

Recenzja

rozprawy doktorskiej mgr inż. Liwii Sozańskiej-Jędrasik

p.t. „Struktura i własności nowo opracowanych stali wysokomanganowych typu TRIPLEX”,

napisanej pod kierunkiem dr hab. inż. Janusza Mazurkiewicza, prof. P.Ś.

wykonana na zlecenie Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Śląskiej

z dnia 7 lipca 2020 r.

1. Ogólna charakterystyka rozprawy

Rozprawa doktorska Pani mgr inż. Liwii Sozańskiej-Jędrasik została wykonana na dwóch nowo opracowanych stalach Fe-Mn-Al-C typu TRIPLEX, nazywanych tak ze względu na ważny udział trzech faz, tj. austenitu, ferrytu i węglików w tworzeniu wysokich własności mechanicznych. Najważniejsze, bo decydujące o ostatecznych własnościach, są jednak nanowymiarowe węgliki κ o wzorze $(\text{Fe},\text{Mn})_3\text{AlC}$, tworzące się w obszarach wzbogaconych w węgiel w wyniku rozpadu spinodalnego. Wysokie własności stale TRIPLEX uzyskują w wyniku obróbki cieplno-plastycznej i umocnienia węglnikami κ podczas chłodzenia po przeróbce plastycznej. Nie wymagają zatem żadnych dodatkowych zabiegów cieplnych. Dodatek minimum 8 % Al czyni je tzw. stalami „lekkimi” o wysokim ilorazie $R_{p0,2}/R_m$ co czyni te stale bardzo efektywnymi w budowanych z nich konstrukcjach. Jednakże, jak dotychczas, brakuje pełnej informacji o strukturze tych stali i przede wszystkim brakuje optymalnej technologii ich wytwarzania. Podjęcie badań poszukujących związku pomiędzy technologią (parametrami) przeróbki cieplno-plastycznej i sposobem końcowego chłodzenia a własnościami w stopach wieloskładnikowych jest przedsięwzięciem niezwykle trudnym. Dlatego rozprawa doktorska Pani Liwii Sozańskiej-Jędrasik z założenia jest trudna. Z pewnością była też trudna do wykonania, ponieważ jej część technologiczna: nie tylko wytop ale także wstępna przeróbka plastyczna na prasie oraz symulacja odkształcenia plastycznego na gorąco z wykorzystaniem symulatora Gleeble 3800 i na Linii do Półprzemysłowej Symulacji walcowania w IMŻ, wymagały precyzyjnie zaprogramowanych parametrów. Czytając tę część pracy ma się nieodparte wrażenie, że staranność wykonania tych programów, poprzedzonych analizami zaniku umocnienia odkształceniowego, miała

Biuro Dziekana

złupnięto dnia 24.08.2020

nr 54/RD/16/1 zat. *
006/2019/20

decydujące znaczenie w osiągnięciu wysokich własności obu, badanych później przez Doktorantkę w laboratoriach stali.

Celem Autorki pracy było bowiem zbadanie wpływu obróbki cieplno-plastycznej na strukturę i własności dwóch nowo opracowanych stali typu TRIPLEX o skróconych nazwach X98 i X105, różniących się nieznacznie zawartością węgla oraz zawartością Nb i Ti.

W całej pracy przewija się wątek aplikacyjny zaplanowanych, wspólnie z Promotorem, badań tych nie dość jeszcze poznanych stali. Jednakże, na str.63, po dokonanej analizie literatury światowej, autorka otwarcie pisze, że „realizacja w/w celu pracy powinna być wkładem do światowej nauki dla lepszego poznania ... mechanizmów strukturalnych odpowiadających za wysokie własności wytrzymałościowe ... stali TRIPLEX...”. Dlatego zaskakująco pewnie brzmi teza rozprawy.

Autorka twierdzi, że „... bardzo dobre własności mechaniczne wielofazowych wysokomanganowych stali konstrukcyjnych (chodzi oczywiście o stale typu TRIPLEX) są wynikiem oddziaływania mechanizmów umocnienia związanych z w wydzieleniem węglików ... $(Fe,Mn)_3AlC$ (określanych jako węgliki κ), których morfologię i miejsce występowania można kontrolować poprzez obróbkę cieplno-plastyczną”.

I rzeczywiście, cała część laboratoryjna pracy Pani Liwii Sozańskiej-Jędrasik służyła udowodnieniu tej tezy, tzn. śledzeniu morfologii i miejsc występowania węglików κ w dwóch gatunkach stali TRIPLEX poddanych zabiegom obróbki cieplno-plastycznej, które w końcu (od 850 °C) oziębiano: bezpośrednio w wodzie (wariant 1) – dla oceny wpływu umocnienia odkształceniowego przez zdrowienie dynamiczne, w wodzie ze zwłoką 30 s (wariant 3) – dla oceny wpływu rekrytalizacji statycznej lub chłodzono w powietrzu (wariant 2) – dla oceny wpływu rekrytalizacji statycznej i metadynamicznej.

2. Ocena pracy

Praca została zaplanowana i wykonana perfekcyjnie. Ta wysoka ocena pracy wynika stąd, że najpierw, w oparciu o informacje płynące z literatury światowej, zaplanowano skład chemiczny dwóch stopów o takiej samej zawartości Mn (23,83 %) i Al (10,76 %). Stopy różniły się głównie zawartością C (0,98 % i 1,05 %) oraz obecnością w stopie o mniejszej zawartości węgla mikrododatków Nb (0,048%) i Ti (0,019 %), które swymi węglnikami miały ograniczać rozrost ziarna. Dlatego w stopie o mniejszej zawartości węgla (0,98 %) rzeczywista zawartość węgla w osnowie była jeszcze mniejsza, ponieważ silnie węglkotwórcze: Nb i Ti wiążą tyle węgla ile wynika ze składu stechiometrycznego tworzonych przez nie węglików typu MC; zwłaszcza dotyczy to Nb.

Natomiast jeśli chodzi o zaprojektowanie odkształcenia plastycznego, to najpierw określono wpływ temperatury i prędkości odkształcenia plastycznego na naprężenie uplastyczniające stali, następnie dokonano analizy zaniku umocnienia odkształceniowego

czyli kinetyki rekrytalizacji przy 900 i 1000 °C i dopiero wtedy zaprojektowano najpierw czteroetapowy a na końcu ośmioetapowy proces ściskania na gorąco w symulatorze Gleeble 3800. Niezależnie od odkształcenia na symulatorze Gleeble, wykonano walcowanie badanych stali na Linii do Półprzemysłowej Symulacji Walcowania w IMŻ, wg technologii zbliżonej do czteroetapowego ściskania realizowanego wcześniej w symulatorze Gleeble. Tak przygotowany materiał poddany był badaniom:

1. Metalograficznym, metodami mikroskopii świetlnej i elektronowej skaningowej, dzięki której wykonano :
 - pomiary parametrów stereologicznych ujawnionych struktur,
 - określono ilościowo składy chemiczne badanych mikroobszarów,
 - badania dyfrakcyjne, m. in. techniką dyfrakcji elektronów wstecznie sprężyste rozproszonych (EBSD).
2. Izolacji węglików poprzez rozpuszczanie osnowy w kwasie solnym oraz poprzez rozpuszczanie anodowe.
3. W mikroskopie elektronowym transmisyjnym stosując do cienkich folii ścienianie jonowe i technikę FIB.
4. Mechanicznym w statycznej i dynamicznej próbie rozciągania oraz w próbie udarności.
5. Rentgenowskim wykonując jakościową analizę fazową.
6. Badaniom gęstości.

Wyróżnić tu należy badania elektronomikroskopowe z których słynie ośrodek w Gliwicach a Promotor Autorki rozprawy, Pan Profesor dr hab. inż. Janusz Mazurkiewicz od dawna jest znanym i cenionym autorytetem w tej technice, nie tylko w kraju ale i na świecie. Trudno zatem byłoby Autorce rozprawy zejść poniżej normalnie, bardzo wysokiego poziomu tych badań.

Ciekawe są badania udarowego rozciągania, zarówno ze względów aplikacyjnych (katastrofy drogowe) jak i poznawczych. Gdyby jeszcze udało się powiązać szybkość odkształcenia nie tylko z własnościami wytrzymałościowymi ale i ze zmianami w mikrostrukturze stali, można by wprowadzić dla poszczególnych gatunków pojęcie tzw. pamięci szybkości odkształcenia plastycznego. W pracy Autorka ograniczyła się tylko do oceny zmian twardości w zależności od odległości od miejsca przełomu w statycznej próbie rozciągania. Oczywiście nie był to cel główny tych badań ale w przypadku sukcesu technologicznego stali TRIPLEX ten kierunek badań, zwłaszcza wobec takich możliwości aparaturowych i intelektualnych byłby uprawniony.

Rozdział 4.3 zatytułowany „Wyniki badań strukturalnych stali X98 i X105 typu TRIPLEX” to opis osobistych możliwości i umiejętności Autorki rozprawy. Zmieszczono w nim

przepiękne zdjęcia mikrostruktury badanych stali i to zarówno z mikroskopu świetlnego jak i z mikroskopów elektronowych. Szczególną uwagę Autorka zwracała na węgliki κ , których wielkość zmieniała się od kilku nanometrów do nawet 800 nm w stali X105. A w badaniach SEM, wykorzystując technikę dyfrakcji elektronów wstecznie sprężycie rozproszonych (EBSD), pokazała w sposób bardzo poglądowy, wpływ wariantów obróbki cieplno-plastycznej na zmianę mikrostruktury, udziału i rozkładu poszczególnych faz, wielkości ziarna, orientacji krystalograficznej oraz kątów dezorientacji ziaren badanych stali.

Ciekawe, zwłaszcza pod względem morfologicznym, są wyizolowane przez Autorkę ze stali X98 węgliki na bazie Nb i Ti oraz najprawdopodobniej węgliki M_7C_3 a także najważniejsze węgliki κ - $(Fe,Mn)_3AlC$ wyizolowane ze stali X105.

Praca zawiera również obszerne badania faktograficzne zarówno po kuciu swobodnym jak i po walcowaniu na gorąco i chodzeniu zarówno w wodzie jak i po chłodzeniu w powietrzu próbek zerwanych w próbie rozciągania jak i próbek udarnościowych.

Popisowe są badania struktury obu stali w mikroskopach STEM i TEM wykorzystujące do badań dyfrakcyjnych dedykowane obszary struktury pozyskiwane przy użyciu mikroskopu elektronowo-jonowego FIB. Staranne obrazy struktury, starannie wybrane miejsca do analizy i staranne dyfrakcje powodują, że czytający pracę czuje się pewnie i komfortowo. Rysunki 143 – 156 to galeria mikrostruktur i dyfrakcji badanych stali.

Badania elektronomikroskopowe uzupełnia rentgenowska jakościowa analiza fazowa, która potwierdziła istnienie wszystkich faz, które stwierdzono metodami mikroskopowymi, także fazę międzymetaliczną Fe_3Al o strukturze DO_3 nazywaną aluminkiem żelaza.

Pracę kończą badania gęstości obu gatunków stali TRIPEX, które wynoszą odpowiednio: $6,67 \text{ g/cm}^3$ – dla stali X98 i $6,45 \text{ g/cm}^3$ – dla stali X105, co w porównaniu z gęstością $7,85 \text{ g/cm}^3$ – stali konstrukcyjnych wskazuje, że wykonywane w przyszłości ze stali TRIPLEX obiekty będą lżejsze o 15 %.

Najważniejsze dla tej pracy jest jednak stwierdzenie Autorki zamieszczone na str. 181, które w pełni podzielam, że udowodniła postawioną tezę pracy, iż „bardzo dobre własności mechaniczne wielofazowych wysokomanganowych stali konstrukcyjnych są wynikiem oddziaływania mechanizmów umocnienia związanych z wydzieleniem węglików o składzie stechiometrycznym $(Fe,Mn)_3AlC$ określanych jako węgliki κ , których morfologię i miejsce występowania można kontrolować poprzez obróbkę cieplno-plastyczną”.

3. Uwagi i pytania do Autorki rozprawy

Uwagi.

Ponieważ pracę doktorską Pani Liwii Sozańskiej-Jędrasik czytałem bardzo starannie, dlatego znalazłem 9 tzw. literówek, na str. 8, 32, 35, 42(2x), 51, 86, 110 i 156. Z pewnością przez nieuwagę użyła na str. 14 określenia „igła martenzytowa” zamiast igła martenzytu a na str. 52 „mikroskop optyczny” zamiast świetlny. Zamiast pisać na str. 100, że udarność jest

„wyższa” a na str. 130, że udział bliźniaków jest „kilkakrotnie wyższy” lepiej byłoby napisać, że te wielkości są po prostu większe.

Zawsze będę się „czepiał” sformułowania „obróbka plastyczna wlewka...” (str. 67) wtedy gdy dochodzi do wyraźnej zmiany przekroju (stopnia przerobu), rezerwując określenie „obróbka plastyczna” do operacji gięcia, wyginania, skręcania w których stopień przerobu jest bardzo mały. Pewnie dlatego w Poznaniu mamy Instytut Obróbki Plastycznej a w AGH Katedrę Plastycznej Przeróbki.

Zauważyłem również, że Autorka rozprawy ma „zamiłowanie” do słowa „stosunek” (str. 10, 11, 16, 17) gdy w trzech przypadkach można było użyć lepiej oddającego, jak sądzę, myśl Autorki słowa „iloraz” lub zamiast „w stosunku” określenia „w porównaniu”.

Na rys. 88 brakuje informacji, że mikrostruktura zamieszczona dotyczy stali X105.

Pytania.

1. Co oznaczają naprężenia σ_0 , σ_1 , σ_2 w tabelach 15 i 16 na str. 90?
2. Czy gniot krytyczny i odkształcenie ϵ_{max} odpowiadające maksymalnej wartości naprężenia uplastyczniającego to jest ta sama wielkość?
3. Ze zdziwieniem przeczytałem na str 153, że węgliki (Nb,Ti)C „charakteryzują się siecią regularną ściennie centrowaną (FCC)”. Ciekaw jestem co na to powiedziała by H.J. Goldschmidt. Również nie wiem dlaczego Autorka rozprawy przypisała w tabeli 23 na str. 177 węglikom typu M_7C_3 także sieć FCC?
4. Jakie jest źródło wykresu A.L. Schaefflera zamieszczonego na str. 65, który jest poszerzony względem oryginału?

Na tym wykresie, który Autorka zamieszcza w pracy, we wzorze na równoważnik Cr występuje bowiem Ti ze współczynnikiem 2 i Al ze współczynnikiem 5,5 a we wzorze na równoważnik Ni azot jest zsumowany (z pewnością słusznie) z węglem. Ponadto, przed Ti powinna być * a nie +. Wg źródła z którego korzystała Autorka oś rzędnych jest rozciągnięta do 45 % a oś odciętych do 60 %, dzięki czemu na wykresie zmieściły się stale badane przez Autorkę rozprawy.

4. Wniosek końcowy

Moje uwagi i pytania, które zamieściłem wyżej w niczym nie umniejszają wartości pracy i profesjonalizmu Autorki w dyscyplinie Inżynieria Materiałowa. Podjęła się tematyki niezwykle trudnej, złożonej, nieunormowanej technologicznie, w której wszyscy gorączkowo poszukują optymalnej technologii przeróbki cieplno-plastycznej i umocnienia wydzieleniowego węglkami κ stali TRIPLEX. Na podstawie załączonej literatury widać, że wyniki badań Pani Liwii Sozańskiej-Jędrasik są najbardziej komplementarne i tworzą największy krok w poznaniu tych trudnych do opanowania stali. Sama rozprawa jest wieloetapowa, wielowątkowa i może być przedmiotem kilku wartościowych publikacji. Warsztat naukowy Autorki, jej staranność i dociekliwość muszą budzić szacunek a nawet zachwyt podczas analizy wyników Jej badań. Jest w tym pewnie udział Promotora pracy

Prof. dr hab. inż. Janusza Mazurkiewicza. Dlatego w tym miejscu z rozrzewnieniem konstatuje, że to już czwarte pokolenie osiąga w Gliwicach wyżyny mikroskopii elektronowej w zastosowaniu do badań materiałów.

Będąc pod wielkim wrażeniem wykonanych badań i osiągniętych wyników przez Panią mgr inż. Liwię Sozańską-Jędrasik, wnioskuję do Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa w Politechnice Śląskiej o nadanie Jej stopnia doktora nauk technicznych. Ponadto, ze względu na zakres badań, jakość ich wykonania i osiągnięte wartościowe wyniki, proszę Radę Dyscypliny o wyróżnienie rozprawy.

A handwritten signature in black ink, consisting of several loops and a final flourish, positioned to the right of the main text block.