



AKADEMIA GÓRNICZO-HUTNICZA
IM. STANISŁAWA STASZICA W KRAKOWIE
AGH UNIVERSITY OF SCIENCE
AND TECHNOLOGY

Dr hab. inż. Piotr Bała, prof. AGH

Kraków, dn. 30.11.2021

Wydział Inżynierii Metali i Informatyki Przemysłowej
Akademickie Centrum Materiałów i Nanotechnologii
Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica
Al. A. Mickiewicza 30
30-059 Kraków

RECENZJA

rozprawy doktorskiej **mgr inż. Małgorzaty Łazarskiej**

pt. „**Badanie przemian fazowych w stalach w czasie hartowania przy zastosowaniu emisji akustycznej wspomagane metodą sieci neuronowych**”

Niniejsza recenzja została opracowana na zlecenie Rady Naukowej Instytutu Podstawowych Problemów Techniki Polskiej Akademii Nauk w Warszawie, w związku z uchwałą Rady Naukowej Instytutu z dnia 29 września 2021 roku (pismo z dnia 6 października 2021 roku)

1. Ogólna charakterystyka pracy

Praca doktorska Pani mgr inż. Małgorzaty Łazarskiej, napisana pod kierownictwem prof. dra hab. inż. Zbigniewa Ranachowskiego i dra Ziemowita Klimonda, dotyczy badań przemian fazowych w czasie hartowania izotermicznego w stalach nadeutektoidalnych (stopowej łożyskowej oraz niestopowej narzędziowej) przy zastosowaniu emisji akustycznej wspomaganej metodą sieci neuronowych. Praca ma układ klasyczny i składa się z 2 zasadniczych części (przeglądu literatury oraz części badawczej). Zdaniem Recenzenta poprawnie zbalansowano przegląd piśmiennictwa z częścią badawczą pracy, a przy tym

poprawnie dobrano materiał ilustracyjny. Praca liczy 106 stron, składa się z 6 rozdziałów oraz spisu literatury. Zawiera 51 rysunków i 2 tabele oraz streszczenia w języku polskim i angielskim. We wstępie Autorka uzasadnia swoje zainteresowanie tematem wykorzystania emisji akustycznej do opisu kinetyki przemian fazowych w stalach, a konkretnie przemian fazowych przy hartowaniu izotermicznym. Po wstępie Autorka przedstawiła tezę oraz zakres badań. W rozdziale trzecim opisano przemianę bainityczną oraz martenzytyczną, jak również emisję akustyczną i sztuczne sieci neuronowe. Przegląd literatury jest jasny i zrozumiały. Autorka odnosi się do 146 pozycji literaturowych. Odwołania obejmują głównie specjalistyczne czasopisma naukowe, ale również podstawowe prace głównie w temacie mechanizmu przemiany bainitycznej. Rozdział czwarty to metodyka badań. Główną część rozprawy stanowi rozdział piąty „Wyniki”, w którym Autorka przedstawiła wyniki badań własnych wraz z ich dyskusją. Merytoryczna część rozprawy kończy się rozdziałem „Podsumowanie i wnioski”, w którym zawarto 10 wniosków. Na końcu rozprawy zamieszczony jest spis literatury.

2. Ocena doboru tematyki i zakresu pracy

Rosnące wymagania ekonomiczne, a w ostatnim okresie również ekologiczne, wymuszają nieustanny postęp technologiczny w zakresie wytwarzania i przetwarzania stali i stopów. Poszukuje się m. in. nowych rozwiązań w zakresie procesów obróbki cieplnej, które pozwoliłyby na uzyskanie materiału o lepszych właściwościach użytkowych przy nie zwiększaniu kosztów, a nawet przy ich obniżeniu i ograniczeniu negatywnego wpływu działalności człowieka na otaczające nas środowisko. Zwiększa to również potrzebę poszukiwania nowych metod diagnostycznych do kontroli nowych rozwiązań. Niewątpliwie jednym z ciekawszych obszarów poszukiwań jest hartowanie izotermiczne bainityczne czy też partitioning. Istotne dla opisu przemian fazowych przy ww. procesach jest identyfikacja rodzaju przemiany, czasu ich trwania i zmian w ich intensywności, co w przypadku procesów biegnących jednocześnie, jak ma to miejsce przy hartowaniu izotermicznym, jest zagadnieniem niezwykle złożonym. Dlatego uważam, że problematyka naukowa podjęta w opiniowanej rozprawie doktorskiej Pani Małgorzaty Łazarskiej patrząc z punktu widzenia metodyki badawczej jest nowatorska, a z punktu widzenia obróbki cieplnej stali istotna.

W oparciu o studia literaturowe i wyniki własnych badań doświadczalnych sformułowano tezę pracy: „Zastosowanie metody emisji akustycznej i analiza zarejestrowanego sygnału

akustycznego przy pomocy sztucznej sieci neuronowej umożliwia identyfikację faz przemiany bezdyfuzyjnej w wybranych stalach stopowych i węglowych oraz prześledzenie zmian ich intensywności w funkcji czasu”. Teza ta, choć na pierwszy rzut oka wydaje się trochę oczywista, w rzeczywistości taka nie jest. Złożoność przemian fazowych przy hartowaniu izotermicznym, w tym w szczególności w stalach stopowych, powoduje duże problemy w interpretacji osiągniętych rezultatów. Nie komplikując tezy pracy Autorka ustrzegła się więc błędu formułowania zbyt konkretnie „skrojonej” tezy pod przewidywane zjawiska. Warto podkreślić, że praca ma zarówno charakter badań podstawowych jak i stosowanych.

3. Opis metodyki badawczej

Do zweryfikowania postawionej tezy badawczej Autorka użyła dwóch stali nadeutektoidalnych, tj. łożyskowej 100CrMnSi6-4 oraz niestopowej narzędziowej C105U. Stale te poddano hartowaniu izotermicznemu w zakresie temperatur poniżej, w pobliżu i powyżej ich temperatur Ms. Temperatury te wyznaczono na podstawie badań dylatometrycznych. Hartowanie izotermiczne wykonano w specjalnie dla tego celu zbudowanym stanowisku do hartowania izotermicznego. Do analizy przemian fazowych przechłodzonego austenitu ww. stalach w warunkach izotermicznych zastosowano metodę emisji akustycznej. Osiągnięte wyniki poddano dalszej analizie przy użyciu sztucznej sieci neuronowej, które następnie weryfikowano przy pomocy obserwacji metalograficznych przy użyciu mikroskopu świetlnego i mikroskopu elektronowego skaningowego.

4. Ocena merytoryczna pracy

Oceniając pracę od strony merytorycznej, należy stwierdzić, że zarówno zaplanowane eksperymenty i interpretacja wyników wykonane są poprawnie i jako całość nie budzą zastrzeżeń. Praca napisana jest w sposób przemyślany, począwszy od przeglądu literatury, w którym Autorka dobrze wprowadziła w zagadnienia przemiany bainitycznej oraz emisji akustycznej i sztucznych sieci neuronowych, przez metodologię, gdzie w sposób prosty i przejrzysty wyjaśniła co, jak i w jakim celu wykonano, po opis wyników badań własnych i analizę wyników, na podstawie których wykazała, że zastosowanie metody emisji akustycznej z następną analizą zarejestrowanego sygnału akustycznego przy pomocy sztucznej sieci neuronowej umożliwia identyfikację faz przemiany bezdyfuzyjnej w wybranej stali stopowej i niestopowej. Rozprawę doktorską Pani mgr inż. Małgorzaty Łazarskiej oceniam pozytywnie.

Za największe osiągnięcie Autorki uważam rozdzielenie zdarzeń emisji akustycznej na podstawie ich energii i skorelowanie ich z odpowiednimi wzorcami. Niemniej jednak podczas jej uważnej lektury nasuwają się pewne spostrzeżenia natury polemicznej i krytycznej oraz uwagi szczegółowe (natury edycyjnej oraz inne drobne uwagi), które wyrażam poniżej:

Uwagi ogólne i dyskusyjne:

1. Teza sugeruje, iż badano wybrane stale stopowe i wybrane niestopowe, przy czym w rzeczywistości w pracy zawarto wyniki dla jednej wybranej stali stopowej i jednej wybranej stali niestopowej.
2. Na stronie 17 wg zamieszczonego schematu patentowanie zaliczono do metod hartowania powierzchniowego. Nie jest to hartowanie.
3. Również na stronie 17 znajduje się stwierdzenie: „...zatem znacząca jest wielkość ziarna oraz forma związku węgla, mianowicie cementyt i węgliki”. Nie odnosząc się do stwierdzenia forma węgla, warto zadać proste pytanie czy cementyt nie jest węglikiem?
4. W pracy znajdują się sprzeczne opinie Autorki na temat ekonomiczności procesu hartowania izotermicznego. Strona 17 „... w ostatnim czasie bardzo popularnym i ekonomicznym zabiegiem cieplnym ...” natomiast na stronie 19 w odniesieniu do kontroli czasu i temperatury hartowania izotermicznego „mogą istotnie skomplikować zaprojektowanie procesu i zasadniczo zwiększyć jego koszt”.
5. Hartowanie izotermiczne nie jest ulepszeniem cieplnym, co błędnie Autorka sugeruje na stronie 19 rozprawy.
6. Na stronie 17 Autorka stwierdza, że wielkość ziarna austenitu ma istotne znaczenie, ponieważ wielkość nowo powstałego ziarna jest taka sama. Nie zgadzam się z takim stwierdzeniem. To właśnie wielkość ziarna byłego austenitu ma duży wpływ na właściwości stali hartowanych i odpuszczanych, w tym w szczególności na jej udarność. Być może nie zrozumiałem intencji, proszę o komentarz co Autorka miała na myśli pisząc nowo powstałe ziarno?
7. Na stronie 29 rozprawy Autorka stwierdza, że „...a także produktów przemiany austenitu, takich jak np. martenzyt, czy austenit szczątkowy”. Trudno się zgodzić z tym stwierdzeniem, że austenit szczątkowy jest produktem przemiany austenitu.
8. Na stronie 51 znajduje się stwierdzenie odnoszące się do roli chromu w stalach. Wg Autorki chrom zwiększa twardość stali w wyniku zwiększenia udziału objętościowego

węglików. Zwiększenie udziału objętościowego węglików nie zwiększy twardości, lecz, jak słusznie konkluduje Autorka rozprawy, zwiększy odporność na ścieranie.

9. W opisie stali C105U (strona 52) znajduje się stwierdzenie, że jest odporna na korozję. Trudno się z tym zgodzić.
10. Nie wyjaśniono dlaczego hartowano badane stale właśnie z temperatury 950°C. Zwiększa to zdecydowanie udział objętościowy oraz stabilność austenitu szczątkowego i jest dalekie od warunków obróbki cieplnej tych stali w warunkach przemysłowych.
11. Z zamieszczonego na stronie 54 opisu badań dylatometrycznych wynika, że próbki austenitizowano przez czas krótszy (900 s) niż miało to miejsce w eksperymencie głównym (1800 s). Jeśli tak było, to miało to wpływ na wyznaczone temperatury Ms, które moim zdaniem w badaniach dylatometrycznych wyznaczono zbyt dokładnie, z dokładnością do 1°C. Wykonano bowiem po jednym przebiegu.
12. Szkoda, że nie wykorzystano badań dylatometrycznych do zasymulowania całego procesu hartowania izotermicznego. Dałoby to informację, co dzieje się podczas chłodzenia, po takim wytrzymaniu.
13. Na stronie 61 znajduje się stwierdzenie, że w trakcie hartowania izotermicznego najpierw zachodzi przemiana austenitu w bainit zarodkujący na midribach, a następnie bainit górny transformuje się w bainit dolny. Jak bainit górny może transformować się w bainit dolny? Proszę o komentarz.
14. Czy obserwowane zdarzenia emisji akustycznej o niskiej energii mogą być związane z wydzielaniem się węglików ϵ ? Autorka jednoznacznie stwierdza na stronie 84, że niskie energie pochodzą od tła. W obu badanych stalach w takich warunkach dochodzi do wydzielania ww. węglików.
15. Na stronie 91 rozprawy znajduje się stwierdzenie „W wyniku krótszych czasów przemiany na niektórych płytkach posiadających odpowiednią orientację krystalograficzną ...”. Nasuwa się proste pytanie jaka to jest odpowiednia orientacja krystalograficzna?
16. W jaki sposób Autorka rozprawy chce wykorzystać osiągnięte wyniki do projektowania optymalnych metod obróbki cieplnej? Stwierdzenie ze strony 92.
17. Na stronie 92 Autorka twierdzi, że w celu uniknięcia pasmowości cementytu należy zmienić warunki standardowej obróbki cieplnej i odpowiednio dobrać warunki austenitizacji. Pytanie jak? I jak się to ma do prezentowanych w pracy wyników badań?

18. Wniosek 3 jest oczywiście poprawny, ale nie był przedmiotem badań i na podstawie przedstawionych wyników nie można było tego stwierdzić.
19. Wniosek 4 rozprawy jest nieuprawniony. Stwierdza bowiem, że otrzymano mikrostrukturę składającą się z cząstek węglików o złożonej dyspersji w osnowie bainityczno-martensytycznej. W rozprawie nie ma pokazanych wyników badań wskazujących na analizę węglików oraz analizy udziału objętościowego austenitu szczątkowego.
20. Szkoda, że nie określono udziału objętościowego austenitu szczątkowego w badanych stalach po wykonanym hartowaniu izotermicznych przy użyciu metody XRD i nie zbadano twardości badanych stali po takim hartowaniu. Dla pełnego opisu mikrostruktury, w tym w szczególności węglików, należało użyć mikroskopii elektronowej transmisyjnej.

Uwagi szczegółowe:

1. Strona 10. Nauka o materiałach i metaloznawstwo mieszczą się w inżynierii materiałowej.
2. Strona 10. Błąd stylistyczny „...badacze zaproponowali zastosowali...”
3. Strona 10. Błąd stylistyczny „Wykres CTPi stał się podstawą dla wielu dalszych badań izotermicznego tego procesu”
4. Strona 11. „... zawartości węgla w zakresie 0,75%...” Jeżeli zakres to od do.
5. W całej pracy zamiennie używane jest słowo struktura i mikrostruktura. Nie jest błędem używanie tylko słowa struktura, czy też tylko mikrostruktura. Błędem jest używanie ich wymiennie.
6. Nie używa się już pojęcia stal węglowa, wg wprowadzonej stosownej normy mamy stale niestopowe.
7. Strona 18. „... uniknięcia przerostu ziarna ...”. Mówi się o rozroście ziarna.
8. Strona 26. Rysunek 5 ma błędny opis. c,d) obrazy mikroskopowe SEM, w rzeczywistości nimi nie są.
9. Strona 29. Rysunek 8 nie zawiera wykresu CTP lecz ogólny schemat.
10. Strona 31, 32 i 33. Węglikami się nie wytrącają, lecz wydzielają.
11. Strona 55 Znajduje się literówka zmieniająca sens wypowiedzi. Jest napisane o świetnym mikroskopie, a powinno być świetlnym.

12. Strona 84. „...utwory martenzytu...” bardzo niefortunne stwierdzenie.
13. Na rysunku 49 ze strony 49 nie widać nic. Źle dobrano powiększenie.
14. W pracy znaleziono inne niewymienione wyżej literówki lub błędy stylistyczne, które wskazano Doktorantce.

Wszystkie przedstawione uwagi mają charakter uzupełniający i dyskusyjny oraz nie wpływają na obiór pracy. Moim zdaniem Autorka poradziła sobie z rozwiązaniem sformułowanego problemu badawczego i potwierdziła postawioną tezę.

5. Wniosek końcowy

Podsumowując stwierdzam, że rozprawa jest dobrze ulokowana w obecnym stanie wiedzy, została wykonana i napisana poprawnie. Zamieszczone uwagi nie mają wpływu na przejrzystość i zrozumienie pracy jak również na moją pozytywną opinię o całości pracy.

Po zapoznaniu się z rozprawą doktorską mgr inż. Małgorzaty Łazarskiej pt.: „Badanie przemian fazowych w stalach w czasie hartowania przy zastosowaniu emisji akustycznej wspomaganie metodą sieci neuronowych” stwierdzam, że spełnia ona wymagania formalne stawiane rozprawom doktorskim zawarte w stosownej ustawie oraz wnioskuję do Rady Naukowej Instytutu Podstawowych Problemów Techniki Polskiej Akademii Nauk w Warszawie o dopuszczenie jej do publicznej obrony.



Dr hab. inż. Piotr Bała, prof. AGH