikacji składu chemicznego do zastosowań w inżynierii biomedycznej. Różnorodnymi operacjami technologicznymi uzyskano ponad 300%-we umocnienie badanego stopu co stanowi ważne osiągnięcie tej pracy.

Praca stanowi rozwiązanie postawionego problemu naukowego. Dowodzi ona, że Autorka posiadała niezbędny zasób wiedzy z zakresu inżynierii materiałowej, wykazała się znajomością nowoczesnej metodyki naukowej, opanowała umiejętność wykorzystywania wielu instrumentalnych metod badań, posiadała umiejętność stawiania hipotez, ich weryfikacji, analizowania uzyskanych wyników i wyciągania logicznych wniosków.

Rozprawa również dowodzi, że Autorka opanowała już warsztat pracy naukowej i porusza się swobodnie w dziedzinie inżynierii materiałowej, w szczególności w fizykochemii metali, inżynierii materiałów i metalurgii. Napisana praca doktorska stwarza przesłanki do stwierdzenia, że Autorka stała się wysokiej klasy specjalistką, szczególnie w obszarze wysokostopowych stali nierdzewnych jak i nowoczesnej metodyki badania materiałów.

W związku z powyższym podsumowując niniejszą recenzję opiniowanej pracy doktorskiej *Pani mgr inż. Agnieszki Kurc-Lisieckiej* wykonanej pod opieką promotora Pana Prof. Pol. Śląskiej dra hab. inż. Wojciecha Ozgowicza stwierdzam, że praca doktorska spełnia wymagania określone we wcześniej wymienionej 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) i wnioskuję do Rady Wydziału Mechanicznego Technologicznego Politechniki Śląskiej w Gliwicach o dopuszczenie Pani mgr inż. Agnieszki Kurc-Lisieckiej do publicznej obrony.

/Stanisław J. Skrzypek/

