

Prof. dr hab. inż. Bogdan Garbarz
bogdan.garbarz@git.lukasiewicz.gov.pl
☎ +48 32 2345 249
Sieć Badawcza Łukasiewicz – Górnśląski
Instytut Technologiczny
44-100 Gliwice
ul. K. Miarki 12-14

Gliwice, 26.07.2023 r.

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr. inż. Krzysztofa Wasiaka pt.:

„Kształtowanie mikrostruktury i właściwości nawęglonej stali 35CrSiMn5-5-4 przy wykorzystaniu nowoczesnych metod obróbki cieplnej”

wykonanej na Wydziale Inżynierii Materiałowej Politechniki Warszawskiej

1. Podstawa wykonania recenzji

Niniejsza recenzja została opracowana na zlecenie Rady Naukowej Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Warszawskiej (pismo z dn. 12.06.2023 r.) zgodnie z zasadami zawartymi w Ustawie z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce: Dział V - stopnie i tytuł w systemie szkolnictwa wyższego i nauki.

2. Przedmiot recenzji

Przedmiotem recenzji jest rozprawa doktorska autorstwa Pana mgr. inż. Krzysztofa Wasiaka pt.: „Kształtowanie mikrostruktury i właściwości nawęglonej stali 35CrSiMn5-5-4 przy wykorzystaniu nowoczesnych metod obróbki cieplnej” przedstawiona do obrony w dyscyplinie naukowej Inżynieria Materiałowa. Promotorem rozprawy jest Pan dr hab. inż. Wiesław Świątnicki, profesor uczelni. Recenzowana rozprawa ma postać książki o 173. stronach i składa się z właściwego opracowania ze spisem treści, streszczenia w języku polskim i w języku angielskim oraz wykazu wybranych symboli i skrótów użytych w tekście. Opracowanie zawiera 100 rysunków w postaci wykresów, diagramów, schematów i fotografie oraz 23 tabele.

3. Tematyka, cel i teza rozprawy

Motywuując się aktualnymi kierunkami zrównoważonego i proekologicznego rozwoju technologii wytwarzania materiałów konstrukcyjnych, Doktorant Pan mgr inż. Krzysztof Wasiak – funkcjonujący naukowo w obszarze teorii i aplikacji obróbki cieplnej stali, wybrał jako tematykę swojej pracy doktorskiej zbadanie możliwości opracowania podstaw materiałoznawczych i parametrów technologicznych nowej obróbki cieplnej nawęglonej stali konstrukcyjnej, wykazującej zalety w stosunku do standardowej obróbki obejmującej hartowanie objętościowe lub powierzchniowe, ewentualne wymrażanie i niskotemperaturowe odpuszczanie nawęglonego przedmiotu. Nowymi aspektami obróbki cieplnej zaplanowanymi do zbadania i opracowania przez Doktoranta było wytworzenie w nawęglonej warstwie mikrostruktury zawierającej nanobainit bezwęglkowy i austenit

resztkowy – z ewentualnym udziałem fazy trzeciej – i jednocześnie otrzymanie w nienawęglonym rdzeniu takiego rodzaju mikrostruktury, który spełniłby wymagania w zakresie właściwości mechanicznych. Zaplanowane do opracowania operacje obróbki cieplnej zostały oparte na opracowanej w Politechnice Warszawskiej technologii kształtowania mikrostruktury stali nazwanej B-Q&P – *Bainitization-Quenching and Partitioning*, składającej się z trzech etapów: częściowej przemiany bainitycznej (etap B), niepełnego hartowania martenzytycznego (etap Q) i dyfuzyjnej redystrybucji węgla (etap P). Nowa obróbka przeznaczona jest głównie do nadawania finalnych właściwości kołom zębatym eksploatowanym w warunkach silnych obciążeń. Przewidywane zalety nowej obróbki cieplnej B-Q&P w stosunku do obróbki standardowej polegają głównie na wytworzeniu warstwy utwardzonej o wyższej odporności na zużycie ściernie oraz uzyskaniu niższych naprężeń resztkowych w obrobionych kołach zębatych, przy zastosowaniu operacji obróbki cieplnej o mniejszym negatywnym oddziaływaniu na środowisko. Przedstawiona powyżej tematyka rozprawy jest więc zgodna z najnowszymi kierunkami proekologicznego rozwoju tradycyjnych technologii produkcyjnych, do których należy wytwarzanie stalowych części maszyn i urządzeń.

Sformułowana przez Doktoranta teza pracy sprowadza się do stwierdzenia, że zaproponowana nowa obróbka cieplna nawęglonej stali konstrukcyjnej obejmująca operację nanostrukturyzacji warstwy nawęglonej w wyniku bainityzacji pozwala jednocześnie wytworzyć korzystną mikrostrukturę rdzenia i uzyskać wymagane właściwości eksploatacyjne warstwy wierzchniej i rdzenia obrobionych w ten sposób kół zębatych. Poza głównym celem rozprawy wynikającym z tezy, Doktorant ustalił trzy cele aplikacyjne: opracowanie parametrów obróbki cieplnej typu B-Q&P dla kół zębatych nawęglonej stali 35CrSiMn5-5-4, wytworzenie w warstwie nawęglonej stali 35CrSiMn5-5-4 mikrostruktury nanokrystalicznej zapewniającej twardość minimum 700 HV_{0,2} oraz uzyskanie udarność rdzenia nawęglonej stali 35CrSiMn5-5-4 równej lub większej niż 27 J. Na tle obecnego stanu wiedzy w obszarze obróbki cieplnej kół zębatych przeznaczonych do budowy przekładni eksploatowanych w warunkach dużych obciążeń, cele pracy są nowatorskie i ambitne.

4. Ocena ogólna i edytorska rozprawy

4.1. Tytuł rozprawy i kompozycja treści

Tytuł rozprawy ściśle oddaje jej zawartość i istotę wykonanych badań. Zasadnicza część rozprawy składa się z dziesięciu rozdziałów następujących po sobie zgodnie ze standardową kolejnością stosowaną w pracach naukowych, tj. przegląd literatury, cel i teza pracy, materiał do badań i koncepcje obróbek cieplnych, zakres i metodyka badań, wyniki badań i ich dyskusja oraz podsumowanie wyników i wnioski. Opracowanie jest poprzedzone wykazem użytych symboli i skrótów oraz spisem treści. Rozdział pierwszy jest wstępem przedstawiającym motywację i uzasadnienie wyboru tematu badań oraz główny cel pracy i istotę problemu do rozwiązania. Rozdział 2 obejmuje 43. stronicowy

przegląd literatury przedstawiający naukowy i technologiczny stan wiedzy z zakresu kształtowania mikrostruktury stali z wykorzystaniem zabiegów obróbki cieplnej. W rozdziale 3 Doktorant przedstawił w sposób zwięzły cele i tezę rozprawy. Rozdziały od 4 do 9 zawierają opisy badanego materiału, zastosowanych metod badań oraz wyniki badań i ich dyskusję. Każdy z rozdziałów zawierających wyniki efektów zastosowania poszczególnych odmian obróbki cieplnej zakończony jest podsumowaniem. W ostatnim 10. rozdziale Autor zamieścił posumowanie uzyskanych wyników badań i analiz oraz dużą liczbę szczegółowych wniosków.

4.2. Poziom edytorski i językowy

Ogólna jakość edytorska tekstu, czytelność diagramów i mikrofotografii struktur jest na dobrym poziomie, chociaż występują wyjątki. Do takich wyjątków można zaliczyć niewystarczającą czytelność niektórych zamieszczonych w pracy reprodukcji obrazów mikrostruktur otrzymanych metodami TEM i SEM, na których nie jest rozróżnialna substruktura w postaci dyslokacji, drobnych wydzieleni i granic pomiędzy listwami – przykłady na rys. 9.21, 9.43, W pracy występuje stosunkowo dużo błędów literowych oraz usterek językowych i redakcyjnych, których doliczyłem się w sumie ok. 75.

W zakresie nazewnictwa specjalistycznego i terminologii naukowej, można sformułować następujące uwagi do rozważenia przez Autora. W pracy nazwy polskie procesów, zjawisk fizycznych i składników mikrostruktury tworzono często metodą dosłownego „wyrazowego” tłumaczenia z języka angielskiego, proponując nowe terminy, nie występujące dotąd w polskojęzycznej literaturze naukowej lub nie oddające językowo istoty opisywanego zjawiska lub elementu mikrostruktury. Przykłady podano poniżej.

- Wielokrotnie w pracy występuje określenie sub-płytki bainitu, a w zasadzie chodzi o płytkę bainitu, co wynika także z określania w języku angielskim *sub-unit/platalet* (rys. 2.8), ponieważ *sub-unit* na rys. 2.8 oznacza jednostkę składową układu płytek – *sheaf*.
- Określenie *partitioning* zostało przetłumaczone jako partycjonowanie, ale lepszym i dokładniejszym określeniem wydaje się redystrybucja, które zostało użyte w kilku miejscach w pracy (np. str. 33 dyfuzyjna redystrybucja węgla), zwłaszcza że termin „partycjonowanie” jest już używany w obszarze IT.
- Na określenie przemiany bezdyfuzyjnej – w języku angielskim *displacive* zastosowano nazwę przemiana ścinaniowa, ale lepszym określeniem wydaje się przemiana mechanizmem ścinania, używana także w pracy (str. 12, 13).
- W całej pracy zastosowano termin % wagowe – ang. *weight %*, zamiast bardziej poprawnego wyrażenia w języku polskim „% masowe”.
- Określenie angielski *heating* przetłumaczono jako grzanie, ale ta operacja nosi nazwę nagrzewania.

- Oznaczenia / symbole niektórych mierzonych parametrów nie są zgodne ze znormalizowanym polskim nazewnictwem, np.: granica plastyczności przy określonym wydłużeniu trwałym – jest R_{02} , powinno być $R_{p0,2}$, wydłużenie równomierne w próbie rozciągania – jest A_r , powinno być A_{gt} , wydłużenie całkowite (do zerwania) – jest A_c , powinno być A_t .

W następujących miejscach występują błędy rzeczowe lub braki w opisie:

- w tabeli 2.1 w wierszu *Composition, wt %*, dwa razy podano Silicon (prawdopodobnie drugi przypadek to Sulfur),
- na mikrofotografiach na rys. 9.20 brak informacji o wielkości powiększenia,
- w opisie na diagramie na rys. 9.29 temperatura M_s zaznaczona jako linia przerywana powinna być przypisana warstwie z zawartością węgla 0,64%,
- na diagramie na rys. 9.50 jednostki na prawej osi rzędnych podano w formie ułamków, a oś opisano w [%].

4.3. Zestawienie i wykorzystanie materiałów źródłowych

Przegląd stanu wiedzy w zakresie wybranego tematu badań z obszaru inżynierii materiałowej Doktorant opracował z wykorzystaniem bazy materiałów źródłowych liczącej 191 pozycji. W analizowanym zestawie materiałów źródłowych znajdują się dwa artykuły naukowe ze współautorstwem Doktoranta, o tematyce zbieżnej z tematem pracy doktorskiej oraz opis patentowy, którego współautorem jest Doktorant - pozycje [66, 122 i 126]. Dobór materiałów źródłowych zapewnia dostęp do najnowszych wyników światowych badań w dziedzinie wiedzy obejmującej tematykę pracy. Zestaw publikacji obejmuje 13 najnowszych pozycji, które ukazały w latach 2020-2022.

5. Ocena merytoryczna rozprawy

5.1. Przegląd i podsumowanie stanu wiedzy dotyczącej badanego zagadnienia

Przegląd literatury zawiera opis podstawowych przemian fazowych zachodzących w stali oraz krótkie charakterystyki wybranych operacji obróbki cieplnej i cieplno – chemicznej, które są związane z zakresem tematycznym pracy. W formie wstępu do opisu przemian fazowych przechłodzonego austenitu podano podstawowe informacje o równowagowym układzie przemian fazowych Fe – C oraz o wykresach przemian fazowych stali konstrukcyjnych zachodzących w trakcie ciągłego chłodzenia (CTPc) oraz w trakcie wytrzymania izotermicznego (CTPi). Opisano mechanizmy powstawania oraz morfologię głównych składników strukturalnych powstających z przechłodzonego austenitu, w zależności od wielkości przechłodzenia lub szybkości chłodzenia i od zawartości węgla. Przedstawiono opisy mechanizmów zarodkowania i wzrostu oraz charakterystyki form morfologicznych i substruktury następujących produktów przemiany przechłodzonego austenitu: ferrytu allotriomorficznego, idiomorficznego i ferrytu Widmanstättena, poszczególnych odmian

morfologicznych bainitu: górnego, dolnego i bezwęglowego) oraz martenzytu płytkowego (wysokowęglowego) i listwowego (niskowęglowego). Ze względu na tematykę badań, najwięcej miejsca poświęcono przemianie bainitycznej i martenzytycznej oraz morfologii i substrukturze poszczególnych odmian strukturalnych bainitu i martenzytu. Charakterystyka obróbek cieplnych i cieplno – chemicznych obejmuje procesy bezpośrednio związane z zakresem badań zaplanowanych do wykonania w pracy: stosowaną w warunkach przemysłowych obróbkę *Quenching & Partitioning (Q&P)*, opracowaną w Politechnice Warszawskiej obróbkę B-Q&P (*Bainitizing – Quenching – Partitioning*), odpuszczanie martenzytu oraz operacje stosowane w obróbce cieplno – chemicznej i cieplnej kół zębatach. W podsumowaniu przedstawionego stanu wiedzy z dziedziny obejmującej tematykę rozprawy - w szczególności standardową obróbkę cieplną kół zębatach – Doktorant stwierdził, że zamiast obróbki cieplnej elementów nawęglonych z zastosowaniem operacji hartowania martenzytycznego i niskiego odpuszczania, można zastosować hartowanie izotermiczne w zakresie bainitycznym z wytworzeniem nanobainitu bezwęglowego w warstwie nawęglonej, co powinno zapewnić lepszą odporność na powstawanie pęknięć w trakcie eksploatacji.

Zaprezentowany przez Doktoranta przegląd literatury obejmuje zagadnienia stanowiące bazę aktualnego stanu wiedzy, wymaganą do zdefiniowania problemów będących przedmiotem pracy, określenia metod badań oraz przeprowadzenia interpretacji wyników badań. Wydaje się jednak, że brakuje analizy obecnego stanu wiedzy w dziedzinie korelacji ilościowych pomiędzy parametrami opisującymi morfologię składników mikrostruktury występujących po zastosowanych w pracy obróbkach (bainitu, martenzytu i austenitu reszkowego) a wielkościami charakteryzującymi właściwości mechaniczne. Zagadnienia te przedstawiono krótko i ogólnie we fragmentach poświęconych charakterystyce struktur bainitycznych (str. 20) i struktur martenzytycznych (str. 26, 29). Zależności pomiędzy rodzajem i parametrami mikrostruktury a właściwościami mechanicznymi stanowią jeden z najistotniejszych elementów interpretacji i dyskusji wyników uzyskanych w pracy badań.

5.2. Wybór i przygotowanie materiału do badań

Do badań wybrano stal konstrukcyjną średniowęglową stopową 35CrSiMn5-5-4 (35HGSA), która jest stosowana standardowo w stanie ulepszonym cieplnie lub po hartowaniu izotermicznym w zakresie temperatury 280 - 300°C. Jednym z istotnych powodów wyboru tego gatunku stali były wyniki wstępnych badań wskazujące, że możliwe jest wytworzenie na elementach z tej stali warstwy nawęglonej o zawartości węgla powyżej 0,6%, tj. stężenia wystarczającego do wytworzenia nanobainitu w warstwie powierzchniowej. Wykonano wytop laboratoryjny o składzie chemicznym w zakresie głównych pierwiastków: 0,35%C, 1,31%Cr, 0,95%Mn, 1,30%Si oraz 0,04%Al. Wlewki laboratoryjne przekuto na pręty, które stanowiły wyjściowy materiał do wykonania próbek.

W przypadku zastosowania stali 35CrSiMn5-5-4 (35HGSA) w sposób niestandardowy - tak jak w recenzowanej pracy na nawęglane koła zębate przekładni eksploatowanych w warunkach wysokich obciążeń – istotne są także inne od opisanych w rozprawie charakterystyki materiałowe, takie jak:

- zawartość, rodzaj i morfologia wtrąceń niemetalicznych; wstępnym wskaźnikiem określającym czystość metalurgiczną stali są zawartości siarki i tlenu, których brak w tabeli 4.2 zawierającej skład chemiczny wytworzonego materiału,
- stopień makrosegregacji i mikrosegregacji pierwiastków stopowych zależny m. in. od warunków odlewania i krzepnięcia oraz od stopnia przerobu plastycznego na gorąco; konsekwencją niejednorodności chemicznej jest niejednorodność mikrostruktury i właściwości mechanicznych.

5.3. Zakres badań i zastosowane metody badawcze

Zakres wykonanych badań obejmuje charakterystykę materiału wyjściowego w postaci laboratoryjnego wytopu stali 35CrSiMn5-5-4 (35HGSA), opracowywanie schematów i parametrów obróbek cieplnych, charakterystyki mikrostruktury uzyskanej po zastosowanych obróbkach oraz pomiary właściwości mechanicznych i eksploatacyjnych. Zbadanie przemian fazowych materiału użytego do badań było istotne z tego powodu, że stal 35CrSiMn5-5-4 została w pracy poddana obróbkom nietypowym dla tego gatunku stali. Do badań mikrostruktury zastosowano standardowe metody badań: mikroskopię świetlną (LM), skaningową mikroskopię elektronową (SEM), transmisyjną mikroskopię elektronową (TEM) oraz dyfrakcję rentgenowską (XRD). Charakterystyki przemian fazowych badanego materiału wstępnie określono metodą obliczeń z wykorzystaniem komputerowego programu JMatPro, a następnie ustalono za pomocą pomiarów dylatometrycznych. Zakres badań właściwości mechanicznych i eksploatacyjnych obejmował pomiary mikrotwardości i twardości, udarności metodą Charpy – V, wykonanie testów rozciągania, oceny odporności na pękanie za pomocą określenia współczynnika wytrzymałości R_s oraz pomiary odporności na zużycie ścierne i pomiary odkształceń hartowniczych. Pomiary zużycia ściernego wykonano z zastosowaniem metod „rolka – klocek” oraz „kula – tarcza”. Wielkość odkształceń hartowniczych oceniono na podstawie wielkości dystorsji próbki typu „C – ring”. Wymienione metody badań i rodzaj zastosowanej aparatury badawczej zostały poprawnie dobrane do rodzaju zaplanowanych eksperymentów i wyznaczonych celów do osiągnięcia pracy.

5.4. Projektowanie schematów i parametrów operacji obróbki cieplnej

Proces nawęglania stali 35CrSiMn5-5-4, jako technologia niestandardowa dla tego gatunku, wymagał wstępnego opracowania, które wykonano w celu uzyskania dwóch poziomów zawartości węgla na powierzchni: 0,65% i 0,80%. Nawęglaniu poddano próbki w postaci rurek o grubości ścianki 1 mm do badań dylatometrycznych (które nawęglono na wskroś) oraz próbki przeznaczone do pomiarów twardości i odporności na zużycie ścierne oraz do badań mikrostrukturalnych. W wyniku nawęglania

próżniowego otrzymano powierzchniowe stężenia węgla bardzo zbliżone do zakładanych: 0,64% C oraz 0,79% C.

Zaprojektowano dwie nowe technologie obróbki cieplnej przeznaczone do zastosowania do nawęglonej stali 35CrSiMn5-5-4 w celu uzyskania - w wyniku jednej obróbki - wymaganych właściwości jednocześnie warstwy nawęglonej i rdzenia: I - hartowanie izotermiczne w zakresie bainitycznym oraz II - obróbkę trój etapową obejmującą niepełną bainityzację (B), następującą bezpośrednio częściową przemianę martenzytyczną (Q) i następnie etap wygrzewania powodującego redystrybucję węgla z martenzytu do austenitu resztkowego (P): B-Q&P. W wyniku obróbki I spodziewaną mikrostrukturą warstwy ma być nanobainit, a mikrostrukturą rdzenia ma być mieszanina bainitu i martenzytu oraz austenitu resztkowego. Jako efekt obróbki II tj. B-Q&P przewidywano uzyskanie trójskładnikowej mikrostruktury w warstwie – bezwęglkowy nonoferryt bainityczny + odpuszczony martenzyt + austenit resztkowy, a w rdzeniu submikronową strukturę bainityczno – austenityczną. Jako poziom odniesienia w stosunku do nowych obróbek, wykonano standardową obróbkę składającą się z austenitowania w temperaturze 900°C, hartowania martenzytycznego i odpuszczania w temperaturze 200°C. Dla wymienionych wariantów obróbek cieplnych opracowano sub-warianty i parametry temperaturowo – czasowe, których wartości podano w części pracy zawierającej wyniki badań.

5.5. Ocena wyników wykonanych badań i ich interpretacji

5.5.1. Badanie przemian fazowych stali 35CrSiMn5-5-4 w stanie wyjściowym i w stanie nawęglonym metodą dylatometryczną

Wstępne informacje do zaprojektowania badań dylatometrycznych stali 35CrSiMn5-5-4 opracowano na podstawie obliczonych za pomocą programu JMatPro układów równowagi faz w funkcji temperatury oraz - dla stopu zawierającego ilości pierwiastków stopowych jak w stali 35CrSiMn5-5-4 - w funkcji zawartości węgla. Dane niezbędne do zaprojektowania obróbek cieplnych stali 35CrSiMn5-5-4 w stanie wyjściowym i w stanie nawęglonym oraz próbek do badań mikrostruktury wytworzonej w wyniku zastosowanych obróbek, uzyskano w wyniku badań dylatometrycznych. Metodą pomiarów dylatometrycznych ustalono m. in. następujące temperatury charakterystyczne i opracowano wykresy przemian fazowych:

- temperatury charakterystyczne przemian fazowych zachodzących podczas nagrzewania stali 35CrSiMn5-5-4 w stanie wyjściowym oraz w stanie nawęglonym o zawartości węgla 0,64%
- wykresy CTPi stali 35CrSiMn5-5-4 w stanie wyjściowym, w stanie nawęglonym o zawartości węgla 0,64% oraz w stanie nawęglonym o zawartości węgla 0,79%,
- wartości temperatury Ms stali 35CrSiMn5-5-4 w stanie wyjściowym w zależności od zastosowanej temperatury austenitowania w zakresie 880 - 1000°C.

Istotne informacje uzyskano także na podstawie analizy zmian wydłużenia próbek dylatometrycznych w funkcji temperatury lub czasu wytrzymania, uzyskanych dla określonych cykli temperaturowo – czasowych. Wyniki badań dylatometrycznych stanowią podstawowy materiał eksperymentalny wykorzystany w pracy do projektowania parametrów obróbek cieplnych będących głównym przedmiotem badań i w tym aspekcie należy podkreślić szeroki zakres wykonanych pomiarów dylatometrycznych oraz wnikliwą i kompetentną interpretację dylatogramów.

5.5.2. Efekty obróbki I: hartowanie izotermiczne w zakresie przemiany bainitycznej

Na podstawie wyników badań dylatometrycznych oraz analizy wpływu wielkości ziarna austenitu na mikrostrukturę i właściwości stali po przemianie przechłodzonego austenitu, ustalono takie same parametry austenitowania dla stali 35CrSiMn5-5-4 z warstwą nawęgloną o powierzchniowej zawartości węgla 0,64% i z warstwą nawęgloną o powierzchniowej zawartości węgla 0,79%: temperatura austenitowania równa 900°C i czas austenitowania 30 minut.

Hartowanie izotermiczne stali 35CrSiMn5-5-4 z nawęgloną warstwą o powierzchniowej zawartości węgla 0,64% C

Na podstawie analizy wykresu CTPi wybrano dwie wartości temperatury izotermicznej bainityzacji warstwy nawęglonej: 260°C oraz 320°C oraz ustalono czas wytrzymania w tych temperaturach równy 24 godziny. W trakcie chłodzenia próbek po obróbce izotermicznej nie stwierdzono przemiany pozostałego w warstwie austenitu. W wyniku przemiany w temperaturze 320°C w warstwie nawęglonej wytworzono mikrostrukturę składającą się z listew bainitu i dwóch form morfologicznych austenitu resztkowego, a w wyniku przemiany w temperaturze 260°C poza nanobainitem i austenitem resztkowym zaobserwowano także martenzyt. Obróbki izotermiczne w wymienionych temperaturach spowodowały powstanie w rdzeniu trójskładnikowej mikrostruktury składającej się z martenzytu, ferrytu bainitycznego i austenitu resztkowego. Wykonano szczegółowe badania mikrostruktury w warstwie nawęglonej i w rdzeniu z zastosowaniem technik SEM i TEM, zmierzono grubości płytek ferrytu bainitycznego i warstw austenitu resztkowego oraz wyznaczono metodą XRD zawartości austenitu resztkowego. Pomiary mikrotwardości na przekroju warstw nawęglonych i obrobionych cieplnie z zastosowaniem hartowania bainitycznego oraz standardowej obróbki cieplnej wykazały, że mikrotwardość powierzchniowa uzyskana po obróbkach izotermicznych jest niższa od założonej do uzyskania wartości równej 700 HV_{0,2}. Warstwy wytworzone w wyniku izotermicznej bainityzacji charakteryzują się wyższą odpornością na zużycie ściernie od warstwy obrobionej według technologii standardowej, a materiał rdzenia po zastosowaniu izotermicznych obróbek o podanych parametrach wykazuje znacznie większą udarność niż po konwencjonalnej obróbce składającej się z objętościowego hartowania martenzytycznego i niskotemperaturowego odpuszczania.

Hartowanie izotermiczne stali 35CrSiMn5-5-4 z nawęgloną warstwą o powierzchniowej zawartości węgla 0,79% C

Na podstawie analizy wyników badań dylatometrycznych, dla stali 35CrSiMn5-5-4 z nawęgloną warstwą o powierzchniowej zawartości węgla 0,79% C ustalono temperaturę wytrzymania izotermicznego równą 235°C i czas wytrzymania 24 godziny. W wyniku hartowania izotermicznego o podanych powyżej parametrach, w warstwie nawęglonej wytworzono 81% obj. nanobainitu o średniej grubości płytek 76 nm, z austenitem resztkowym w ilości 19 %obj. w postaci bloków i warstw o średniej grubości warstwy 26 nm z zawartością węgla 1,15%. Stwierdzono także obecność wydzielen cementytu. Dla warstwy z powierzchniową zawartością węgla 0,79% po izotermicznej przemianie w temperaturze 235°C- podobnie jak dla warstwy z powierzchniową zawartością węgla 0,65% - nie uzyskano założonej twardości powierzchniowej 700 HV0,2. Wytworzony nanobainit w warstwie powierzchniowej wykazuje wyższą odporność na zużycie ściernie od martenzytu odpuszczonego otrzymanego w wyniku standardowej obróbki cieplnej. Udarność Charpy V rdzenia (w pracy nie podano temperatury próby) po obróbce izotermicznej 235°C - 24 godziny wynosi 10 J i jest zbliżona do udarności rdzenia uzyskanej w wyniku standardowego hartowania i odpuszczania wynoszącej 8 J.

5.5.3. Efekty obróbki II: B-Q&P

Istota obróbki B-Q&P oraz jej różnica w stosunku do hartowania izotermicznego w zakresie bainitycznym polega na dodaniu po etapie częściowej bainityzacji (B) operacji niepełnego hartowania martenzytycznego, po którym następuje kontynuowanie wytrzymania izotermicznego (P). Zgodnie z założeniami, częściowa przemiana martenzytyczna powinna doprowadzić do podwyższenia twardości powierzchniowej warstwy. Obróbkę B-Q&P zastosowano do wariantu nawęglania o powierzchniowej zawartości węgla 0,79%. Wykonano trzy obróbki B-Q&P różniące się czasem wytrzymania w trakcie etapu B, w celu uzyskania w warstwie różnych objętości nanobainitu: 20% obj. (B20QP), 30% obj. (B30QP) i 40% obj (B40QP). Jako temperaturę hartowania martenzytycznego przyjęto 25°C, a czas wytrzymania 60 sekund. Parametry etapu P były następujące: 235°C- 1 godzina. Na podstawie danych dylatometrycznych i pomiarów XRD ustalono, że w wyniku wymienionych obróbek w warstwie nawęglonej otrzymano – odpowiednio – następujące zawartości nanolistew ferrytu bainitycznego: 25, 32 i 41% obj. oraz martenzytu: 47, 42, 33% obj., a pozostałą objętość zajmuje austenit resztkowy występujący w postaci nanowarstw i bloków. W rdzeniu wytworzono mikrostrukturę martenzytyczno - bainityczną, z udziałem austenitu resztkowego.

W wyniku zastosowania obróbek B20QP oraz B30QP uzyskano twardość powierzchniową warstwy powyżej założonego minimalnego poziomu 700 HV0,2. Mikrostruktura wytworzona w nawęglonej warstwie w wyniku zastosowanych wariantów obróbki B-Q&P charakteryzuje się wyższą odpornością na zużycie ściernie od standardowej mikrostruktury odpuszczonego martenzytu. Udarność rdzenia KV

po obróbce B-Q&P wynosząca 15,0-17,5 J jest wyższa niż po obróbce standardowej, ale niższa od założonej do osiągnięcia wartości i aby podwyższyć udarność rdzenia, zmodyfikowano parametry obróbki B-Q&P.

5.5.4. Efekty skorygowanej obróbki II: B-Q&Pc

Korekta wyjściowego wariantu obróbki B-Q&P polega na zastosowaniu chłodzenia z temperatury austenitowania do temperatury bainityzacji izotermicznej równej 235°C różnych szybkości chłodzenia w określonych przedziałach temperatury, w celu wytworzenia w rdzeniu mikrostruktury bainitycznej zamiast bainityczno – martenzytycznej, przy jednoczesnym uzyskaniu wymaganej twardości warstwy powierzchniowej. Tak dobrano czas bainityzacji, aby w warstwie nawęglonej wytworzyć 30% obj. nanobainitu. Wymagane szybkości chłodzenia rdzenia ustalono głównie w oparciu o wyniki badań dylatometrycznych: 10°C/s w zakresie 900 – 400°C, 0,5°C/s w zakresie 400 – 300°C, 0,1°C/s w zakresie 300 – 235°C.

W tej części pracy badania mikrostruktury wykonano metodami SEM i XRD. Po obróbce B-Q&Pc z zastosowaniem wymienionych powyżej parametrów, w warstwie wytworzono strukturę nanobainitu z austenitem reszkowym w ilości 28% obj. o zbliżonym składzie fazowym do mikrostruktury uzyskanej po obróbce B30QP, a w rdzeniu powstał – zgodnie z założeniem – bainit zbudowany z listew lub płytek o submikronowej grubości. W wyniku zastosowania obróbki B-Q&Pc uzyskano powierzchniową twardość warstwy wyższą od założonej wartości minimalnej równej 700 HV_{0,2}, udarność materiału rdzenia KV wyższą od założonej wartości minimalnej równej 27 J, wyższą odporność materiału rdzenia na pękanie wyrażoną współczynnikiem R_s w stosunku do materiału obrobionego cieplnie w sposób standardowy oraz niższą skłonność do odkształceń hartowniczych w porównaniu z materiałem obrobionym cieplnie w sposób standardowy.

5. 6. Komentarz do głównych wniosków z pracy przedstawionych przez Doktoranta

Końcowe podsumowanie wyników badań Doktorant podzielił na trzy części dotyczące zaproponowanych nowych obróbek cieplnych nawęglonych kół zębatych, którymi są:

- hartowanie izotermiczne w zakresie temperaturowym powstawania nanobainitu w warstwie nawęglonej,
- trzyetapowa obróbka B-Q&P obejmująca niepełną przemianę nanobainityczną w warstwie, częściowe hartowanie martenzytyczne i następne wytrzymanie izotermiczne w temperaturze, w której wykonano bainityzację oraz
- obróbka B-Q&Pc uznana przez Doktoranta za finalną, będąca modyfikacją obróbki B-Q&P w zakresie szybkości chłodzenia austenitu do temperatury pierwszego etapu obróbki - B.

Poszczególne części podsumowania zakończone zostały wnioskami. W głównej konkluzji z pracy Doktorant stwierdził, że w efekcie zastosowania opracowanej obróbki B-Q&Pc uzyskano założone w

celach pracy charakterystyki mechaniczne i eksploatacyjne stali 35CrSiMn5-5-4 dla próbek reprezentujących warstwę nawęgloną oraz materiał rdzenia, w szczególności osiągnięto:

- twardość powierzchniową warstwy nawęglonej o strukturze nanobainitycznej powyżej 700 HV_{0,2},
- udarność KV materiału rdzenia powyżej 27 J.

Ponadto, obrobione z zastosowaniem procedury B-Q&Pc próbki charakteryzują się lepszą odpornością na zużycie ściernie i mniejszą skłonnością do odkształceń hartowniczych niż ten sam materiał poddany standardowej obróbce hartowania i niskotemperaturowego odpuszczania.

Komentarz

■ *W porównaniu z klasycznym hartowaniem objętościowym, zastosowanie przemysłowe proponowanej w pracy obróbki cieplnej B-Q&Pc może powodować trudności w dotrzymaniu ustalonych szybkości chłodzenia w zakresach temperatury (900-400)°C / (400-300)°C / (300-235)°C w różnych obszarach przekroju rdzenia zębów i piasty, ze względu na różne wielkości przekroju poszczególnych części zęba i piasty koła zębatego.*

■ *Dla producenta kół zębatach istotne byłoby porównanie właściwości uzyskanych dla stali 35CrSiMn5-5-4 obrobionej cieplnie z zastosowaniem obróbki B-Q&Pc, z właściwościami stali nawęglonej i obrobionej cieplnie według standardowej obróbki cieplnej zastosowanej do gatunku stali przeznaczonego do standardowej obróbki, a nie tylko z wynikami otrzymanymi dla gatunku 35CrSiMn5-5-4 (35HGS), który nie jest stosowany w przemyśle do nawęglania.*

6. Problemy do wyjaśnienia i dyskusji

Poza uwagami zamieszczonymi w powyżej przedstawionej ocenie poszczególnych części rozprawy, na podstawie analizy całości opracowania kieruję do Doktoranta następujące pytania i problemy do dyskusji:

6.1) Jednym z celów aplikacyjnych pracy (str. 46) było: „uzyskanie udarności rdzenia nawęglonej stali KV ≥ 27 J.” W żadnym miejscu w pracy nie podano, jakiej temperatury łamania próbki udarnościowej dotyczy podana wartość energii (należałoby domniemywać, że temperatury otoczenia) oraz nie określono, jaką minimalną wytrzymałość na rozciąganie powinien wykazywać materiał rdzenia. Jednoczesne określenie wymagań dotyczących udarności i wytrzymałości jest istotne, ponieważ dla większości typów mikrostruktury są to wielkości zależne – zwiększenie wytrzymałości powoduje obniżenie udarności i odwrotnie.

6.2) Zawartość krzemu w badanej stali w ilości 1,3%, czyli poniżej granicy zapewniającej zahamowanie wydzielania cementytu w trakcie wytrzymania niskotemperaturowego wynoszącej ok. 1,5%, powoduje zachodzenie procesów przedwydzieleniowych i wydzieleniowych cementytu w trakcie niskotemperaturowego wygrzewania. Powstaje więc pytanie, czy dla stali 35CrSiMn5-5-4 operacja wytrzymania w celu redystrybucji węgla (partitioning) obejmująca także odpuszczanie

martenzytu i bainitu nie powinna nosić nazwy: redystrybucja (węgla) i odpuszczanie (martenzytu i bainitu) - partitioning and tempering- P/T

6.3) W opisie zastosowanych metod badań podano, że zawartość węgla w austenicie resztkowym będzie określana metodą rentgenowską z zastosowaniem pomiarów parametrów komórki elementarnej sieci austenitu, str. 67, wzór (8.2). Jest to bardzo istotny parametr opisujący stopień zaawansowania procesu redystrybucji dyfuzyjnej węgla w trakcie etapu obróbki oznaczonego P (*partitioning*). W pracy wykorzystano tę metodę w bardzo ograniczonym zakresie - znalazłem tylko jeden wynik takiego pomiaru na str. 109. Prosiłbym o skomentowanie niepełnego wykorzystania tej metody do opisu procesów zachodzących w stali w trakcie wygrzewania izotermicznego.

6.4.) W wyniku niepełnego hartowania Q wchodzącego w skład obróbki B-Q&P powstają wyspy martenzytyczno – austenityczne (str. 125), czyli obszary martenzytu sąsiadują z austenitem resztkowym w postaci bloków. Wyjaśnienia wymaga więc, dlaczego obliczenia dotyczących zasięgu redystrybucji dyfuzyjnej węgla w trakcie operacji P, wykonano dla austenitu w postaci nanowarstw, a nie austenitu w postaci bloków – str. 128.

6.5) Do określenia szybkości krytycznych dla początku powstawania w stali poszczególnych składników fazowych w trakcie chłodzenia austenitu wymagany jest wykres przemian fazowych zachodzących w trakcie chłodzenia – CTPc. W pracy do ustalenia wartości krytycznych szybkości chłodzenia stosowano wykresy CTPi, co jest procedurą przybliżoną i może prowadzić do błędów. Wykresy CTPi sporządzono z zastosowaniem chłodzenia z szybkością 100°C/s do temperatury wytrzymania izotermicznego. Czy w pracy nie opracowano wykresów CTPc dla stali 35CrSiMn5-5-4 o badanym składzie chemicznym w stanie wyjściowym i w stanie nawęglonym ?

6.6) Badania mikrostruktury i właściwości warstwy nawęglonej i obrobionej cieplnie wykonano dla dwóch poziomów nawęglania na próbkach o jednorodnej zawartości węgla na przekroju. Nie wykonano badań warstwy pośredniej, występującej w elementach nawęglanych w odległości ok. 0,5 – 2,0 mm od powierzchni. Czy w przypadku stali 35CrSiMn5-5-4 i proponowanej do zastosowania obróbki B-Q&Pc nie istnieje zagrożenie wytworzenia w warstwie pośredniej składników mikrostrukturalnych lub wydzielen mogącym być przyczyną powstawania mikropęknięć w trakcie eksploatacji ?

7. Końcowa ocena rozprawy doktorskiej mgr. inż. Krzysztofa Wasiaka

W oparciu o przeprowadzoną analizę i ocenę rozprawy będącej przedmiotem recenzji pt.: „Kształtowanie mikrostruktury i właściwości nawęglonej stali 35CrSiMn5-5-4 przy wykorzystaniu nowoczesnych metod obróbki cieplnej” stwierdzam, że Doktorant Pan mgr inż. Krzysztof Wasiak wykazał się wysokimi umiejętnościami w zakresie posługiwania się metodami badań

eksperymentalnych i symulacji numerycznych oraz w zakresie krytycznej analizy uzyskanych wyników badań. Przegląd i analiza aktualnego stanu wiedzy w dziedzinie związanej z tematyką rozprawy świadczy o kompetencji naukowej Doktoranta w zakresie inżynierii materiałowej. Jako główne i oryginalne osiągnięcie naukowe Doktoranta uważam podjętą próbę sterowania składem fazowym warstwy nawęglonej i materiału rodzimego (rdzenia) kół zębatych metodą doboru schematów i parametrów operacji obróbki cieplnej oraz zidentyfikowanie możliwości i ograniczeń realizacji takich operacji. W wyniku wykonanych badań Doktorant wykazał prawdziwość tezy rozprawy, że przeprowadzenie procesu nanostrukturyzacji nawęglonej stali 35CrSiMn5-5-4 z wykorzystaniem przemiany bainitycznej pozwala ukształtować w jednym procesie technologicznym taką mikrostrukturę nawęglonej warstwy wierzchniej i rdzenia, która zapewnia właściwości mechaniczne wymagane dla kół zębatych stosowanych w silnie obciążonych przekładniach.

Stwierdzam, że opracowanie pt.: „Kształtowanie mikrostruktury i właściwości nawęglonej stali 35CrSiMn5-5-4 przy wykorzystaniu nowoczesnych metod obróbki cieplnej” spełnia w pełnym zakresie wymagania dotyczące rozprawy doktorskiej zawarte w Ustawie z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dział V - stopnie i tytuł w systemie szkolnictwa wyższego i nauki, Rozdział 2 - Stopień doktora, Art. 187. pkt 1) i wnioskuję o dopuszczenie Pana mgr. inż. Krzysztofa Wasiaka do obrony tej rozprawy.

Prof. dr hab. inż. Bogdan Garbarz

